

# UNIVERSIDAD NACIONAL DE CÓRDOBA

Facultad de Ciencias Exactas Físicas y Naturales

Doctorado en Ciencias de la Ingeniería

Tesis Doctoral



## ESTABILIZACIÓN DE GERMEN DE TRIGO MEDIANTE LECHO FLUIDIZADO

Autor: Ing. Renato D. Gili

Director: Dr. Pablo D. Ribotta

Marzo de 2018

# ESTABILIZACIÓN DE GERMEN DE TRIGO MEDIANTE LECHO FLUIDIZADO

*por*

Ing. Qco. Renato D. GILI

Dr. Pablo D. RIBOTTA  
Director

COMISIÓN ASESORA:

Dr. Pablo D. Ribotta  
ICYTAC-CONICET-UNC

Dra. María Cecilia PENCI  
ICYTAC-CONICET-UNC

Dra. Marcela Lilian MARTINEZ  
IMVIB-CONICET-UNC

Esta Tesis fue enviada a la Facultad de Ciencias Exactas Físicas y Naturales de la Universidad Nacional de Córdoba para cumplimentar los requerimientos de obtención del grado académico de Doctor en Ciencias de la Ingeniería.

Córdoba, Argentina  
Marzo de 2018



A mi familia, padres, familia política y amigos,  
por su paciencia, apoyo y comprensión...

## **AGRADECIMIENTOS**

A CONICET por otorgarme la beca doctoral que me permitió elaborar la presente Tesis Doctoral.

Al Instituto de Ciencia y tecnología de los Alimentos (FCEFN-UNC), al Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos Córdoba (UNC-CONICET), al Centro de Investigación y Desarrollo en Criotecnología de Alimentos (UNLP-CONICET) y a la Escuela de Ingeniería Química (FCEFN-UNC) por permitirme llevar a cabo las tareas de investigación en sus instalaciones.

Al personal del ICTA por el apoyo y asesoramiento recibido durante todos estos años de trabajo.

Al Dr. Pablo Daniel Ribotta, a la Dra. María Cecilia Penci, a la Dra. Marcela L. Martinez y al Ing. Pablo M. Palavecino por la dedicación, permanente apoyo, asesoramiento, ayuda y compañerismo que me brindaron durante el desarrollo del presente trabajo.

Al Dr. Sergio A. Giner y al Dr. R. Martín Torrez Irigoyen por el asesoramiento brindado durante los trabajos realizados en el CIDCA.

A mi familia por el apoyo, la comprensión y la contención incondicional que me brindaron en esta importante etapa

# ÍNDICE GENERAL

RESUMEN .....	1
SUMMARY .....	3
RESUMO .....	5
1 Introducción general.....	7
Objetivo General .....	18
Objetivos Específicos: .....	18
2 Caracterización del germen de trigo.....	19
2.1 Lista de abreviaturas .....	20
2.2 Antecedentes .....	22
2.3 Materiales y métodos .....	23
2.4 Resultados y discusión.....	41
2.5 Conclusiones .....	57
3 Modelado matemático de la transferencia de calor y masa en lecho fluidizado .....	58
3.1 Lista de abreviaturas .....	59
3.2 Antecedentes .....	61
3.3 Materiales y métodos .....	62
3.4 Resultados y discusión.....	69
3.5 Conclusiones .....	78
4 Estabilización de germen de trigo mediante lecho fluidizado.....	79
4.1 Lista de abreviaturas .....	80
4.2 Antecedentes .....	81
4.3 Materiales y métodos .....	82
4.4 Resultados y discusión.....	85

4.5	Conclusiones .....	94
5	Estabilización de germen de trigo mediante calentamiento infrarrojo .....	96
5.1	Lista de abreviaturas.....	97
5.2	Antecedentes .....	98
5.3	Materiales y métodos .....	100
5.4	Resultados y discusión.....	104
5.5	Conclusiones .....	117
6	Análisis sensorial de germen de trigo.....	118
6.1	Antecedentes .....	119
6.2	Materiales y métodos .....	120
6.3	Análisis estadístico de los resultados .....	121
6.4	Resultados y discusión.....	122
6.5	Conclusiones .....	131
7	Conclusiones y perspectivas futuras .....	132
	Bibliografía .....	135

## RESUMEN

El germen de trigo es el embrión del grano de trigo y presenta un elevado contenido de tocoferoles, lípidos y proteínas de alta calidad. A pesar de sus buenas características nutricionales, contiene enzimas con elevada actividad que generan pérdidas en su calidad lo que limita su periodo de aptitud, y por esta razón es removido del proceso de molienda de trigo. Los volúmenes de producción de este subproducto industrial lo convierten en un material con un gran potencial para agregarle valor y así aprovecharlo para consumo humano. En el presente trabajo se caracterizó física, química y geoméricamente las partículas de germen de producción industrial. Se determinaron los parámetros de diseño para un proceso de estabilización térmica mediante fluidificación con aire, proceso que permitió limitar la actividad de las enzimas presentes en el germen. Las dimensiones de las partículas fueron determinadas mediante análisis de imágenes y sus parámetros geoméricos fueron calculados junto a la densidad y porosidad de lecho fijo. Los estudios fluido-dinámicos permitieron determinar los coeficientes laminar ( $277,46 \pm 17,48$ ) y turbulento ( $7,79 \pm 0,69$ ) de la ecuación de Ergun, necesarios para determinar la velocidad de mínima fluidificación del germen ( $0,35 \pm 0,02$  m/s). Se modeló matemáticamente la transferencia de masa y energía en el proceso de estabilización térmica de germen mediante lecho fluidizado con temperaturas de aire de entrada comprendidas en el rango 90-150°C. El coeficiente de difusión de agua efectivo varió entre  $3,22 \times 10^{-11}$  y  $2,38 \times 10^{-10}$  m<sup>2</sup>/s. Los valores del coeficiente de difusión y la energía de activación determinada (39,27 kJ/mol) estuvieron dentro de los valores esperados para el procesado de alimentos a elevadas temperaturas. El balance macroscópico de energía fue resuelto para el sistema, los coeficientes de transferencia de calor efectivos se estimaron a partir de los datos experimentales, los mismos estuvieron comprendidos entre 7,87 y 16,55 W/m<sup>2</sup>°C. Con el fin de inactivar las enzimas presentes en la matriz y extender la vida útil del germen reduciendo las pérdidas en el contenido de tocoferoles, se analizaron los efectos de dos procesos térmicos. El germen de trigo fue sometido a diferentes tratamientos térmicos mediante lecho fluidizado (LF) y mediante calentamiento infrarrojo (IR). Las actividades residuales finales ( $\Delta GA/\Delta GA_0$ ), después de 15 minutos de tratamiento térmico mediante LF, fueron 15,5%, 34,1% y 69,1% para 150; 130 y 110 °C, respectivamente. El elevado contenido de tocoferoles totales (TTC) se mantuvo en el germen tratado térmicamente. Los parámetros de color de las muestras tratadas térmicamente mediante LF fueron similares a los de la muestra cruda. Se aplicó un modelo de primer orden para describir la cinética de inactivación lipásica mediante LF.

En el proceso de calentamiento IR, el efecto de las variables tiempo de tratamiento, distancia emisores-muestra y potencia aplicada fueron optimizadas mediante la utilización de la



metodología de superficie de respuestas. El tratamiento óptimo obtenido ( $4800 \text{ W/m}^2$ , 3 min y 0,2 m) permitió mantener sin variaciones significativas el TTC ( $p \leq 0,05$ ). Las muestras de germen estabilizadas mediante IR y crudas fueron almacenadas durante 90 días bajo condiciones controladas de temperatura ( $25^\circ\text{C}$ ). Las muestras crudas tuvieron una vida útil no mayor a 10 días debido al desarrollo de altos valores de acidez en el aceite, mientras que para las muestras tratadas mantuvieron su calidad química por al menos 90 días.

Finalmente, se llevó a cabo el análisis sensorial descriptivo y de preferencia de las muestras de germen sin tratar y las muestras estabilizadas de acuerdo a las condiciones óptimas de los procesos de LF e IR determinadas en el presente trabajo. El análisis sensorial descriptivo, permitió obtener el perfil sensorial del germen y evaluar los efectos de los procesos térmicos de estabilización, mientras que el análisis de preferencia determinó que la muestra estabilizada mediante lecho fluidizado fue la de mayor agrado.

Es importante destacar que los desarrollos logrados brindan a los molinos harineros la posibilidad, mediante la aplicación de un proceso térmico corto con elevada capacidad de adaptación a las actuales operaciones de molienda, de ampliar su oferta de productos agregándole valor a un subproducto del proceso. Los tratamientos térmicos no afectaron la cantidad y proporción de tocoferoles del germen, es decir, no se detectó efecto negativo sobre estos componentes tan importantes nutricionalmente. En este sentido, los resultados mostraron que la estabilización térmica lograda mediante la aplicación de ambas tecnologías permitió obtener un ingrediente de atractivas características nutricionales para su consumo directo o la formulación de alimentos, lo que puede mejorar la competitividad de los molinos.

## SUMMARY

Wheat germ is the embryo of wheat seed and contains a high level of tocopherols and high quality fatty acids and proteins. Despite of its valuable nutritional characteristics, it contains enzymes with high activity, which generates a detriment on its quality limiting its shelf life, and due to this the germ is removed from the milling process. The large production of this industrial by-product makes it a material with great potential to add value and use it to human consumption. In the present work, the industrial wheat germ particle was physically, chemically and geometrically characterized. The design parameters of hot air fluidization process were determined, which allow to inactivate the enzymes. Dimensions of wheat germ particle were determined by image analysis and, the geometric parameters were calculated. Fixed bed density and void fraction were measured. The fluid-dynamic analysis let us to determine the turbulent ( $7.79 \pm 0.69$ ) and laminar ( $277.46 \pm 17.48$ ) coefficients from Ergun equation, necessary to obtain the minimum fluidization velocity ( $0.35 \pm 0.02$  m/s). The mass and heat transfer were mathematically modeled for the stabilization process of germ by fluidization in a thin layer, temperatures between 90 and 150°C were analyzed. The effective diffusion coefficient varied between  $3.22 \times 10^{-11}$  y  $2.38 \times 10^{-10}$  m<sup>2</sup>/s. Effective diffusion coefficient and activation energy (39.27 kJ/mol) calculated were in agreement with the literature values to high temperature processing of food products. The macroscopic energy balance was solved. The effective heat transfer coefficients were estimated from the experimental data, its values were between 7.87 y 16.55 W/m<sup>2</sup>°C. With the purpose of inactivate the mentioned enzymes and with this extend the wheat germ shelf life, the effects generated for two different thermal treatments on wheat germ particles were analyzed. Several thermal stabilization treatments by fluidization (LF) and by infrared heating (IR) were performed to the germ particles. The final residual lipase activities ( $\Delta GA/\Delta GA_0$ ) for each temperature were 15.5%, 34.1% and 69.1% to 150; 130 y 110 °C, respectively. The high total tocopherol content of germ was kept despite the intense thermal treatment applied. Color parameters of raw and LF stabilized germ were similar. The lipase inactivation in LF treatments was analyzed by a first order kinetic model. The effects of treatment time, emitter-sample distance and infrared radiation intensity on the wheat germ particles were analyzed. The process conditions were optimized by the application of the response surface methodology. The optimal treatment determined (4800 W/m<sup>2</sup>, 3 min y 0,2 m) allowed keep without significant modifications the TTC ( $p \leq 0,05$ ) of treated wheat germ. Raw and IR stabilized wheat germ samples were stored under controlled conditions (25°C) for 90 days. Raw wheat germ could not maintain the oil quality after 10 days of storage, despite of IR wheat germ keeps the oil chemical quality at least 90 days of storage.

Finally, a descriptive and preference sensorial analysis were performed to the raw and stabilized germ (by applying the optimum treatments determined for each technology in the present work).

A descriptive analysis was performed to obtain the sensorial profile of raw and stabilized germs. This methodology let us quantify significantly the effects generated by the stabilization treatments in the germ particles. Furthermore, a preference sensorial analysis was done, which determined that the stabilized wheat germ by fluidized bed was most preferred.

It is important to highlight that the production reached during the present research work provides to the milling industry the possibility of extending its product offer by applying a short, and high temperature process with a high capacity of be adapted to the installed infrastructure. The applied thermal treatments did not affect the quantity and relative proportion of tocopherols of the germ, thus no negative effect was detected on these important nutritional components. Additionally, the obtained results showed that the wheat germ stabilization performed by IR and LF, allowed got an excellent quality food or food ingredient for human consumption that contribute to improve the industry competitiveness

## RESUMO

O gérmen de trigo é o embrião do grão de trigo e possui alto teor de tocoferóis, lipídios e proteínas de alta qualidade. Embora suas boas características nutricionais, o gérmen contém enzimas com alta atividade que provocam perdas nutricionais limitando seu período de aptidão e, por isso, é removido no processo de moagem para produção de farinha de trigo. As grandes quantidades produzidas deste subproduto industrial outorgam-lhe um grande potencial para o agregado de valor e assim aproveitá-lo para consumo humano. Neste trabalho, as partículas de gérmen da produção industrial foram caracterizadas fisicamente, quimicamente e geometricamente. Determinaram-se os parâmetros para um processo de estabilização térmica por fluidificação com ar, este processo permitiu limitar a atividade das enzimas presentes no gérmen. As dimensões das partículas foram determinadas por análise de imagens e seus parâmetros geométricos foram calculados em conjunto com a densidade e porosidade do leito fixo. Os estudos de dinâmica de fluidos permitiram determinar os coeficientes laminar ( $277,46 \pm 17,48$ ) e turbulento ( $7,79 \pm 0,69$ ) da equação de Ergun, necessários para determinar a mínima velocidade de fluidificação do gérmen ( $0,35 \pm 0,02$  m/s). Analisou-se a cinética de secagem do gérmen por meio de um leito fluidizado com temperaturas do ar de ingresso incluídas no intervalo 90-150°C. Aplicaram-se soluções analíticas para resolver o balanço microscópico de massa para a partícula. O coeficiente efetivo de difusão oscilou entre  $3,22 \times 10^{-11}$  e  $2,38 \times 10^{-10}$  m<sup>2</sup>/s. Os valores do coeficiente de difusão e da energia de ativação determinados (39,27 kJ / mol) estão dentro dos parâmetros esperados para a secagem de alimentos em altas temperaturas. Os coeficientes efetivos de transferência de calor foram estimados a partir do balanço energético macroscópico com dados experimentais, estes alcançaram valores entre 7,87 y 16,55 W/m<sup>2</sup>°C. Procurando inativar as enzimas presentes na matriz e assim prolongar sua vida útil reduzindo as perdas no conteúdo de tocoferóis, foram analisados os efeitos de dois processos térmicos. O gérmen de trigo foi submetido a diferentes tratamentos térmicos por meio de um leito fluidizado (LF) e por aquecimento infravermelho (IR). Os tratamentos aplicados em LF provocaram uma inativação enzimática considerável no gérmen, as atividades residuais finais ( $\Delta GA/\Delta GA_0$ ) das lipases foram reduzidas a 15,5%, 34,1% y 69,1% para 150; 130 y 110 °C, respectivamente. O conteúdo de tocoferóis (TTC) das amostras tratadas não foi significativamente afetado pelos tratamentos aplicados ( $p \leq 0,05$ ). Os parâmetros de cor das amostras tratadas foram estatisticamente iguais aos parâmetros da amostra sem tratamento ( $p \leq 0,05$ ). Aplicou-se um modelo de primeira ordem para descrever a cinética da inativação da lipase por LF. No processo de aquecimento IR, o efeito das variáveis: tempo de tratamento, distância dos emissores com a amostra e potência aplicada foram otimizados usando a metodologia da superfície de resposta, o tratamento ótimo alcançado (4.800 W/m<sup>2</sup>, 3 min y 0,2

m) não afetou significativamente o TTC ( $p \leq 0,05$ ). As amostras de gérmen estabilizadas por IR e as não tratadas foram armazenadas durante 90 dias em condições de temperatura controlada (25 ° C). As amostras não tratadas tiveram uma vida útil de 15 dias, enquanto as amostras tratadas mantiveram sua qualidade química durante pelo menos 90 dias.

O gérmen não tratado e as amostras obtidas após a aplicação dos tratamentos por aquecimento de LF e IR obtidos no presente trabalho de pesquisa foram analisados por análise sensorial descritiva, que permitiu obter o perfil sensorial do gérmen e avaliar os efeitos dos processos de estabilização térmica. Além disso, foi realizada uma análise sensorial de preferência, que determinou que a amostra estabilizada pelo leite fluidizado resultasse mais agradável.

É importante notar que os resultados alcançados proporcionam aos moinhos de farinha a possibilidade de ampliar a oferta de produtos adicionando valor a um subproduto, através da aplicação de um processo térmico de curta duração com alta capacidade de adaptação aos atuais processos de moagem. No mesmo sentido, estes resultados permitem melhorar a competitividade das empresas, comercializando um ingrediente adequado para a formulação de alimentos com características nutricionais atraentes para o consumo humano. Finalmente, os tratamentos térmicos não afetaram a quantidade e a proporção de tocoferóis do gérmen, ou seja, nenhum efeito negativo foi detectado nesses importantes componentes nutricionais.

# CAPÍTULO

## 1

### **Introducción general**

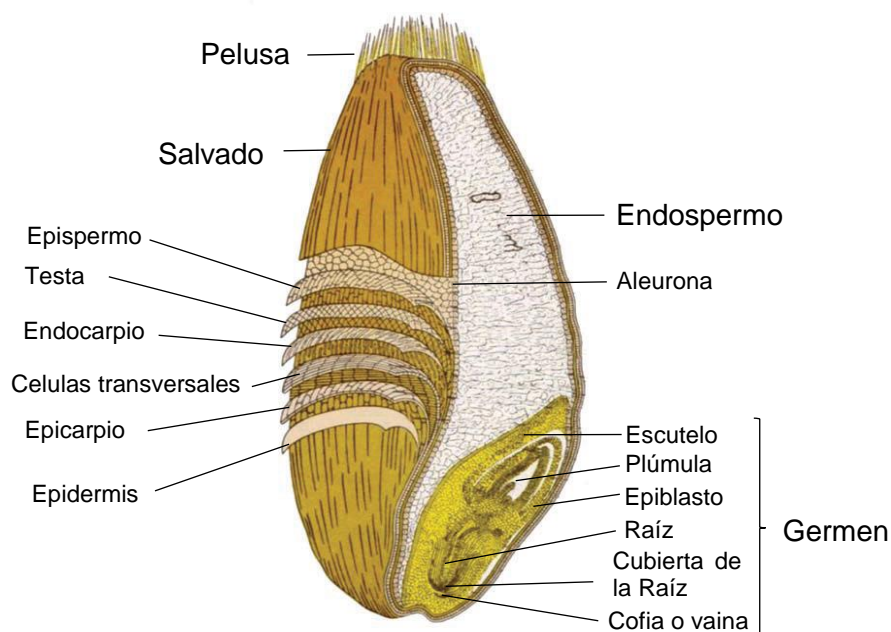
El trigo, el arroz y el maíz son los principales cereales alimentarios en el mundo. Su cultivo y domesticación permitió el desarrollo de las civilizaciones como actualmente las conocemos y promovió la evolución cultural de los seres humanos permitiendo garantizar la provisión de alimentos, independizándose de la caza y la recolección, dando origen a la urbanización y con ello, abandonando lo que se conoce como la era prehistórica.

Con el nombre de “trigo” se denomina al conjunto de especies, tanto cultivadas como silvestres, que pertenecen al género *Triticum*. Esta amplia categorización ocasiona que existan diferentes tipos de trigo, aunque comercialmente las más importantes son tres: Trigo común o trigo pan (*Triticum aestivum* L. subsp. *aestivum*, también llamado *triticum vulgare*), del cual se obtienen harinas con buenas propiedades para la elaboración de productos leudados; el trigo club (*Triticum aestivum* L. subsp. *compactum* (Host) Mackey), que presenta granos blandos con bajo contenido de proteína, del que se obtienen harinas aptas para elaborar ciertos tipos de productos de panificación que no requieren una estructura fuerte (harinas de gluten débil) por ejemplo bizcochuelos y galletitas; y el trigo duro o candeal (*Triticum turgidum* L. subsp. *durum* (Desf.) Husn.), generalmente utilizado para la obtención de sémolas para la producción de pastas (León y Rosell, 2007).

Actualmente la producción mundial de trigo es de aproximadamente 755 millones de toneladas, de las cuales aproximadamente 17,5 millones de toneladas se obtuvieron en Argentina durante la campaña 2016/2017 (USDA, 2017). En nuestro país, el cultivo de trigo se introdujo desde Europa y fue sembrado en el país por primera vez en el año 1.527, aunque su verdadero avance como cultivo se inicia en la década de 1.880 con el establecimiento de las primeras colonias agrícolas en la región de la pampa húmeda (Barsky et al. 1991). En la actualidad, el trigo en Argentina es el cereal invernal de mayor importancia por área y volumen de producción.

Los granos de trigo son cariósides, de forma ovalada con sus extremos redondeados. Están formados por tres partes principales (Figura 1.1): la primera, el salvado es la cubierta externa o pericarpio que envuelve a la semilla; la segunda el endospermo, parte interna del grano, en él se almacenan las proteínas de reserva y el almidón, representa el 82% del peso del grano y la tercera parte es el germen o embrión (representa aproximadamente el 3% del peso del grano), el cual es una parte separada del grano rica en lípidos no saturados, contiene una elevada proporción de proteínas y es la responsable del desarrollo de la nueva planta (León y Rosell, 2007). El germen de trigo es una fuente única de nutrientes altamente concentrados, contiene tres veces más proteína de elevado valor biológico, siete veces más lípidos y seis veces más contenido minerales en comparación con la harina del endospermo. Además, el germen es la fuente natural más rica de tocoferoles (vitamina E) de origen vegetal, a su vez es destacable su contenido de tiamina, riboflavina y niacina. Su estructura puede dividirse en 3 secciones, la primera llamada eje embrionario, que está compuesto por un brote (plúmula) que apunta hacia la pelusa del grano y

una raíz primaria apuntando hacia la base, la cual está protegida por una cubierta y una vaina. La segunda sección conocida como escutelo está ubicada junto al eje embrionario del lado más cercano al endospermo. Durante la germinación, el escutelo cumple la función de suministrar el alimento almacenado en el endospermo. La tercera sección llamada epiblasto presenta una estructura en forma de escamas con poca importancia morfológica (Shurpalekar y Rao, 1977).



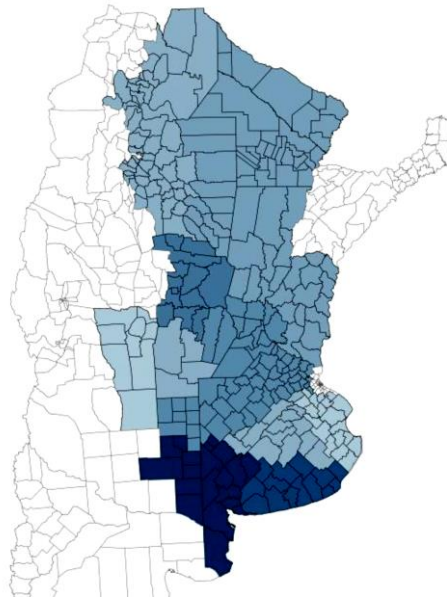
**Figura 1.1** Esquema del grano de trigo (Juárez et al. 2014).

De acuerdo al Código Alimentario Argentino (CAA), (artículo 657) (CAA, 2012), el *Triticum aestivum* o trigo pan se caracteriza por presentar un grano de forma elíptica, más o menos redondeado, de color rojizo-amarillento, grisáceo o combinaciones de estos colores, de aspecto opaco, fractura almidonosa, no quebradizo; de gluten húmedo elástico y extensible; con buen o muy buen valor panadero y con un peso de 30-40 g los 1.000 granos; mientras que, el *Triticum durum* (Candeal y Taganrock) o trigo fideos, presenta un grano de forma elíptica sensiblemente alargado, de color ámbar claro, aspecto traslúcido, fractura vítrea y gran friabilidad, con gluten húmedo, corto y duro no apto para panificación con un peso de 50-60 g cada 1.000 granos.

La industria molinera nacional está radicada principalmente en zonas productoras de trigo (ver Figura 1.2) debido a las ventajas económicas que esto ofrece respecto al transporte de materia prima y distribución de producto terminado. El producto principal de la molienda del trigo pan es la harina del tipo “000” y “0000”, mientras que las sémolas de trigo pan, harina “00”, harina “0” y “1/2 0” son de menor importancia. En promedio los molinos de harina de trigo obtienen cada 100



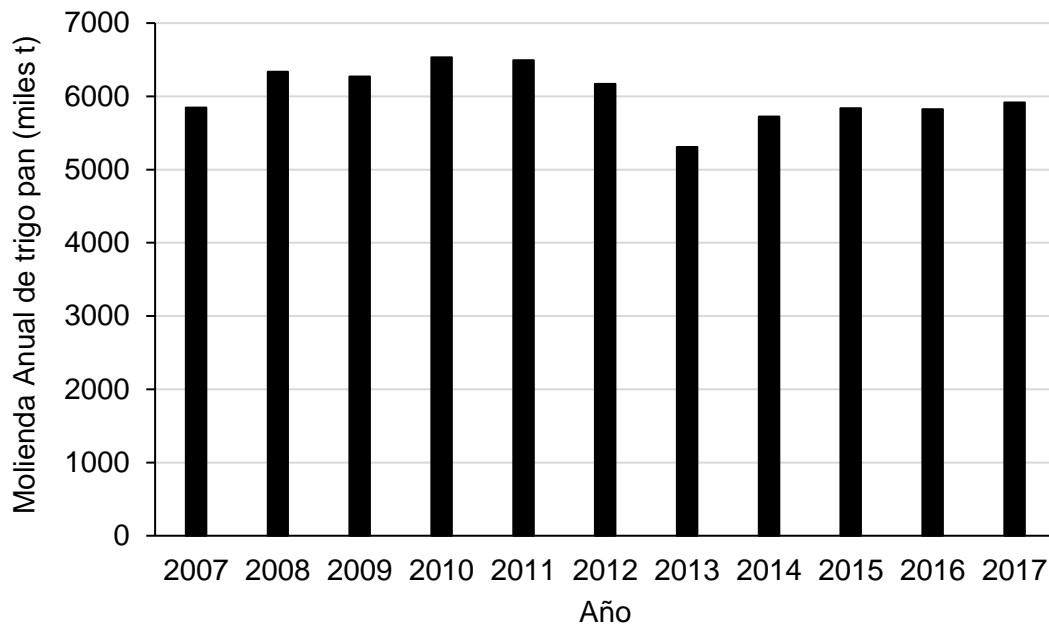
kg de trigo 50 kg de harina “000” y 25 kg de harina “0000”, esta última de mayor valor por contener menos cenizas que la primera.



**Figura 1.2** Área sembrada con trigo pan en Argentina (Asociación Argentina de Trigo, 2015).

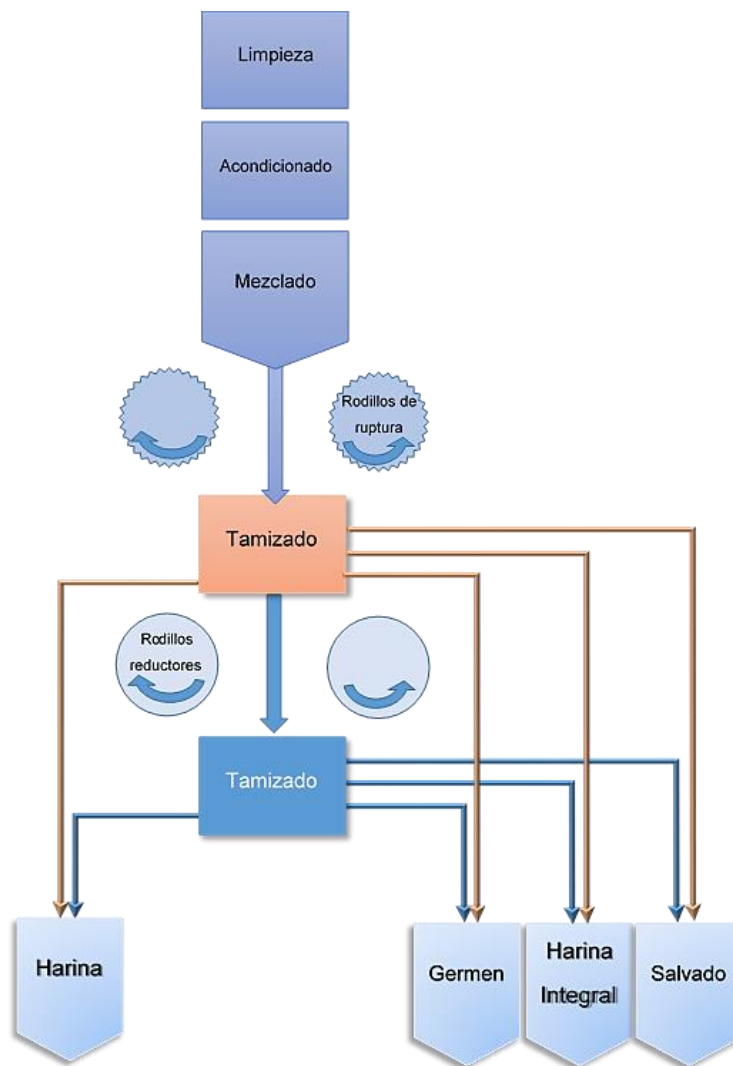
Como se observa en la Figura 1.3, el promedio de molienda de trigo pan en Argentina se encuentra aproximadamente en 6 millones de toneladas anuales (2007-2016). En lo que respecta al año 2017, la molienda de trigo pan en Argentina continúa la tendencia mostrada durante los últimos años, en los primeros 9 meses del año la molienda de trigo pan fue 3% mayor que en el año 2016, estos volúmenes de molienda generan anualmente en nuestro país aproximadamente 175.000 t de germen (FAIM, 2017).

Un gran porcentaje de la producción total de trigo pan es molido con el objetivo de separar el endospermo del salvado y del germen para reducirlo a harina. El proceso de molienda del grano de trigo comienza con las etapas de limpieza y purificación del grano, mediante aspiradores, zarandas, clasificadores, etc. Las partículas extrañas y granos defectuosos son separados del proceso. Luego los granos previamente clasificados son acondicionados por humectación para facilitar su ruptura en el proceso de molienda y separación.



**Figura 1.3** Molienda anual de trigo pan en la República Argentina (FAIM, 2017).

La molienda propiamente dicha tiene lugar en etapas sucesivas. Los granos son partidos en la etapa inicial de ruptura, esta parte del proceso tiene como principal finalidad separar el endospermo del salvado y el germen. Los rodillos utilizados para este fin son estriados, poseen ranuras paralelas al eje longitudinal del rodillo. Por lo general, la ruptura se realiza en un proceso de 5 etapas, en las primeras dos etapas el germen y la mayoría del salvado son removidos. Debido a la estructura flexible que presenta el germen, al atravesar los rodillos tiende a aplastarse modificando su estructura original. Inmediatamente después de atravesar los rodillos, las partículas de germen y salvado son extraídas del proceso mediante un sistema de tamices y separadores aprovechando las diferencias de tamaño y densidad de las partículas. Las fracciones de salvado y germen separadas del proceso constituyen aproximadamente un 25% de la masa de trigo molida, de los cuales un 2 a 3% de esta corriente es germen (Finnie y Atwell, 2016). La fracción rica en endospermo continúa hacia las etapas finales de molienda, las cuales son llevadas a cabo con molinos de rodillos lisos de velocidad diferencial que permiten obtener la granulometría final deseada. Cada parte del grano reacciona de manera diferente a los esfuerzos generados por los molinos, lo que permite la separación de los diferentes productos por medio de tamices y separadores de aire (en el proceso hay varias etapas de tamización). En el procedimiento de molienda (Figura 1.4) se obtienen harinas aptas para el consumo humano en la elaboración de pan, galletas, tortas, pastas y pizzas entre otros y diversos subproductos como lo son el germen y el salvado que generalmente se comercializan por separado como ingrediente principal de alimento balanceado destinado al ganado de alto rendimiento (Gallardo, 2002).



**Figura 1.4** Esquema del proceso de molienda del grano de trigo.

El CAA estipula que el germen de trigo debe cumplir con las siguientes especificaciones físico-químicas: Agua (Humedad), de 8 a 15% (determinada gravimétricamente a 100-105°C); Prótidos, de 23 a 32%, Lípidos, de 7 a 11%, Glúcidos asimilables, de 30 a 48%, Fibra bruta, no superior a 4% y Cenizas totales, no superior a 5% a 500°-550°C (CAA, 2012).

El germen (obtenido como subproducto del proceso de molienda de trigo) contiene entre 8-14 % de aceite en base seca (Capitani et al. 2011), a su vez contiene nutrientes altamente concentrados respecto de la harina. Las proteínas que lo constituyen (23-25%) poseen alto valor biológico y no son carentes de lisina, cosa que ocurre con la proteína del grano de trigo (Pinarli et al. 2004), además poseen un alto valor nutricional comparables con las de origen animal de alta calidad.

El aceite presente en el germen de trigo está constituido principalmente por ácido linoleico (59,44±6,42%), palmítico (18,70±2,02%), oleico (15,77±1,70%) y  $\alpha$ -linolénico (6,09±0,66%). Posee un alto contenido de omega-6, con una buena relación omega-6-omega-3 ya que contiene

la proporción ideal, la cual debe ser entre 5:1 y 10:1 (Guiotto et al. 2014) y es considerado una de las fuentes más importante de tocoferoles (~3700 ppm), contiene 7 veces más tocoferoles totales que los aceites de chía (411±19 ppm) y girasol (502±19 ppm) (Guiotto et al. 2014) y 3 veces más que el aceite de germen de maíz (~1400 ppm) (Winkler-Moser y Breyer, 2011). El germen a su vez contiene antioxidantes naturales, vitaminas del grupo B, fibra dietaria, aminoácidos esenciales, carotenoides, flavonoides, fitoesteroles y policosanoles (Marti et al. 2014). Los tocoferoles presentes en el aceite se encuentran constituidos principalmente por  $\alpha$ -tocoferol (~2300 ppm) y  $\beta$ -tocoferol (~1200 ppm) (Magariño et al. 2015; Sabliov et al. 2009; Seppanen et al. 2010). La presencia del isómero  $\alpha$  imparte al aceite de germen un elevado poder antioxidante, sumamente valorado no sólo en la formulación de alimentos sino también en la estabilización de aceites y la producción de cosméticos. Es importante destacar que el  $\alpha$ -tocoferol, se caracteriza por ser el isómero más sensible a la exposición térmica (Sayago et al. 2007).

Los grandes volúmenes de producción de harina blanca hacen del germen un subproducto industrial muy abundante a nivel nacional y mundial. La barrera para la utilización del germen de trigo para consumo humano está relacionada con su alta actividad enzimática. Las enzimas hidrolíticas y óxido-reductoras presentes en el germen tales como lipasas y lipoxigenasas son responsables de catalizar algunas de las reacciones químicas que intervienen en el proceso de deterioro causando la pérdida de vitaminas y desencadenando reacciones hidrolíticas (lipasas) y de oxidación (lipoxigenasas) en el aceite (Korneeva et al. 2008). La elevada actividad de estas enzimas en el germen trae como consecuencia una considerable degradación de sus propiedades sensoriales y nutricionales y de los productos en los que se lo incorpora.

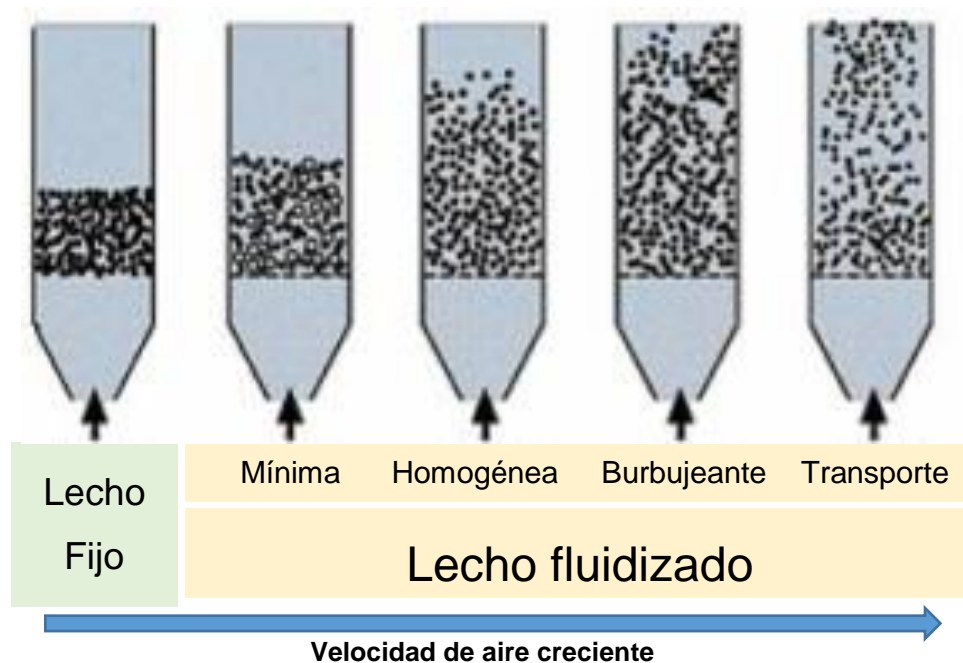
Las lipasas constituyen un tipo especial de esterasas que actúan específicamente sobre moléculas hidrofóbicas tipo éster ubicadas en la interface aceite-agua. De acuerdo a la nomenclatura de IUBMB (Unión Internacional de Bioquímica y Biología Molecular) la enzima presente en el germen de trigo es clasificada como tri-acil-glicerol lipasa o lipasa, la cual posee el nombre sistemático de tri-acil-glicerol acilhidrolasa y el código numérico EC 3.1.1.3. Por lo general este tipo de enzimas se caracterizan por tener en su sitio activo una triada catalítica compuesta por Ser-His-Asp (Ahmad et al. 2010). Según el tipo de enzima, las lipasas poseen diferentes tipos de especificidad: a) Especificidad de sustrato, las enzimas exhiben diferentes velocidades de lipólisis de varios acilglicéridos, tri- di- y monoglicéridos o de varios tipos de ácidos grasos. b) Especificidad posicional, las enzimas catalizan la liberación de los ácidos grasos ubicados preferencialmente en el éster primario, secundario o puede no ser específica con la posición del enlace éster. c) Estereoespecificidad, las enzimas hidrolizan los dos ésteres primarios (sn-1 y sn-2) (Inouye, 2003). En general, las lipasas muestran alta resistencia térmica por lo que se requieren tratamientos específicos para su inactivación total o parcial. En la literatura pueden encontrarse reportes de tratamientos térmicos a elevadas temperaturas (90°C durante 1

h) con una actividad residual igual al 20% de la actividad inicial (Kapranchikov et al. 2004). Además de tratamientos térmicos en equipamiento convencional (hornos) se han propuesto algunas otras tecnologías de estabilización como lo son mediante la aplicación de radiación gamma, campos eléctricos pulsantes de alta intensidad, microondas, entre otras (Bendicho et al. 2002; Jha et al. 2013; Kermasha et al. 2007). Algunas de las metodologías aplicadas al germen de trigo con el fin de inactivar las enzimas y alargar su vida útil fueron: aplicación de calor (procesos térmicos) (Ferrara et al. 1991; Xu et al. 2013), aplicación de radiación gamma (Jha et al. 2013), deshidratación (Rothe, 1963), preservación química mediante incorporación de antioxidantes (Barnes, 1948) o mediante el agregado de álcalis (Grandel, 1959). Considerando su alta actividad biológica, cabe mencionar que la mayoría de las lipasas comparten una estructura común, un plegamiento de polipéptidos compuesto por 8 láminas  $\beta$ , conectadas por 6  $\alpha$ -hélices (Bornscheuer, 2002) en particular, la lipasa presente en el germen de trigo posee una masa de  $143\pm 2$  kDa (determinada mediante cromatografía en gel), su mayor actividad y estabilidad se encuentra a pH 8 y 37°C. Su estructura se corresponde con la de una proteína globular rígida de estructura mixta conteniendo secciones de estructura lámina  $\beta$  y secciones de estructura  $\alpha$ -hélice. La estructura está compuesta predominantemente por residuos de triptófano y tirosina, mientras que su sitio activo está compuesto por la triada catalítica histidina-serina y ácido aspártico (Ahmad et al. 2010; Korneeva et al. 2008). Shurpalekar y Rao, (1977) informaron que la mayor actividad lipásica en germen de trigo deslipidizado se halló en el escutelo, siendo unas 100 veces mayor que la actividad lipásica informada en harinas, a su vez informaron que no se encontró evidencia de la existencia de más de una fracción de esta enzima. La elevada concentración de lipasa en el germen, al entrar en contacto con el aceite presente en la partícula, genera la rápida hidrólisis de los triglicéridos que lo componen liberando los ácidos grasos y consecuentemente elevando la concentración de ácidos grasos libres. Estos promueven la rancidez del aceite con lo cual la calidad química del mismo se deteriora. En base a lo mencionado, la estabilización del germen de trigo se convierte en un proceso de suma importancia para comercializar este producto (Kapranchikov et al. 2004).

Otro factor a considerar es la carga microbiana del germen, propia del proceso de producción, la cual también afecta su conservación. Durante los procesos de obtención y almacenamiento de germen de trigo, la microestructura del germen y la calidad de las proteínas presentes pueden verse afectadas. Estos procesos hacen que las aplicaciones del germen se encuentren limitadas (Megahed, 2011; Sjövall et al. 2000). Debido a las excelentes propiedades nutricionales que presenta el germen de trigo, diversos estudios se realizaron con el fin de estabilizar el producto, incrementar su vida útil y así permitir su aprovechamiento para el consumo humano. Como se mencionó anteriormente, las enzimas lipasas y lipoxigenasas son las principales responsables del deterioro nutricional del germen. Xu et al. (2016) informaron que las enzimas lipoxigenasas

presentes en el germen son menos resistentes que las enzimas lipásicas por lo que la mayoría de los estudios térmicos analizan la inactivación de estas últimas.

Los procesos térmicos han demostrado ser efectivos para alcanzar la estabilización del germen de trigo (Kermasha et al. 2007; Murthy et al. 2008; Srivastava et al. 2007). Dentro de los denominados procesos térmicos para la formulación de alimentos, la transferencia de calor mediante conducción y convección son las más utilizadas. La fluidificación, fenómeno por el cual un lecho de partículas sólidas se suspende en el seno de un fluido adquiriendo un comportamiento semejante al de un fluido, de acuerdo con la velocidad de aire de entrada a la cámara de fluidificación pueden generarse diferentes tipos de fluidificación en un lecho de material como puede observarse en la Figura 1.5. Durante el proceso de fluidificación la transferencia de calor se realiza mediante el fenómeno de convección.



**Figura 1.5** Posibles tipos de fluidificación en un lecho de material

Este proceso, por lo general, utiliza aire caliente para producir el tratamiento térmico, por lo cual se considera un proceso limpio ya que no se producen gases de combustión ni se utilizan compuestos químicos contaminantes. La fluidización es una técnica que ha demostrado excelente capacidad para llevar adelante tratamientos térmicos uniformes a diversos granos y alimentos (Giner y Calvelo, 1987; Torrez Irigoyen y Giner, 2011; Yöndem-Makascioğlu et al. 2005). Las altas velocidades de aire requeridas para la fluidización producen un alto grado de mezclado, lo que deriva en un intenso intercambio de calor y energía entre el aire caliente y las partículas

fluidificadas, estas características hacen de esta técnica una alternativa adecuada para procesos que tienen como fin la estabilización y conservación de propiedades químicas, nutricionales y sensoriales. La deshidratación de las partículas que se consigue mediante el tratamiento térmico contribuye a la disminución de la actividad enzimática y el desarrollo de microorganismos (Yang, 2003). Desde un punto de vista energético, esta tecnología presenta un gran potencial para optimizar el uso de energía ya que del secador de lecho fluidizado se desecha aire a alta temperatura que contiene una elevada cantidad de energía aprovechable (Giner y De Michelis, 1988).

La fluidización es un fenómeno que se aplica en la industria desde la década de 1940 en procesos de craqueo catalítico y, desde entonces se ha empleado en muchas otras áreas. Actualmente la fluidificación se ha convertido en una tecnología ampliamente utilizada en el secado de agroalimentos y otros materiales, y es valorada por su capacidad de proporcionar un secado uniforme disminuyendo el contenido de humedad de los materiales hasta niveles muy bajos con un alto grado de eficiencia requiriendo menores tiempos que otras tecnologías convencionales utilizadas para este fin. Esta tecnología resulta muy conveniente en procesamiento de alimentos sensibles a las altas temperaturas ya que, gracias al elevado grado de mezcla al que se someten los materiales durante el tratamiento, permite mantener un estricto control térmico evitando sobrecalentamientos y sobre todo pérdidas en la calidad del producto final obtenido (Senadeera et al. 2006). Además, la semejanza global del lecho de partículas a un fluido facilita las operaciones a realizar con el sólido a tratar en un proceso continuo. Las partículas de germen presentan una buena aptitud para ser fluidizadas gracias a su superficie no pegajosa y a su baja densidad (Yöndem-Makascioğlu et al. 2005) por lo que esta tecnología exhibe un gran potencial para ser utilizada en la estabilización del mismo.

Otro tratamiento térmico alternativo a la fluidificación es el calentamiento por radiación infrarroja (IR) La aplicación de este tipo de radiación electromagnética provoca el calentamiento de los objetos expuestos. En el espectro electromagnético la radiación infrarroja se ubica entre la luz visible y las microondas, esto es en el área comprendida entre 0,76  $\mu\text{m}$  y 1.000  $\mu\text{m}$  de longitud de onda. Sin embargo, para procesos de calentamiento con aplicación industrial solo interesa el área comprendida entre 0,76  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ . En esta zona se distinguen 3 regiones, ondas infrarrojas cortas (0,76-2  $\mu\text{m}$ ), ondas infrarrojas medias (2-4  $\mu\text{m}$ ) y ondas infrarrojas largas (4-10  $\mu\text{m}$ ). La radiación infrarroja proveniente del cuerpo emisor atraviesa el aire que se encuentra entre el emisor y el alimento antes de alcanzar la superficie del mismo y ser transformada en calor debido a las interacciones atómicas intramoleculares que tienen lugar en el objeto expuesto. Debido a su escaso poder de penetración, este tipo de radiación actúa principalmente sobre las superficies de los objetos a calentar por lo tanto en la práctica hay pequeñas pérdidas por convección. El calor se transfiere desde la superficie hacia el centro de los alimentos mediante

conducción térmica. Las características geométricas de las partículas de germen (principalmente su espesor) lo convierten en un material apto para ser tratado térmicamente mediante radiación IR (Belhamra et al. 2007; Krishnamurthy et al. 2008). Los equipos de calentamiento IR no generan emisiones de gases de combustión (fuentes eléctricas), y son relativamente accesibles a posibles modificaciones en la potencia entregada, ya que pueden realizarse cambios agregando o quitando emisores de radiación IR o adaptando la fuente de energía eléctrica sin que esto obligue a realizar grandes inversiones.

Tanto el calentamiento IR como con lecho fluidizado presentan como una importante ventaja la regulación electrónica de potencia, la cual es flexible, rápida y precisa. Otro punto a favor es que ambos sistemas de generación de calor son grandes consumidores de potencia resistiva lo que conlleva a un efecto favorable sobre el factor de potencia (Belhamra et al. 2007). Los procesos térmicos aplicados adecuadamente permiten, además de obtener un producto estabilizado, impartirle mejoras en el color y *flavour* (Yöndem-Makascioğlu et al. 2005). Por otro lado, estas tecnologías aplicadas a diferentes alimentos con el fin de extender su periodo de aptitud, como es en el caso del germen de trigo, provocan la pérdida de componentes activos (tocoferoles, vitaminas), el desarrollo indeseado de color (si no se aplica correctamente el proceso térmico) y la reducción de humedad, entre otros fenómenos observados que pueden resultar perjudiciales sobre las propiedades nutricionales y sensoriales, así como indeseables al momento de incorporar el alimento o aditivo alimentario en la formulación de productos (Sayago et al. 2007; Srivastava et al. 2007).

Las valiosas propiedades nutricionales ya mencionadas del germen estabilizado y sus adecuadas propiedades tecnológicas, facilidad de manipulación y envasado, entre otras, pueden ser aprovechadas para la alimentación humana si se considera su incorporación a alimentos tales como sopas instantáneas, cereales para desayuno, yogur o en productos de panificación dado que éstos son económicos, fáciles de envasar y transportar, de prolongada conservación y de amplia aceptación.

En base a lo expuesto anteriormente, esta Tesis Doctoral busca generar información para lograr extender la vida útil del germen de trigo e incrementar el valor agregado a este subproducto mediante la aplicación de técnicas con factibilidad industrial.



## **Objetivo General**

Analizar los efectos del tratamiento térmico del germen de trigo sobre su calidad y estabilidad considerando aspectos ingenieriles, tecnológicos, químicos y sensoriales

### **Objetivos Específicos:**

- Implementar y adaptar metodologías analíticas para la caracterización de aceites con bajo rendimiento de extracción.
- Caracterizar química, física y geoméricamente el germen de trigo comercial.
- Establecer marcadores químicos o parámetros físicos adecuados para evaluar cambios en la calidad del germen durante el almacenamiento y para el control de los procesos de estabilización del germen.
- Analizar la estabilización del germen de trigo mediante lecho fluidizado y radiación infrarroja.
- Modelar la transferencia de calor y masa durante la estabilización del germen empleando lecho fluidizado.
- Analizar el efecto de la estabilización térmica sobre las propiedades químicas y sensoriales del germen.

# CAPÍTULO

## 2

### **Caracterización del germen de trigo**

## 2.1 Lista de abreviaturas

$a_w$	Actividad de agua, adimensional
$A_p$	Área superficial de partícula, $m^2$
$D$	Diámetro de cámara de fluidificación, m
$D_p$	Diámetro efectivo de partícula, m
$D_e$	Diámetro equivalente de partícula, m
$f_c$	Factor de Coulson para efectos de pared, adimensional
$g$	Aceleración de la gravedad promedio, $m/s^2$
$GA_0$	Contenido de ácidos grasos libres antes de la incubación, g de Ác. Oleico/100 g aceite
$GA_{48}$	Contenido de ácidos grasos libres luego de 48 h de incubación, g de Ác. Oleico/100 g aceite
$\Delta GA$	Cambio en el contenido de ácidos grasos libres, g de Ác. Oleico/100 g aceite
$K_1$	Coefficiente laminar, ecuación de Ergun
$K_2$	Coefficiente turbulento, ecuación de Ergun
$L_{mf}$	Altura de lecho fluidizado a la mínima velocidad de fluidificación, m
$L_0$	Altura de lecho fijo, m
$l_1$	Eje mayor de la partícula, mm
$l_2$	Eje intermedio de la partícula, mm
$l_3$	Eje menor de la partícula, mm
$l_m$	Promedio de $l_2$ y $l_3$ , mm
$M_a$	Masa molar del aire, kg/kmol
$p$	Presión absoluta al nivel del mar, $1,01325 \times 10^5$ Pa
$R$	Constante universal de gases, 8,314 J/kmol K
$s$	Error standard de la estimación
$T_c$	Temperatura, °C

$T_k$	Temperatura, K
$V_0$	Velocidad superficial de aire, m/s
$V_{mf}$	Velocidad de mínima fluidificación, m/s
$V_f$	Velocidad de fluidificación operativa, m/s
$V_p$	Volumen de partícula, m <sup>3</sup>
$W$	Contenido de humedad, kg agua/ kg materia seca

*Simbolos Griegos*

$\pi$	Constante
$\Delta p$	Caída de presión estática a través del lecho, Pa
$\varepsilon_0$	Fracción de huecos del lecho fijo, adimensional
$\varepsilon_{mf}$	Fracción de huecos del lecho a la mínima velocidad de fluidificación, adimensional
$\rho_p$	Densidad de partícula, kg/m <sup>3</sup>
$\rho_{B0}$	Densidad de lecho fijo, kg/m <sup>3</sup>
$\rho_a$	Densidad de aire, kg/m <sup>3</sup>
$\mu_a$	Viscosidad de aire, kg/m s
$\psi$	Factor de esfericidad, adimensional

## 2.2 Antecedentes

La producción de trigo en Argentina es una actividad económica muy importante. La molienda del trigo para la obtención de harinas produce grandes cantidades de germen (producto secundario en el proceso de elaboración de harina de trigo) lo que lo convierten en un subproducto abundante y de bajo costo.

A pesar de las destacadas propiedades nutricionales que posee el germen de trigo, este presenta una considerable actividad enzimática debido a que contiene enzimas lipasas y lipoxigenasas (Shurpalekar y Rao, 1977). Estas enzimas son las responsables del deterioro limitan su vida útil a solo unos pocos días (Sjövall et al. 2000).

Diversos procesos de estabilización de germen fueron analizados en las últimas décadas, entre ellos podemos mencionar la aplicación de calor (procesos térmicos) (Ferrara y Benson, 1991), de irradiación (Jha et al. 2013; Li et al. 2016), los procesos de deshidratación (Rothe, 1963), de extrusión (Gómez et al. 2012) o de conservación química, como por ejemplo mediante antioxidantes (Barnes, 1948) o álcalis (Grandel, 1959). Los procesos térmicos demostraron ser efectivos en la estabilización del germen de trigo.

Los procesos térmicos que involucran fluidización promueven un intenso intercambio de calor y masa entre el material y el aire caliente, lo cual genera un tratamiento uniforme al material (Giner y Calvelo, 1987). Las características físicas de las hojuelas de germen (partículas de baja densidad y superficie no pegajosa) lo hacen un material apto para ser estabilizado mediante un tratamiento térmico por fluidificación.

Yöndem-Makascioglu et al. (2005) utilizaron un secador de lecho fluidizado del tipo *spouted* (un tipo especial de lecho fluidizado) para estabilizar el germen de trigo. Estos autores determinaron que el tratamiento térmico aplicado puede extender la vida útil del germen unas 20 veces y, además el tostado producido en los tratamientos le otorga un color dorado y un aroma placentero. Aunque estos autores han utilizado este tipo especial de fluidificación para la estabilización de germen, no se encontró información sobre la caracterización física y geométrica de estas partículas ni se ha propuesto un modelo matemático para analizar este proceso.

Kim et al. (2003) caracterizaron el germen de trigo obtenido a partir de trigos duros cultivados y molidos industrialmente y a escala piloto en Estados Unidos de América, las características físicas publicadas fueron: densidad de lecho, densidad de partícula, diámetro geométrico y espesor de partícula. En el mencionado trabajo los autores concluyeron que la clase de trigo y el tipo de molino utilizado afecta los tamaños de las partículas obtenidas de salvado y germen.

El adecuado modelado y optimización del proceso de secado mediante fluidificación requiere conocer las características físicas y geométricas de las partículas. A su vez, implica determinar los parámetros de diseño de la fluidificación y marcadores de calidad de partícula que permitan aplicar un tratamiento adecuado que brinde a partir de las características iniciales del germen, un producto estabilizado con buenas características físicas y nutricionales.

En base a ello, en el presente capítulo se desarrollan las técnicas aplicadas para realizar la caracterización física, química, geométrica y fluidodinámica de la partícula de germen de trigo. También se abordan las técnicas utilizadas en la determinación de la calidad química del aceite y la actividad lipásica del germen.

## **2.3 Materiales y métodos**

### **2.3.1 Operaciones preliminares**

La obtención industrial de harina de trigo se basa en sucesivas operaciones de trituración y tamizado del grano de trigo. En todo proceso industrial los subproductos arrastran parte del producto principal para asegurar su pureza, viéndose sacrificada la pureza de los subproductos si estos no son refinados mediante otra nueva operación unitaria. El germen de trigo (obtenido de la campaña 2014) suministrado por una empresa molinera local (Jose Minetti y Cia. Ltda. S.A.C.I, Córdoba) luego de la molienda fue tamizado utilizando un vibrador de tamices (EJR 2000, Zonytest®) para separarlo de las partículas de harina y salvado. Las partículas fueron retenidas en una malla 20 ASTM. (0,841 mm) y luego fueron almacenadas a -18 °C en un envase tri-capa (poliéster, aluminio, polietileno) con barreras al oxígeno y luz hasta el posterior uso.

### **2.3.2 Caracterización química del germen de trigo**

#### **2.3.2.1 Contenido de humedad**

El contenido de humedad de las muestras se realizó de acuerdo al método estándar de la AACC (American Association of Cereal Chemistry) (AACC, 2012). Las muestras se mantuvieron en una

estufa de convección forzada a  $130\pm 2$  °C durante 1 hora. EL contenido de humedad fue calculado determinando la pérdida de peso. Las determinaciones se realizaron por duplicado.

### **2.3.2.2 Contenido total de proteínas**

El contenido de proteínas del germen se determinó mediante el método de Kjeldahl (AACC, 2012). El contenido porcentual de proteínas totales se calculó como: %N x 5,7; donde %N es el porcentaje de nitrógeno determinado por titulación y 5,7 el factor que se utiliza para proteínas de cereales. Los análisis fueron realizados por triplicado.

### **2.3.2.3 Contenido de cenizas**

El contenido total de cenizas de las partículas se determinó de acuerdo a metodología estándar (AACC, 2012b). Se realizó una incineración controlada del material a 525°C en crisol y luego por diferencia de peso se determinó el contenido total de cenizas. Los análisis fueron realizados por triplicado.

### **2.3.2.4 Contenido total de aceite**

El contenido total de aceite del germen se determinó mediante una extracción continua sólido-líquido en equipo Soxhlet, durante 12 horas, utilizando como disolvente n-hexano. El contenido de aceite se cuantificó por diferencia de peso previo y posterior a la extracción (AOCS, 2009). El rendimiento en aceite se expresó como porcentaje de aceite en base seca. Todos los análisis fueron realizados por duplicado.

## **2.3.3 Caracterización del aceite de germen de trigo**

### **2.3.3.1 Extracción de aceite**

Para minimizar el deterioro del aceite durante el proceso de extracción, el aceite de germen de trigo se extrajo a partir de las partículas enteras mediante una extracción secuencial con hexano

a temperatura ambiente (25 °C). El hexano (grado analítico) se adicionó a las muestras (1:10 p/v), posteriormente se mantuvieron durante 30 min en un agitador orbital mecánico a 150 rpm. El procedimiento de extracción se repitió sobre la misma muestra. El hexano recolectado de las dos etapas de extracción se centrifugó durante (5 min, 1000x g) para eliminar los sólidos en suspensión y luego el sobrenadante fue evaporado a presión reducida a 40±1°C para eliminar el solvente. En los casos en que las muestras de aceite necesitaron almacenarse hasta su posterior uso, estas fueron mantenidas a -18°C en recipientes sellados de virio color ámbar con atmósfera de nitrógeno.

### 2.3.3.2 Grado de acidez (GA)

La determinación del grado de acidez del aceite de germen se llevó a cabo de acuerdo a los métodos oficiales (AOCS, 2009) con algunas modificaciones. Se pesó entre 200 y 250 mg de aceite con una precisión de 0,5 mg y se lo disolvió en una mezcla de 3,5 mL de etanol desnaturalizado (1:10 metanol:etanol), 3,5 mL de éter etílico y 0,3 mL de solución etanólica de fenolftaleína (1 % p/v). El grado de acidez (GA) del aceite se obtuvo al titular esta mezcla con una solución etanólica de KOH (0,02 N) y se expresó como porcentaje (p/p) de ácido oleico según la siguiente ecuación:

$$GA = \frac{(V PM N) \times 100}{m_a} \quad (\text{Ec. 2.1})$$

donde: V son los mililitros de solución etanólica de KOH utilizados para la titulación, PM es el peso molecular del ácido acético (282 g/mol), N es la normalidad de la solución de KOH y  $m_a$  es el peso de aceite (mg). La normalidad real de la solución de hidróxido de potasio utilizada en los análisis de GA se determinó mediante titulación de ftalato ácido de potasio (patrón primario). Las determinaciones se realizaron por triplicado.

### 2.3.3.3 Índice de peróxidos (PV)

La determinación del índice de peróxidos (PV) se desarrolló de acuerdo a lo publicado por González et al. (2016). Se pesaron 200±0,5 mg de aceite, se le adicionó 3 mL de solución de ácido acético:cloroformo (3:2, v/v) y se agitó vigorosamente hasta disolución. Posteriormente se agregó 0,5 mL de solución saturada de ioduro de potasio, se agitó nuevamente y luego se dejó



en reposo en oscuridad durante 1 min. Luego del reposo en oscuridad, se agregó 3 mL de agua destilada y se tituló, agitando continuamente, con solución 0,0001 N de tiosulfato de sodio hasta desaparición del color amarillo. Se adicionó 0,5 mL de solución de almidón (1 %, p/v) y se continuó titulando hasta desaparición del color azul. El índice de peróxidos (expresado como miliequivalentes de oxígeno/kg de aceite) se calculó en base a la siguiente ecuación:

$$PV = \frac{S N \times 1000}{m_a} \quad (\text{Ec. 2.2})$$

donde S son los mL de solución de tiosulfato de sodio consumidos en la titulación, N es la normalidad de la solución de tiosulfato de sodio y  $m_a$  es la masa de aceite (g).

La normalidad real de la solución de tiosulfato de sodio se determinó mediante titulación de una solución de dicromato de potasio (patrón primario) de acuerdo con el protocolo de la AOCS (AOCS, 2009). Las determinaciones se realizaron por triplicado.

#### **2.3.3.4 Determinación del contenido de tocoferoles en el aceite de germen de trigo**

El contenido de tocoferoles se determinó mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), utilizando hexano:acetato de etilo (70:30 v/v) como fase móvil con un caudal de 1,0 mL/min. Aproximadamente  $100 \pm 1$  mg de aceite solubilizados en 0,9 mL de hexano se agitaron vigorosamente durante 30 s en un tubo de vidrio protegido de la luz. Posteriormente la solución fue filtrada utilizando membranas compatibles (0,22  $\mu$ m) con el sistema de solventes utilizados. Una alícuota de esta solución filtrada se inyectó en un HPLC Shimadzu (Shimadzu, Japon), equipado con una bomba LC-20AT, un detector de arreglo de diodos modelo SPD-M20A ajustado a 295 nm y un inyector con un *loop* de muestra de 20  $\mu$ L, usando una columna Supelco HPLC (Supelcosil LC - NH2 - NP, 250 x 4,6 mm ID x 5 mm). La cuantificación de diferentes isómeros se realizó mediante curvas de calibración utilizando estándares de alfa, beta, gamma y delta tocoferol. El contenido total de tocoferoles (TTC) se expresó en mg/kg de aceite. Las determinaciones se realizaron por duplicado. Todos los solventes utilizados fueron grado HPLC. Los estándares utilizados en las determinaciones de tocoferoles fueron adquiridos en Sigma Aldrich (Sigma–Aldrich Co. EUA).

### 2.3.3.5 Coeficientes de extinción específica: dienos (K232) y trienos (K270) conjugados

Se pesaron  $0,03\pm 0,005$  g (K232) y  $0,04\pm 0,005$  g (K270) de aceite de germen de trigo y se colocaron separadamente en matraces aforados de 25 mL y 10 mL respectivamente. El volumen final se completó con ciclohexano de calidad espectrofotométrica. Las soluciones resultantes se homogeneizaron y una alícuota de cada una de las mismas se utilizó para medir la absorbancia (espectrofotómetro UV/Vis Perkin Elmer Lambda 25) a 232 nm (K232) y 270 nm (K270), utilizando el disolvente puro como referencia. Los coeficientes K232 y K270 fueron calculados a partir de la ley de Lambert y Beer ( $K = A/b c$ ) de acuerdo con el método oficial de AOCS Ti 1a-64 (AOCS, 2009). Las determinaciones se realizaron por duplicado.

### 2.3.3.6 Composición ácida del aceite

La identificación y cuantificación de ácidos grasos del aceite de germen de trigo se llevó a cabo mediante cromatografía gaseosa (CG) con detector FID (Detector de ionización de llama). Los aceites ( $0,5\pm 0,001$  g) se saponificaron con 30 mL de solución de KOH 1 N en metanol mediante reflujo durante 45 min. El material insaponificable se extrajo con n-hexano (3 porciones o particiones de 30 mL). Los ácidos grasos hidrolizados se esterificaron con 50 mL de solución de  $H_2SO_4$  1 N en metanol mediante reflujo durante 45 min. Los ésteres metílicos de los ácidos grasos (Fatty acid methyl ester, FAME) se extrajeron con n-hexano (3 x 40 mL ídem anterior). La solución resultante se deshidrató con  $Na_2SO_4$  anhidro, se filtró y concentró en evaporador rotatorio a 40 °C. La mezcla de ésteres metílicos de ácidos grasos se analizó en un cromatógrafo de gases (Perkin-Elmer Shelton, EUA) equipado con detector de ionización de llama (FID). La separación se realizó en una columna capilar de sílica fundida CP Wax 52 CB (Varian, Walnut Creek, EUA) de 30 m de longitud, 0,25 mm de diámetro interno y 0,25  $\mu m$  de espesor de fase. Se empleó nitrógeno como gas portador (1 mL/min) y el siguiente perfil térmico: temperatura inicial: 180 °C (5min), con un aumento de 2 °C/min hasta 220 °C. La temperatura del detector y del inyector fue de 250°C. La identificación de los FAME se realizó con una relación de Split de 1:10, mediante comparación con los tiempos de retención de los correspondientes compuestos de referencia (Supelco FAME MIX 37 Sigma-Aldrich, EUA) y el contenido de cada uno de los ácidos grasos identificados se expresó como valor porcentual en relación al contenido total de los mismos (Martínez et al. 2017). Las determinaciones se realizaron por duplicado.

### **2.3.4 Determinación de la actividad lipásica en el germen de trigo**

La actividad lipásica en el germen de trigo se determinó indirectamente al medir la variación del contenido de ácidos grasos libres (producto de la acción hidrolítica de las enzimas lipásicas) en el aceite luego de exponer las partículas de germen a las condiciones óptimas para la actividad lipásica. (tratadas térmicamente y crudas).

Para llevar a cabo esta determinación se realizaron ensayos previos con el fin de determinar el tiempo óptimo de incubación. Las muestras de germen crudo se humectaron para alcanzar la condición óptima de humedad para la actividad de las lipasas (17 g de agua/100 g de sólidos húmedos) de acuerdo a Rose y Pike (2006). La cantidad de agua agregada a cada muestra de germen se calculó a partir de su contenido de humedad inicial. Las muestras acondicionadas se colocaron en recipientes plásticos herméticos y se dejaron reposar durante 30 minutos a  $4\pm 1$  °C. Inmediatamente después, a una porción (8 g) de ese germen se le determinó el GA (el cual se denominó  $GA_0$  ya que no se sometió al proceso de incubación) y las porciones restantes de ese germen humectado (8 g) se colocaron en un baño termostatzado a  $40\pm 1$  °C durante 6, 24, 48 y 72 horas. Esta metodología se desarrolló con el fin de evaluar el incremento del contenido de ácidos grasos libres en el aceite en función del tiempo de incubación atribuido a la acción de las enzimas lipásicas y así determinar el tiempo mínimo de incubación necesario para determinar la actividad lipásica de manera indirecta. La extracción del aceite de las muestras incubadas se realizó de acuerdo a lo detallado en la sección 2.3.3.1 y la determinación de GA se realizó de acuerdo a lo expresado en la sección 2.3.3.2. El aumento del grado de acidez se obtuvo mediante la diferencia del GA medido en las muestras incubadas y el  $GA_0$  medido en la muestra sin incubar. ( $GA_t - GA_0 =$  Cambio de GA, g de ácido oleico/100 g de aceite). Los contenidos de GA se determinaron por duplicado.

### **2.3.5 Caracterización física del germen de trigo**

#### **2.3.5.1 Distribución de tamaño de partícula**

La distribución del tamaño de partículas de germen se realizó mediante el método de tamizado, 100 g de germen fueron tamizados en un vibrador de tamices (EJR 2000, Zonytest®, Argentina) durante 15 minutos utilizando la siguiente serie de tamices: 40, 20, 16, 12 (ASTM). El porcentaje de retención en cada malla con respecto a la masa inicial se obtuvo por la diferencia de peso

determinada para cada tamiz y para la bandeja de recolección final (fondo). Las determinaciones se realizaron por duplicado.

### 2.3.5.2 Color

Las determinaciones de los parámetros de color fueron realizadas de acuerdo a Martínez et al. (2013) con mínimas modificaciones. Las mediciones se realizaron sobre muestras en capas de 1,5 cm de espesor. Las muestras se recubrieron con un vidrio de baja reflectancia. Las mediciones se realizaron con un espectrofotómetro de superficie (CM600d, Konica-Minolta®, Japón) utilizando como un iluminante D65, 10° de ángulo de observador y componente especular incluido. El color de las muestras se expresó de acuerdo a los parámetros de la escala CIELAB ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ), y todas las determinaciones fueron realizadas por triplicado. La calibración del espectrofotómetro se realizó con un patrón externo (CM-A177, Konica-Minolta®, Japón).

#### 2.3.5.2.1 Índice de blancura o *Whiteness Index* (WI)

Con el propósito de comparar las muestras obtenidas en los distintos tratamientos de estabilización se utilizó un atributo de color adicional denominado índice de blancura (WI) y fue calculado a partir de los parámetros de color medidos y la siguiente expresión según Tuncel et al. (2014):

$$WI = 100 - \sqrt{(100 - L^*)^2 + a^{*2} + b^{*2}} \quad (\text{Ec. 2.3})$$

#### 2.3.5.2.2 Índice de pardeamiento o *Browning Index* (BI)

El índice de pardeamiento representa el nivel de coloración marrón en alimentos, el que se produce pardeamiento enzimático y no enzimático en estas matrices. El BI se calculó de acuerdo a Sakin-Yilmazer et al. (2013) a partir de los parámetros  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  de la escala CIELAB con la siguiente ecuación:

$$BI = \frac{100(x-0,31)}{0,17} \quad (\text{Ec. 2.4})$$

donde

$$x = \frac{(a^* + 1,75L^*)}{(5,645L^* + a^* - 3,012 b^*)} \quad (\text{Ec. 2.5})$$

la evolución del BI puede describirse mediante una función sigmoidea, la cual presenta un período de inducción seguido de un período de aumento gradual hasta llegar asintóticamente a un valor final de BI. Ureta et al. (2014) utilizaron la siguiente ecuación ajustada a los datos experimentales para describir la evolución de BI:

$$BI = BI_0 + \frac{BI_{max} - BI_0}{1 + \exp\left(-k_{BI}\left(t - \frac{t_1}{2}\right)\right)} \quad (\text{Ec. 2.6})$$

donde  $BI_0$  es el índice de pardeamiento inicial del germen (en  $t = 0$ ),  $BI_{max}$  es el índice de pardeamiento máximo alcanzado por germen tratado térmicamente a cada temperatura de aire,  $t$  es el tiempo de tratamiento (s),  $\frac{t_1}{2}$  es el tiempo (s) al cual se alcanza el índice de pardeamiento medio y  $k_{BI}$  es la constante de velocidad de tostado (1/s). Los resultados del ajuste se obtuvieron mediante la aplicación del método de mínimos cuadrados no lineales.

### 2.3.5.3 Análisis microscópico de las partículas de germen de trigo

#### 2.3.5.3.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La estructura de las partículas de germen de trigo fue estudiada mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Las partículas se montaron sobre un porta muestras y se recubrieron con una fina capa de elemento conductor (oro) mediante un sistema de recubrimiento por pulverización catódica. Para realizar las observaciones se utilizó un microscopio de barrido electrónico FE-SEM (Carl Zeiss- Sigma, Alemania) bajo condiciones de alto vacío ( $10^{-4}$  Pa) a un voltaje de aceleración de 5 kV. Las fotografías se tomaron utilizando un software de captura automática de imágenes. Se obtuvieron imágenes con magnificaciones entre 250x y 20000x.

### **2.3.5.3.2 Microscopía confocal de barrido laser (CLSM)**

Para visualizar la microestructura de las partículas mediante CLSM se utilizó una técnica de doble tinción basándose en el trabajo realizado por Díaz-Ramírez et al. (2013) con algunas modificaciones. Brevemente, la fase grasa se tiñó con rojo Nilo (Sigma-Aldrich, EUA) (0,1% base grasa), mientras que las proteínas fueron teñidas con fluoresceína 5-isotiocianato (FITC) (0,5% base acuosa) (Sigma-Aldrich, EUA). El proceso de tinción se llevó a cabo en dos etapas sucesivas de inmersión, en primer lugar, se tiñeron las proteínas (20 min) y posteriormente se tiñó la fase lipídica (10 min) de la partícula de germen de trigo. Luego del procedimiento de tinción las partículas fueron analizadas con un microscopio confocal de barrido laser (LSM 710; Carl Zeiss, Alemania). Las imágenes fueron tomadas mediante objetivos 10x, 20x y 40x. El colorante FITC se excitó con la fuente láser a 488 nm y el rojo Nilo a 518 nm resultando las máximas emisiones 568 nm y 625 nm, respectivamente.

### **2.3.5.4 Equilibrio sorcional**

Mediante el análisis del equilibrio sorcional es posible obtener las isotermas de sorción de un producto, una isoterma de sorción describe la relación existente entre el contenido de humedad de equilibrio y la actividad de agua de un producto. Estas curvas sorcionales son importantes para el análisis y diseño de procesos de secado y almacenamiento de alimentos (Vega-Gálvez et al. 2006).

Los contenidos de humedad de equilibrio de las partículas de germen durante los procesos de adsorción y desorción, llevados a cabo a 24,7°C y 33,7°C, se determinaron mediante método gravimétrico. Se utilizó un equipo de adsorción dinámica de vapor, modelo Advantage I (Surface Measurement Systems Ltd, Reino Unido). Las partículas de germen se colocaron dentro de una cámara a temperatura y humedad relativa controlada mediante el flujo controlado de un gas seco (Nitrógeno). La humedad relativa dentro de la cámara es mantenida a niveles constantes hasta que la muestra alcanza el equilibrio en las condiciones fijadas, el cambio en la masa (una vez alcanzado el equilibrio) de la muestra en cada etapa de humidificación (niveles de humedad relativa) es determinado mediante una micro balanza alojada dentro de la cámara. La determinación de las curvas de sorción se realizó en el rango de 0 a 0,9 de  $P/P_0$  (presión parcial de vapor de agua dentro de la cámara/presión de saturación de vapor de agua pura a la misma temperatura). La mencionada relación de presiones que determina la actividad acuosa del gas dentro de la cámara es igual a la definición de actividad acuosa de un alimento en el equilibrio (Gely y Giner, 2000). Las determinaciones se llevaron a cabo por duplicado.

### 2.3.5.4.1 Modelos sorcionales aplicados

Diversas expresiones matemáticas, de variada aplicación en el estudio de procesos de transferencia de masa han sido desarrolladas por diversos autores a partir de conceptos termodinámicos de adsorción/desorción, con el objeto de predecir el contenido de humedad en función de la actividad de agua. Estas expresiones fueron generadas con la premisa de permitir su ajuste a los datos experimentales obtenidos de cada material analizado, algunos de estos modelos matemáticos se describen a continuación:

#### 1) Guggenheim, Anderson y de Boer (GAB).

Este modelo se basa en la teoría de adsorción multicapa, ha sido utilizado ampliamente para describir los comportamientos de adsorción de varios alimentos y se caracteriza por incluir parámetros fundamentados en fenómenos físicos que ocurren durante los procesos de sorción y desorción. Este modelo además, se caracteriza por otorgar buenas condiciones de ajuste hasta valores de actividad de agua cercanos a 0,9. La ecuación correspondiente al modelo de GAB es la siguiente:

$$W = \frac{W_m C K_G a_w}{(1 - K_G a_w)(1 - K_G a_w + C K_G a_w)} \quad (\text{Ec. 2.7})$$

el coeficiente  $W_m$  representa el contenido de humedad de monocapa (Giner y Gely, 2005). Este valor indica la cantidad de agua que se encuentra fuertemente ligada al alimento, es decir que no se encuentra disponible como solvente o como sustrato (salvo para la oxidación de lípidos). Los restantes parámetros ( $C$  y  $K_G$ ) se relacionan con la temperatura y con el calor isostérico (conocido también como entalpía diferencial de sorción, que otorga una medida de la energía de la unión entre el agua adsorbida y las moléculas del alimento) durante la adsorción de agua en los alimentos (Al-Muhtaseb et al. 2010; Barbosa-Cánovas et al. 2007)

#### 2) Brunauer, Emmett y Teller (BET)

Este modelo de isotermas de adsorción describe el fenómeno de adsorción a nivel de monocapa, considera que cada sitio activo del material adsorbente se cubre con una molécula de adsorbato, las subsiguientes capas adsorbidas son consideradas con la suposición de que no existen

interacciones laterales entre moléculas y la energía involucrada en el proceso de desorción es el valor correspondiente al agua pura (omite las interacciones alimento-agua). Estas suposiciones, junto con la omisión de la adsorción capilar provocan que el modelo solo presente descripciones aceptables del contenido de agua adsorbido hasta actividades de agua menores a 0,5 (Aviara et al. 2004; Barbosa-Cánovas et al. 2007). La ecuación correspondiente al modelo de BET es la siguiente:

$$W = \frac{W_m C a_w}{(1-a_w)(1-a_w+C a_w)} \quad (\text{Ec.2.8})$$

el coeficiente  $W_m$  representa el contenido de humedad de monocapa,  $a_w$  es la actividad de agua del alimento y  $C$  es un coeficiente de la ecuación.

## 2) Henderson-Thompson

El modelo de Henderson-Thompson o de Henderson Modificado es uno de los modelos utilizados ampliamente en la literatura para relacionar la actividad de agua con el contenido de humedad y la temperatura. Este modelo es uno de los adoptados como modelo estándar por la ASAE (*American Society of Agricultural Engineers*) para la descripción de la relación entre el contenido de humedad de equilibrio y la actividad de agua en diversos cereales. La ecuación correspondiente al modelo de Henderson-Thompson es la siguiente:

$$W = 0,01 \left( -\frac{\ln(1-a_w)}{K(T+C)} \right)^{\frac{1}{N}} \quad (\text{Ec. 2.9})$$

donde T es la temperatura (°C), K, C y N son coeficientes de la ecuación.

## 3) Oswin modificado

Modelo empírico, relativamente simple, incluye temperatura como variable para estimar el contenido de humedad de equilibrio. Por lo general presenta buenos ajustes en alimentos con alto contenido de almidón (Giner y Gely, 2005). La ecuación correspondiente al modelo de Oswin modificado es la siguiente:



$$W = 0,01 \frac{K+C T}{\left(\frac{1}{a_w}-1\right)^{\frac{1}{N}}} \quad (\text{Ec. 2.10})$$

donde T es la temperatura (°C), K, C y N son coeficientes de la ecuación.

## 2.3.6 Caracterización geométrica del germen de trigo

### 2.3.6.1 Caracterización geométrica del germen de trigo mediante análisis de imágenes

Se determinaron los ejes principales de las partículas de germen de trigo mediante análisis de imágenes. Las imágenes se tomaron con una cámara digital (Cannon Power Shot S70, EUA) montada en una lupa (Leica S8 APO, Alemania) utilizando una resolución de 7,1 mega píxeles. Dos fotografías de cada una de las 50 partículas analizadas fueron tomadas, una con las partículas siendo observadas desde una vista en plano (superior) y la otra desde una vista lateral. Cada fotografía incluyó una circunferencia de diámetro conocido como referencia (0,0006 m). Las imágenes obtenidas fueron procesadas mediante el software ImageJ 1.48v (disponible como software libre en <http://rsb.info.nih.gov/ij/>).

Basándose en la forma de las partículas, la geometría elipsoidal fue seleccionada para describir la forma del germen de trigo. Para calcular el área superficial ( $A_p$ ) y el volumen de partícula ( $V_p$ ), se utilizaron los tres ejes principales como datos de entrada en la siguiente expresión (Gastón et al. 2002):

$$A_p = \frac{\pi}{2} l_1 l_m \left[ \frac{l_m}{l_1} + \frac{1}{U} \text{sen}^{-1} U \right] \quad (\text{Ec. 2.11})$$

Donde

$$U = \frac{(l_1^2 - l_m^2)^{1/2}}{l_1} \quad (\text{Ec. 2.12})$$

$$l_m = \frac{(l_2 + l_3)}{2} \quad (\text{Ec. 2.13})$$

$$V_p = \frac{\pi}{6} l_1 l_2 l_3 \quad (\text{Ec. 2.14})$$

siendo  $l_1$  y  $l_2$  los ejes principales (ver figura 2.8) y  $l_3$  el espesor de la partícula.

El factor de esfericidad ( $\psi$ ), definido como la relación existente entre el área superficial de una esfera de igual volumen que la partícula y el área medida o estimada de la partícula. El mismo fue calculado con la siguiente fórmula (Torrez Irigoyen y Giner, 2011):

$$\psi = \frac{\pi D_e^2}{A_p} \quad (\text{Ec. 2.15})$$

donde  $D_e$  es el diámetro equivalente de la partícula, el cual representa el diámetro de una esfera con el mismo volumen que el de la partícula de germen de trigo.

$$D_p = \psi D_e \quad (\text{Ec. 2.16})$$

el diámetro efectivo ( $D_p$ ) representa una esfera con la misma relación superficie-volumen que la de la partícula de germen (Torrez Irigoyen y Giner, 2011). El valor  $D_p$  es relevante como dimensión característica de la partícula para los estudios fluido-dinámicos de lechos fijos.

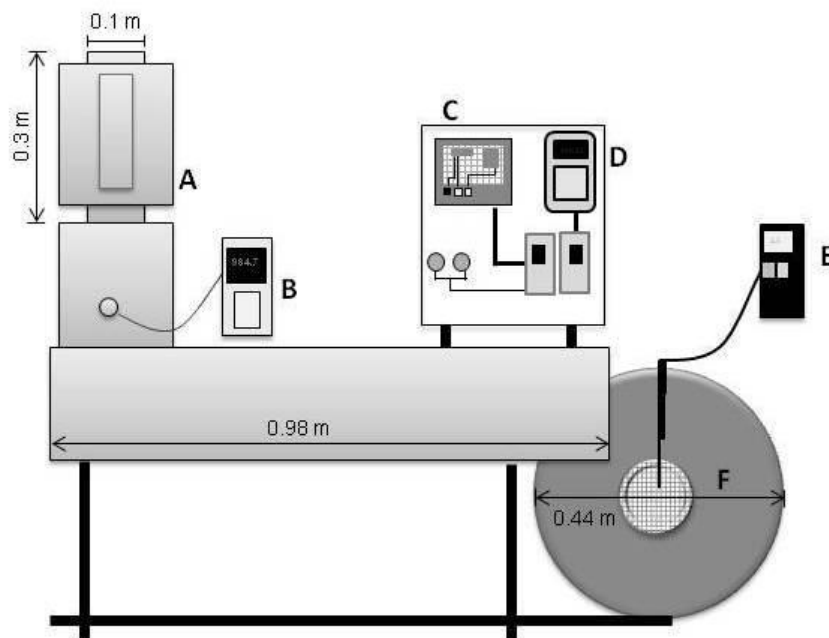
### 2.3.6.2 Clasificación de Geldart

La clasificación de Geldart es un tipo de clasificación de partículas ampliamente utilizada en el estudio fluidodinámico de polvos, esta clasificación propuesta por Geldart (1973) y contempla dos de las características más importantes de las partículas: su densidad y tamaño. En función de estas dos características, propuso cuatro categorías (A, B, C y D) para agrupar partículas de similar comportamiento fluidodinámico. Los polvos o partículas agrupados en la categoría A exhiben una gran expansión de lecho luego de la mínima velocidad de fluidificación y antes del burbujeo, a menudo son denominadas como partículas ligeramente cohesivas o del tipo catalíticas. Las partículas agrupadas en la categoría B muestran burbujeo a la mínima velocidad de fluidificación con una mínima expansión del lecho. La categoría C, agrupa partículas denominadas cohesivas, difíciles de fluidificar y la categoría D, la última categoría de la

clasificación de Geldart, agrupa partículas de gran tamaño que pueden formar lechos estables en forma de chorro (*spouted beds*) (Barbosa-Cánovas et al. 2010). Las partículas de germen fueron evaluadas según esta clasificación con el propósito de definir su comportamiento al flujo.

### 2.3.7 Descripción del equipo de lecho fluidizado

El equipo utilizado fue construido con fines de investigación en el taller de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de La Plata, Argentina. Se compone de (A) cámara de fluidificación aislada, 0,10 m de diámetro interno y 0,30 m de alto con una ventana de inspección de doble vidrio; (B) un micromanómetro Testo 525 (0–25 hPa, con un error de 0,2% a fondo de escala) para medir diferencias en la presión del aire a través del lecho; (C) un controlador electrónico de temperatura Novus Model N321; (D) variador de frecuencias WEG Modelo CFW-08, Brasil; (E) un anemómetro de hilo caliente para medir las velocidades superficiales de aire a través del lecho (0- 20 m/s, con un error de 0,03 m/s); (F) un ventilador centrífugo, alimentado con un motor eléctrico Siemens de 0,55 kW (velocidad angular máxima, 2800 rpm) y dos resistencias en “U” de níquel-plata-cobre de 8 mm de diámetro capaces de calentar el aire hasta 325 °C.



**Figura 2.1** Esquema del equipo de lecho fluidizado utilizado para estabilizar térmicamente el germen de trigo.

## 2.3.8 Caracterización fluido-dinámica del germen de trigo

### 2.3.8.1 Determinación de la densidad de lecho fijo y la fracción de huecos

La densidad de lecho fijo se midió en la cámara de fluidificación con las partículas de germen de trigo. Cien gramos de material fueron pesados (1500 g-OHAUS, Suiza, balanza de precisión, precisión 0,01 g) y cargados a la cámara de fluidificación. Las partículas fueron llevadas hasta la condición de fluidificación y luego se las volvió a la condición de lecho fijo nuevamente, este paso se realizó para estandarizar el empaquetamiento de las partículas en el lecho.

La altura de lecho fijo ( $L_0$ ) fue medida ( $n=3$ ) y la densidad de lecho fijo ( $\rho_{B0}$ ) fue calculada dividiendo la masa de germen por el volumen del lecho, formado por el volumen de las partículas más los huecos. La masa de aire en los huecos fue despreciada.

La relación entre la densidad de lecho y la densidad de partícula ( $\rho_p$ ) brinda la fracción de lecho ocupada por las partículas de germen. En consecuencia, la fracción de huecos del lecho fijo ( $\varepsilon_0$ ) se calculó con la siguiente formula:

$$\varepsilon_0 = 1 - \frac{\rho_{B0}}{\rho_p} \quad (\text{Ec. 2.17})$$

### 2.3.8.2 Estudio de la fluidodinámica en condiciones de lecho fijo y fluidizado

La velocidad de mínima fluidificación ( $V_{mf}$ ) de las partículas de germen de trigo fue determinada como parámetro basado en datos experimentales. Para obtenerla, la caída de presión a través del lecho a 25 °C con un micromanómetro Testo 525 (0–25 hPa, con un error de 0,2% a fondo de escala) en función de la velocidad superficial de aire en el rango que comprende la zona de lecho fijo, la zona de transición entre lecho fijo y fluidizado y la zona de lecho fluidizado.

Los datos correspondientes a la zona de lecho fijo fueron utilizados para determinar los dos parámetros ( $K_1$  y  $K_2$ ) de la expresión de Ergun, (1952) (Ec. 2.19). Luego, el valor de  $V_{mf}$  fue determinado mediante un procedimiento (Torrez Irigoyen y Giner, 2011) para estados fijo y fluidizado como se describe en la siguiente sección.

### 2.3.8.3 Determinación de los parámetros de la ecuación de Ergun

El comportamiento de las partículas de germen dentro de la cámara de fluidificación se analizó mediante la medición de la caída de presión y de la velocidad superficial del aire. La caída de presión de aire por unidad de altura de lecho ( $\Delta p/L_0(1-\varepsilon_0)$ ) fue graficada en función de la velocidad superficial de aire ( $V_0$ ).

El factor de Coulson ( $f_c$ ) fue utilizado para corregir la  $V_0$  (multiplicándola por  $f_c$ ) en la región de lecho fijo. Este factor considera los efectos causados por la pérdida del empaquetamiento del lecho en las cercanías de las paredes de la cámara de fluidificación (Coulson et al. 1991).

$$f_c = \frac{1}{\left[1 + \frac{\left(\frac{4}{D}\right)}{2\left(\frac{6}{D_c}\right)}\right]^2} \quad (\text{Ec. 2.18})$$

siendo D el diámetro de la cámara.

Para las partículas de germen de trigo el  $f_c$  fue de 0,993 por lo que los efectos de pared para este sistema fueron considerados como leves.

Para la zona de lecho fijo, la ecuación tipo Ergun (Ergun, 1952) fue ajustada a los datos experimentales:

$$\frac{\Delta p}{L_0(1-\varepsilon_0)} = K_1 \frac{(1-\varepsilon_0)\mu_0}{D_p^2 \varepsilon_0^3} V_0 + K_2 \frac{\rho_a}{D_p \varepsilon_0^3} V_0^2 \quad (\text{Ec. 2.19})$$

los coeficientes laminar y turbulento,  $K_1$  y  $K_2$ , fueron determinados por Ergun (1952) para pequeñas partículas inorgánicas, como 150 y 1,75 respectivamente.

Delele et al. (2008) informaron que esos valores dependen de las características del producto, particularmente para grandes partículas, y que deben ser determinados experimentalmente ajustando los datos a una ecuación tipo Ergun.

La adecuada selección de los datos correspondiente a la región de lecho fijo se llevó a cabo según lo realizado por Torrez Irigoyen y Giner (2011).

La Ec. (2.19) fue dividida en ambos miembros por  $V_0$  con el fin de representarla como una recta:

$$\frac{\Delta p}{L_0(1-\varepsilon_0)V_0} = K_1 \frac{(1-\varepsilon_0)\mu_0}{D_p^2 \varepsilon_0^3} + K_2 \frac{\rho_a}{D_p \varepsilon_0^3} V_0 \quad (\text{Ec. 2.20})$$

entonces, luego de reorganizar los datos experimentales de acuerdo con la Ec. (2.20) y de graficarlos en función de  $V_0$ , el comportamiento de la zona de lecho fijo debería ser representado por una tendencia lineal. Posteriormente a haber seleccionado los datos de la zona de lecho fijo de acuerdo a lo realizado por Torrez Irigoyen y Giner (2011), la forma cuadrática de la ecuación tipo Ergun (Ec. 2.19) fue utilizada, ya que la misma usualmente otorga mejores ajustes que la versión lineal (Ec. 2.20). Los datos experimentales fueron evaluados mediante el software estadístico Statgraphic Centurion XV v 15.1.02, EUA. Los resultados de los ajustes fueron obtenidos mediante el método no lineal de mínimos cuadrados.

#### 2.3.8.4 Determinación de la velocidad de mínima fluidificación

La velocidad de mínima fluidificación ( $V_{mf}$ ) se alcanza cuando la caída de presión del fluido que atraviesa el lecho, multiplicada por el área de la sección transversal de este, iguala al peso del producto en el fluido. El peso del producto en el fluido se obtuvo mediante la diferencia entre el peso del producto y la fuerza de flotabilidad en el fluido (Werther, 1999). El área de sección transversal se encontró en ambos lados de la ecuación por lo que fue cancelada, con lo cual la expresión matemática utilizada fue la siguiente:

$$\Delta p = (\rho_p - \rho_a)g(1 - \varepsilon_{mf})L_{mf} \quad (\text{Ec. 2.21})$$

donde  $\Delta p$  es la caída de presión a través del lecho,  $\rho_a$  y  $\rho_p$  son las densidades del aire y del sólido, respectivamente.  $L_{mf}$  y  $\varepsilon_{mf}$  son la altura de lecho y la fracción de huecos a  $V_0 = V_{mf}$ . La aceleración de la gravedad está representada por  $g$ .

Asumiendo que la masa permanece constante desde la zona de lecho fijo a la zona de lecho fluidizado, a ambos lados del punto de velocidad de mínima fluidificación, la siguiente expresión matemática es válida:

$$(1 - \varepsilon_{mf})L_{mf} = (1 - \varepsilon_0)L_0 \quad (\text{Ec. 2.22})$$

al reemplazar la Ec. (2.22) en la Ec. (2.21) obtenemos:

$$\frac{\Delta p}{L_0(1-\varepsilon_0)} = (\rho_p - \rho_a)g \quad (\text{Ec. 2.23})$$

luego, el miembro izquierdo de la Ec. (2.23) fue reemplazado por el miembro izquierdo de la Ec. (2.19) evaluada a  $V_{mf}$ , considerando el hecho de que la  $V_{mf}$  nominalmente pertenece a ambos estados, fijo y fluidizado.

$$K_2 \frac{\rho_a}{D_p \varepsilon_0^3} V_{mf}^2 + K_1 \frac{(1-\varepsilon_0)\mu_0}{D_p^2 \varepsilon_0^3} V_{mf} - (\rho_p - \rho_a)g = 0 \quad (\text{Ec. 2.24})$$

$V_{mf}$  es la solución de esta expresión matemática y tiene un significado físico como se explicó al comienzo de esta sección. Para obtener este resultado, la aproximación  $\varepsilon_{mf} \approx \varepsilon_0$  fue utilizada porque la determinación de  $\varepsilon_{mf}$  es dificultosa de llevar a cabo durante la fluidificación y el procedimiento usualmente no otorga valores significativamente diferentes de  $\varepsilon_0$ . El valor de la densidad de partícula ( $\rho_p$ ) se obtuvo del trabajo publicado por Kim et al. (2003).

La viscosidad del aire ( $\mu_0$ ) y su densidad ( $\rho_a$ ) fueron calculadas en función de la temperatura con las siguientes ecuaciones: (Formisani et al. 1998).

$$\mu_0 = 1,735 \times 10^{-5} + 4,318 \times 10^{-8} T_{(^\circ C)} \quad (\text{Ec. 2.25})$$

$$\rho_a = \frac{PM_a}{RT_{(K)}} \quad (\text{Ec. 2.26})$$

## 2.3.9 Análisis microbiológicos del germen de trigo

### 2.3.9.1 Mohos y levaduras

Se realizó el recuento en placa de mohos y levaduras en muestras sin contaminación macroscópica expresándose los resultados en Unidades Formadoras de Colonias por gramo de

muestra (UFC/g) según el método estándar 21527-2:2008 de ISO (International Organization for Standardization) (ISO, 2008).

### **2.3.9.2 Bacterias mesófilas heterótrofas totales**

Se realizó el recuento en placa de bacterias mesófilas heterótrofas totales (UFC/g) de acuerdo al método estándar 4833-2:2013 de ISO (ISO, 2014).

### **2.3.9.3 Coliformes totales**

El recuento de bacterias coliformes totales se realizó mediante la técnica de fermentación en tubos múltiples, en serie de tres tubos por dilución, expresándose los resultados como UFC/g de muestra, método estándar SMEWW (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater) (APHA-AWWA-WEF, 2006).

## **2.4 Resultados y discusión**

### **2.4.1 Caracterización química de germen de trigo crudo y de su aceite**

Los valores de la caracterización química del germen de trigo crudo utilizado en el presente trabajo de investigación se describen en la Tabla 2.1. El contenido de proteínas, humedad y cenizas de las muestras fue mayor al informado por Naves et al. (2011) para germen de maíz. Estos mismos autores informaron que el contenido lipídico del germen de maíz (producto industrializado) fue mayor (17,8 g/100 g de materia seca) al medido en germen de trigo, superándolo en un porcentaje menor al 25%. En lo que respecta al perfil lipídico, el aceite de germen de maíz presenta un perfil similar al del germen de trigo aunque este último posee la proporción ideal de ácidos grasos omega 6:omega 3 (10:1) mientras que el aceite de germen de maíz no posee esa importante relación de ácidos grasos benéfica para la salud (Guiotto et al. 2014). Otra destacable característica del aceite de germen de trigo es su contenido de tocoferoles, ya que este es considerado como la fuente natural más concentrada de tocoferoles. El contenido de tocoferoles del aceite de germen de trigo es varias veces mayor que el de los aceites de



girasol, chía, soja, germen de arroz y germen de maíz entre otros (Guiotto et al. 2014; Kim et al. 2002; Naves et al. 2011; Winkler-Moser y Breyer, 2011; Yoshida et al. 1999)

El aceite de germen de trigo es regulado por el *Codex Alimentarius* ya que el Código Alimentario Argentino no lo incluye. El apéndice *CODEX STAN 19-1981*, determina las características que deben cumplir los aceites y grasas comestibles no reguladas por normas individuales (FAO/WHO, 2015). Según los criterios exigidos por el mismo, el aceite de germen obtenido fue apto para consumo ya que todos los requisitos estuvieron dentro de los límites permitidos.

Complementariamente se analizó la calidad microbiológica del germen crudo. El recuento de bacterias mesófilas aerobias heterótrofas totales realizado fue de  $6.020 \pm 2.720$  UFC/g de muestra (unidades formadoras de colonia por gramo de muestra), esta determinación refleja la calidad sanitaria de los productos analizados indicando, además de las condiciones higiénicas de la materia prima, la forma como fueron manipulados durante su elaboración. La contaminación fúngica de un alimento tiene mucha importancia, no tan sólo por su acción deteriorante, sino también por la capacidad de algunos hongos para sintetizar gran variedad de micotoxinas. El recuento de hongos y levaduras fue de  $450 \pm 140$  UFC/g muestra, este valor se encontró dentro de lo esperado para este tipo de productos que durante su procesamiento están expuestos a contaminación ambiental (tierra, aire y agua).

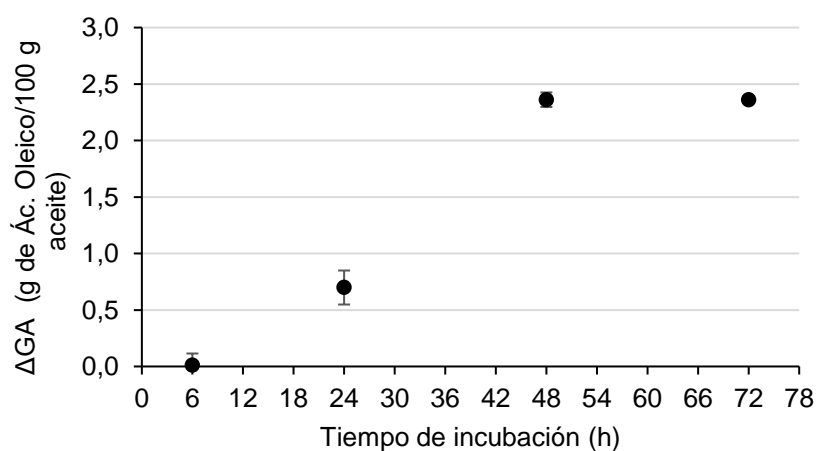
Algunas bacterias coliformes (*E. coli*) son comunes en las heces del hombre y otros animales, pero otras (*Enterobacter*, *Klebsiella*, *Serratia*, *Erwinia*) comúnmente se encuentran en el suelo, agua y semillas. La presencia de bacterias coliformes en los alimentos no significa necesariamente que hubo una contaminación fecal o que hay patógenos entéricos presentes. Las bacterias coliformes son particularmente útiles como componentes de criterios microbiológicos para indicar contaminación post proceso térmico. Estos organismos se inactivan fácilmente por tratamiento térmico, por lo que su presencia en alimentos sometidos al calor sugiere una contaminación posterior al tratamiento térmico o que éste ha sido deficiente (ANMAT, 2006). En la higiene de alimentos los coliformes no se consideran indicadores de contaminación fecal sino solamente indicadores de calidad. El recuento de coliformes totales en germen fue de  $2.377 \pm 1.411$  UFC/g, la gran variabilidad hallada en esta determinación puede deberse a las diferencias de calidad entre los silos de almacenamiento de trigo. Es importante destacar, que los valores de referencia para germen de trigo (Berghofer et al. 2003) indicaron que estos estuvieron dentro de los rangos especificados.

**Tabla 2.1** Caracterización química del germen de trigo crudo y de su aceite

Proteínas	27,09±0,11	% (bs)
Humedad	13,68±0,15	% (bs)
Cenizas	5,30±0,07	% (bs)
Contenido total de lípidos	13,98±0,36	% (bs)
Ác. Linoleico (18:2)	59,44±6,42	% relativo
Ác. Palmítico (16:0)	18,70±2,02	% relativo
Ác. Oleico (18:1)	15,77±1,70	% relativo
Ác. $\alpha$ -linolénico (18:3)	6,09±0,66	% relativo
Ác. Palmitoleico (16:1)	trazas	% relativo
Grado de Acidez	1,53±0,01	g Ác. oleico/100 g aceite
Índice de Peróxidos	0,16±0,01	meq O <sub>2</sub> /kg de aceite
Dienos conjugados (K232)	3,12±0,04	Adimensional
Trienos conjugados (K270)	0,72±0,02	Adimensional
Actividad lipásica ( $\Delta$ GA)	2,51±0,07	g Ác. oleico/100 g aceite
Contenido Total de tocoferoles	3.776,5±4,6	mg/kg aceite
$\alpha$ -tocoferol	2.372,7±8,3	mg/kg aceite
$\beta$ -tocoferol	1.226,4±1,2	mg/kg aceite
$\gamma$ -tocoferol	177,3±2,4	mg/kg aceite
$\delta$ -tocoferol	no detectado	mg/kg aceite

#### 2.4.2 Análisis del tiempo óptimo de incubación en la determinación de actividad lipásica

El tiempo de incubación óptimo a 40±1 °C de las muestras de germen acondicionadas se determinó experimentalmente. En la Figura 2.2 se puede observar del incremento del contenido de ácidos grasos libres en el aceite en función del tiempo de incubación.

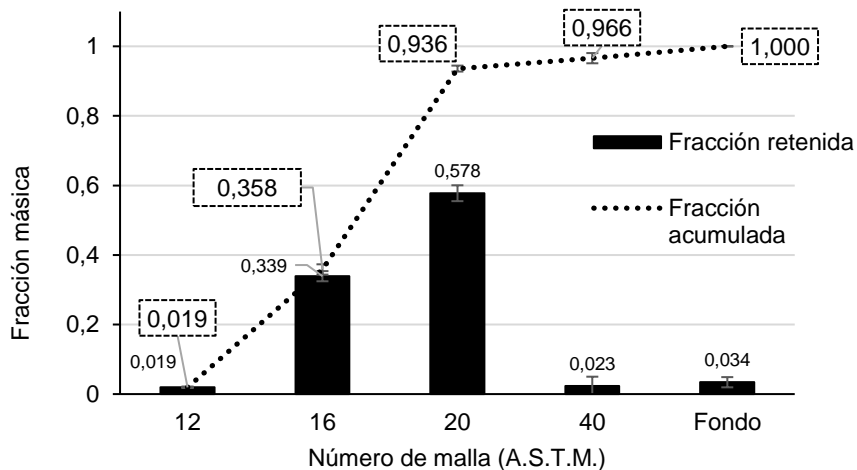
**Figura 2.2** Efecto del tiempo de incubación en el valor de  $\Delta$ GA de germen de trigo crudo. (n=2)

El GA medido en las muestras sometidas a un proceso de incubación de 6 horas no fue significativamente diferente ( $p \leq 0,05$ ) al de las muestras control (sin incubación,  $GA_0$ ). El valor de GA medido en la porción de material incubado durante 24 horas fue significativamente mayor ( $p \leq 0,05$ ) que el de las muestras incubadas 6 horas y a su vez, fue significativamente menor ( $p \leq 0,05$ ) que el determinado en las partículas incubadas 48 horas ( $GA_{48}$ ). El GA medido en las muestras incubadas durante 72 horas no se diferenció significativamente ( $p \leq 0,05$ ) del  $GA_{48}$  lo que puede relacionarse con una limitación del sustrato disponible para la enzima debido a la cantidad de aceite presente en la muestra. El comportamiento observado permitió establecer 48 h como el tiempo óptimo de incubación, por lo cual este tiempo fue considerado para la determinación indirecta de la actividad de la lipasa en germen de trigo mediante el cálculo del cambio en el GA del aceite ( $GA_{48} - GA_0 = \Delta GA$ , g de ácido oleico/100 g de aceite) (Gili et al. 2017).

### **2.4.3 Caracterización física del germen de trigo**

#### **2.4.3.1 Distribución de tamaño de partículas**

El germen es obtenido industrialmente a partir de la molienda del grano de trigo, durante el proceso el grano es sometido a diversas etapas de trituración, compresión y tamización. El germen es considerado un subproducto del proceso, por lo tanto, al ser separado del producto principal arrastra parte de este para asegurar la pureza de la harina de trigo, producto principal del proceso. Es por esta razón que la corriente de subproducto que contiene el germen también contiene algo de salvado y harina. En la Figura 2.3 se observa la distribución de tamaño de partículas obtenidas industrialmente. Las partículas de germen mostraron los mayores tamaños y fueron retenidas en las mallas 12; 16 y 20 ASTM (1,68; 1,19 y 0,841 mm de apertura, respectivamente) conformando 93,6% del peso de la muestra. El resto de la muestra (6,4% del peso) estuvo compuesto principalmente por salvado y restos de harina que tuvieron tamaños de partícula menores, las que fueron retenidas en la malla 40 o quedaron en el fondo (tamiz ciego).



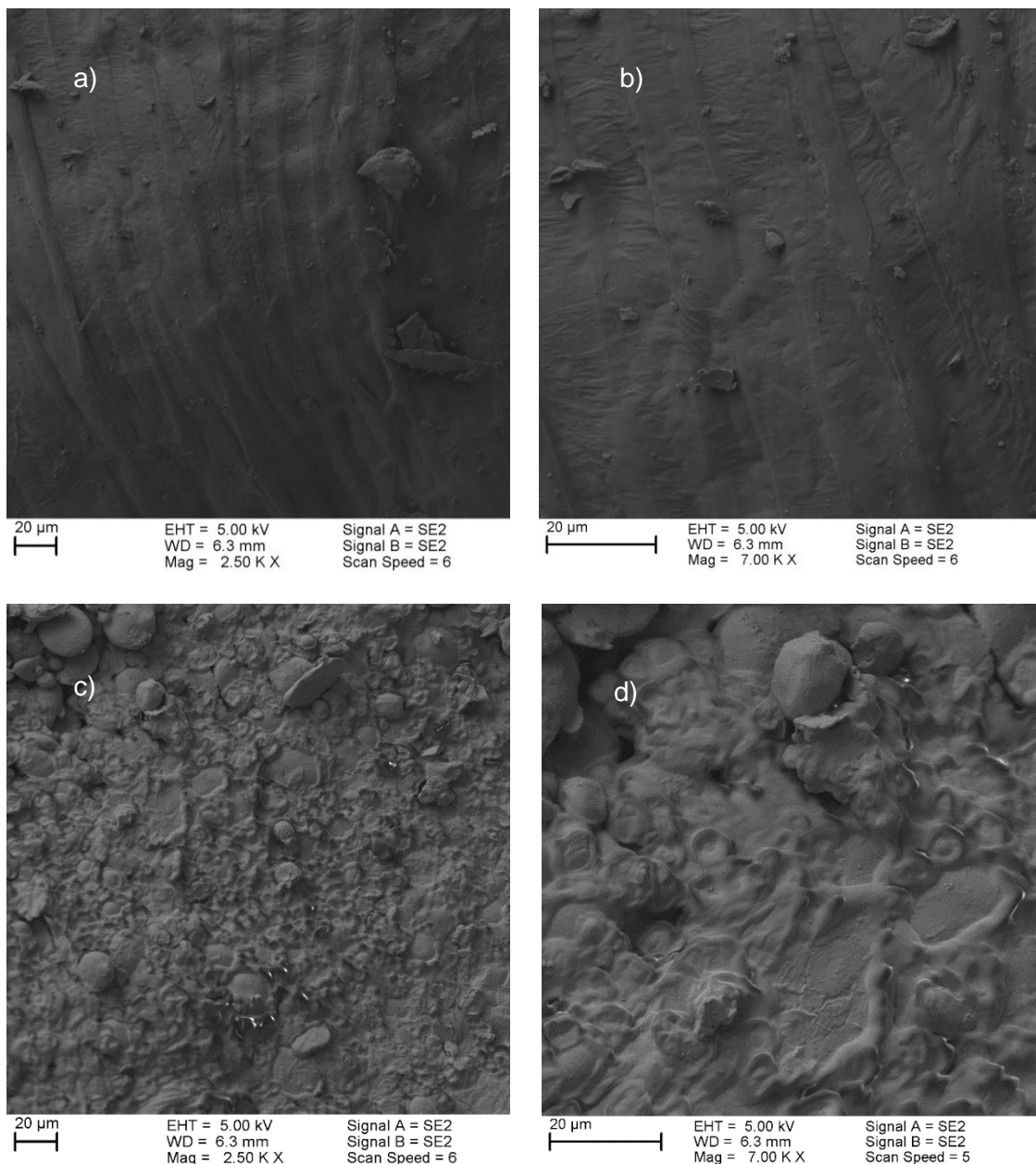
**Figura 2.3** Distribución de tamaño de partículas de muestras industriales de germen de trigo.

### 2.4.3.2 Análisis microscópico de las partículas de germen de trigo

Las muestras de germen de trigo fueron analizadas mediante microscopía de barrido electrónico (SEM), las Figuras 2.4 a y b muestran la superficie exterior (Epidermis) de una partícula extraída manualmente del grano de trigo observada con magnificaciones de 2.500x y 7.000x, respectivamente. Las Figuras 2.4 c y d muestran la superficie interior, en contacto con el resto de la matriz cuando forma parte del grano, de una partícula extraída industrialmente del grano de trigo observada con magnificaciones de 2.500x y 7.000x, respectivamente. En estas imágenes se puede apreciar el efecto del proceso de molienda sobre la superficie del germen, provocando un daño estructural típico del proceso de molturación industrial. Se observan gránulos de almidón adheridos a la superficie provenientes del proceso de ruptura del grano. Savi et al. (2014) publicó imágenes de la superficie de granos de trigo entero, como se esperaba estas imágenes muestran una morfología de la epidermis del grano muy similar a la observada en las Figuras 2.4 a y b (germen extraído manualmente), en donde se destaca una superficie levemente texturizada con pequeñas elevaciones lineales y toda la superficie se observa lisa y sin presencia de gránulos de almidón.

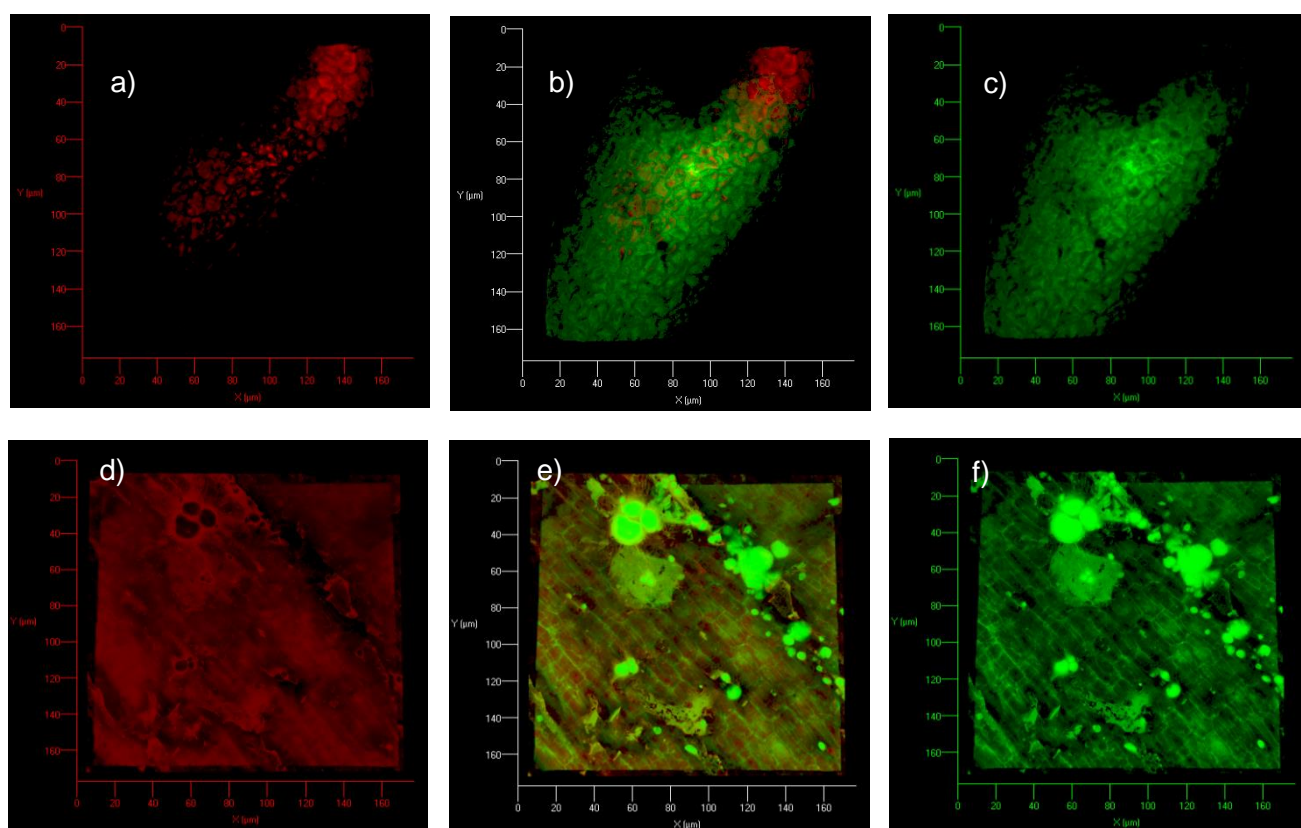
Las superficies de las partículas obtenidas industrialmente y manualmente también fueron analizadas mediante microscopía confocal de barrido laser (CMLS) con una magnificación de 40x (Figura 2.5). Mediante esta técnica los macrocomponentes pueden ser teñidos para poder diferenciarlos y analizarlos. Las proteínas que conforman las células del germen y el almidón se observan en color verde (FITC) y la fase lipídica en color rojo (Rojo Nilo).

Las Figuras 2.5 a; b y c muestran la superficie de una partícula obtenida manualmente, y las Figuras 2.5 d; e y f muestran la superficie de una partícula obtenida del proceso industrial de molienda. En las Figuras 2.5 a y d se aprecia en color rojo la distribución de la fase lipídica (Rojo Nilo) dentro de la superficie de cada partícula. Al analizar la distribución de esta fase, el germen extraído manualmente (Figura 2.5 a) presentó una compartimentalización (contenida por la estructura celular), mientras que en la partícula obtenida industrialmente (Figura 2.5 d) mostró una fase lipídica dispersa en la matriz. Esto puede deberse a un efecto causado por los esfuerzos de compresión y cizalla a los cuales se sometió la partícula durante el proceso de molienda, debido a estos efectos las estructuras que contienen el aceite colapsan y este último se dispersa en toda la matriz.



**Figura. 2.4** Imágenes de partículas de germen de trigo obtenida mediante SEM. a) y b) Epidermis de germen extraído manualmente. c) y d) germen extraído industrialmente.

En las Figuras 2.5 c y f se observa en verde las proteínas (FITC) del tejido superficial de cada partícula. El germen obtenido manualmente mostró una superficie con estructuras celulares sin restos de gránulos de almidón. La red celular observada en esta partícula presenta cierto grado de irregularidad al ser comparada con aquella obtenida industrialmente (Figura 2.5 f). En esta última, las células presentes mostraron una estructura alargada con una geometría casi rectangular generando un patrón más regular en la superficie observada. Esta diferencia puede adjudicarse nuevamente a los esfuerzos aplicados por los rodillos durante el proceso de molienda del grano de trigo, esta modificación (ruptura) en la estructura celular se condice con la distribución de la fase lipídica observada en esa partícula. Es importante destacar que la redistribución de la fase lipídica hallada en la partícula obtenida industrialmente, como consecuencia del colapso de la estructura, favorece la acción de las enzimas hidrolíticas presentes en el germen sobre los triglicéridos del aceite. Esta mayor actividad puede explicar el aumento de acidez del aceite y la reducción de la vida útil a solo unos cuantos días según los resultados mostrados más adelante en el capítulo 5 para germen crudo obtenido industrialmente.



**Figura 2.5** Imágenes obtenidas mediante CMLS de la epidermis de germen de trigo. a; b y c extraída manualmente y d; e y f extraída industrialmente. El color rojo muestra la fase lipídica y verde la fase proteica.

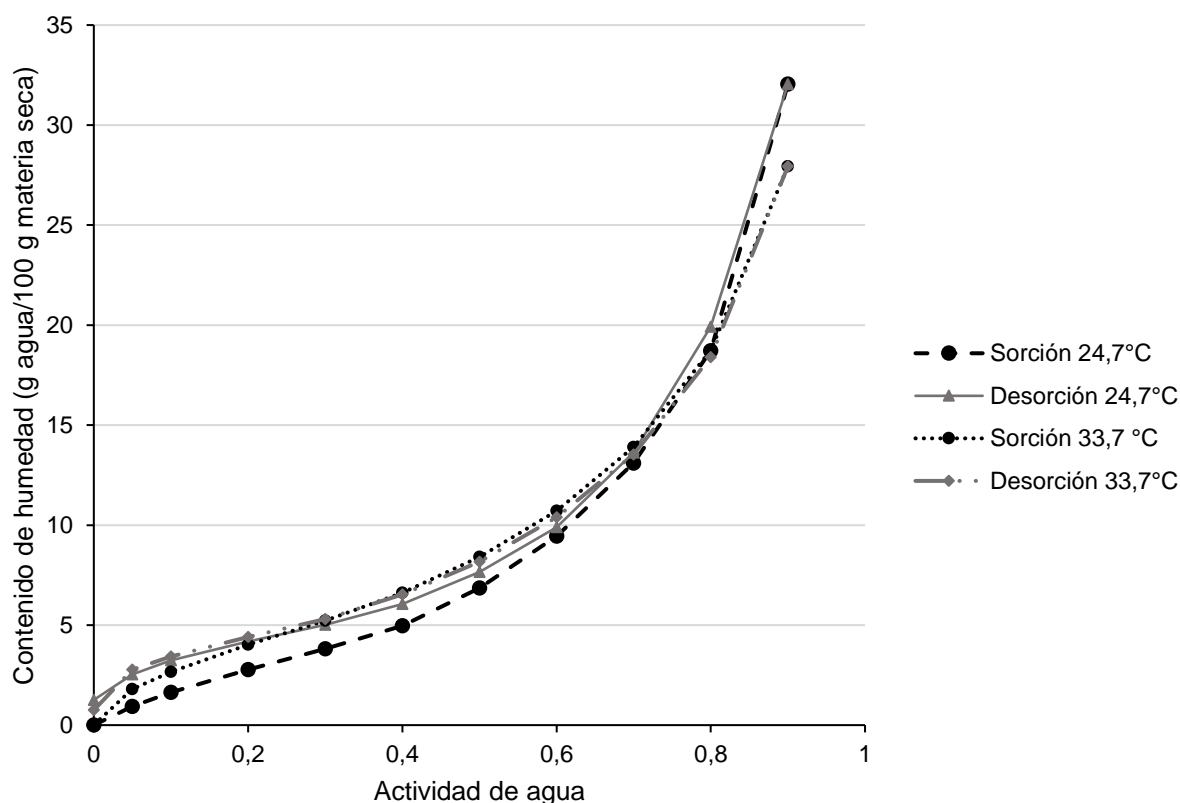
### 2.4.3.3 Equilibrio sorcional

El contenido de humedad de las muestras de germen de crudo fue de  $13,68 \pm 0,15$  % (base seca). El método de sorción dinámica de vapor, método gravimétrico, aplicado a las muestras permitió clasificar las partículas como material muy higroscópico clase IV de acuerdo con Callahan et al. (1982). El análisis sorcional se realizó a 24,7 y 33,7 °C, el germen mostró un valor de adsorción de 18,71% (p/p) a 24,7 °C y de 18,73% (p/p) a 33,7°C para un valor de  $a_w$  de 0,80. Como el mencionado valor de adsorción a 24,7°C es mayor al 15% (p/p), la clasificación de la Farmacopea Europea se condice con la clasificación realizada por Callahan et al. (1982). Esta clasificación asignada al germen de trigo lo posiciona en la misma clasificación de higroscopicidad que el germen de maíz (Shelef y Mohsenin, 1966).

En la Figura 2.6 pueden observarse las isotermas de las partículas de germen, las mismas presentan un comportamiento sigmoide (isotermas tipo II de acuerdo a Brunauer et al. 1940) siguiendo el comportamiento sorcional típico de los alimentos. Este tipo de isotermas ocurre en polvos no porosos o en polvos con poros grandes, mayores que los microporos. El punto de inflexión de la isoterma, como se esperaba, se ubicó cerca del punto de culminación de la formación de la primer monocapa adsorbida y junto con un incremento en la presión relativa (Lowell y Shields, 1984). Este punto de inflexión se halló en valores de actividad de agua cercanos a 0,4 para ambas curvas (sorción y desorción). En la Figura 2.6 a su vez, se observa que las curvas de desorción se ubicaron levemente por encima de las curvas de sorción lo que manifestó la existencia del fenómeno de histéresis en el proceso. El fenómeno de histéresis se presentó para valores de  $a_w$  comprendidos entre 0 y 0,5 a 24,7 °C y entre 0 y 0,25 a 33,7°C. Este fenómeno ha sido relacionado con la naturaleza y el estado de los componentes en los alimentos, reflejando su potencialidad para lograr reordenamientos estructurales y conformacionales (Yogendrarajah et al. 2015).

Como se mencionó previamente, el germen de trigo presenta una elevada actividad enzimática debido a la presencia de lipasas y lipoxigenasas. Estas enzimas generan un deterioro en la calidad química del mismo, en particular las lipasas, que muestran la mayor estabilidad térmica. Estas enzimas presentan la mayor actividad enzimática con una actividad de agua de 0,87 de acuerdo con lo publicado con Rose y Pike (2006). El contenido de humedad del germen crudo fue de  $13,68 \pm 0,15$  % (bs), lo que representa una actividad de agua levemente superior a 0,7. Con este nivel de actividad de agua, las enzimas presentes mantienen una elevada capacidad hidrolítica y ante un periodo de almacenamiento prolongado, diversos microorganismos también pueden desarrollar crecimiento aumentando el deterioro del alimento. Para la mayoría de los alimentos, la zona crítica de actividad de agua se ubica en los valores de 0,6-0,7 (Durance,

2002). Por estas razones, es recomendable almacenar el germen de trigo en un intervalo de actividad de agua de 0,4-0,5 o lo que es lo mismo, utilizando los datos de las isotermas de sorción, en un intervalo de humedad de 5 y 8% (bs).



**Figura 2.6** Curvas de sorción y desorción de las partículas de germen de trigo a 24,7 y 33,7 °C.

**Tabla 2.2** Parámetros determinados a partir del ajuste de los modelos de GAB y BET a los datos experimentales para 24,7 °C y 33,7 °C. Los errores asintóticos standard (ASE) de los parámetros se muestran entre paréntesis.

		Temperatura					
		(°C)	$W_m$	$K_G$	C	$r^2$	s
BET	24,7	0,041 (0,001)	-	4,780 (0,560)	0,9963	0,0013	
	33,7	0,046 (0,001)	-	10,068 (0,654)	0,9986	0,0009	
GAB	24,7	0,050 (0,002)	0,945 (0,005)	3,098 (0,353)	0,9995	0,0022	
	33,7	0,055 (0,001)	0,900 (0,005)	7,098 (0,726)	0,9994	0,0021	

\*BET  $0,05 < a_w < 0,50$



Los cuatro modelos de sorción descritos en la sección 2.3.5.4 se ajustaron a los datos experimentales. Los parámetros  $s$  de los modelos de G.A.B. (Ec. 2.7) y de B.E.T. (Ec. 2.8) se muestran en la Tabla 2.2. Los parámetros de los modelos de Henderson-Thompson (H-T) (Ec. 2.9) y Oswin modificado (Ec. 2.10) se muestran en la Tabla 2.3.

**Tabla 2.3** Parámetros determinados a partir del ajuste de los modelos de Henderson-Thompson y Oswin Modificado a 24,7 °C y 33,7 °C. Los errores asintóticos standard (ASE) de los parámetros se muestran entre paréntesis.

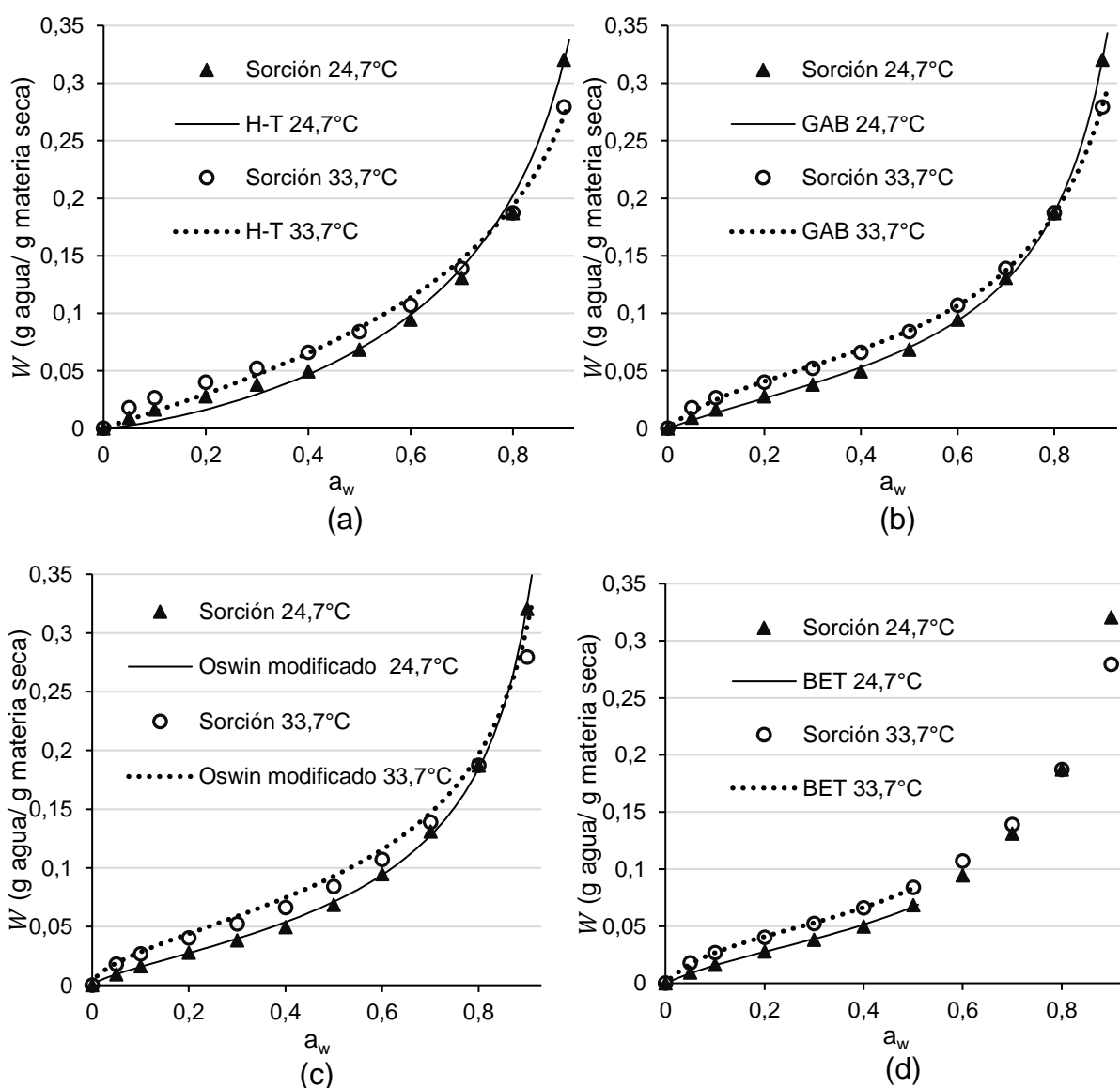
	Temperatura		C	N	$r^2$	s
	(°C)	K				
H-T	24,7	0,0062(0,0001)	0,175 (0,001)	0,785 (0,002)	0,9918	0,0087
	33,7	0,0117(0,0003)	-27,745 (0,001)	1,060 (0,001)	0,9891	0,0087
Oswin modificado	24,7	0,035 (0,043)	0,286 (0,001)	1,454 (0,001)	0,9992	0,0027
	33,7	-105,15 (0,06)	3,376(0,001)	1,850(0,001)	0,9989	0,0028

Considerando el coeficiente de determinación ( $r^2$ ) como criterio de pre-selección para obtener el mejor modelo de sorción para el ajuste de los datos experimentales, todos los modelos analizados (B.E.T. G.A.B. H-T y Oswin modificado) brindaron elevados  $r^2$ , por lo que fueron aptos para reproducir las isotermas experimentales de germen de trigo ( $r^2 > 0,9$ ). Al comparar los valores de monocapa ( $W_m$ ) obtenidos de ajustar los modelos de G.A.B. y B.E.T. el valor del modelo de G.A.B. fue un 22% mayor que el valor obtenido mediante el modelo de B.E.T. a 24,7°C y aproximadamente un 20% mayor a 33,7°C lo que concuerda con lo publicado por Timmermann et al. (2001) para diversos alimentos y productos alimenticios.

Es importante destacar que el modelo de isoterma de B.E.T. sólo explica los datos comprendidos en el rango de 0,01-0,5 de actividad de agua (Durance, 2002). Este estrecho rango de aplicabilidad del modelo limita su utilización como modelo de predicción de isotermas, principalmente en alimentos por los contenidos de humedad inicial que presentan, por esta razón, el modelo no fue considerado para describir el comportamiento del germen de trigo. Por otro lado, mediante el análisis del error estándar de la estimación ( $s$ ), el modelo de G.A.B. mostró una precisión levemente mayor frente a los otros modelos con un valor de error estándar de la estimación de 0,0022 de contenido de humedad (bs) a 24,7 °C y de 0,0021 de contenido de

humedad decimal (bs) a 33,7°C. Esta metodología de selección de modelos también fue utilizada previamente por Giner y Gely (2005).

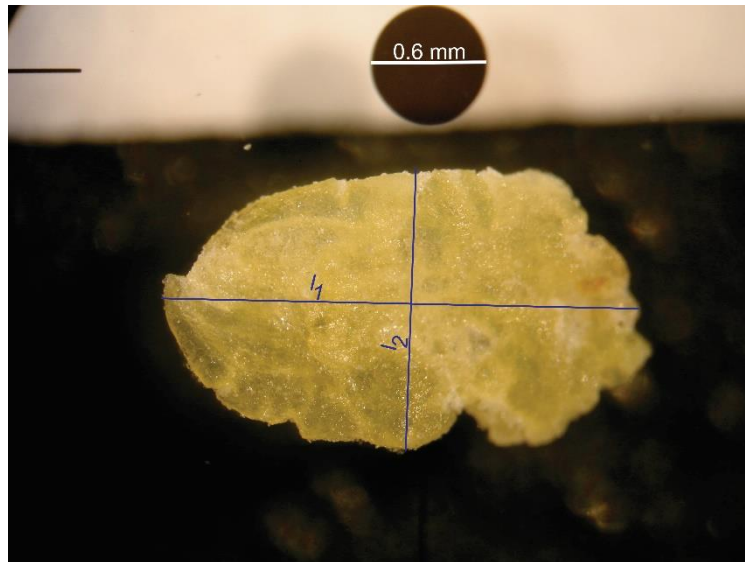
Los modelos de Henderson-Thompson y de Oswin modificado, a pesar de su simplicidad, mostraron predicciones aceptables del contenido de humedad de equilibrio del germen de trigo. Resultados similares sobre estos modelos fueron publicados para granos de soja (Aviara et al. 2004) y semillas de girasol (Giner y Gely, 2005). En la Figura 2.7 se observan las predicciones de los datos experimentales otorgadas por los 4 modelos ajustados frente a las humedades experimentales de equilibrio a 24,7 °C y 33,7°C.



**Figura 2.7** Contenido experimental de humedad  $W$  (bs) en función del contenido de actividad de agua. Datos experimentales a 24,7 °C ( $\blacktriangle$ ) y a 33,7 °C ( $\circ$ ) y predichos para cada modelo de sorción ajustado. a) Henderson-Thompson (H-T); b) G.A.B.; c) Oswin modificado y d) B.E.T.

#### 2.4.4 Caracterización geométrica mediante análisis de imágenes

Un total de 50 partículas fueron medidas mediante análisis de imágenes. Los tres ejes principales fueron medidos utilizando una referencia circular en las imágenes (Figura 2.8).



**Figura 2.8** Vista en plano de la partícula de germen de trigo con los ejes principales  $l_1$  y  $l_2$  y la circunferencia utilizada como referencia

En la Tabla 2.4 se muestran los valores medidos de los ejes principales y los valores calculados de área superficial, volumen de partícula, diámetro equivalente y diámetro efectivo (Ec. 2.11 a Ec. 2.16). El germen de trigo es una partícula de menor tamaño que su homónimo de maíz, el largo promedio del germen de maíz informado por Akinyosoye et al. (2014) fue aproximadamente 3 veces mayor (~6,5 mm) que el largo del germen de trigo. Las características geométricas del germen de trigo permiten describirlo como una partícula plana con una geometría cuasi elíptica. Esta descripción se condice con el coeficiente de esfericidad determinado.

**Tabla 2.4.** Propiedades de las partículas de germen de trigo determinadas mediante análisis de imágenes.

	Media	Min	Max	Unidad
Eje principal 1 ( $l_1$ )	2,28	1,65	3,39	mm
Eje principal 2 ( $l_2$ )	1,59	1,19	2,13	mm
Espesor de partícula ( $l_3$ )	0,29	0,17	0,41	mm
Área de partícula ( $A_p$ )	5,26	3,65	9,21	mm <sup>2</sup>
Volumen de partícula ( $V_p$ )	0,49	0,24	0,97	mm <sup>3</sup>
Diámetro equivalente ( $D_e$ )	0,969	0,766	1,223	mm
Diámetro efectivo ( $D_p$ )	0,623	0,366	0,849	mm
Factor de esfericidad ( $\psi$ )	0,62	0,477	0,79	Adimensional

n=50

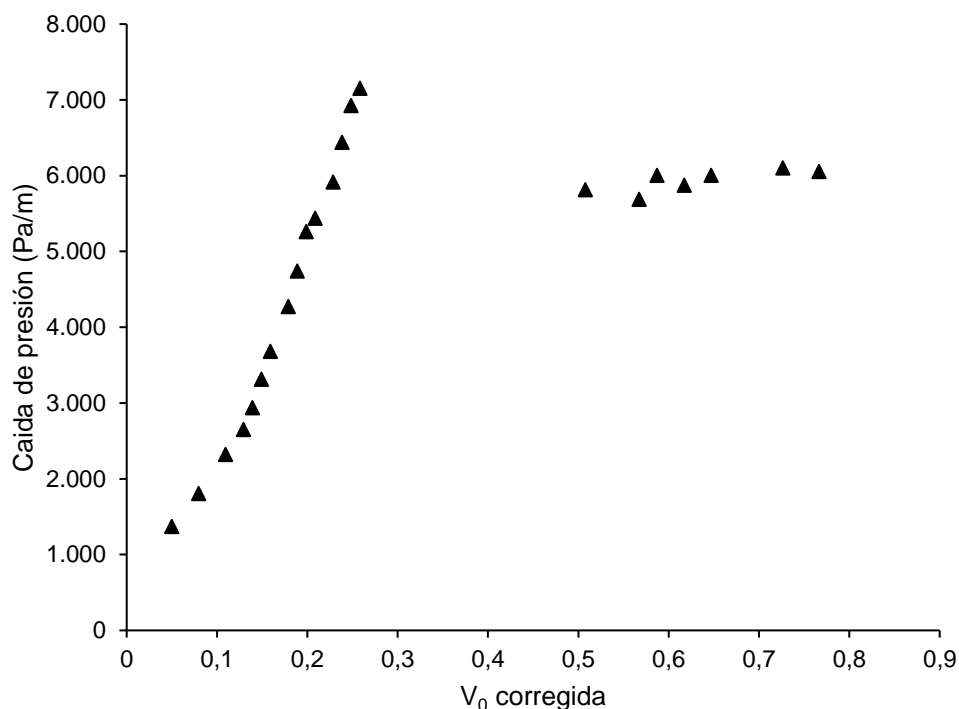
#### 2.4.4.1 Clasificación de Geldart para partículas

Basándose en la densidad de las partículas de germen (1.234,23 kg/m<sup>3</sup>) y en su diámetro de partícula promedio (0,623 mm), puede ser ubicado en la región límite entre los grupos A y B de la clasificación de partículas de Geldart. Por otro lado, de acuerdo con lo observado durante la fluidificación de las partículas, el germen de trigo pertenece al grupo B ya que durante el proceso de fluidificación se observó burbujeo a la velocidad de mínima fluidificación con una pequeña expansión del lecho.

#### 2.4.5 Determinación de los parámetros de Ergun

La caída de presión a través del lecho se graficó en función de la velocidad superficial de aire (Figura 2.9). A bajas velocidades de aire, se observó una pendiente creciente y la curva presentó

una forma cóncava, este comportamiento es comparable con lo publicado por otros autores (Torrez Irigoyen y Giner 2011, Sau et al. 2007) y es considerado como comportamiento típico para la región de lecho fijo. A velocidades de aire mayores la curva presenta un comportamiento horizontal.



**Figura 2.9** Caída de presión a través del lecho en función de la velocidad superficial de aire  $V_0$ .

La región de lecho fijo se determinó reorganizando los datos experimentales de acuerdo con lo indicado por el miembro izquierdo de la Ec. (2.20) graficados en función de  $V_0$  (Figura 2.10). La zona de lecho fijo se caracteriza por un comportamiento regular, el cual se observó hasta los 0,26 m/s, a mayores velocidades el comportamiento se volvió irregular. A partir de esas observaciones, la región de lecho fijo fue determinada en el rango de velocidad de aire de 0,05-0,26 m/s.

Una vez delimitada la zona pura de lecho fijo, los datos experimentales fueron reorganizados de acuerdo a lo determinado por el miembro izquierdo de la Ec. (2.19) en función de  $V_0$  y luego la forma parabólica de la ecuación de tipo Ergun (Ec. 2.19) fue ajustada a los datos experimentales utilizando la porosidad de lecho informada en la Tabla 2.5 y el diámetro efectivo informado en la Tabla 2.4. Los parámetros obtenidos del ajuste de los datos experimentales a la Ecuación 2.19 ( $K_1$  y  $K_2$ ) fueron 277,46 (17,48) y 7,79 (0,69) respectivamente, el correspondiente error asintótico

standard (ASE) se encuentra entre paréntesis. El coeficiente de determinación corregido ( $r^2$ ) fue de 0,994.

**Tabla 2.5** Propiedades de partícula y de lecho fijo para germen de trigo a 25°C

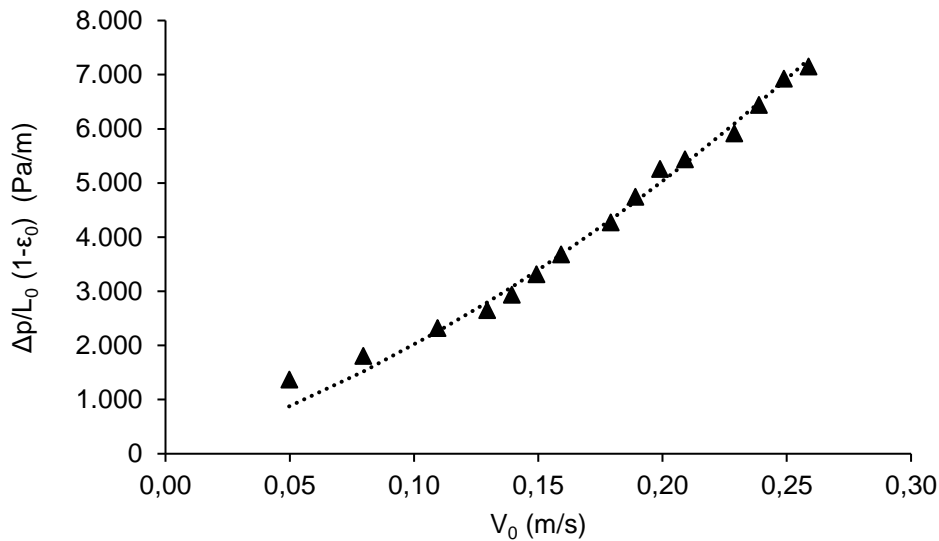
Densidad de partícula ( $\rho_p$ )	1.234,23	kg/m <sup>3</sup>
Densidad de lecho fijo ( $\rho_{B0}$ )	413,83	kg/m <sup>3</sup>
Altura de lecho fijo ( $L_0$ )	0,03	m
Fracción de huecos del lecho fijo ( $\epsilon_0$ )	0,664	Adimensional

Como se mencionó previamente en la sección 2.3.8,  $K_1$  y  $K_2$  dependen de las características de la partícula, principalmente de la rugosidad de la superficie, tamaño y forma (Escardino et al. 1974). Los valores obtenidos para germen de trigo fueron mayores a los informados por Torrez Irigoyen y Giner (2011) para granos de soja.

El valor determinado de  $K_1$  en este trabajo, fue menor que el informado por Escardino et al. (1974) para granos de trigo, mientras que  $K_2$  fue mayor que el correspondiente valor informado en el mencionado trabajo. Esto puede estar relacionado con la forma de las partículas, las cuales son pequeñas y planas en comparación con el grano de trigo. Estas características pueden influir en su empaquetamiento en la cámara de fluidificación, generando abruptos cambios en la dirección del flujo de aire que percola a través el lecho fijo (Yang, 2003). Además, las partículas presentan una superficie rugosa, característica que contribuye a aumentar los valores de  $K_1$  y  $K_2$ .

Esto está en concordancia con Molenda et al. (2005) quienes informaron que los granos con formas no esféricas y con tamaño aleatorio de partículas resultan en coeficientes  $K_1$  y  $K_2$  considerablemente mayores que los valores teóricos para partículas esféricas, lo que concuerda con los resultados obtenidos en este trabajo.

En la Figura 2.10 se observa la caída de presión por unidad de altura de lecho predicha (línea punteada) y experimental (símbolos) graficadas en función de la velocidad superficial de aire utilizando los parámetros obtenidos en el ajuste de la ecuación de Ergun). La concordancia de la caída de presión predicha y la experimental fue satisfactoria para las partículas de germen de trigo.



**Figura 2.10** Caída de presión a través del lecho fijo por unidad de altura de lecho en función de la velocidad superficial de aire. Datos experimentales (▲), datos predichos con la ecuación de Ergun (⋯) (Ec. 2.20).

#### 2.4.6 Determinación de la velocidad de mínima fluidificación $V_{mf}$

La velocidad de mínima fluidificación ( $V_{mf}$ ) fue obtenida a partir de la Ec. 2.24 utilizando los parámetros de partícula medidos ( $D_p$ ,  $\epsilon_0$ ). Luego de resolver la Ec. (2.24), la  $V_{mf}$  para las partículas en aire a  $\sim 25$  °C fue de  $0,35 \pm 0,02$  m/s. Esta velocidad de mínima fluidificación corresponde a un caudal de aproximadamente  $0,003$  m<sup>3</sup>/s en el equipo utilizado. Este caudal es bajo en comparación con los  $0,011$  m<sup>3</sup>/s informados por Yöndem-Makascioğlu et al. (2005) para estabilizar germen de trigo en un secador de lecho fluidizado del tipo *spouted*, esto puede estar relacionado a múltiples factores de equipo o de condiciones de proceso que pueden afectar los caudales utilizados.

## 2.5 Conclusiones

En el presente capítulo se caracterizó física y químicamente la partícula de germen de trigo. Se determinó el tiempo óptimo de incubación de las muestras para realizar la determinación indirecta de la actividad lipásica. Algunas propiedades de la partícula fueron caracterizadas mediante análisis de imágenes ( $V_p, A_p, \psi, D_p, D_e$ ).

Cuatro modelos de isotermas de sorción fueron ajustados a los datos experimentales obtenidos y el modelo de G.A.B. resultó ser el más preciso para explicar el comportamiento de los datos experimentales obtenidos. El contenido de humedad de monocapa suministrado por el modelo de G.A.B. fue de  $0,050 \pm 0,002$  kg de agua/ kg materia seca a  $24,7$  °C y de  $0,055 \pm 0,002$  kg de agua/ kg materia seca a  $33,7$  °C.

El análisis sorcional determinó que el germen debería ser almacenado con un contenido de humedad máximo de entre 5 y 8 % en base seca para evitar el deterioro del producto debido a la actividad enzimática, al deterioro en la calidad de los lípidos presentes y por el posible desarrollo de microorganismos.

La densidad de lecho fijo, la porosidad de lecho y las características fluido-dinámicas de la partícula de germen de trigo en lecho fijo fueron analizadas. Los coeficientes laminar y turbulento ( $K_1$  y  $K_2$ ) de la ecuación de Ergun fueron ajustados a los datos experimentales obtenidos y la velocidad de mínima fluidificación de la partícula fue  $0,35 \pm 0,02$  m/s, determinada a  $25$ °C. Los valores de los parámetros evaluados y las características tecnológicas de la fluidificación (robusta, fácil de acoplar a los actuales procesos, energéticamente eficiente, económica, simple mantenimiento, etc.) permiten concluir que es factible el planteo del uso de la tecnología de lecho fluidizado en un proceso de estabilización térmica de germen de trigo.



# CAPÍTULO

## 3

### **Modelado matemático de la transferencia de calor y masa en lecho fluidizado**

### 3.1 Lista de abreviaturas

$a_v$	Superficie específica de partícula, 1/m
$a_w$	Actividad de agua
$C_p$	Calor específico de la partícula, J/kg (materia seca) °C
$D_{eff}$	Coefficiente de difusión efectivo del agua en el germen de trigo, m <sup>2</sup> /s
$D_\infty$	Factor preexponencial en la ecuación de Arrhenius para difusividad de agua, m <sup>2</sup> /s
$E_a$	Energía de activación, kJ/mol
$h_t$	Coefficiente efectivo de transferencia de calor, W/m °C
$L_0$	Medio espesor de partícula al contenido inicial de humedad, m
$L_g$	Calor de desorción del agua en la partícula, J/kg
$L_w$	Calor de vaporización del agua pura, J/kg
$M_w$	Masa molar del agua, kg/kmol
$p_v$	Vapor pressure of water in particles, Pa
$p_s$	Presión de vapor de saturación del agua pura, Pa
$p_{va}$	Presión parcial de vapor en el aire, Pa
$p_{vs}$	Presión de vapor del agua en la superficie de la partícula, Pa
$R$	Constante universal de los gases, 8,314, kJ/kmol K
$S_y$	Desviación estándar de la estimación
$t$	Tiempo, s
$T$	Temperatura de la partícula, °C
$W$	Contenido de humedad, kg agua/ kg materia seca
$W_{ad}$	Contenido de humedad adimensional

#### *Símbolos griegos*

$\pi$	Constante
$\rho_p$	Densidad de la partícula, kg/m <sup>3</sup>
$\rho_s$	Densidad de la materia seca del germen de trigo, kg/m <sup>3</sup>

### *Subíndices*

<i>0</i>	Inicial
<i>e</i>	Equilibrio
<i>exp</i>	Valor experimental
<i>K</i>	Kelvin
<i>l</i>	Local
<i>m</i>	Promedio
<i>s</i>	Superficie
<i>sim</i>	Valor simulado

### 3.2 Antecedentes

El germen de trigo se degrada rápidamente. El efecto mecánico involucrado en la molienda del trigo causa la ruptura de las estructuras celulares generando la difusión del aceite fuera de los compartimentos que lo contienen y favoreciendo la interacción enzima-sustrato. La degradación se produce principalmente por la acción de enzimas hidrolíticas y oxidativas tales como lipasas y lipoxigenasas sobre las cadenas de ácidos grasos insaturados incluidas en las moléculas lipídicas del aceite (Brandolini y Hidalgo, 2012; Niu et al. 2013). La aplicación de un tratamiento térmico puede limitar o eliminar la actividad de estas enzimas degradativas. Como se mencionó anteriormente, la fluidización proporciona un rápido intercambio de masa y, en particular, un vigoroso intercambio de energía entre el producto y el aire caliente, dando lugar a un tratamiento uniforme en el material que se está fluidificando (Giner y Calvelo 1987) debido al alto grado de mezclado causado. Las partículas de germen presentan un buen potencial de fluidización debido a su superficie no pegajosa y baja densidad como se demostró anteriormente. Yöndem-Makascioğlu et al. (2005), estudiaron la estabilización del germen de trigo empleando un lecho fluidizado tipo *spouted*, estos investigadores incrementaron la vida útil del germen en un factor de 20. Además, informaron que este tipo de tratamientos le imparte al alimento un color dorado y un sabor a nuez además de un tostado ligero.

Muy pocos estudios se han encontrado sobre el proceso de estabilización de germen de trigo mediante lecho fluidizado y ninguno ha desarrollado su modelado matemático. Estos modelos y los parámetros que caracterizan las transferencias de energía y masa permiten predecir el comportamiento de los procesos, mejorar la eficiencia energética y el tratamiento térmico aplicado, lo que contribuye a preservar la calidad de los productos estabilizados. Además, el modelado y la simulación son importantes para el diseño del equipo y pueden ayudar en el escalado industrial (Di Scala y Crapiste, 2008).

La etapa de deshidratación puede estudiarse considerando conceptualmente el proceso en sistemas más simples, capas delgadas. Esta metodología implica analizar capas finas de productos bajo condiciones de aire constantes, por lo que todas las variaciones se producen dentro del producto y por lo tanto, los parámetros de secado así medidos pueden estar relacionado con las condiciones de aire constantes (Márquez et al. 2006; Mohapatra y Rao, 2005).

El modelado del tratamiento de germen de trigo por lecho fluidizado es el primer paso imprescindible para lograr su implementación industrial. Un proceso rápido y continuo es indispensable para estabilizar el germen manteniendo alto los contenidos de proteínas de calidad, tocoferoles, vitamina B y fibra dietaria, además de conservar el excelente perfil de ácidos grasos. Productos con estas características pueden convertirse en un alimento o ingrediente de alta

riqueza nutricional para utilizar en la formulación de alimentos más complejos y así ampliar la gama de productos ofrecidos por la industria molinera de trigo.

En el presente capítulo se analiza el intercambio de masa y energía en el procesamiento térmico del germen de trigo mediante lecho fluidizado aplicando soluciones analíticas de la ecuación de difusión y resolviendo el balance macroscópico de energía.

### **3.3 Materiales y métodos**

#### **3.3.1 Procedimientos experimentales desarrollados en el equipo de lecho fluidizado**

Las muestras fueron suministradas por una empresa local (José Minetti y Cia, Ltda, S.A.C.I, Córdoba, Argentina) después de la molienda del grano (campaña 2015).

Los tratamientos térmicos realizados a las partículas fueron llevados a cabo en un equipo de lecho fluidizado (descrito en la sección 2.3.7). Todos los tratamientos se realizaron con una velocidad promedio de aire de  $0,50 \pm 0,05$  m/s, aproximadamente 1,5 veces la velocidad de mínima fluidificación del germen de trigo (0,35 m/s) (Soponronnarit et al. 2001; Torrez Irigoyen y Giner, 2011). Se utilizó esta velocidad ya que la fluidificación de partículas grandes requiere utilizar velocidades operativas de fluidificación mayores a la velocidad de mínima fluidificación para asegurar un correcto grado de mezclado y un tratamiento uniforme. El valor de velocidad operativa de fluidificación generalmente se define teniendo en cuenta el objetivo de producir un tratamiento térmico uniforme reduciendo el consumo energético (Soponronnarit et al. 2001).

Las muestras se trataron con aire caliente a 90, 110, 130 y 150°C (temperatura del aire al ingreso a la cámara de fluidificación) durante periodos de tiempo entre 0,5 y 15 minutos. Después de cada tratamiento, las muestras se envasaron en envases tri-capa sellados herméticamente y se almacenaron bajo refrigeración. Los tratamientos se realizaron por duplicado.

### **3.3.2 Modelado matemático de la transferencia de masa**

#### **3.3.2.1 Proceso de estabilización de germen en capa delgada mediante lecho fluidizado**

El proceso de estabilización térmica de germen se realizó a las temperaturas y velocidad operacional de aire de entrada a la cámara de fluidificación mencionadas anteriormente. El tratamiento se realizó en un equipo de lecho fluidizado respetando las condiciones experimentales que garantizan el tratamiento del material en capa delgada. Esta metodología se asume que los cambios dentro de la cámara de fluidificación están limitados a las partículas y por lo tanto, las características del aire en la cámara de fluidificación no son alteradas durante el tratamiento térmico. Las muestras se colocaron en la cámara del equipo en una capa delgada (0,03 m). El espesor del lecho no altera la esencia de capa delgada del sistema ya que la velocidad del aire es aproximadamente 10 veces mayor que en el tratamiento en lecho fijo (Torrez Irigoyen y Giner, 2014).

Durante los tratamientos térmicos, las mediciones de temperatura del germen se realizaron con un termómetro infrarrojo Testo 832 T2 (Testo AG, Alemania) por triplicado.

#### **3.3.2.2 Modelado matemático de la transferencia de masa en capa delgada**

##### **3.3.2.2.1 Balance microscópico de masa con transporte difusional de agua**

Asumiendo que el transporte de agua se lleva a cabo mediante difusión molecular y considerando el volumen de las partículas de germen como el sistema en estudio, el balance de masa microscópico se puede expresar, para el volumen constante, como: (Crank, 1975)

$$\frac{\partial W_i}{\partial t} = \nabla(D_{eff}\nabla W_i) \quad (\text{Ec. 3.1})$$

donde  $D_{eff}$  es el coeficiente de difusión efectivo del agua con relación a la materia seca.

Considerando al flujo de agua unidimensional dentro de la geometría de placa infinita (partícula de germen) y al coeficiente de difusión de agua constante en el sistema de estudio, es decir, independiente del contenido de humedad, la Ec. (3.1) se puede ampliar matemáticamente:

$$\frac{\partial W_l}{\partial t} = D_{eff} \left( \frac{\partial^2 W_l}{\partial l^2} \right) \quad (\text{Ec. 3.2})$$

esta ecuación se aplica en cada punto interno del sólido, y proporciona el contenido de humedad local del componente de difusión  $W_l$  en función del tiempo  $t$  y de la coordenada lineal  $l$ , normal a la superficie y cuyo origen se sitúa en el centro de la placa infinita.

### 3.3.2.2 Condiciones iniciales y de borde en la transferencia de masa

Para resolver la ecuación diferencial parcial Ec. (3.2), las condiciones iniciales y de borde fueron las siguientes:

#### Condiciones iniciales

$$t = 0 \quad W_l = W_0 \quad 0 \leq l \leq L_0 \quad (\text{Ec. 3.3})$$

donde  $L_0$  es la mitad del espesor de la partícula de germen ( $2L_0$ ), correspondiente al contenido de humedad inicial ( $W_0$ ).

#### Condiciones de borde en el centro

En el centro de la placa infinita, el flujo de agua es cero por simetría.

$$l = 0 \quad \frac{\partial W_l}{\partial l} = 0 \quad t > 0 \quad (\text{Ec. 3.4})$$

### Condiciones de borde en la superficie

En la superficie, el flujo convectivo a las capas fronterizas circundantes es igual al flujo de agua difusivo desde el punto medio de la partícula hasta la superficie

$$-\rho_{s0}D_{eff} \frac{\partial W_l}{\partial l} = k_p(p_{vs} - p_{va}) \quad l = L_0 \quad t > 0 \quad (\text{Ec. 3.5})$$

Una progresiva disminución de la presión de vapor en la superficie ( $p_{vs}$ ) hasta la presión de vapor del aire ( $p_{va}$ ) o, en términos equivalentes, una disminución gradual del contenido de humedad superficial ( $W_s$ ) hacia el valor de equilibrio ( $W_e$ ), calculada a partir de un tratamiento prolongado a la temperatura y humedad relativa del aire (Giner y Mascheroni, 2001), se postuló en la condición general de superficie presentada por la Ec. (3.5).

Considerando las altas velocidades del aire empleadas durante el tratamiento térmico por fluidización, la resistencia externa puede considerarse despreciable en comparación con la interna, lo que implica un control interno estricto para la transferencia de masa (Torrez Irigoyen y Giner 2014). Cuando el control interno de la transferencia de masa es dominante, se esperan valores grandes de números de Biot de transferencia de masa ( $Bi_m$ ) y la condición general de superficie presentada por la Ec. (3.5) se puede representar como sigue:

$$l = L_0 \quad W_s = W_e \quad t > 0 \quad (\text{Ec. 3.6})$$

donde  $W_s$  es el valor particular de  $W_l$  en la superficie.

#### 3.3.2.3 Solución analítica de la ecuación de difusión

La condición inicial dada por la Ecuación (3.3) y las condiciones de contorno de las ecuaciones (3.4) y (3.6), con el modelo de difusión en estado no estacionario para la geometría de placa infinita (Ec. 3.2), puede ser resuelto analíticamente después de la integración en el volumen sólido para proporcionar el contenido medio de humedad  $W_m$  en función del tiempo (Crapiste y Rotstein 1997; Doymaz y Osman 2010; Vega-gálvez et al. 2011).



$$W_{ad} = \frac{W_m - W_e}{W_0 - W_e} = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp \left[ -\frac{(2n+1)^2 \pi^2}{4} \left( \frac{D_{eff} t}{L_0^2} \right) \right] \quad (\text{Ec. 3.7})$$

donde  $W_{ad}$  es el contenido de humedad adimensional, o proporción de humedad (Ah-Hen et al. 2013; Akpınar y Bicer, 2005). El grupo  $D_{eff} t / L_0^2$  es el tiempo adimensional o número de Fourier ( $Fo$ ) para la transferencia de masa.

Becker (1959), definió al tiempo adimensional como  $X^2 = a_v^2 D_{eff} t$  siendo  $a_v$  el área superficial por unidad de volumen o  $1/L_0$  para la geometría de placa infinita. Entonces, reemplazando  $D_{eff} t / L_0^2$  en la Ec. (3.7) por el término  $X^2$  se obtiene:

$$W_{ad} = \frac{W_m - W_e}{W_0 - W_e} = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp \left[ -\frac{(2n+1)^2}{4} \pi^2 X^2 \right] \quad (\text{Ec. 3.8})$$

Para obtener la solución, la serie infinita requiere un número considerable de términos para converger, particularmente a tiempos cortos. Sin embargo, a largos tiempos, esta serie infinita requiere sólo un término para alcanzar la convergencia ( $W_{ad} < 0,3$  or  $X > 1$ ).

### 3.3.2.4 Solución analítica aproximada para la ecuación de difusión

En forma paralela se utilizó una solución más simple (Ec. 3.9) de la ecuación de difusión para estimar la pérdida de agua en tiempos adimensionales cortos ( $X \leq 1$ ) sin perder la precisión de la solución de la serie completa (Ec. 3.7) de la placa infinita. La siguiente ecuación fue propuesta por Becker (1959):

$$W_{ad} = \frac{W_m - W_e}{W_0 - W_e} = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} a_v \sqrt{D_{eff} t} \quad (\text{Ec. 3.9})$$

La solución más simple de la ecuación de difusión, para la geometría esférica, se aplicó con éxito en otros estudios para predecir las curvas de secado de granos en un intervalo de contenido de humedad relativamente estrecho, incluso con temperaturas por encima del punto de ebullición del agua (Gely y Giner, 2007; Torrez Irigoyen y Giner, 2014). En el presente estudio, esta

expresión matemática (Ec. 3.9) se ajustó a los datos experimentales considerando el contenido de humedad inicial de la partícula en el medio espesor ( $L_0$ ).

El error cuadrático medio de la estimación se calculó como:

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=n} (y_{exp,i} - y_{pred,i})^2}{n-1}} \quad (\text{Ec. 3.10})$$

donde  $y_{exp,i}$  y  $y_{pred,i}$  son los valores experimentales y predichos respectivamente, correspondientes al mismo tiempo de tratamiento.

### 3.3.3 Balance macroscópico de energía

Se supuso que la temperatura de la partícula es uniforme, es decir, el perfil de temperatura interno en la partícula es plano, aunque variable con el tiempo (Rodríguez-Fernández et al. 2007). Esta característica se debe al comportamiento del número de Biot de transferencia térmica, que tiende a cero con el progreso del tratamiento térmico. Por lo tanto, se aplicó un balance macroscópico de energía a la partícula de germen de trigo, considerando que el intercambio de calor entre partícula y aire fue regulado por un control externo:

$$\rho_s C_p \frac{dT}{dt} = h_T a_v (T_a - T) - \rho_s \left( -\frac{dW_m}{dt} \right) L_g \quad (\text{Ec. 3.11})$$

donde  $a_v$  es el área específica de la partícula por unidad de volumen (área superficial/volumen),  $T_a$  es la temperatura del aire,  $h_T$  es el coeficiente específico de transferencia de calor,  $\rho_s$  es la masa seca del germen referida al volumen inicial y  $(-dW_m/dt)$  es la velocidad de pérdida de agua basada en el contenido promedio de humedad, calculado a partir de los datos experimentales aplicando el método de aproximación mediante diferencias finitas.

La condición inicial para la ecuación de transferencia de calor obtenida es ( $t = 0$ )  $T = T_0$ . En esta ecuación diferencial ordinaria, las derivadas son totales ya que, como se mencionó anteriormente, el gradiente de temperatura dentro del producto se supone insignificante mientras  $W_m$  es un valor medio espacialmente integrado en la partícula (Rahman y Kumar, 2006; Torrez Irigoyen et al. 2014). Es importante resaltar que la capacidad calorífica ( $C_p$ ) de las partículas de germen de trigo

se basa en la masa seca del producto (J/kg materia seca °C), aunque es una función del contenido medio de humedad de la partícula.

El calor específico de partícula se calculó a partir de Mohsenin (1980) (Ec. 3.12), para el contenido de humedad hasta 0,7 kg de agua/kg de materia seca.

$$C_p = 1638,08 + 3566,19 W_m \quad (\text{Ec. 3.12})$$

El balance energético se resolvió utilizando el calor específico, calculado en cada momento del tratamiento, empleando el contenido medio de humedad de la partícula (Torrez Irigoyen et al. 2014).

### 3.3.3.1 Calor de desorción

La entalpía o calor de desorción de agua de la partícula de germen de trigo puede estimarse con una expresión deducida de la ecuación de Clapeyron y un modelo para la isoterma de sorción (Chen, 2006; Chenlo et al. 2011; Giner y Gely, 2005):

$$L_g = \frac{RT_k^2}{M_w} \left[ \frac{d(\ln(p_s))}{dT_k} + \left( \frac{\partial(\ln(a_w))}{\partial T_k} \right)_w \right] \quad (\text{Ec. 3.13})$$

Operando matemáticamente en el lado derecho del signo de igualdad en la Ec. (3.13), podemos encontrar

$$L_g = L_w + \frac{R_g T_k^2}{M_w} \left( \frac{\partial(\ln(a_w))}{\partial T_k} \right)_w \quad (\text{Ec. 3.14})$$

Donde el primer término del lado derecho del signo igual es el calor de vaporización del agua, mientras que el factor  $(\partial \ln(a_w) / \partial T_k)_w$  es normalmente calculado usando una ecuación de isoterma de sorción resuelta para  $\ln(a_w)$  y luego, derivado con respecto a la temperatura. El calor de desorción se consideró igual a  $L_w$ , asumiendo un comportamiento similar al informado por Torrez Irigoyen et al. (2014) para granos de soja.

### 3.3.3.2 Determinación del coeficiente de transferencia de calor efectivo durante el tratamiento térmico del germen de trigo por fluidización

El balance macroscópico de energía (Ec. 3.11) es una ecuación diferencial ordinaria resuelta mediante el método de Euler a tiempos cortos utilizando una rutina elaborada en Matlab (Matlab © R2010a). Las temperaturas estimadas ( $T$ ) se compararon con las historias térmicas experimentales  $y$ , los residuos se alimentaron a un procedimiento de optimización de determinación de  $h_t$  minimizando la suma de los residuos al cuadrado (Ec. 3.15) (Torrez Irigoyen et al. 2014).

$$SSR = \sum_{i=1}^N (T_{exp,i} - T_i)^2 \quad (\text{Ec. 3.15})$$

Los errores de predicción se determinaron a partir de los resultados del procedimiento de ajuste empleando la desviación media absoluta (AAD) (Ec. 3.16). Por lo tanto, los errores se obtuvieron en las mismas unidades que la variable dependiente. El coeficiente de determinación corregido ( $r^2$ ) también se calculó como un índice de bondad de ajuste (Torrez Irigoyen et al. 2014).

$$AAD = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_{exp,i} - y_{sim,i}| \quad (\text{Ec. 3.16})$$

donde  $y_{exp,i}$  y  $y_{sim,i}$  son los valores experimentales y simulados, respectivamente.

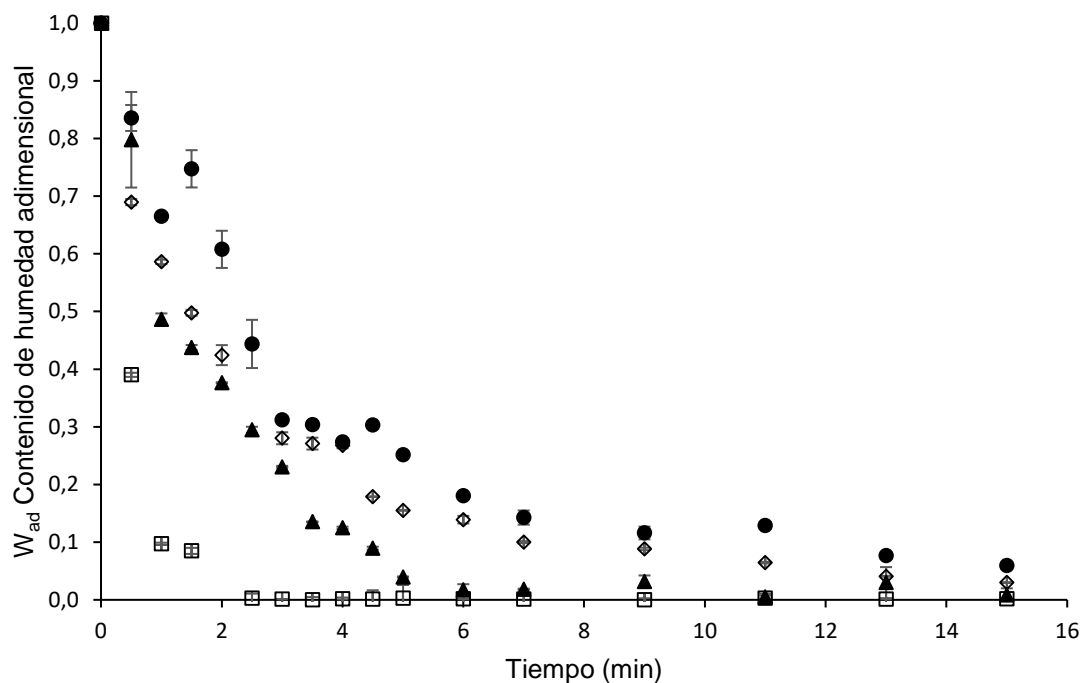
## 3.4 Resultados y discusión

### 3.4.1 Curvas experimentales de pérdida de agua mediante fluidificación en capa delgada

El tratamiento térmico se llevó a cabo con una velocidad media del aire de 0,5 m/s y a 90, 110, 130 y 150 °C. El aire al ingreso del ventilador centrífugo presentó un contenido de humedad relativa de  $65 \pm 5$  %. Las curvas experimentales de pérdida de humedad adimensional del germen en función del tiempo de tratamiento se observan en la Figura. 3.1.

El contenido de humedad adimensional del germen de trigo ( $W_{ad}$ ) se calculó como se indicó en el término izquierdo de la Ec. (3.7) donde  $W_0$  es el contenido de humedad inicial de la partícula,  $W_m$  es el contenido medio de humedad de la partícula en el tiempo  $t$ , y  $W_e$  es el contenido de humedad de equilibrio medido a partir de un tratamiento extra largo ( $t > 3600 s$ ) realizado para cada temperatura del aire para considerar la variación de la humedad relativa del aire con la temperatura.

Como era de esperarse, un abrupto descenso de  $W_{ad}$  se observó en función del tiempo (Figura 3.1), debido a que las altas temperaturas del aire generaron elevadas velocidades de deshidratación. El comportamiento no lineal de la curva y la evaporación rápida del agua de la superficie de la partícula indicaron que el proceso se llevó a cabo en el período de velocidad de pérdida de humedad decreciente.



**Figura 3.1** Curvas experimentales de contenido de humedad adimensional en función del tiempo de tratamiento de germen mediante fluidificación en capa delgada. Las temperaturas empleadas fueron: 90 °C (●), 110°C (◇), 130°C (▲) y 150°C (□).

### 3.4.2 Solución analítica aproximada de la ecuación de difusión

El modelo de Becker (Ec. 3.9), como se mencionó anteriormente, es aplicable para estimar la curva de  $W_{ad}$  en función del tiempo de tratamiento mediante fluidificación en capa delgada en el

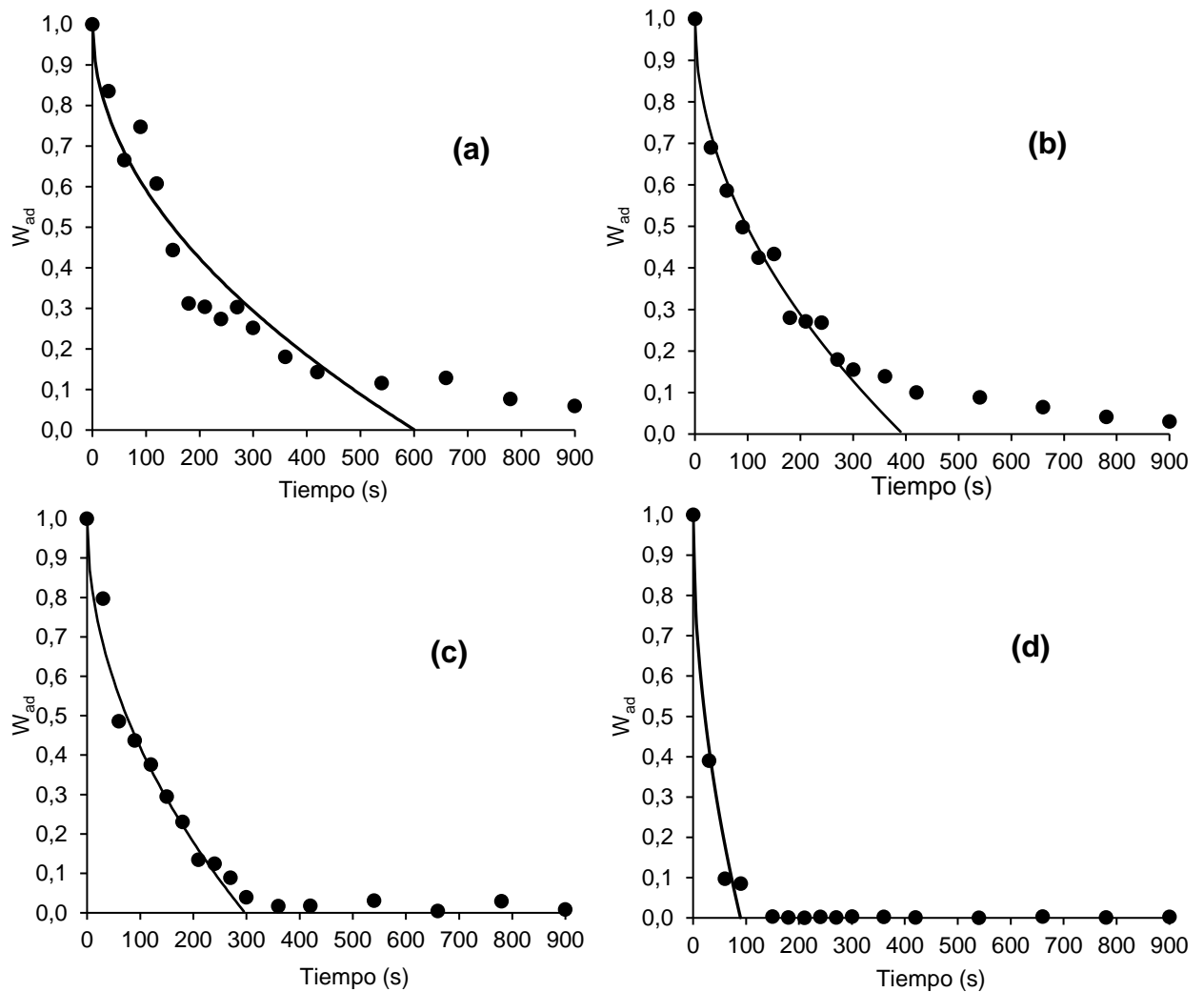
intervalo de  $0,3 < W_{ad} < 1$  manteniendo la precisión de la solución analítica de la ecuación de difusión (Ec. 3.7). Este modelo se ajustó a los datos experimentales de la Figura 3.1 utilizando un método no lineal de mínimos cuadrados. Los parámetros obtenidos y los índices estadísticos de bondad de ajuste se presentan en la Tabla 3.1, mientras que las curvas predichas se muestran en la Figura 3.2. Los resultados revelan que la ecuación de tiempos cortos o modelo de Becker (Ec. 3.9) presentó un buen ajuste a los datos experimentales hasta contenidos de humedad adimensional de 0,2-0,3 a pesar de las altas temperaturas del aire utilizadas durante los tratamientos. Por debajo del contenido de humedad adimensional de 0,3 ( $W_{ad} < 0,3$ ), los valores calculados no presentaron un buen ajuste a los datos experimentales. Los valores predichos fueron menores a los valores experimentales hallados lo que demostró que el modelo fue inapropiado para predecir estos datos experimentales ya que se encontró fuera de su rango de validez.

**Tabla 3.1** Coeficientes de difusión resultantes de la Ec. (3.9) a los datos experimentales de la Figura (3.1) ( $W_{ad} \geq 0,3$ ) y sus errores asociados, el coeficiente de determinación ( $r^2$ ) y el error cuadrático medio raíz de la estimación ( $S_y$ ).

Temperatura de aire (°C)	$D_{eff} \times 10^{10}$ (m <sup>2</sup> /s)	$r^2$	$S_y$
90	1,129	0,903	0,235
110	1,721	0,982	0,092
130	2,286	0,969	0,091
150	7,575	0,971	0,123

Los resultados obtenidos demostraron que el modelo de Becker, fue inadecuado para predecir el tratamiento térmico completo de las partículas de germen de trigo mediante lecho fluidizado en capa delgada. Estos resultados fueron comparables con los informados por Torrez Irigoyen y Giner (2014) para secado-tostado de soja remojada.

A 150°C de temperatura de aire de entrada, las partículas mostraron velocidades de pérdida de agua muy elevadas lo que generó que alcancen rápidamente contenidos de humedad adimensional menores a 0,3 debido a ello, sólo unos pocos puntos fueron predichos correctamente por el modelo de Becker.

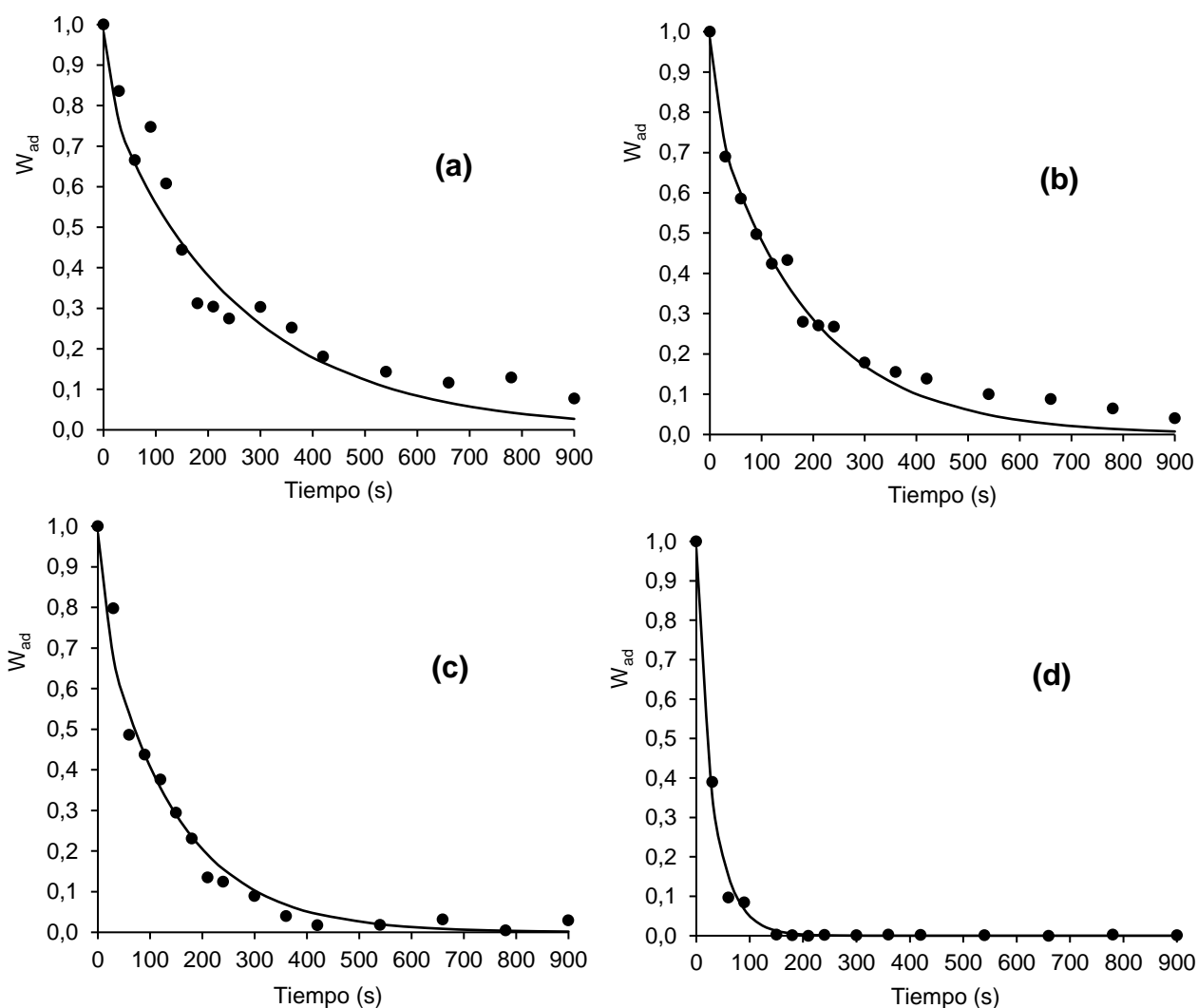


**Figura 3.2** Curvas de contenido de humedad adimensional en función del tiempo de tratamiento mediante fluidificación en capa delgada de germen. Datos experimentales (●), y valores predichos (-) por la solución analítica aproximada (Ec. 3.9) para la temperatura del aire de entrada: (a) 90°C, (b) 110°C, (c) 130°C y (d) 150°C.

### 3.4.3 Solución analítica de la ecuación de difusión

Luego de corroborar la incapacidad del modelo de Becker (Ec. 3.9) para explicar los datos experimentales obtenidos a varias temperaturas de aire, se aplicó la solución analítica completa de la ecuación de difusión (Ec. 3.7) para predecir el contenido de humedad durante el proceso térmico de fluidificación en capa delgada. La serie infinita convergente (Ec. 3.7) fue ajustada a los

datos experimentales mediante un método de ajuste no lineal de mínimos cuadrados. Se utilizaron once términos desde  $n = 0$  hasta  $n = 10$  de la solución analítica para asegurar la convergencia práctica en todo momento. Este criterio se mantuvo en todos los tratamientos térmicos.



**Figura 3.3** Curvas de contenido de humedad adimensional en función del tiempo de tratamiento mediante fluidificación en capa delgada de germen. Datos experimentales (●), y valores predichos (-) por la solución analítica (Ec. 3.7) para la temperatura del aire de entrada: (a)  $90^{\circ}\text{C}$ , (b)  $110^{\circ}\text{C}$ , (c)  $130^{\circ}\text{C}$  y (d)  $150^{\circ}\text{C}$ .

La Figura 3.3 muestra los contenidos experimentales de humedad adimensional y los valores predichos por la Ec. (3.7) en función del tiempo durante los cuatro tratamientos térmicos aplicados. La solución analítica completa describió satisfactoriamente los conjuntos de datos experimentales a cada temperatura de aire y los coeficientes de difusión obtenidos fueron



similares a los publicados para materiales vegetales, semillas y granos (Gely y Santalla, 2007; Torrez Irigoyen y Giner, 2014; Vega-gálvez et al. 2011).

La Ec.(3.7) otorgó predicciones con una buena concordancia con los datos experimentales del contenido de humedad adimensional, a pesar de considerar que el coeficiente de difusión y el volumen de las partículas se mantuvieron constantes durante el tratamiento, ambas suposiciones son necesarias para emplear la solución analítica completa (Crank, 1975). Aunque tales premisas para la solución analítica no eran estrictamente realistas, la buena predicción dada por el modelo puede explicarse por la relación  $D_{eff}/L_0^2$  que se mantiene sustancialmente constante en la ecuación (Torrez Irigoyen y Giner, 2014). Los resultados obtenidos a partir del procedimiento de ajuste y los parámetros estadísticos de bondad de ajuste se muestran en la Tabla 3.2.

Los valores de los coeficientes de difusión de agua determinados para el germen de trigo son comparables con los obtenidos para el secado de quinoa con aire a 60-90 °C ( $3,7 \times 10^{-12}$  -  $2,32 \times 10^{-11}$  m<sup>2</sup>/s) (Gely y Santalla, 2007), para cubos de zanahoria secados con aire a 50-70 °C ( $7,76 \times 10^{-10}$  -  $9,35 \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>/s) (Doymaz, 2004), para el secado en lecho fluidizado de semillas de aceite de ricino a 90 y 110 °C ( $8,21 \times 10^{-10}$  -  $2,61 \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>/s) (Perea-Flores et al. 2012), y para el secado en lecho fluidizado tipo “spouted” de cebada a 36-56 °C (con  $1,39 \times 10^{-11}$  -  $3,94 \times 10^{-11}$  m<sup>2</sup>/s) (Markowski et al. 2010).

**Tabla 3.2** Coeficientes de difusión resultantes del ajuste de la Ec. (3.7) a los datos experimentales de la Figura (3.1) y sus errores asociados, el coeficiente de determinación ( $r^2$ ) y el error cuadrático medio raíz de la estimación ( $S_y$ ). Además, la tabla muestra la energía de activación y el factor preexponencial de la ecuación ajustada de tipo Arrhenius

Temperatura de aire (°C)	$D_{eff} \times 10^{10}$ (m <sup>2</sup> /s)	$r^2$	$S_y$	$E_a$ (kJ/mol)	$D_{\infty} \times 10^5$ (m <sup>2</sup> /s)
90	0,322	0,942	0,236		
110	0,444	0,985	0,129		
130	0,586	0,963	0,113	39,27	1,144
150	2,377	0,990	0,048		

### 3.4.4 Dependencia del coeficiente de difusión con la temperatura

La influencia de la temperatura sobre el coeficiente de difusión efectivo en el procesado de alimentos fue estudiada por varios autores (Gely y Giner, 2007; Guiné et al. 2012; Perea-Flores et al. 2012). El aumento de la temperatura acelera la difusión molecular, y este efecto está representado por valores crecientes del coeficiente de difusión. La relación entre el coeficiente de difusión efectivo y la temperatura del aire de entrada al equipo de lecho fluidizado puede describirse mediante una ecuación del tipo Arrhenius:

$$\ln(D_{eff}) = \ln(D_{\infty}) - \frac{E_a}{R(T_a+273,15)} \quad \text{Ec. (3.17)}$$

donde  $D_{\infty}$  (m<sup>2</sup>/s) es el parámetro equivalente a la difusividad a una temperatura infinitamente alta,  $E_a$  (J/mol) es la energía de activación, una medida del efecto de la temperatura sobre el coeficiente de difusión (relacionado con la energía de unión entre el agua y el material) y  $R$  (8,314 x10<sup>-3</sup> kJ/mol K) es la constante universal de los gases (Perea-Flores et al. 2012).

Se ajustó una ecuación de tipo Arrhenius (Ec. 3.17) a los coeficientes de difusión obtenidos para cada temperatura del aire con el fin de determinar  $E_a$  y  $D_{\infty}$ . Las predicciones para los datos obtenidos de la solución analítica completa (Ec. 3.7) se muestran en la Tabla 3.2 ( $r^2 = 0,82$ ).

La energía de activación (39,27 kJ/mol) fue comparable a los valores reportados por otros investigadores que estudiaron diversas condiciones de secado de alimentos (Guiné et al. 2012; Perea-Flores et al. 2012; Torrez Irigoyen y Giner, 2014; Zielinska y Markowski, 2007).

### 3.4.5 Determinación del coeficiente de transferencia de calor efectivo

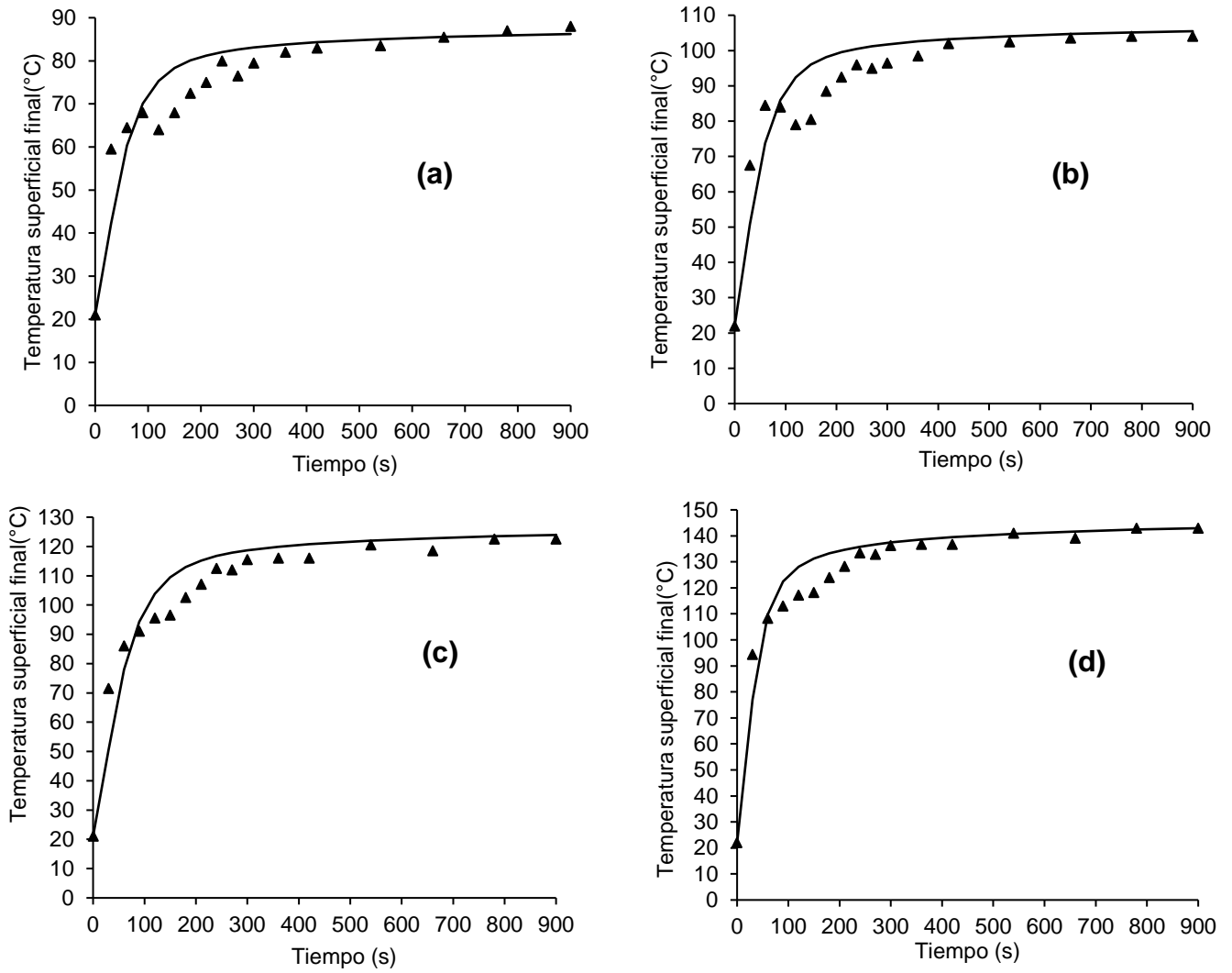
El coeficiente de transferencia de calor efectivo se determinó a partir del balance macroscópico de energía (Ec. 3.11). Para resolver la Ecuación (3.11),  $C_p$  y  $L_g$  fueron estimados de acuerdo con la Ec. (3.12) y (3.14). La densidad de partículas de germen de trigo ( $\rho_p$ ) utilizada fue 1.234,23 kg/m<sup>3</sup> (Kim et al. 2003). El término  $(-dW_m/dt)$  se calculó a partir de datos experimentales utilizando una aproximación por diferencias finitas de segundo orden. Los coeficientes de transferencia de calor estimados oscilaron entre 7,87 y 16,54 W/m<sup>2</sup> °C (Tabla 3.3). Los valores predichos en el presente estudio fueron menores que los valores predichos para soja humectada

secada-tostada mediante lecho fluidizado publicados por Torrez Irigoyen et al. (2014) sin embargo, los valores hallados para germen se encontraron en el mismo rango que los valores predichos de coeficiente de transferencia de calor efectivo publicados por Zielinska y Markowski (2007) para zanahorias secadas con aire caliente.

**Tabla 3.3** Coeficientes de transferencia de calor resultantes del ajuste de la Ec. (3.11) a los datos experimentales y su desviación media absoluta (AAD), el error cuadrático medio de la estimación ( $S_y$ ) y el coeficiente de determinación ( $r^2$ ).

Temperatura de aire (°C)	$h_t$ (W/m <sup>2</sup> °C)	$r^2$	AAD (°C)	$S_y$
90	9,32	0,824	4,60	7,21
110	9,46	0,833	5,98	11,35
130	7,87	0,896	6,03	10,75
150	16,54	0,937	4,93	11,59

Las temperaturas experimentales y las temperaturas superficiales predichas mostraron un ajuste aceptable para todas las temperaturas de aire analizadas (Figura 3.4). En todos los tratamientos, los valores predichos se sobreestimaron en el período de disminución de la velocidad de calentamiento (entre 100 y 200 s). Es importante resaltar el rápido calentamiento mostrado por las partículas. En un tiempo muy corto (menor a 200 s) las partículas de germen aumentaron su temperatura superficial hasta cerca de la temperatura de equilibrio. Este rápido incremento se puede explicar basándose en el elevado intercambio de energía entre el aire y la partícula generado durante el proceso de fluidificación debido al alto grado de mezclado que experimentan las partículas dentro de la cámara de fluidificación. Además, es importante señalar que la forma de las curvas de humedad experimental (Figura 3.1) y el perfil hallado de temperatura de calentamiento de las partículas de germen de trigo (Figura 3.4) indican la ausencia de un período de velocidad de secado constante, lo que indicó que la condición de borde considerada inicialmente en el modelo fue apropiada.



**Figura 3.4** Curvas de temperatura superficial del germen de trigo en función del tiempo de tratamiento. Datos experimentales (▲), y valores predichos (-) para las temperaturas de aire de entrada de: (a) 90°C, (b) 110°C, (c) 130°C y (d) 150°C.

### 3.5 Conclusiones

En el presente capítulo se obtuvieron los datos experimentales de los tratamientos térmicos del germen a 90, 110, 130 y 150 °C, y se aplicó un modelo matemático de transferencia de masa en capa delgada con el fin de contribuir a la comprensión de este proceso.

El proceso de transferencia de masa ocurrió en el período de velocidad de secado decreciente. Se asumió un control interno estricto del fenómeno de transporte de masa difusivo. Se aplicaron las soluciones analíticas del modelo difusional de estado no estacionario para describir el proceso, considerando constantes el coeficiente de difusión y el volumen de partícula.

La solución analítica aproximada para tiempos cortos o modelo de Becker fue inapropiada para describir la totalidad del proceso a las temperaturas de aire estudiadas debido a que los tiempos adimensionales no fueron cortos durante el tratamiento. Por otra parte, la solución analítica completa de la ecuación de difusión fue capaz de describir con buena exactitud el conjunto de datos experimentales para todas las temperaturas de aire analizadas.

Los coeficientes de difusión experimentales determinados en este estudio se hallaron dentro del rango esperado para la difusión de agua en sólidos, a pesar de las altas temperaturas utilizadas. La dependencia de los coeficientes de difusión con la temperatura del aire se obtuvo mediante una ecuación de tipo Arrhenius. La energía de activación determinada estuvo dentro del intervalo esperado para el secado de alimentos sólidos.

Se resolvió el balance macroscópico de energía para predecir la curva de temperatura durante el proceso. Al ajustar esta ecuación a los datos experimentales, los coeficientes de transferencia de calor efectivos se determinaron con éxito a cada temperatura analizada. Tanto el contenido de humedad adimensional simulado como la temperatura superficial final del germen en función del tiempo estuvieron en concordancia con las medidas experimentales.

La información obtenida en el presente capítulo brinda la posibilidad de desarrollar un nuevo proceso térmico de estabilización de germen de trigo acoplable a las operaciones de molienda existentes sin mayores inconvenientes técnicos. Con los datos recopilados es posible combinar las variables de proceso analizadas con los resultados obtenidos de contenido de humedad final que aseguren la calidad nutricional de las partículas de germen de trigo para convertir este subproducto de la industria molinera en un alimento, o ingrediente alimentario, de excelente calidad para consumo humano en lugar del actual uso como suplemento dietario de consumo animal o como materia prima en la industria cosmética.

# CAPÍTULO

## 4

### **Estabilización de germen de trigo mediante lecho fluidizado**

## 4.1 Lista de abreviaturas

$BI$	Índice de pardeamiento
$BI_0$	Índice de pardeamiento antes del tratamiento térmico
$BI_{MAX}$	Índice de pardeamiento máximo alcanzado durante el tratamiento térmico
$D$	Tiempo decimal, s
$E_a$	Energía de activación, kJ/mol
$GA$	Contenido de ácidos grasos libres, g de Ác. Oleico/100 g aceite
$GA_0$	Contenido de ácidos grasos libres antes de la incubación, g de Ác. Oleico/100 g aceite
$GA_{48}$	Contenido de ácidos grasos libres luego de 48h de incubación, g de Ác. Oleico/100 g aceite
$\Delta GA$	Cambio en el contenido de ácidos grasos libres, g de Ác. Oleico/100 g aceite
$k_{BI}$	Constante de velocidad de pardeamiento, 1/s
$k$	Constante de velocidad de inactivación enzimática, 1/s <sup>1</sup>
PV	Índice de peróxidos, meq O <sub>2</sub> /kg aceite
$R$	Constante universal de los gases, 8,314, kJ/kmol K
$t$	Tiempo, s
$t_{\frac{1}{2}}$	Tiempo al cual la mitad del valor del BI máximo es alcanzada, s
$T$	Temperatura del aire de entrada, °C
TTC	Contenido total de tocoferoles, mg/kg aceite
WI	Índice de blancura
Z	Valor Z, °C

## 4.2 Antecedentes

Aunque el germen de trigo es un producto de bajo costo debido a su obtención como subproducto de la obtención industrial de harina de trigo, su aplicabilidad está limitada debido a la actividad hidrolítica y oxidativa de enzimas que generan rápidamente rancidez en el producto limitando su tiempo de almacenamiento a unos pocos días (Ali et al. 2013). Debido a los inconvenientes mencionados, actualmente es utilizado principalmente en la industria cosmética (alto contenido de vitamina E) y en la alimentación animal (Sjövall et al. 2000). Debido a que la enzima lipooxigenasa es menos termoestable que la lipasa, la actividad de esta última se convirtió en el principal parámetro de control utilizado para evaluar la efectividad de los tratamientos térmicos aplicados al germen para estabilizarlo (Xu et al. 2016). Los procesos de estabilización térmica del germen de trigo han probado ser efectivos (Kermasha et al. 2007; Murthy et al. 2008; Srivastava et al. 2007). La fluidificación produce un intenso intercambio de masa y energía entre el fluido calefactor y el material a tratar, esta propiedad de la fluidificación permite proporcionar tratamientos uniformes al material fluidificado. Además del efecto térmico generado, la fluidificación produce la deshidratación del producto, lo cual en el caso del germen contribuye a la estabilización del material (Giner y Calvelo 1987). Además de producir la inactivación enzimática, los tratamientos térmicos generalmente modifican el color de los alimentos, estos cambios generalmente están asociados a pérdidas en la calidad nutricional de los mismos. El color es un parámetro importante en la aceptabilidad del producto por parte de los consumidores, y además es un indicador del pardeamiento no enzimático producido por la exposición de los alimentos a las elevadas temperaturas. Es por ello que el color es un importante parámetro a ser monitoreado ya que se puede convertir en una herramienta útil de control de proceso debido a su sencilla determinación (Ibanoğlu 2002). Las elevadas temperaturas a las cuales son sometidos los alimentos durante los tratamientos térmicos pueden generar la pérdida de compuestos nutricionalmente importantes como lo son los tocoferoles. Estudios realizados en salvado de arroz sometido a tratamientos térmicos encontraron pérdidas de  $\alpha$ -tocoferol comprendidas en el rango de 15 a 25% (Shin et al. 1997), Håkansson y Jägerstad (1990) informaron pérdidas de hasta el 70% de los tocoferoles presentes en la harina blanca de trigo cuando se la sometió a 150°C durante 15 minutos. Estos antecedentes remarcan la importancia y el desafío de mantener el elevado contenido de tocoferoles en el germen de trigo luego de los tratamientos térmicos de estabilización.

Si bien Yöndem-Makascioğlu et al. (2005) utilizaron un equipo de lecho fluidizado del tipo *spouted* para estabilizar el germen de trigo, en la literatura existente no se han informado estudios sobre



la efectividad de tratamientos de estabilización de germen en lecho fluidizado ni el efecto de los mismos sobre los elevados niveles de tocoferoles presentes en el mismo.

Basándose en los parámetros de fluidificación determinados y las temperaturas alcanzadas en los tratamientos descritos en los anteriores capítulos del presente trabajo, en la siguiente sección se analizó el efecto de la temperatura del aire de entrada y del tiempo de tratamiento sobre la inactivación enzimática, el contenido de tocoferoles totales, la calidad química del aceite y el color superficial de las partículas. Se espera que los aspectos analizados sean considerados posteriormente como parámetros de control del proceso a nivel industrial.

### **4.3 Materiales y métodos**

#### **4.3.1 Procedimiento experimental**

Las muestras fueron suministradas por una empresa molinera local (José Minetti y Cia, Ltda, S.A.C.I, Córdoba, Argentina) después de la molienda del grano (campaña 2015). Los tratamientos térmicos de estabilización de germen mediante lecho fluidizado fueron llevados a cabo en el equipo descrito en la sección 2.3.7 utilizando una velocidad de aire promedio de 0,5 m/s. Los ensayos se realizaron a 4 temperaturas diferentes (90, 110, 130 y 150°C) durante períodos de tiempo que variaron entre 0,5 y 15 minutos para poder analizar correctamente el efecto del proceso de estabilización de germen sobre los parámetros de calidad del germen y así determinar las condiciones óptimas de proceso necesarias para obtener un producto estabilizado con buenas características nutricionales. Después de cada tratamiento, las muestras se envasaron en envases tri-capa sellados herméticamente y se almacenaron bajo refrigeración. Los tratamientos se realizaron por duplicado.

### 4.3.2 Determinaciones químicas y físicas realizadas al germen de trigo y su aceite

Las determinaciones realizadas en el presente capítulo fueron: Contenido de humedad, grado de acidez (GA), índice de peróxidos (PV), determinación del contenido total de tocoferoles (TTC), determinación de la actividad lipásica, color, índice de blancura e índice de pardeamiento. Todas estas determinaciones y el procedimiento de extracción del aceite del germen para llevarlas a cabo se desarrollaron de acuerdo con lo expresado en las secciones 2.3.2 a 2.3.5.

### 4.3.3 Cinética de inactivación térmica de la lipasa del germen de trigo

El objetivo principal del tratamiento térmico del material fue la inactivación de las lipasas. En general, la inactivación enzimática en los alimentos se suele representar mediante un modelo cinético de primer orden:

$$\ln\left(\frac{\Delta GA}{\Delta GA_0}\right) = -k t \quad (\text{Ec. 4.1})$$

donde  $\Delta GA$  y  $\Delta GA_0$  representan la actividad de las lipasas al tiempo  $t$  y al tiempo cero,  $k$  es la constante de inactivación de primer orden (1/s) y  $t$  es el tiempo o los tiempos de tratamiento. El parámetro  $k$  se obtuvo mediante una regresión de  $\ln(\Delta GA/\Delta GA_0)$  frente al tiempo de tratamiento ( $t$ ).

Otros parámetros utilizados para evaluar la eficacia de la inactivación enzimática mediante calentamiento son los valores de  $D$ ,  $Z$  y la energía de activación ( $E_a$ ). El valor  $D$  se define como el tiempo en que se genera una reducción del 90% de la actividad enzimática inicial en condiciones isotérmicas y se puede determinar de acuerdo a Anthon y Barrett (2002):

$$D = \frac{2,303}{k} \quad (\text{Ec. 4.2})$$

el valor  $Z$  representa el efecto de la temperatura en el valor  $D$ , e indica el aumento de temperatura necesario para reducir  $D$  hasta una décima parte del valor inicial (Matsui et al. 2008). El parámetro  $Z$  puede obtenerse gráficamente, a partir de la curva  $\log(D)$  frente a la temperatura del aire, la pendiente de dicha curva es igual a  $-1/Z$  (Liu et al. 2013).

El valor de  $E_a$  se calculó con el objeto de evaluar la sensibilidad térmica del proceso de inactivación enzimática. La energía de activación en la reacción química está determinada por la ley de Arrhenius, que puede expresarse en forma linealizada como:

$$\ln(k) = -\frac{E_a}{RT} + c \quad (\text{Ec.4.3})$$

donde R es constante de gas (8,314 J/mol K), c es una constante de integración, T es temperatura absoluta (K) y k es constante de velocidad de reacción (1/s). Gráficamente,  $E_a$  se puede calcular a partir de la pendiente de la curva  $\ln(k)$  frente a  $1/T$  donde la pendiente de esta función es igual a  $-E_a/R$ .

#### 4.3.4 Análisis estadístico

Un análisis de la varianza (ANAVA) se aplicó a los datos, las medias se compararon mediante el test LSD (diferencia mínima significativa)-Fisher con un nivel de significancia de 0,05. Las relaciones entre los parámetros medidos se evaluaron mediante un test de Pearson (nivel de significancia  $p \leq 0,05$ ) usando el software estadístico Infostat (Facultad de Ciencias Agropecuarias, Universidad Nacional de Córdoba).

## 4.4 Resultados y discusión

### 4.4.1 Efecto de las condiciones de procesamiento

El tratamiento térmico realizado con una temperatura del aire de entrada de 90 °C no mostró una inactivación significativa ( $p \leq 0,05$ ) de la lipasa, luego de 15 minutos de tratamiento a la mencionada temperatura, el germen mantuvo una elevada actividad enzimática logrando porcentajes de inactivación menores al 20% (datos no mostrados). Estos bajos niveles de inactivación alcanzados en los tratamientos a 90°C están relacionados con la elevada estabilidad térmica que posee la lipasa de germen de trigo. A partir de este resultado, se excluyó el tratamiento de 90 °C del posterior análisis.

El efecto del tratamiento térmico sobre la actividad de la lipasa se puede observar en la Figura 4.1, en dicha figura se representa  $\Delta GA$  frente al tiempo de tratamiento. Se observó una inactivación significativa ( $p \leq 0,05$ ) de la actividad lipásica como consecuencia de los tratamientos térmicos aplicados utilizando temperaturas de aire de entrada entre 110 y 150 °C. Las actividades residuales finales ( $\Delta GA / \Delta GA_0$ ), después de 15 minutos de tratamiento térmico, fueron 15,5%, 34,1% y 69,1% para 150; 130 y 110 °C, respectivamente. Estos resultados mostraron que las actividades residuales de la lipasa fueron menores que las informadas por Vetrmani et al. (1992) para germen de trigo estabilizado mediante un tratamiento térmico con microondas y Yöndem-Makascioğlu et al. (2005) para muestras de germen estabilizadas en un lecho fluidizado tipo *spouted* a temperaturas más altas que las utilizadas en el presente trabajo. Estas diferencias pueden explicarse basándose en las tecnologías aplicadas en cada uno de los tratamientos de estabilización, la fluidización genera una mejor transferencia de calor y masa, debido al alto grado de mezclado, que la fluidización tipo *spouted* logrando un tratamiento más efectivo.

Capitani et al. (2011) informaron valores de GA de 3,9 y 9,8 (g Ác. Oleico/100 g aceite) para germen de trigo crudo fresco y almacenado (35 días a 27 °C), respectivamente. Los resultados obtenidos en este trabajo de Tesis revelaron que la actividad lipásica residual en el germen tratado a 150 °C mediante lecho fluidizado elevó el GA del aceite a 1,85 (g Ác. Oleico/100 g aceite), mientras que en el germen crudo el GA del aceite se elevó hasta valores comprendidos entre 4,5 y 6,5 (g Ác. Oleico/100 g aceite) para los diferentes lotes analizados, cuando las muestras fueron acondicionadas a la humedad óptima para la actividad lipásica y luego incubadas durante 48 h a 40 °C (condiciones óptimas para promover la actividad lipásica). Estos resultados indican que el proceso térmico aplicado al germen mediante lecho fluidizado generó un producto estabilizado.

El comportamiento de los valores de  $\Delta GA$  frente al tiempo de tratamiento a 130 y 150 °C (Figura 4.1) mostró un periodo inicial decreciente seguido por un período con pequeños cambios en los valores de  $\Delta GA$ , lo que sugiere que luego de esos puntos de inflexión (muy diferentes entre tratamientos), las actividades lipásicas residuales tendieron hacia valores constantes de  $\Delta GA$  para los mayores tiempos de tratamiento. Por el contrario, el tratamiento a 110 °C mostró valores similares de  $\Delta GA$  hasta los 300 s de tratamiento, seguido de un periodo decreciente de  $\Delta GA$  hasta los 660 s de tratamiento aproximadamente.

Analizando el periodo decreciente de  $\Delta GA$ , el efecto de la temperatura del aire de entrada al secador se observó en la magnitud de las pendientes negativas de las curvas, la mayor temperatura (150 °C) mostró la mayor pendiente negativa. Como era de esperarse, la curva correspondiente al tratamiento a 130°C mostró una pendiente de magnitud intermedia entre las pendientes de las curvas a 150 y 110 °C. Estos resultados estuvieron en concordancia con los publicados por Kermasha et al. (2007).

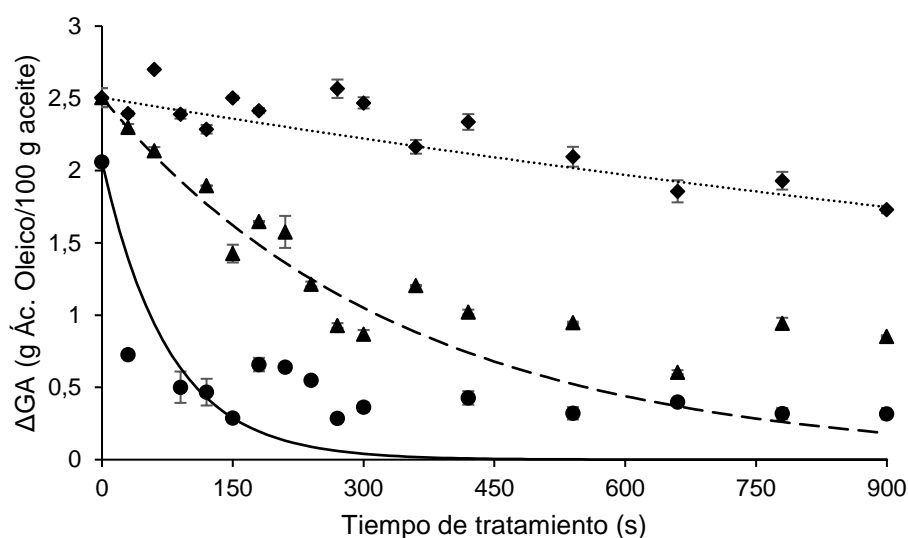
El tiempo requerido para alcanzar el respectivo punto de inflexión para cada temperatura de aire fue de aproximadamente 120, 270 y 660 s, para 150, 130 y 110 °C, respectivamente y la actividad lipásica residual relacionada con estos puntos de inflexión fue de aproximadamente 22,4%, 37,1 y 74,1% para 150, 130 y 110 °C, respectivamente.

El comportamiento observado se puede explicar a partir del intercambio energético que ocurre en la cámara de fluidificación, las temperaturas más altas de aire aumentaron rápidamente la temperatura de las partículas, otorgando la energía necesaria para producir la inactivación de las enzimas. El gran intercambio de energético, junto con el secado generado durante el proceso térmico sobre las partículas de germen contribuyeron a la inactivación enzimática.

Es importante destacar que los tratamientos térmicos, especialmente 150 y 130 °C, alcanzaron una actividad lipasa residual constante en un corto tiempo de tratamiento. A 150 °C la actividad lipasa residual disminuyó sólo 7% (desde 22,4 a 15,5%) durante el periodo final de tratamiento comprendido entre los 120 y 900 s y, a 130°C la reducción de la actividad lipásica residual entre los 270 s (punto de inflexión) y los 900 s de tratamiento fue de 3% aproximadamente (desde 37,1 a 34,1%). A pesar de que las diferencias entre las actividades lipásicas residuales alcanzadas en los tiempos de punto de inflexión y los tiempos finales de cada tratamiento fueron estadísticamente significativas ( $p \leq 0,05$ ), la reducción de la actividad lipásica residual (generada después del punto de tiempo de inflexión mencionado para cada temperatura) no justifica los recursos utilizados para alcanzar la actividad lipásica residual mínima en cada tratamiento. Por lo tanto, el tratamiento de estabilización térmica puede aplicarse en pocos minutos ahorrando recursos y tiempo de proceso lo que permite generar un aumento en la capacidad de producción diaria en un proceso industrial. Dado que existe una relación lineal entre la actividad enzimática

residual final y la temperatura de aire aplicada, se sugiere que una elevada inactivación lipásica sólo es posible si se utilizan las mayores temperaturas de aire.

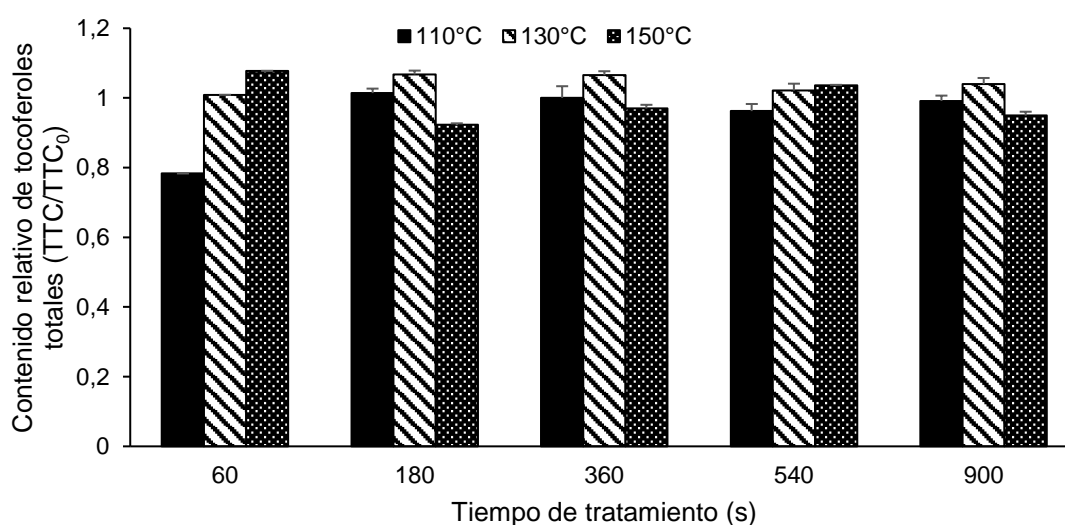
La actividad lipásica residual en la muestra de germen de trigo tratada durante 120 s a 150 °C generó 0,47 g Ác. Oleico/100 g de aceite cuando se la mantuvo durante 48 h bajo las condiciones óptimas para la actividad de la enzima (humedad y temperatura), lo que significa que no representó una producción importante de ácidos grasos libres cuando se comparó con los valores alcanzados por el aceite de germen crudo almacenado a 27 °C y 45 °C durante 35 días (Capitani et al. 2011). Estos autores encontraron valores de 3,9 y 9,8 g de Ác. oleico /100 g de aceite en germen crudo fresco y almacenado (35 días a 27 °C), respectivamente.



**Figura 4.1** Actividad lipásica expresada como  $\Delta$ GGA en función del tiempo de tratamiento para las diferentes temperaturas de aire de entrada analizadas: 110°C (◆), 130°C (▲) y 150°C (●). Todas las determinaciones fueron realizadas por duplicado. Los valores predichos por el modelo cinético de primer orden (Ec. 4.1) se expresaron en función del tiempo de tratamiento, 110°C (····), 130°C (- - -) and 150°C (—)

El contenido total de tocoferoles (TTC) en las muestras se analizó para evaluar el efecto de los tratamientos térmicos sobre estos antioxidantes naturales que brindan importantes beneficios para la salud. El TTC del germen crudo fue de  $4.063 \pm 138$  mg/kg de aceite y las abundancias relativas de los isómeros del germen crudo fueron las siguientes:  $\alpha$ -tocoferol ( $0,616 \pm 0,001$ ),  $\beta$ -tocoferol ( $0,286 \pm 0,001$ ),  $\gamma$ -tocoferol ( $0,096 \pm 0,001$ ) (mg de isómero/100 mg de tocoferol total), mientras que el isómero  $\delta$ -tocoferol no se detectó. Estos resultados estuvieron en concordancia con los publicados por (Barnes y Taylor, 1980; Capitani et al. 2011).

En la Figura 4.2 se observa el contenido relativo de tocoferoles totales ( $TTC/TTC_0$ ) versus el tiempo de tratamiento para cada temperatura de aire de entrada. En general, los TTC se mantuvieron constantes en todos los tratamientos, solo el contenido total de tocoferoles de la muestra tratada a 110°C durante 60 s mostró una reducción en el valor de TTC. A pesar de ese valor, los valores de TTC de las muestras tratadas a 110 °C durante los demás tiempos de tratamientos analizados se mantuvieron constantes y cercanos al contenido total de tocoferoles de la muestra cruda. Los resultados obtenidos indican que el elevado contenido inicial de tocoferoles totales de las muestras de germen crudo se mantuvo a pesar de los intensos tratamientos térmicos aplicados posteriormente. Los valores de TTC observados en el presente estudio concuerdan con los valores reportados por de Li et al. (2016) y Magariño et al. (2015) para aceites de germen de trigo. Es importante destacar que los intensos tratamientos térmicos aplicados a las muestras pueden modificar su estructura afectando los rendimientos de extracción de aceite, por esta razón algunos valores del contenido relativo de tocoferoles totales mostrado en la Figura 4.2 fueron mayores que la unidad (Özcan et al. 2015).



TTC: Contenido total de tocoferoles;  $TTC_0$ : Contenido total de tocoferoles del germen de trigo crudo  
n=2

**Figura 4.2** Contenido relativo de tocoferoles totales de las muestras de germen de trigo en función del tiempo de tratamiento para las diferentes temperaturas de aire de entrada utilizadas.

Como es ampliamente conocido, los metales, el calor y la luz son iniciadores del proceso de oxidación de los ácidos grasos poliinsaturados (PUFAs) (Hernández Sánchez et al. 2016), en

base a ello, se determinó el Índice de Peróxidos (PV) de los aceites de germen ya que dicho parámetro es un indicador del estado de oxidación primaria de los aceites y un producto de la actividad de las lipoxigenasas presentes. Los ácidos grasos poliinsaturados que forman parte del aceite son susceptibles a una rápida oxidación, ya sea por medio de la acción de enzimas o por auto oxidación favorecida por los anteriormente mencionados iniciadores del proceso de oxidación. El germen crudo mostró un índice de peróxidos de  $1,76 \pm 0,06$  meq  $O_2/kg$  de aceite y las muestras tratadas térmicamente mediante lecho fluidizado presentaron un PV que varió entre  $1,01 \pm 0,03$  y  $1,61 \pm 0,01$  meq  $O_2/kg$  de aceite. Es importante destacar que estos valores medidos estuvieron muy por debajo del límite legal aceptado para el aceite de germen de trigo, el cual se fijó en 15 meq  $O_2/kg$  de aceite (FAO/WHO, 2015). Estos resultados indicaron que el nivel de oxidación del aceite no se vio afectado por los tratamientos térmicos aplicados. Los bajos valores medidos de PV confirmaron que el aceite del germen tratado térmicamente no mostró oxidación debida a la exposición al calor, lo que sugiere que los radicales libres generados durante el tratamiento térmico fueron efectivamente estabilizados, probablemente por la elevada concentración de tocoferoles presentes.

El color en los alimentos es considerado por muchos autores como un importante parámetro de proceso ya que está relacionado con el pardeamiento no enzimático. Este fenómeno observado en la superficie de los alimentos genera una pérdida nutricional en los mismos debido a que mediante las reacciones de Maillard proteínas y azúcares reaccionan, favorecidas por las altas temperaturas, generando los compuestos pigmentados que son observados en la superficie de los alimentos (Rahman y Labuza, 2007). En base a lo mencionado, el control de los cambios en el color superficial de los alimentos se convierte en un parámetro de proceso necesario para obtener productos de buena calidad nutricional. El germen crudo mostró una luminosidad ( $L^*$ ) de  $73,93 \pm 0,72$ , una variación cromática amarillo-azul ( $b^*$ ) de  $28,65 \pm 0,46$ , una variación cromática rojo-verde ( $a^*$ ) de  $4,85 \pm 0,09$ , un índice de blancura (WI) de  $60,96 \pm 0,50$  y un índice de pardeamiento (BI) de  $52,72 \pm 1,06$ . Los valores medidos de luminosidad estuvieron en concordancia con los valores informados en bibliografía por (Bansal y Sudha, 2011), mientras que los valores de  $a^*$  y  $b^*$  medidos fueron superiores a los informados por Bansal y Sudha (2011).

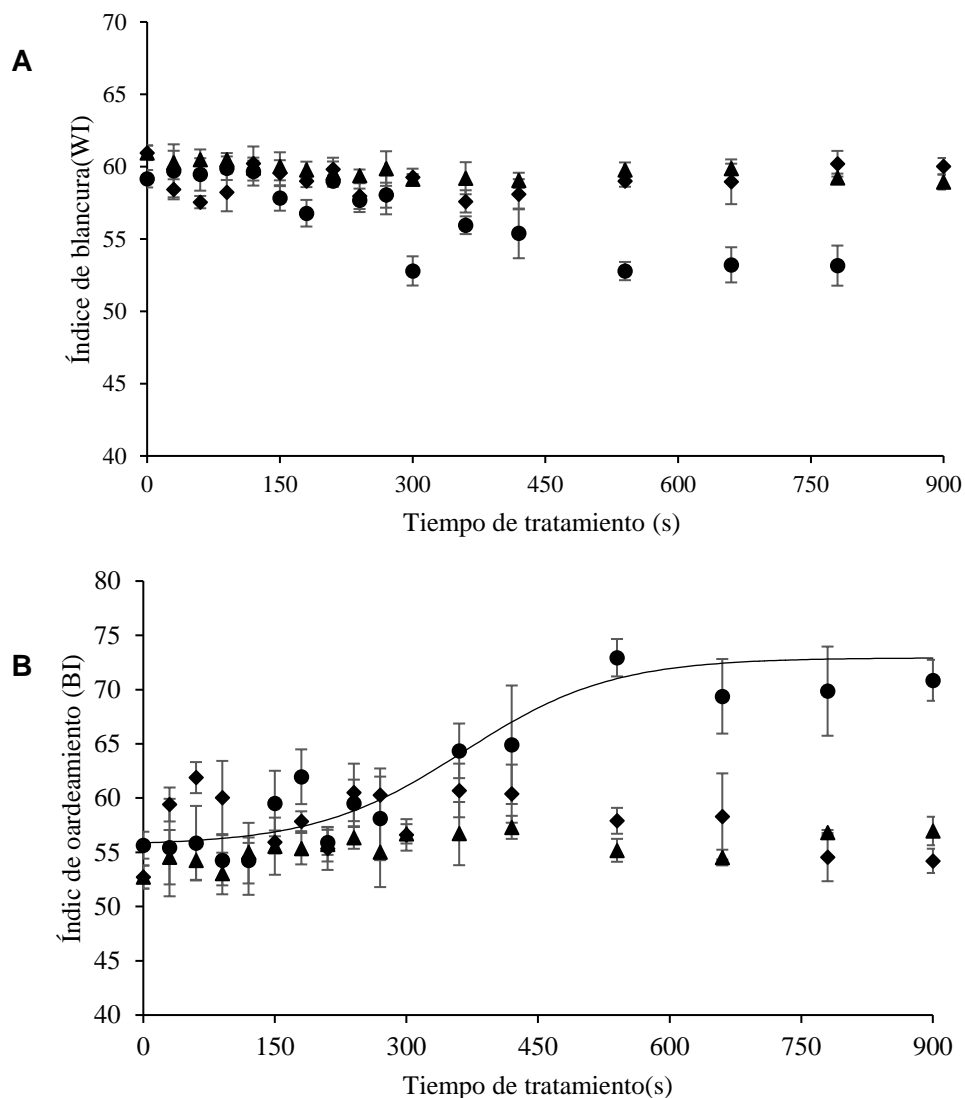
En la Figura 4.3A se muestra el WI frente al tiempo de tratamiento para todas las temperaturas de aire analizadas. Solo para los mayores tiempos de tratamientos y para la mayor temperatura ( $150^\circ C$ ) se observó un descenso significativo ( $p \leq 0,05$ ) de los valores de WI. Es importante destacar que el mayor descenso observado de WI debido al tratamiento térmico aplicado mediante lecho fluidizado fue menor al 12%. Estos resultados indicaron que los tratamientos térmicos mediante lecho fluidizado no modificaron drásticamente el color de las muestras de germen evitando el elevado nivel de pardeamiento no enzimático que suele generar la aplicación de tratamientos térmicos sobre los alimentos.



La Figura 4.3B muestra la evolución de los valores de BI de las muestras de germen tratadas a 110, 130 y 150°C en función del tiempo de tratamiento. Como era de esperarse, las muestras tratadas a 150°C mostraron los mayores valores de BI. Luego de los 300 s de tratamiento se evidenciaron diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ) entre los valores de BI de las muestras tratadas a 150°C y los de las muestras tratadas a 110 y 130°C, aunque es importante destacar que el incremento de BI con respecto al valor inicial fue menor al 25% lo que indica un leve efecto del tratamiento térmico sobre las muestras tratadas. No se encontraron referencias bibliográficas con datos para BI de germen de trigo.

La evolución de este parámetro en función del tiempo de tratamiento puede otorgar importante información sobre el estado del proceso, por ello una ecuación sigmoidea (Ec. 2.6) se ajustó a los datos experimentales de BI obtenidos a 150°C (Figura 4.3) con el fin de relacionar el tiempo de proceso y el mencionado parámetro. Del ajuste de la Ecuación 2.6 a los datos experimentales se obtuvieron los siguientes parámetros:  $k_{BI}$ : 0,012 (0,003) 1/s y  $t_{\frac{1}{2}}$ : 365,24 (26,30) s, el coeficiente de determinación del ajuste ( $r^2$ ) fue de 0,85 (El error asintótico standard de los parámetros se muestra entre paréntesis). La ecuación Ec 2.6 no pudo ajustarse correctamente a los datos experimentales obtenidos de los tratamientos a 110 y 130°C (bajos valores de  $r^2$ ). Esta incapacidad de ajuste de la ecuación puede ser justificada con la pequeña variación encontrada del parámetro BI para las muestras tratadas a las mencionadas temperaturas. El incremento de BI en las muestras tratadas a 110 y 130°C fue menor al 8%, comparada con el valor de BI de las muestras de germen crudo. Este pequeño cambio hallado en las muestras tratadas térmicamente se condice con las bajas temperaturas de aire aplicadas en estos tratamientos, comparadas con las normalmente utilizadas en los procesos de horneado de productos de panificación, proceso en el cual es ampliamente utilizado el parámetro de color BI para describir los cambios generados en los alimentos durante el proceso de cocción.

Al considerar al germen de trigo estabilizado térmicamente como un ingrediente o suplemento en la formulación de alimentos, el color de las partículas se convierte en una propiedad importante a contemplar ya que influye en la aceptabilidad del producto por parte de los consumidores (Ureta et al. 2014). El modelo determinado mediante el ajuste de la ecuación sigmoidea a los datos experimentales puede usarse para determinar el tiempo total de proceso necesario para obtener el color superficial de las partículas definido como el color óptimo por los consumidores, una vez alcanzada la inactivación de las enzimas lipásicas.



**Figura 4.3** Índice de blancura (WI) e Índice de pardeamiento (BI) expresado en función del tiempo de tratamiento para las diferentes temperaturas de aire analizadas: 110°C (◆), 130°C (▲) y 150°C (●). Los valores de BI predichos para el tratamiento a 150°C por la ecuación 2.6 se graficaron en función del tiempo de tratamiento (—). Todos los valores se calcularon por triplicado.

#### 4.4.2 Cinética de inactivación térmica de la lipasa del germen de trigo

Los tratamientos térmicos aplicados a las partículas mediante fluidificación con aire caliente generaron considerables efectos sobre la actividad de la enzima lipasa presente en el germen,

estos efectos fueron descritos mediante un modelo cinético de primer orden (Ec. 4.1). Las curvas semi logarítmicas de actividad lipásica residual versus tiempo de tratamiento mostraron un comportamiento lineal en todas las temperaturas analizadas con coeficientes de determinación ( $r^2$ ) de 0,90; 0,96 y 0,99 para 110, 130 y 150°C de temperatura de aire de entrada al equipo, respectivamente. El comportamiento lineal referido fue consistente con una inactivación enzimática de primer orden que se relacionó con una rápida disminución de la actividad enzimática durante la primera parte del tratamiento térmico. Los parámetros obtenidos de ajustar el modelo cinético de primer orden a los datos experimentales se detallan en la Tabla 4.1 y los valores predichos por el modelo en función del tiempo de tratamiento se muestran en la Figura 4.1. Como era de esperarse para este tipo de tratamiento, el valor de la constante de velocidad de inactivación enzimática ( $k$ ) decreció continuamente desde el tratamiento a 150 °C hasta el tratamiento a 110 °C, lo que confirmó la influencia de la temperatura del aire de entrada sobre la inactivación de la lipasa. Estos resultados mostraron concordancia con los trabajos publicados sobre inactivaciones de lipasas (Anthon y Barrett, 2002; Ganthavorn et al. 1991; Liu et al. 2013). En la Tabla 4.1 se muestran los valores de los parámetros de inactivación calculados, los valores  $D$  disminuyeron con el incremento de la temperatura de tratamiento, indicando que a mayor temperatura de tratamiento los tiempos requeridos para disminuir la actividad lipásica residual hasta la décima parte de la actividad inicial son menores. La tendencia decreciente de los valores  $D$  con el aumento de la temperatura de tratamiento hallada evidenció una sensibilidad térmica en la lipasa de germen de trigo (Xu et al. 2016).

La pendiente de la regresión lineal aplicada a los datos experimentales de  $\text{Log}(D)$  versus temperatura de aire de entrada ( $T$ ) ( $r^2=0,98$ ) permitió obtener el valor  $Z$ , el cual fue de  $25,55\pm 0,01^\circ\text{C}$ . El valor de  $Z$  calculado para la inactivación de la lipasa de germen fue mayor que los valores publicados por Xu et al. (2016) para lipasa de germen de trigo en una solución buffer ( $4,9^\circ\text{C}$ ). Por otro lado, el valor calculado en el presente trabajo concordó con los valores  $Z$  publicados para distintas lipasas de bacterias y hongos analizadas en leche (McKellar, 1989).

La energía de activación ( $E_a$ ) del proceso de inactivación de la lipasa de germen de trigo mediante lecho fluidizado con aire caliente se calculó a partir de una ecuación del tipo Arrhenius (Ec. 4.3) graficando el  $\text{Ln}(k)$  versus la inversa de la temperatura absoluta ( $1/T$ ). La energía de activación obtenida fue de  $121,74\pm 9,24$  (kJ/mol) (Tabla 4.1), esta fue superior a las informadas por Xu et al. (2016) ( $21,72$  kJ/mol) y por Kermasha et al. (2007) ( $87,44$  kJ/mol). Es importante destacar que ambos estudios mencionados analizaron la lipasa de germen de trigo solubilizada en un buffer en lugar de analizar el efecto del tratamiento térmico en la matriz original en la que se encuentra la enzima como se estudió en el presente trabajo. Los elevados valores de  $E_a$  obtenidos indicaron que es necesario brindarle una mayor cantidad de energía a las partículas para alcanzar la inactivación enzimática que la reportada en bibliografía, este resultado refleja un posible efecto

protector de la matriz sobre la lipasa durante los tratamientos térmicos. Meriles et al. (2016) informó valores de similares de  $E_a$  a los obtenidos en este trabajo para muestras de germen de trigo estabilizadas térmicamente en un horno de convección forzada a temperaturas superiores a las analizadas en el presente trabajo, considerando los posibles efectos protectores de la matriz del alimento sobre las enzimas.

**Tabla 4.1** Parámetros cinéticos de la inactivación térmica de la lipasa de germen de trigo determinados a partir del ajuste de las Ecuaciones 4.1, 4.2 y 4.3 a las temperaturas analizadas de aire de entrada al equipo de lecho fluidizado.

Temperatura (°C)	k (s <sup>-1</sup> )	D(s)	Z (°C)	Ea (kJ/mol)
110	0,0004±0,0001	6.464,27±693,25		
130	0,0029±0,0002	768,55±85,55	25,55±0,01	121,74±9,24
150	0,0131±0,0007	175,79±13,43		

## 4.5 Conclusiones

El tratamiento térmico de germen de trigo mediante lecho fluidizado fue realizado a 90, 110, 130 y 150°C con el fin de analizar el efecto de la temperatura de aire de entrada y el tiempo de tratamiento sobre la inactivación de la lipasa, el color de las partículas, el contenido total de tocoferoles y el índice de peróxidos del aceite.

Las temperaturas de aire comprendidas en el rango entre 110 y 150°C generaron una inactivación parcial de las lipasas presentes. El mayor grado de inactivación lipásica se observó en los tratamientos realizados con aire a 150°C, alcanzando porcentajes de inactivación lipásica de 84,5% y de 77,6%, comparada con la actividad del germen crudo, luego de 900 s y 120 s de tratamiento, respectivamente.

La actividad lipásica residual obtenida luego de tratar térmicamente el germen durante 120 s a 150°C generó valores de grado de acidez en el aceite muy por debajo de los obtenidos con las muestras de germen crudo, lo que demostró la efectividad del proceso de estabilización térmica, mediante lecho fluidizado.

El contenido total de tocoferoles y las abundancias relativas de los isómeros en el aceite no fueron afectados por el tratamiento térmico aplicado. La elevada concentración de tocoferoles presente en el aceite del germen crudo se mantuvo a pesar de los intensos tratamientos térmicos aplicados. Los bajos valores del índice de peróxido determinados luego de los tratamientos térmicos confirmaron que las muestras de aceite de germen no mostraron termo-oxidación.

La evolución del color superficial de las partículas durante los tratamientos térmicos mostró cambios significativos solo en los tratamientos a altas temperaturas (150°C) y a tiempos largos de tratamiento.

La inactivación térmica de la lipasa se describió mediante un modelo cinético de primer orden, los parámetros obtenidos del mencionado modelo mostraron un comportamiento esperado para cada temperatura de tratamiento aplicada. El valor de la constante de velocidad de inactivación enzimática aumentó y el valor  $D$  disminuyó con el incremento de las temperaturas de tratamiento. Los valores de  $Z$  y de la  $E_a$  del proceso de inactivación enzimática fueron  $25,55 \pm 0,01$  °C y  $121,74 \pm 9,24$  kJ/mol, respectivamente.

Los resultados obtenidos demostraron que el proceso térmico de fluidificación de germen de trigo permite, en tiempos muy cortos, estabilizar la lipasa del germen, la cual es la mayor dificultad que se debe superar durante el almacenamiento y comercialización del producto. Además, el proceso no afectó la calidad del aceite, ni el contenido y el perfil de tocoferoles presentes.

Con los datos obtenidos en el presente trabajo se espera contribuir con el desarrollo e industrialización del proceso de estabilización de germen de trigo mediante lecho fluidizado. Las condiciones de procesos analizadas permiten aplicar un tratamiento corto y a altas temperaturas que genera un producto alimenticio con excelentes características nutricionales para el consumo humano.

# CAPÍTULO

## 5

### **Estabilización de germen de trigo mediante calentamiento infrarrojo**

## 5.1 Lista de abreviaturas

IR: Radiación Infrarroja

WI: Índice de blancura

$GA$  Contenido de ácidos grasos libres, g Ác. Oleico/100 g aceite

$GA_0$  Contenido de ácidos grasos libres antes de la incubación, g Ác. Oleico/100 g aceite

$GA_{48}$  Contenido de ácidos grasos libres luego de 48h de incubación, g Ác. Oleico/100 g aceite

$\Delta GA$  Cambio en el contenido de ácidos grasos libres, g Ác. Oleico/100 g aceite

TTC: Contenido total de tocoferoles, mg/kg aceite

PV: Índice de peróxido, meq  $O_2$ /kg aceite

IRRI: Intensidad de radiación infrarroja,  $W/m^2$

GD: Distancia emisores-muestra, m

TT: Tiempo de tratamiento, min

RSM: Metodología de superficie de respuesta



## 5.2 Antecedentes

Con el fin de superar el inconveniente generado en el perfil sensorial, químico y nutricional del germen por la actividad enzimática presente en las partículas, varias metodologías de inactivación enzimática fueron aplicadas al germen de trigo con el fin de estabilizarlo, algunas de ellas fueron: agregado de antioxidantes (Barnes, 1948), álcalis (Grandel, 1959) y aplicación de radiación gamma (Jha et al. 2013). Otra tecnología estudiada para estabilizar el germen la aplicación de calor (seco y húmedo) con el fin de reducir el contenido de humedad de la partícula (Ferrara et al. 1991; Galle, 1974), la aplicación adecuada de calor puede generar un mejoramiento en el *flavour* y en el color de los alimentos (Yöndem-Makascioğlu et al. 2005). Si bien, la transferencia de calor por convección y conducción son los métodos más utilizados en el procesamiento de los alimentos, la transferencia de calor mediante radiación térmica (radiación infrarroja (IR) de onda corta) también ha sido utilizada.

En calentamiento IR, el calor es suministrado a través de radiación electromagnética generada por los emisores IR. Las ondas electromagnéticas que contienen la energía IR emitida por la fuente de calefacción atraviesan el aire y son absorbidas por la superficie del alimento antes de ser convertida en calor por interacciones intramoleculares. El calor generado en la superficie del alimento luego es transferido mediante conducción hacia el centro del mismo.

La radiación IR puede ser clasificada en 3 regiones de acuerdo a su longitud de onda: IR-cercano (NIR), IR-medio (MIR) e IR-lejano (FIR), correspondientes a rangos espectrales de 0,75 a 1,4; 1,4 a 3 y 3 a 1000  $\mu\text{m}$ , respectivamente (Sakai y Hanzawa, 1994; Sandu, 1986).

Las ventajas del calentamiento IR en el procesado de alimentos incluyen: 1) rápida respuesta de calentamiento en comparación con el calentamiento convencional; 2) calentamiento uniforme; 3) mínima disipación de calor hacia los alrededores del equipo. A pesar de estas ventajas, un adecuado control de los emisores IR es requerido para evitar el sobrecalentamiento generado por la elevada velocidad de calentamiento. Esta metodología puede ser utilizada efectivamente para la inactivación enzimática. Krishnamurthy et al. (2008) reportaron la inactivación de la enzima lipoxigenasa en soja mediante la aplicación de calentamiento IR, mientras Yılmaz et al. (2014) informaron que un tratamiento IR sobre salvado de arroz (600 W, 5 min) mantuvo el contenido de ácidos grasos libres por debajo de 5 g de equivalentes de ácido oleico/100 g de aceite luego de 165 días de almacenamiento.

Las partículas de germen tienen un espesor menor a 1 mm. Basados en estas características de las partículas, el calentamiento IR es considerado como una técnica adecuada para estabilizar térmicamente el germen de trigo. El calentamiento IR presenta características como la alta capacidad de transferencia de calor, la adecuada penetración de calor, el óptimo control de

proceso y la rápida respuesta de transferencia de calor lo que denota su factibilidad de aplicación en producción a escala industrial (Hemdane et al. 2015).

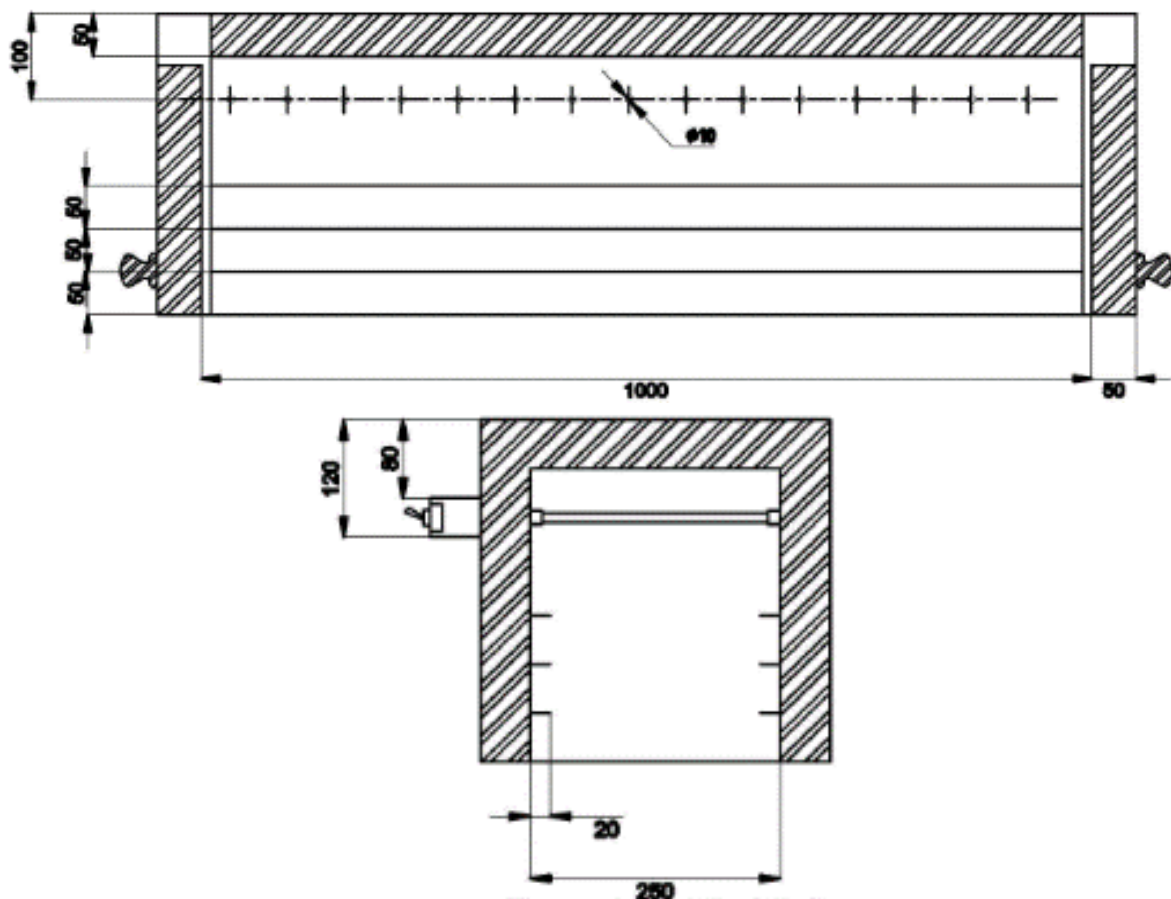
Estudios previos a esta Tesis sobre estabilización de germen de trigo mediante calentamiento IR no se han encontrado en la literatura al momento, sin embargo, las características de este tipo de tecnología y las propiedades de la matriz alimenticia sugirieron que el calentamiento IR podría ser una metodología apropiada para inactivar la lipasa del germen.

En base a eso, en el presente capítulo se abordó el análisis del efecto del calentamiento IR sobre las partículas de germen de trigo sobre los parámetros químicos del aceite (índice de peróxido, contenido de ácidos grasos libres, contenido total de tocoferoles, coeficientes de extinción específicos K232 y K270) y sobre la estabilidad del producto en condición de almacenamiento. Mediante la utilización de la metodología de superficies de respuesta se llevó a cabo una optimización de las variables del proceso para obtener germen estabilizado con adecuadas características físicas y nutricionales.

## 5.3 Materiales y métodos

### 5.3.1 Secador Infrarrojo utilizado

El secador IR utilizado está compuesto por una cámara de metal aislada térmicamente (1,0 x 0,25 x 0,30 m) con 15 tubos de cuarzos de encendido individual montados en la parte superior de la cámara. La potencia máxima instalada en el equipo fue de 9.000 W/m<sup>2</sup>, la bandeja para muestras posee un área de 0,25 m<sup>2</sup> y puede ser localizada paralelamente a la superficie superior de la cámara en 3 posiciones diferentes: a 0,1 m, 0,15 m y 0,2 m de distancia desde los emisores.



**Figura 5.1** Representación gráfica del equipo infrarrojo utilizado para estabilizar el germen de trigo térmicamente.

En cada ensayo, 65 g de germen crudo fueron esparcidos sobre toda el área de la bandeja, obteniéndose una capa homogénea de germen con un espesor aproximado de 2 mm. Luego del tratamiento térmico, las muestras se almacenaron en un envase tri-capa bajo refrigeración.

## 5.3.2 Procedimientos experimentales desarrollados en el secador IR

### 5.3.2.1 Análisis del perfil de temperatura superficial del germen de trigo

Se realizaron ensayos con el objetivo de evaluar el perfil de temperatura superficial del germen expuesto a IR. El germen fue sometido a diferentes intensidades de radiación infrarroja (IRRI) ( $3.000 \text{ W/m}^2$ ,  $4.800 \text{ W/m}^2$  y  $9.000 \text{ W/m}^2$ ), ubicándolo a diferentes distancias emisor-muestra (GD) (0,1 m, 0,15 m y 0,2 m) y sometiéndolo a diferentes tiempos de tratamiento (TT) (0 a 10 min). Con el fin de evaluar el efecto de cada factor, la temperatura superficial del germen se midió con un termómetro infrarrojo (62 MINI, FLUKE ®, EUA). Dos barridos sobre la superficie de la muestra fueron realizados inmediatamente después de cada tratamiento térmico para obtener la temperatura superficial final de las partículas. El espacio entre las muestras y el termómetro fue de 0,15 m aproximadamente, con esa distancia seleccionada se logró abarcar completamente el ancho de la bandeja de muestra durante las mediciones según recomendaciones de uso del fabricante.

Una ecuación cuadrática (Ec. 5.1) se ajustó a cada curva de temperatura superficial vs tiempo de tratamiento para analizar la velocidad de calentamiento del germen en cada una de las tres distancias analizadas. El ajuste no lineal se realizó mediante el método de mínimos cuadrados (Statgraphic Centurion XV v 15.1.02, EUA).

$$FT = aTT^2 + bTT + c \quad (\text{Ec. 5.1})$$

donde  $FT$  es la temperatura superficial final del germen de trigo,  $TT$  es el tiempo de tratamiento en minutos, y  $a$ ,  $b$  y  $c$  son los parámetros de la función cuadrática.

### 5.3.2.2 Diseño experimental y análisis de superficies de respuesta

Se aplicó la metodología de superficie de respuesta mediante, un diseño Box-Behnken (Myers et al. 2009) para analizar los efectos de los parámetros de proceso sobre la temperatura final del germen, el contenido de humedad, la actividad lipásica residual y la calidad química del aceite. Las variables independientes seleccionadas fueron: IRRI ( $X_1$ ), GD ( $X_2$ ), y TT ( $X_3$ ). Cada una de ellas fue analizada a 3 niveles diferentes. Cuatro réplicas del punto central del diseño fueron realizadas para estimar el error puro. El diseño experimental se presenta en la Tabla 5.1.

Las respuestas evaluadas en el diseño experimental fueron: contenido final de humedad ( $Y_1$ ), cambio en el contenido de ácidos grasos libres ( $\Delta GA$ ) ( $Y_2$ ), temperatura final del germen ( $Y_3$ ), parámetros del color del germen ( $L^*$ :  $Y_4$ ;  $a^*$ :  $Y_5$ ;  $b^*$ :  $Y_6$ ), contenido total de tocoferoles (TTC) ( $Y_7$ ), y el índice de blancura (WI) ( $Y_8$ ). Todas las determinaciones fueron realizadas por duplicado. Se ajustaron polinomios cuadráticos o lineales para representar cada una de las respuestas ( $Y_n$ ) en función de los factores del diseño (Ec. 5.2).

El polinomio genérico ajustado a las diferentes respuestas fue el siguiente:

$$Y_i = \beta_0 + \sum_{i=1}^{i=3} \beta_i X_i + \sum_{i=1}^{i=3} \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^{i=2} \sum_{j=1}^{j=3} \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (\text{Ec. 5.2})$$

donde  $Y_i$  es la respuesta,  $\beta_0$  es una constante,  $\beta_i$  simboliza los coeficientes de los parámetros lineales,  $\beta_{ii}$  representa los coeficientes de los parámetros cuadráticos,  $\beta_{ij}$  representa las constantes de la interacción entre parámetros y  $\varepsilon$  es el error aleatorio.

Los resultados obtenidos fueron analizados para obtener los modelos de regresión mediante el método de regresión múltiple, aplicándose ANAVA para evaluar la calidad del modelo ajustado (Statgraphic Centurion XV v 15.1.02, EUA). Solo se incluyeron en este estudio los modelos con altos coeficientes de determinación (grado de la variabilidad de los datos que puede ser explicada por el modelo,  $r^2$ ), con ecuaciones de regresión múltiple que incluyen solo coeficientes significativos ( $p \leq 0,05$ ). Gráficos tri-dimensionales de superficies de respuesta fueron generados para cada una de las respuestas analizadas. La determinación de las condiciones óptimas de proceso fue realizada mediante la aplicación de la metodología de deseabilidad (Ferreira et al. 2007), incorporando los valores y prioridades deseadas para cada una de las variables.

**Tabla 5.1** Valores normalizados de los niveles de cada factor del diseño de Box-Behnken.

Tratamiento	IRRI	GD	TT
1	-1	0	-1
2	0	0	0
3	-1	0	1
4	1	0	1
5	1	1	0
6	1	0	-1
7	0	1	-1
8	0	-1	-1
9	0	0	0
10	0	0	0
11	-1	-1	0
12	0	-1	1
13	0	0	0
14	0	1	1
15	-1	1	0
16	1	-1	0

Intensidad de radiación infrarroja (IRRI): (-1):3.000 W/m<sup>2</sup>; (0): 4.800 W/m<sup>2</sup>; (1): 9.000 W/m<sup>2</sup>.

Distancia emisor- muestra (GD): (-1):0,2 m; (0): 0,15 m; (1): 0,1 m.

Tiempo de tratamiento (TT): (-1):1 min; (0): 2 min; (1): 3 min.

### 5.3.3 Determinaciones químicas y físicas realizadas al germen de trigo y su aceite

Las determinaciones realizadas al germen de trigo para evaluar su calidad química fueron: contenido de humedad, grado de acidez (GA), índice de peróxidos (PV), determinación del contenido total de tocoferoles (TTC), dienos (K232) y trienos conjugados (K270), determinación

de la actividad lipásica, color, índice de blancura e índice de pardeamiento. Todas estas determinaciones y el procedimiento de extracción del aceite del germen para llevarlas a cabo se desarrollaron de acuerdo con lo expresado en las secciones 2.3.2 a 2.3.5.

#### **5.3.4 Ensayo de estabilidad de germen de trigo**

Las muestras de germen crudo y tratado mediante radiación infrarroja bajo las condiciones óptimas de proceso determinadas, fueron sometidas a un ensayo de estabilidad. Las muestras se almacenaron en una sala con temperatura controlada (25°C) durante 90 días. Las muestras crudas y tratadas térmicamente fueron envasadas en envases con barreras al oxígeno y luz (triple capa) herméticamente sellados. Para cada tiempo de muestreo se confeccionó un paquete exclusivo, las muestras fueron analizadas a los 0, 15, 30, 45, 60 y 90 días de almacenamiento. Los indicadores de calidad evaluados en el ensayo de estabilidad fueron: parámetros de color, WI, GA, PV, K232 (dienos conjugados) y K270 (trienos conjugados). Todas las determinaciones fueron realizadas por duplicado.

#### **5.3.5 Análisis estadístico**

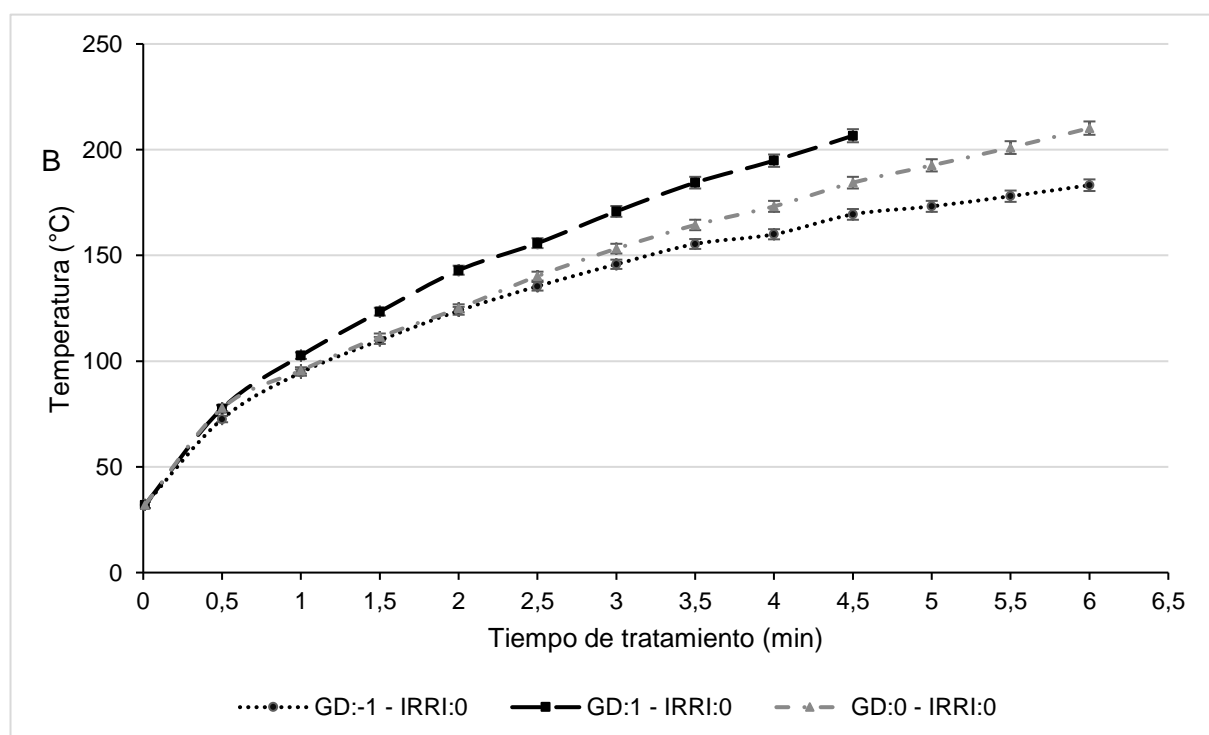
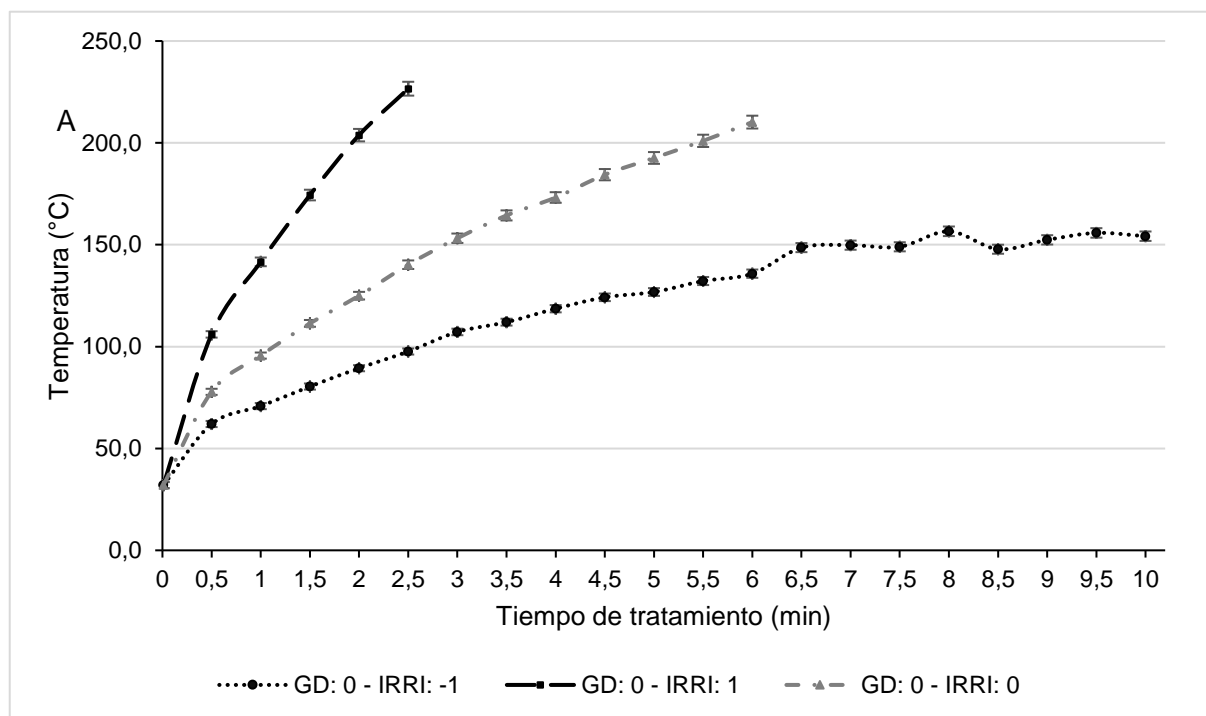
Se aplicó análisis de la varianza (ANAVA) a los datos, las medias se compararon mediante el test LSD (diferencia mínima significativa)-Fisher con un nivel de significancia de 0,05. Las relaciones entre los parámetros medidos se evaluaron mediante un test de Pearson (nivel de significancia  $p \leq 0,05$ ) usando el software estadístico Infostat (Facultad de Ciencias Agropecuarias, Universidad Nacional de Córdoba).

### **5.4 Resultados y discusión**

#### **5.4.1 Análisis del perfil de temperatura superficial**

Los perfiles de temperatura del germen en función de la IRR y el TT fueron determinados manteniendo constante la GD, la cual se fijó en 0,15 m (GD:0) (Figura 5.2 A). Se observaron diferencias significativas a partir del minuto 1 de tratamiento. Las temperaturas alcanzadas para la máxima, media y mínima IRR fueron de  $226,6 \pm 1,5$  °C (2,5 min),  $210,2 \pm 1,5$  °C (6 min) y

156,6±1,5 °C (10 min), respectivamente. Para los ensayos con IRRI máxima y media no fue posible completar los 10 minutos de tratamiento debido a que comenzó el proceso de carbonización del material.



**Figura 5.2** Efectos de la potencia infrarroja irradiada (IRRI), distancia emisor-muestra (GD) y tiempo de tratamiento (TT) sobre la temperatura final del germen.



Se ajustó una ecuación de segundo orden (Ec. 5.1) a cada perfil de temperatura para determinar el efecto de la IRRI sobre la velocidad de calentamiento. Los parámetros ajustados junto con los respectivos errores asintóticos estándar (ASE) y los coeficientes de correlación ( $r^2$ ) se muestran en la Tabla 5.2. Todas las curvas presentaron elevados valores de  $r^2$ .

El parámetro “a” de la Ecuación 5.1 modifica la apertura de las ramas de la parábola ajustada, basándose en este efecto, el parámetro “a” puede relacionarse con la velocidad de calentamiento del germen en el secador infrarrojo. La curva GD:0-IRRI:1 presentó el mayor valor absoluto de dicho parámetro (al menos 15 veces mayor que el de la curva GD:0-IRRI:-1 y 6 veces más grande que el de la curva GD:0-IRRI:0) y exhibió la mayor velocidad de calentamiento y la mayor temperatura final de las muestras. Los otros parámetros ajustados (“b” y “c”) tienen un efecto de traslación de la curva ajustada, estos parámetros no están relacionados con la velocidad de calentamiento.

**Tabla 5.2** Parámetros determinados del ajuste de la Ec. 5.1 a los datos experimentales de los ensayos preliminares con GD= 0 (0,15 m).

	<b>a*</b>	<b>ASE</b>	<b>b*</b>	<b>ASE</b>	<b>c*</b>	<b>ASE</b>	<b>r<sup>2</sup></b>
<b>GD:0-IRRI:1</b>	-20,056	5,2852	124,381	13,765	37,887	7,317	0,9925
<b>GD:0-IRRI:0</b>	-3,1846	0,5799	45,622	3,610	46,096	4,662	0,9875
<b>GD:0-IRRI: -1</b>	-1,3023	0,1218	23,8635	1,262	44,377	2,722	0,9852
<b>GD:1-IRRI:0</b>	-5,8845	0,9833	62,3082	4,597	40,833	4,441	0,9897
<b>GD:-1-IRRI:0</b>	-2,9231	0,2305	38,0378	1,539	57,727	2,176	0,9964

ASE: Error asintótico standard.

GD: Distancia emisor-muestra. GD:1=0,1 m; GD:0= 0,15 m; GD:-1= 0,2 m

Los perfiles de temperatura superficial del germen en función de GD y del tiempo de tratamiento (TT) fueron analizados manteniendo constante la IRRI en 4.800 W/m<sup>2</sup> (IRRI:0) (Figura 5.2 B). Como era esperarse, a menor valor de GD (mayor distancia lineal entre los emisores y la

muestra), menor velocidad de calentamiento. El perfil de temperatura correspondiente a la curva GD:1-IRRI:0 fue significativamente diferente ( $p \leq 0,05$ ) de los otros dos perfiles desde el minuto 1 de tratamiento. Por otro lado, los perfiles térmicos de las curvas GD:0-IRRI:0 y GD:-1-IRRI:0 se diferenciaron significativamente ( $p \leq 0,05$ ) una de la otra a partir de los 3 minutos de tratamiento. Las temperaturas máximas alcanzadas para cada GD fueron  $206,6 \pm 1,5$  °C (4,5 min),  $210,2 \pm 1,5$  °C (6 min) y  $183,2 \pm 1,5$  °C (6 min) para la mínima, media y máxima distancia real evaluada.

La curva GD:1-IRRI:0 (0,1 m de separación y  $4800 \text{ W/m}^2$ ) mostró el mayor valor absoluto del parámetro “a” (al menos dos veces mayor que el de las curvas GD:0-IRRI:0 y GD:-1-IRRI:0) y tuvo la mayor velocidad de calentamiento produciendo una notable influencia sobre la temperatura superficial final de las muestras. Las otras dos curvas no revelaron diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ) para el parámetro ajustado “a”, pero los mayores valores de GD mostraron una leve influencia significativa ( $p \leq 0,05$ ) sobre la temperatura final de las muestras. Con respecto a estos ensayos, no fue posible completar los diez minutos de tratamiento térmico debido a que el germen presentó evidentes signos de carbonización.

Teniendo en cuenta los resultados de (Rose et al. 2008), quienes analizaron la inactivación de la lipasa en germen de trigo en un horno de convección forzada a  $175^\circ\text{C}$ , los datos de inactivación lipásica mostrados anteriormente, los perfiles de temperatura superficial obtenidos y las características del equipo IR utilizado en el presente estudio, los siguientes rangos de las variables independientes fueron seleccionados para obtener las condiciones óptimas de proceso: IRRI desde  $3.000 \text{ W/m}^2$  hasta  $9.000 \text{ W/m}^2$ ; GD desde 0,2 m a 0,1 m y TT desde 1 min a 3 min.

#### **5.4.2 Efecto de las condiciones de proceso en las propiedades del germen de trigo**

Un diseño experimental de 16 tratamientos se llevó a cabo (4 puntos centrales) utilizando los factores y niveles mencionados previamente (Tabla 5.1). Para cada variable respuesta, una ecuación lineal o cuadrática fue generada utilizando los términos relevantes ( $p \leq 0,05$ ) para obtener valores de  $r^2$  tan elevados como sea posible. Basándose en esas ecuaciones, el comportamiento de las respuestas fue predicho dentro del área experimental y representado como una superficie de respuesta. Los coeficientes de regresión y determinación de los modelos estadísticamente significativos ( $p \leq 0,05$ ) se muestran en la Tabla 5.3, y las superficies de respuesta correspondientes en la Figura 5.3.

**Tabla 5.3** Coeficientes significativos (95% intervalo de confianza) de las regresiones ajustadas del diseño para el germen de trigo y los parámetros de calidad de aceite.

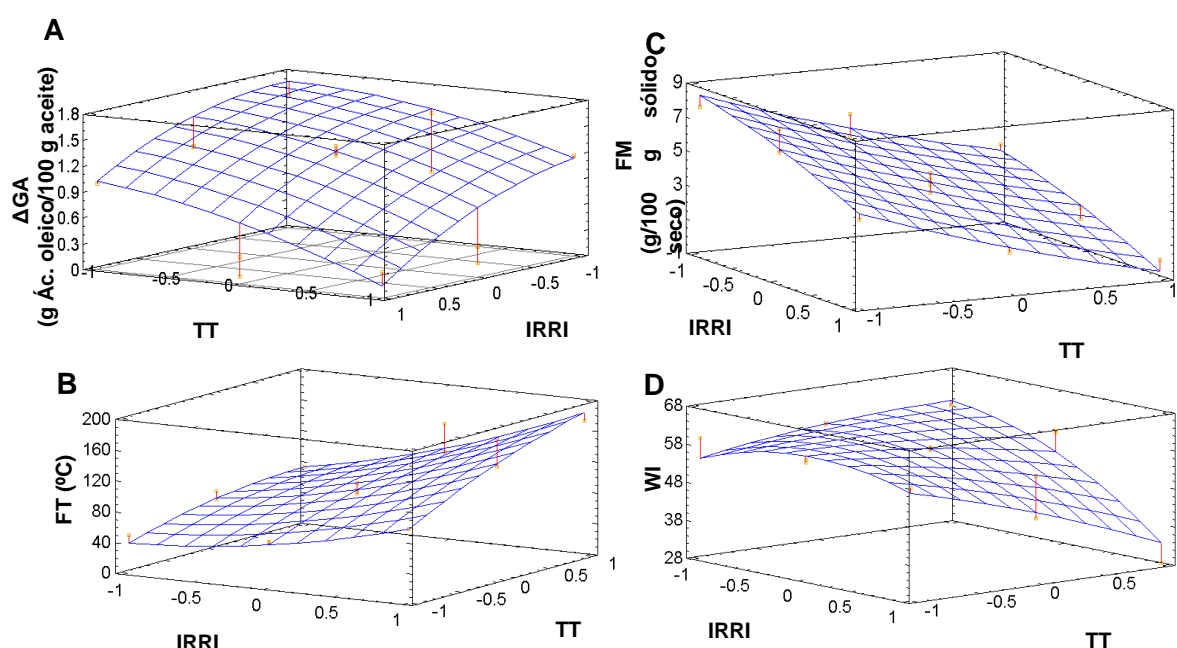
Coeficientes	$\Delta GA^a$	FM <sup>b</sup>	WI <sup>c</sup>	FT <sup>d</sup>
Constante	1,289	3,955	57,812	96,450
A:X <sub>1</sub>	-0,416	-1,916	-6,073	41,475
B:X <sub>2</sub>	ns	ns	ns	10,425
C:X <sub>3</sub>	-0,363	-2,501	ns	31,600
AA	ns	ns	ns	ns
AB	0,226	ns	ns	ns
AC	ns	ns	-7,010	13,100
BB	-0,447	ns	ns	ns
BC	ns	ns	ns	ns
CC	ns	ns	ns	ns
r <sup>2</sup>	95,6	96,6	85,2	97,7

ns= efecto no significativo ( $p > 0,05$ ); a: Cambio en el contenido de ácidos grasos libres ( $\Delta GA$ ), g Ácido oleico/100 g aceite; b: Contenido final de humedad (FM), g/g sólidos secos; c: Índice de blancura (WI); d: Temperatura final (FT), °C; X<sub>1</sub>= Intensidad de radiación infrarroja (W/m<sup>2</sup>); X<sub>2</sub>: Distancia emisor-muestra (m); X<sub>3</sub>: Tiempo de tratamiento (min).

Se observó un efecto lineal positivo de IRRI, GD y TT y un efecto interactivo cuadrático de IRRI-TT sobre la temperatura final del germen ( $p \leq 0,05$ ) (Tabla 5.3). Las temperaturas finales observadas de los tratamientos realizados estuvieron entre los 49,6 y 181,6°C. Como era de esperarse, un incremento en IRRI y en TT y una disminución de la distancia entre los emisores y las muestras generaron un incremento en la temperatura final (Figura 5.3 B), alcanzando, en los tratamientos más severos, temperaturas capaces de inactivar eficazmente las enzimas del

germen de trigo. El coeficiente de determinación del modelo para la temperatura final fue capaz de explicar el 97,7% de la variabilidad de los datos.

Si bien se observaron efectos significativos ( $p \leq 0,05$ ), lineales positivos de IRRi y TT en el contenido final de humedad del germen, no se encontró un efecto significativo de GD en esta variable (Tabla 5.3). La humedad final del germen disminuyó como consecuencia de los tratamientos aplicados, especialmente en los tratamientos más intensos, alcanzando valores cercanos a cero (Figura 5.3 C). Un modelo lineal fue ajustado para predecir el contenido final de humedad en el área experimental analizada, este modelo fue capaz de explicar el 95,1% de la variabilidad de los datos.



**Figura 5.3** Efecto de la potencia infrarroja irradiada (IRRi) y del tiempo de tratamiento (TT) sobre cambio en el contenido de ácidos grasos libres, el contenido final de humedad, el contenido final de humedad e Índice de blancura del germen a GD = 0.

Las muestras presentaron un contenido inicial de ácidos grasos libres de  $1,55 \pm 0,01$  g ácido oleico/100 g aceite, el cual fue mucho menor que los informado por Attia y Abou-Gharbia (2011) y Capitani et al. (2011). Luego de 48 h de incubación en un baño termostatzado, el contenido de ácidos grasos libres del aceite de germen crudo mostró un incremento significativo ( $\Delta$ GA de  $2,36 \pm 0,19$  g ácido oleico/100 g aceite) como consecuencia de la actividad lipásica en el germen.

Al considerar la influencia del tratamiento térmico sobre la actividad lipásica, se observó un efecto lineal negativo de IRRi y TT y un efecto cuadrático negativo de GD sobre los valores de  $\Delta$ GA

(Tabla 5.3). Las actividades lipásicas residuales halladas en las muestras tratadas estuvieron entre 3% y 65% en comparación con la actividad lipásica inicial determinada en el germen crudo. El coeficiente de determinación del modelo cuadrático indicó que este fue capaz de explicar el 94,4% de la variabilidad de los datos. Como era de esperarse, el incremento de IRRI y de TT junto con la disminución de la distancia entre los emisores y las muestras produjeron una disminución de los valores de  $\Delta GA$  (Figura 5.3 A). Los menores valores de  $\Delta GA$ , asociados con una menor actividad lipásica, se relacionaron con los TT más largos y las mayores intensidades de radiación infrarroja aplicadas. Estos resultados estuvieron en concordancia con lo publicado por Jha et al. (2013) y por Yöndem-Makascioğlu et al. (2005), quienes utilizaron tecnologías como microondas, lecho fluidizado (tipo *spouted*) y radiación gamma para estabilizar el germen de trigo. Además, es importante destacar que los resultados informados en el presente trabajo concuerdan con lo publicado por Ding et al. (2015), en donde el secado infrarrojo condujo a una efectiva inactivación de la lipasa en salvado de arroz.

El color es un importante atributo de calidad de los alimentos deshidratados, ya que está relacionado con el pardeamiento no enzimático, el cual produce un deterioro en el valor nutritivo disminuyendo la digestibilidad de proteínas con pérdida de aminoácidos esenciales. Se ha reportado que el pardeamiento no enzimático es dependiente de la temperatura a la cual está sometido el alimento y al contenido de humedad del mismo (Rahman y Labuza, 2007). Muchos autores consideran los cambios en el color como un indicador de calidad de proceso ya que el color marrón se incrementa con el progreso de las reacciones de caramelización y con el pardeamiento no enzimático. Por ello, el control en los cambios producidos en los parámetros de color de los alimentos es necesario para obtener productos de buena calidad. El germen crudo utilizado en los ensayos de IR tuvo valores de los parámetros de color comparables con los medidos en el germen utilizado en el capítulo 4, los valores medidos fueron: luminosidad ( $L^*$ ) de  $70,08 \pm 0,05$ , variación cromática del rojo al verde ( $a^*$ ) de  $5,27 \pm 0,32$  y variación cromática del amarillo al azul ( $b^*$ ) de  $26,83 \pm 0,58$ . A su vez, los valores de  $L^*$  fueron consistentes con los valores reportados en bibliografía, mientras que los valores de  $a^*$  y  $b^*$  fueron mayores a los informados (Bansal y Sudha, 2011). El WI para el germen crudo fue de  $57,29 \pm 0,67$ , parámetro que fue significativamente afectado por el procesamiento. Los resultados mostraron un efecto lineal negativo de IRRI y una interacción cruzada cuadrática negativa entre IRRI-TT sobre este parámetro (Tabla 5.3). Solo los tratamientos 1 y 8 tuvieron valores similares a los del germen crudo ( $p > 0,05$ ) (Tabla 5.4), los demás tratamientos mostraron valores de WI significativamente menores comparados con el germen crudo (Figura 5.3 D) y a los determinados en las muestras de germen estabilizadas mediante lecho fluidizado en el capítulo 4. El modelo ajustado explicó el 85,2% de la variabilidad de los datos experimentales.

El contenido total de tocoferoles fue de  $3.776,5 \pm 4,6$  mg/kg aceite, si bien el valor de TTC fue levemente menor que el medido en el germen utilizado en el capítulo 4 estuvo dentro del rango de variabilidad normal de TTC para el aceite de germen de trigo. Las abundancias relativas de los isómeros  $\alpha$ -tocopherol ( $62,8 \pm 0,1$  %),  $\beta$ -tocopherol ( $32,5 \pm 0,1$  %),  $\gamma$ -tocopherol ( $4,69 \pm 0,1$  %) y  $\delta$ -tocopherol (no detectado) del germen crudo estuvieron en concordancia con los valores publicados por Capitani et al. (2011) y con los medidos en el capítulo 4. Los valores de TTC de las muestras tratadas térmicamente estuvieron entre 3.745 y 3.367 mg/kg aceite, con solo 4 tratamientos (4, 11, 14 y 16) mostrando valores de TTC significativamente menores que los del germen crudo ( $p \leq 0,05$ ) (Tabla 5.4). A pesar de esas diferencias entre los tratamientos, todas las muestras mantuvieron un elevado nivel de TTC, estos resultados concuerdan con lo publicado por Magariño et al. (2015), quienes encontraron valores similares de TTC para germen crudo y tratado térmicamente. No se encontraron relaciones significativas entre las variables de proceso y la reducción de TTC. Es importante destacar que los tocoferoles totales en las muestras tratadas se encontraron en concentraciones elevadas y que sus proporciones relativas se mantuvieron como las del germen crudo (datos no mostrados).

El contenido de tocoferoles presentes en productos derivados del grano de trigo (harina integral y blanca) son levemente o directamente no afectados cuando se los somete a procesos térmicos en el rango de temperatura comprendidos entre 90 y 148°C, sin embargo al someterlos a procesos térmicos severos hasta 250°C el contenido de tocoferoles totales se redujo significativamente (Håkansson et al. 1987; Siljeström et al. 1986).

La vitamina E parece ser menos estable cuando se encuentra en la harina blanca de trigo que cuando se halla alojada en el grano entero o en la harina integral del grano de trigo lo que indica que el tamaño de partícula del material crudo presenta influencia en la estabilidad de la misma. En las partículas de mayor tamaño la estructura vegetal se ve menos afectada por los procesos de trituración pudiendo otorgarle una protección extra a las vitaminas que pueden estar alojadas en los cuerpos grasos. Relacionado con eso, Håkansson et al. (1987) sugirieron que la mayor inestabilidad de la vitamina E encontrada en las partículas de menor tamaño (harinas) puede deberse a un mayor grado de exposición a oxidantes catalíticos como el hierro y el cobre. Pero una explicación más plausible puede ser que las altas concentraciones de tocoferoles en las harinas integrales y la cantidad de sustratos complejos y otros compuestos (como ácidos fenólicos, lignanos y flavonoides los cuales se encuentran mayoritariamente localizados en las capas externas del grano) pueden influir en la velocidad de degradación de los tocoferoles a través de efectos sinérgicos o de efectos competitivos en su capacidad antioxidante, protegiéndolos de la oxidación (Hidalgo y Brandolini, 2012). Por consiguiente, la matriz probablemente provee la suficiente estabilidad a los tocoferoles bajo las condiciones de proceso analizadas. Estos resultados son muy importantes ya que la destrucción de los tocoferoles no

solo deteriora las propiedades nutricionales del germen, sino que también puede tener influencia en la calidad química del aceite ya que estos poseen un importante rol en la protección de la oxidación de los lípidos presentes.

Aunque no se encontraron estudios previos que consideren el efecto de radiación IR en los tocoferoles de germen de trigo, Yilmaz et al. (2013), estudiaron el efecto de la radiación infrarroja sobre el salvado de arroz reportando que los isómeros de tocoferol fueron significativamente afectados por la IR aplicada durante los diferentes tratamientos, indicando que el isómero  $\alpha$ -tocoferol fue el más afectado.

Los modelos ajustados fueron utilizados en un proceso de optimización de las variables de proceso mediante la función deseabilidad (Ferreira et al. 2007; Jahani et al. 2008). Por consiguiente, el proceso mencionado anteriormente se llevó a cabo minimizando la temperatura final superficial del germen, contenido de humedad y  $\Delta$ GA, mientras que se maximizó el nivel de TTC y se mantuvo constante el WI, tan similar al del germen crudo como sea posible. La optimización multirespuesta, con un valor de la función deseabilidad de 0,68, sugirió que las mejores condiciones para promover la inactivación enzimática, manteniendo un elevado contenido de tocoferoles totales, fueron similares a las condiciones del tratamiento 12 del diseño experimental, por eso ese tratamiento se consideró como el óptimo (4.800 W/m<sup>2</sup> para IRRI, 0,2 m de distancia muestra-emisores y 3 min de TT). Para esas condiciones de proceso, las respuestas predichas por el modelo fueron: 118°C para la temperatura final, 0,21 g ácido oleico /100 g aceite para  $\Delta$ GA, 3.455 mg/kg aceite para TTC, 1,45 g agua/100 g materia seca para el contenido de humedad final y 55,3 para WI. Estos resultados mostraron que el porcentaje de error entre los valores estimados por el modelo y los medidos experimentalmente fueron: 2,1% para la temperatura final, 4,9% para  $\Delta$ GA, 3,3% para TTC, 10,8% para el contenido final de humedad y 3,5% para WI, lo que indicó que el modelo presentó un buen ajuste a los datos experimentales.

**Tabla 5.4** Diseño de Box-Behnken. Respuestas experimentales del germen de trigo y los parámetros de calidad de aceite.

Tratamiento	$\Delta GA^a$	TTC <sup>b</sup>	FM <sup>c</sup>	FT	L*	a*	b*	WI
<b>Germen crudo</b>	2,4±0,2 <sup>a</sup>	3.776±4 <sup>a</sup>	13,5±0,1 <sup>a</sup>	-	70,08±0,05 <sup>b</sup>	5,3±0,3 <sup>b</sup>	26,8±0,6 <sup>c</sup>	59,5±0,4 <sup>a</sup>
<b>1</b>	1,53±0,04 <sup>b</sup>	3.598±79 <sup>a</sup>	8,3±0,3 <sup>b</sup>	49,6	71,0±0,2 <sup>a</sup>	5,2±0,4 <sup>b</sup>	27,3±0,3 <sup>b</sup>	59,8±0,2 <sup>a</sup>
<b>2</b>	1,27±0,02 <sup>b</sup>	3.557±67 <sup>a</sup>	3,5±0,3 <sup>g</sup>	93,8	70,3±0,3 <sup>b</sup>	4,9±0,3 <sup>b</sup>	29,4±0,2 <sup>b</sup>	57,9±0,4 <sup>b</sup>
<b>3</b>	1,16±0,07 <sup>b</sup>	3.568±148 <sup>a</sup>	3,87±0,07 <sup>f</sup>	76	70,7±0,3 <sup>a</sup>	5,2±0,2 <sup>b</sup>	29±1 <sup>b</sup>	58,7±0,7 <sup>b</sup>
<b>4</b>	0,3±0,1 <sup>d</sup>	3.397±26 <sup>b</sup>	0,14±0,02 <sup>j</sup>	174,4	34,9±0,2 <sup>d</sup>	5,7±0,5 <sup>c</sup>	13,2±0,8 <sup>d</sup>	33,3±0,1 <sup>e</sup>
<b>5</b>	0,30±0,04 <sup>d</sup>	3.617±64 <sup>a</sup>	1,68±0,08 <sup>h</sup>	181,6	57,9±0,5 <sup>c</sup>	7,9±0,4 <sup>a</sup>	27±1 <sup>c</sup>	49,2±0,8 <sup>d</sup>
<b>6</b>	0,99±0,06 <sup>c</sup>	3.680±131 <sup>a</sup>	4,43±0,06 <sup>e</sup>	95,6	69,5±0,9 <sup>b</sup>	4,7±0,9 <sup>b</sup>	28,9±0,5 <sup>b</sup>	57,7±0,8 <sup>b</sup>
<b>7</b>	1,2±0,4 <sup>b</sup>	3.495±56 <sup>a</sup>	7,02±0,02 <sup>c</sup>	59,6	70,2±0,8 <sup>b</sup>	4,8±0,2 <sup>b</sup>	27±1 <sup>b</sup>	59±1 <sup>b</sup>
<b>8</b>	1,19±0,01 <sup>b</sup>	3.735±2 <sup>a</sup>	8,7±0,4 <sup>b</sup>	59,8	69,6±0,3 <sup>b</sup>	5,3±0,2 <sup>b</sup>	26±2 <sup>c</sup>	59,6±0,8 <sup>a</sup>
<b>9</b>	1,3±0,1 <sup>b</sup>	3.521±51 <sup>a</sup>	4,71±0,08 <sup>e</sup>	91,4	70,7±0,9 <sup>a</sup>	4,7±0,5 <sup>b</sup>	29,5±0,3 <sup>b</sup>	58,2±0,5 <sup>b</sup>
<b>10</b>	1,2±0,3 <sup>b</sup>	3.545±135 <sup>a</sup>	4,30±0,01 <sup>e</sup>	95,2	69,6±0,4 <sup>b</sup>	5,2±0,1 <sup>b</sup>	29±1 <sup>b</sup>	57±1 <sup>b</sup>
<b>11</b>	1,49±0,07 <sup>b</sup>	3.369±106 <sup>b</sup>	6,82±0,07 <sup>c</sup>	64,4	71,0±0,8 <sup>a</sup>	4,7±0,6 <sup>b</sup>	29±1 <sup>b</sup>	59±1 <sup>b</sup>
<b>12</b>	0,2±0,2 <sup>d</sup>	3.572±9 <sup>a</sup>	1,65±0,03 <sup>h</sup>	115,2	69,6±0,9 <sup>b</sup>	4,8±0,3 <sup>b</sup>	29,66±0,04 <sup>b</sup>	57,3±0,7 <sup>b</sup>
<b>13</b>	1,3±0,2 <sup>b</sup>	3.548±48 <sup>a</sup>	3,98±0,04 <sup>f</sup>	105,4	71±1 <sup>a</sup>	4,6±0,4 <sup>b</sup>	30,08±0,11 <sup>b</sup>	57,8±0,7 <sup>b</sup>
<b>14</b>	0,35±0,05 <sup>d</sup>	3.367±41 <sup>b</sup>	1,0±0,3 <sup>i</sup>	151,8	68,8±0,4 <sup>b</sup>	4,4±0,3 <sup>c</sup>	27,89±1,49 <sup>b</sup>	58±1 <sup>b</sup>
<b>15</b>	0,81±0,03 <sup>c</sup>	3.631±8 <sup>a</sup>	5,32±0,01 <sup>d</sup>	75,4	70,0±0,3 <sup>b</sup>	5,0±0,2 <sup>b</sup>	28,33±0,09 <sup>b</sup>	58,4±0,2 <sup>b</sup>
<b>16</b>	0,08±0,01 <sup>d</sup>	3.442±29 <sup>b</sup>	1,5±0,4 <sup>h</sup>	145,6	69,4±0,5 <sup>b</sup>	4,1±0,2 <sup>c</sup>	31,02±0,15 <sup>a</sup>	56,2±0,4 <sup>c</sup>

Medias con letras (superíndice) distintas son significativamente diferentes (DGC,  $p \leq 0,05$ ); **a**: g ácido oleico/100 g aceite; **b**: mg/kg aceite; **c**: Contenido final de humedad (FM), g/g sólidos secos; **d**: Temperatura final (FT), °C. L\*, a\*, b\* y Índice de blancura (WI): n= 3.

Cambio en el contenido de ácidos grasos libres ( $\Delta GA$ ), Contenido total de tocoferoles (TTC) y Contenido de humedad final (FM) (base seca): n=2. FT: Precisión del instrumento: 1,5°C.



### 5.4.3 Ensayo de estabilidad del germen de trigo

Con el objetivo de evaluar los cambios generados en las partículas durante un almacenamiento prolongado, las muestras de germen crudo y tratado térmicamente bajo las condiciones óptimas de proceso determinadas anteriormente fueron almacenadas y analizadas. En la Figura 5.4 A se observan los patrones de oxidación y acidez del aceite durante el almacenamiento de las muestras hasta los 90 días. Como era de esperarse, los valores mostraron comportamientos diferentes, el GA del germen al inicio del ensayo fue de  $1,53 \pm 0,01$  g ácido oleico /100 g aceite. El GA del germen crudo aumentó continuamente durante el desarrollo del experimento hasta alcanzar el valor de  $7,34 \pm 0,03$  g Ác. oleico /100 g aceite a los 90 días de almacenamiento.

El GA de las muestras estabilizadas térmicamente se mantuvo constante durante los 90 días de almacenamiento ( $1,81-1,83$  g ácido oleico /100 g aceite). Por el contrario, las muestras de germen crudo mostraron valores de GA significativamente mayores ( $p \leq 0,05$ ) a las muestras tratadas a partir de los 10 días de almacenamiento, excediendo el límite legal permitido (2 g ácido oleico/100 g aceite) (FAO/WHO, 2015).

Los resultados sugieren un deterioro de la calidad nutricional y organoléptica del germen. Por otro lado, las muestras tratadas térmicamente mantuvieron los valores GA por debajo del límite legal permitido durante los 90 días de almacenamiento evidenciando una leve o limitada actividad lipásica y una aceptable calidad del aceite en lo que respecta al parámetro en cuestión.

Los valores de TTC durante el ensayo de envejecimiento se encontraron entre  $4.133 \pm 51$  y  $4.181 \pm 68$  para el germen crudo y entre  $3.395 \pm 45$  y  $3.899 \pm 10$  para el germen tratado térmicamente, revelando una leve pero significativa disminución del TTC ( $p \leq 0,05$ ) luego de los 90 días de almacenamiento. Es importante destacar que luego del almacenamiento de 90 días, las muestras tratadas presentaron una elevada concentración de tocoferoles totales en el aceite.

El WI estuvo dentro de los rangos  $58,31-59,12$  y  $54,91-53,21$  para las muestras de germen crudo y tratado, respectivamente, siendo las últimas ligeramente más oscuras ( $p \leq 0,05$ ). Estas diferencias fueron pequeñas y no se observaron cambios como consecuencia de los 90 días de almacenamiento.

En lo que respecta al índice de peróxidos de los aceites provenientes de las muestras de germen crudo, presentaron valores entre  $0,16 \pm 0,01$  (0 días) hasta  $0,36 \pm 0,01$  (90 días) meq  $O_2$ /kg aceite, mientras que los valores de los aceites de las muestras tratadas variaron entre  $0,26 \pm 0,01$  (0 días) y  $0,93 \pm 0,01$  (90 días) meq  $O_2$ /kg aceite. Estos valores de PV estuvieron muy por debajo del límite legal permitido durante los 90 días de almacenamiento (15 meq  $O_2$ /kg aceite).

El proceso de peroxidación lipídica comienza con la generación de radicales libres, los cuales aparecen en el aceite cuando los ácidos grasos poliinsaturados (PUFAs) están en contacto con

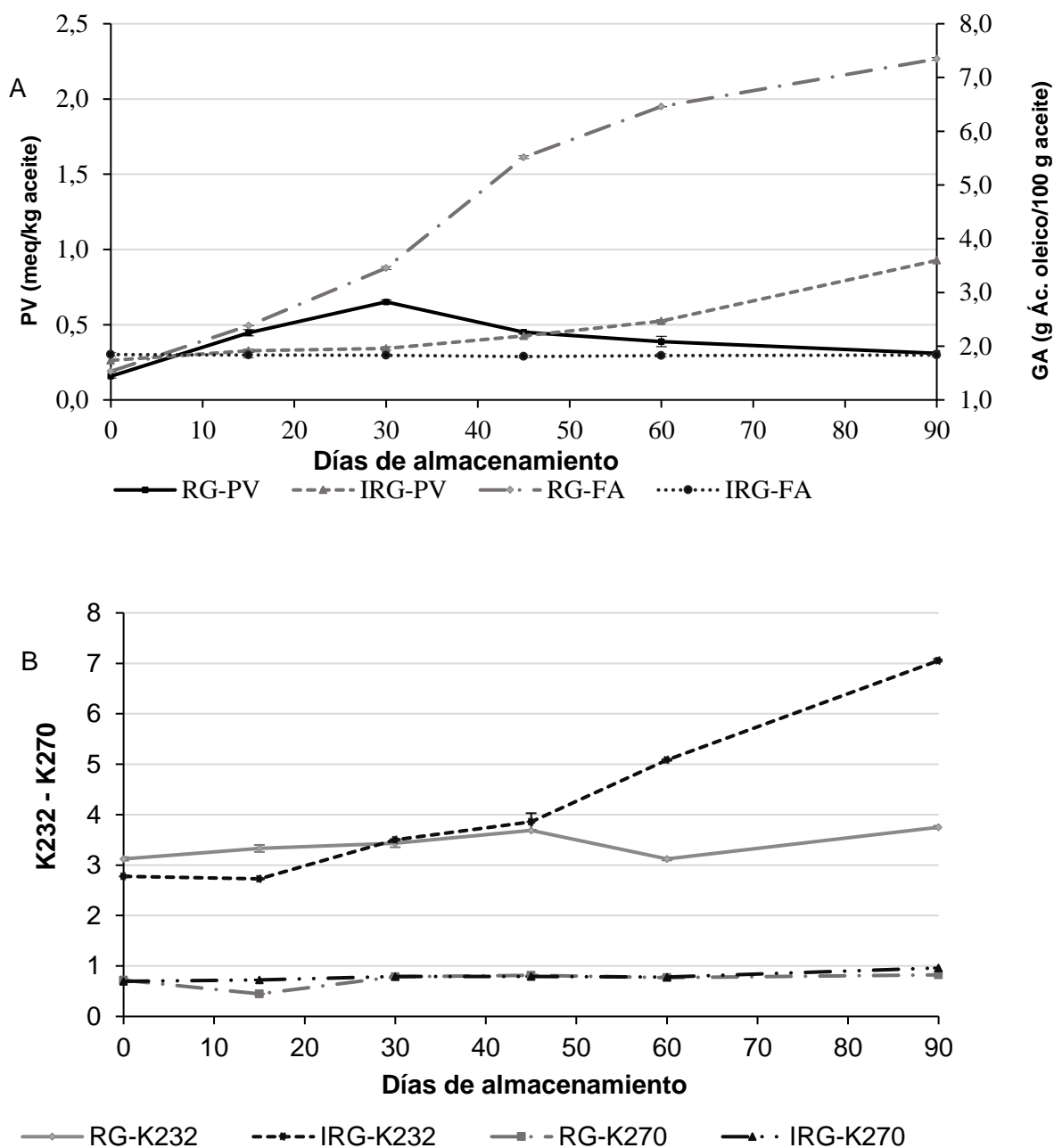
iniciadores de oxidación como los metales, luz, calor o lipoxigenasas. Los radicales lipídicos generados rápidamente reaccionan con el oxígeno molecular para generar radicales peróxido, los cuales poseen una gran reactividad y producen hidroperóxidos como productos primarios de oxidación (Hernández Sánchez et al. 2016).

El final de la oxidación lipídica ocurre regularmente cuando los radicales lipídicos interaccionan con otro radical lipídico formando productos estables no radicalarios, o uniéndose a macromoléculas no lipídicas en sistemas de alimentos como por ejemplo los tocoferoles (Elisia et al. 2013).

Esto sugiere que los radicales lipídicos generados en el aceite de germen de trigo pueden ser estabilizados por el elevado TTC presente en las muestras tratadas térmicamente y, junto con las barreras del embalaje evitar una mayor generación de hidroperóxidos durante el ensayo de almacenamiento del germen crudo.

Los coeficientes de extinción específica K232 y K270 son determinaciones espectrofotométricas utilizadas para evaluar el estado de oxidación primaria en los aceites en forma complementaria con el índice de peróxidos. En el presente estudio, los valores de K232 y K270 para el germen crudo fueron  $3,12 \pm 0,03$  y  $0,72 \pm 0,02$ , respectivamente. Como era de esperarse, K232 fue mayor que K270 debido al perfil de ácidos grasos presente en el aceite, esto estuvo en concordancia con lo publicado por Elisia et al. (2013). Luego de 60 días de almacenamiento, los valores de K232 para el germen tratado fueron significativamente mayores ( $p \leq 0,05$ ) a los valores mostrados por las muestras de germen crudo (Figura 5.4 B), mientras que los valores de K270 no mostraron diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ), lo cual pudo deberse al bajo contenido de ácido linoleico presente en el aceite de germen de trigo.

Los valores de K232 y K270 del aceite de germen de trigo parecen ser elevados comparados con los valores de la literatura para aceites vírgenes obtenidos mediante prensado en frío por Martínez y Maestri, (2015). Estos elevados valores, junto con los bajos valores de PV sugieren una reducida actividad de los radicales lipídicos, produciendo dienos y trienos conjugados estabilizados evitando la generación de hidroperóxidos. Como se describió previamente, la reducida actividad de los radicales lipídicos puede ser explicada mediante la acción estabilizante de los tocoferoles del germen junto con otras moléculas con actividad antioxidante presentes en la matriz.



**Figura 5.4** Índice de Peróxidos (PV), Contenido de ácidos grasos libres (GA), Dienes conjugados (K232) y trienos conjugados (K270). Evolución de los parámetros durante el tiempo de almacenamiento del germen crudo (RG) y el tratado térmicamente (IRG).

## 5.5 Conclusiones

La tecnología de radiación infrarroja produjo una reducción de la actividad lipásica y el contenido de humedad en las muestras de germen de trigo en un corto periodo de tiempo, preservando el alto contenido de tocoferoles totales presentes inicialmente en el germen y manteniendo los parámetros de calidad de aceite dentro de las tolerancias aceptables.

La metodología de superficie de respuesta utilizada en el presente capítulo permitió obtener las condiciones de proceso óptimas para obtener la máxima inactivación de la enzima lipasa manteniendo en niveles aceptables el contenido de tocoferoles, las cuales fueron: 4.800 W/m<sup>2</sup> para IRRI, 0,2 m de distancia muestra-emisores y 3 min de TT. El color de las muestras tratadas térmicamente fue afectado significativamente durante los procesos de estabilización oscureciendo su matiz original levemente.

La evaluación de los parámetros de calidad de aceite del germen crudo y tratado térmicamente demostró la efectividad del tratamiento infrarrojo aplicado para reducir la generación de ácidos grasos libres producida por la lipasa y permitió obtener un producto con buenos parámetros de calidad de los lípidos por al menos 90 días de almacenamiento a temperatura controlada y en envases cerrados.

Los resultados obtenidos en el presente capítulo permitieron obtener un proceso de estabilización de germen mediante un tratamiento térmico aplicado con una tecnología sencilla, de baja inversión, simple mantenimiento y con buenas perspectivas para ser acoplada a los actuales procesos productivos de los molinos harineros. El proceso de estabilización mediante calentamiento infrarrojo es una alternativa al proceso de fluidificación que brinda a las industrias opciones diferentes de capacidad de producción, *layout* y servicios necesarios a las ofrecidas por el proceso de fluidificación.

# CAPÍTULO

## 6

### **Análisis sensorial de germen de trigo**

## 6.1 Antecedentes

El análisis sensorial, es la disciplina científica encargada de medir, analizar e interpretar las reacciones generadas por ciertas características de alimentos y otras sustancias al ser percibidas por los sentidos de la vista, olfato, gusto, tacto y oído

Debido a que las personas cumplen un rol de instrumento de medición, se deben controlar todos los métodos y condiciones de la prueba para evitar errores, ya que las condiciones mentales y físicas del evaluador; la influencia del medio ambiente donde se desarrolla la prueba; el tiempo y el momento pueden influir sobre la disposición del evaluador.

Actualmente existen varias metodologías para llevar a cabo el análisis sensorial de diversos productos, el análisis sensorial descriptivo es la metodología más sofisticada disponible para evaluar las propiedades organolépticas, los resultados brindados por este ensayo permiten obtener una completa descripción sensorial del producto y, además es posible hallar las relaciones existentes entre los cambios detectados en el producto y las condiciones de proceso utilizadas o con ingredientes específicos adicionados.

El análisis sensorial de preferencia evalúa que producto es más atractivo para el juez y puede realizarse directamente comparando dos o más productos al mismo tiempo. Se puede realizar una medición directa indicando cual es el producto que tuvo mayor atractivo para el evaluador o mediante una medición indirecta solicitándole al juez que le asigne una puntuación a cada alimento (Stone y Sidel, 2004).

En base a esto, el análisis sensorial es una herramienta de utilidad para describir, analizar e interpretar los cambios generados en el germen de trigo por los tratamientos de estabilización aplicados. Si bien varias metodologías han sido aplicadas al germen con el fin de inactivar sus enzimas y extender su vida útil, hasta el momento no se han reportado estudios que analicen el efecto de dichos tratamientos sobre el perfil sensorial del mismo. Sjövall et al. (2000) analizaron sensorialmente el efecto del almacenamiento de germen de trigo crudo y tratado térmicamente mediante microondas. Este análisis se limitó a analizar el aroma derivado de la rancidez generada durante un periodo de tiempo comprendido entre 1 y 7 semanas de almacenamiento a temperatura ambiente. Srivastava et al. (2007) y Ali et al. (2013) analizaron el efecto de los tratamientos aplicados al germen de trigo mediante un análisis sensorial discriminativo evaluando un número acotado de atributos sensoriales.

La determinación del perfil sensorial del germen brinda importante información para la inserción del producto al mercado, con esta herramienta es posible analizar los efectos de los tratamientos aplicados con el fin de estabilizarlo y vincular estos datos no solo con las características

nutricionales del producto, sino también con los aspectos relacionados con la preferencia y el placer de los consumidores, los cuales serán muy influyentes a la hora de seleccionar el producto alimenticio.

En el presente capítulo se abordó el análisis sensorial de las muestras obtenidas de los métodos de estabilización de germen de trigo analizados en los capítulos anteriores, se evaluó el perfil sensorial del germen mediante un análisis sensorial descriptivo y se realizó un análisis de preferencias para evaluar el grado de aceptabilidad de cada uno de los productos por parte de los consumidores

## **6.2 Materiales y métodos**

### **6.2.1 Análisis sensorial descriptivo**

Se realizó un análisis descriptivo de las muestras obtenidas a través de los tratamientos térmicos aplicados mediante calentamiento infrarrojo y lecho fluidizado. Una muestra control compuesta por germen crudo (estado en el que sale del molino) se incluyó en los análisis. Las condiciones de los tratamientos térmicos aplicados a las muestras fueron las determinadas como óptimas para cada tecnología en el presente trabajo de investigación. Una de las muestras tratadas térmicamente (denominada: IR) se sometió a un calentamiento infrarrojo (3 min, 4.800 W/m<sup>2</sup> y 0,2 m de distancia emisor-muestra) y la otra muestra tratada térmicamente (denominada: LF) se expuso a un tratamiento térmico en lecho fluidizado (150°C- 2,5 min).

El análisis se llevó a cabo con un panel de 20 jueces semientrenados (13 mujeres y 7 hombres), los mismos fueron seleccionados teniendo en cuenta los siguientes criterios: a) ausencia de alergias a algún tipo de alimento, b) no fumadores, c) edades comprendidas entre 18 y 64 años, e) disponibilidad para todas las sesiones, f) interés en participar y g) capacidad para comunicar verbalmente las observaciones sobre el producto. Los jueces fueron entrenados y calibrados en 10 sesiones de 2 horas cada una, durante 5 semanas. Para el entrenamiento de los jueces se siguió la metodología descrita por Meilgaard et al. (2016) y Grosso y Resurreccion, (2002). Los atributos evaluados fueron: Olor a germen, Olor a tostado, Aspecto superficial, Color, Crujencia, Masticabilidad, Adhesividad, Gusto dulce y Gusto amargo. Todas las muestras fueron valoradas bajo condiciones de luz y temperatura controladas. En cada sesión y a cada panelista se le entregó un recipiente codificado (envase opaco sellado herméticamente) con 4 dígitos de manera aleatoria, conteniendo 4 g de germen.

### **6.2.2 Análisis sensorial de preferencia**

A diferencia de las pruebas sensoriales descriptivas, las cuales no centran su atención en las diferencias globales entre las muestras sino en el origen particular de esas diferencias, las pruebas de preferencia se focalizan en el placer generado por un estímulo dado y se utilizan para evaluar el interés o la preferencia por parte de los consumidores sobre nuevos productos desarrollados. Por ello, se realizó un análisis de preferencia para conocer la predilección de los consumidores sobre las muestras evaluadas. Se utilizó un panel compuesto por 50 jueces. A cada juez se le entregó 3 muestras contenidas en envases opacos herméticamente sellados y codificados de manera aleatoria. Los jueces ordenaron las muestras según su agrado, posicionando cada código en los espacios suministrados para el orden de preferencia siendo: primera la de mayor agrado y tercera la de menor agrado. (Ver Figura 6.3)

### **6.3 Análisis estadístico de los resultados**

Un análisis de la varianza (ANAVA) se aplicó a los datos, las medias se compararon mediante el test LSD (diferencia mínima significativa)-Fisher con un nivel de significancia de 0,05. Las relaciones entre los parámetros medidos se evaluaron mediante un test de Pearson (nivel de significancia  $p \leq 0,05$ ) y el análisis multivariado se realizaron mediante el software estadístico Infostat (Facultad de Ciencias Agropecuarias, Universidad Nacional de Córdoba).



## 6.4 Resultados y discusión

### 6.4.1 Definición de atributos y confección de tablas de análisis sensorial

La definición obtenida de los atributos evaluados junto con la técnica de medición utilizada y el valor asignado para cada atributo de la muestra control se pueden observar en la Tabla 6.1. Para realizar la puntuación de cada atributo se utilizó una escala de 10 cm (0 a 10) (Ver Figura 6.1). El parámetro color fue evaluado utilizando una escala cromática como control (Figura 6.2)

**Tabla 6.1** Definición e instrucciones de evaluación de atributos sensoriales seleccionados para las muestras de germen de trigo.

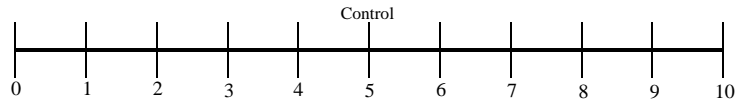
Atributo	Definición	Técnica	Valor de Referencia
Olor a germen	Olor que recuerda a una masa cruda o en proceso de leudado (notas de <i>flavour</i> agrio/ácido).	Tomar la bolsa que contiene la muestra, abrirla, acercarla a las fosas nasales e inspirar profundamente "Olfateo". Retirar inmediatamente de la nariz.	5
Olor a tostado	Olor que recuerda a una rodaja de pan tostada.	Tomar la bolsa que contiene la muestra, abrirla, acercarla a las fosas nasales e inspirar profundamente "Olfateo". Retirar inmediatamente de la nariz.	0
Aspecto Superficial	Grado de homogeneidad superficial y tamaño de las partículas.	Observar la presencia de manchas e irregularidades que se pueden detectar a simple vista sobre las muestras de germen y la distribución de tamaño de las mismas.	5
Color	Percepción de la luz de una cierta longitud de onda reflejada por el alimento.	Observar las muestras de germen y compararlas con el diagrama de cromaticidad.	5
Crujencia	Sonido percibido luego de morder una muestra de	Coloque una porción de germen (equivalente a cuchara de té) entre los molares, muérdala con los labios abiertos	0

	germen con los molares y los labios abiertos.	y evalúe la intensidad del sonido (asociado a la deformación del germen) luego de la primera mordida.	
Masticabilidad	Número de masticaciones requeridas para que la muestra de germen se encuentre en la consistencia adecuada para ser deglutida (tragada).	Tomar una porción de germen (equivalente a cuchara de té), ubicarla entre los molares y masticarla a velocidad constante, contando las veces requeridas para reducirla hasta al estado de ser deglutido (tragada).	Cantidad de veces que mastico el control = 12
Adhesividad	Fuerza requerida para retirar el material que se adhiere a la boca (principalmente molares) durante su consumo.	Tomar una porción de germen (equivalente a cuchara de té), ubicarla entre los molares y masticarla a velocidad constante hasta al estado de ser deglutido (tragada). Evaluar el trabajo necesario para remover la muestra de los molares y resto de la cavidad bucal.	5
Gusto Dulce	Gusto percibido en la lengua cuando se prueba una solución de sacarosa	Consumir una porción de la muestra (equivalente a cuchara de té), y masticarla a velocidad constante (n= 12) hasta que presente la consistencia para ser deglutida. Evaluar la sensación de dulzor principalmente en la punta de la lengua.	5
Gusto Amargo	Gusto percibido en la lengua cuando se prueba una solución de cafeína	Consumir una porción de la muestra (equivalente a cuchara de té) y masticarla a velocidad constante (n= 12) hasta que presente la consistencia para ser deglutida. Evaluar la sensación de amargor principalmente en la parte posterior de la lengua.	5

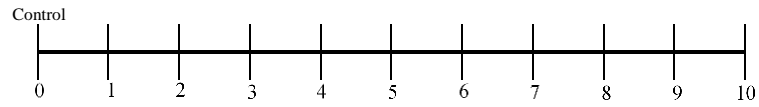
Nombre del Juez: \_\_\_\_\_

Fecha: / /

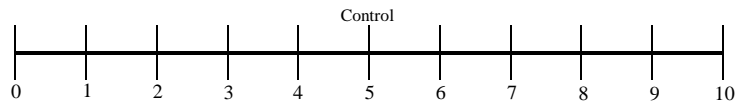
**Olor a  
germen**



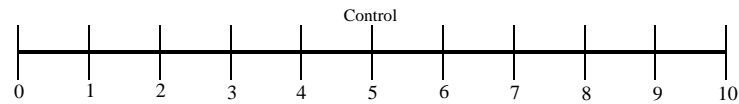
**Olor a  
tostado**



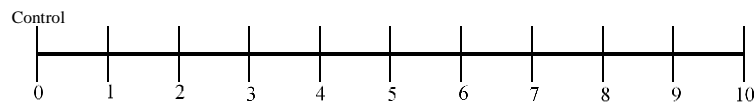
**Color**



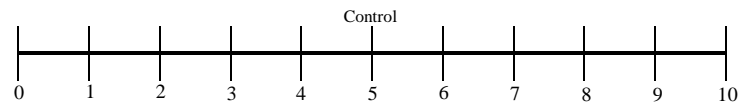
**Aspecto  
Superficial**



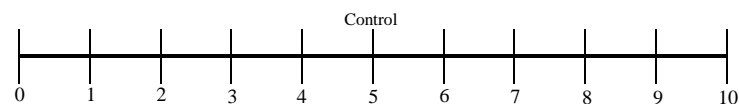
**Crujencia**



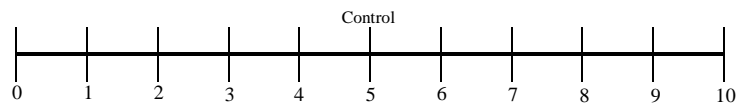
**Masticabilidad**



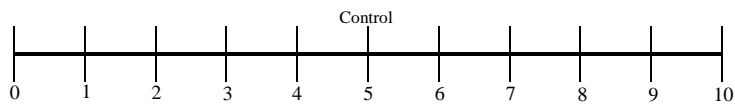
**Adhesividad**



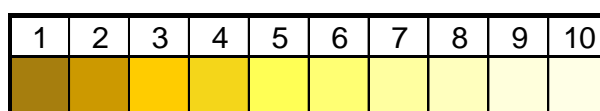
**Gusto  
Amargo**



**Gusto  
Dulce**



**Figura 6.1** Escalas suministradas a cada juez evaluador durante el análisis sensorial descriptivo.



**Figura 6.2** Escala cromática utilizada para la evaluación del atributo color de las muestras de germen durante el análisis sensorial descriptivo.

El ordenamiento de las muestras según el orden de preferencia se llevó a cabo utilizando la plantilla que se observa en la Figura 6.3.

### Test de Preferencia

Pruebe las 3 muestras de germen de trigo que tiene ante usted y ordénelas según su grado de preferencia, colocando en el primer lugar el código de la que más le agrade, y en último lugar, el código de la que menos le agrade.

Orden de Preferencia	Código
Primera	_____
Segunda	_____
Tercera	_____

#### OBSERVACIONES

**GRACIAS POR SU PARTICIPACIÓN**

**Figura 6.3** Plantilla utilizada en la evaluación sensorial de preferencia.

#### 6.4.2 Perfil sensorial del germen de trigo crudo y tratado térmicamente

Se realizó un análisis sensorial descriptivo de muestras de germen crudo y tratado térmicamente mediante lecho fluidizado e infrarrojo (aplicando las condiciones de proceso establecidas como óptimas en las secciones anteriores). En la Figura 6.4 se observa el perfil sensorial de las muestras analizadas, las principales diferencias en los atributos analizados se hallaron entre las muestras tratadas térmicamente y la muestra de germen crudo.

Los atributos relacionados con el olfato (olor a germen y olor a tostado) mostraron diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ) entre las muestras. El germen crudo, como era de esperarse, fue la muestra que mostró mayor olor a germen ( $p \leq 0,05$ ) mientras que las muestras tratadas no mostraron diferencias significativas entre sí para este atributo.

En lo que respecta al olor a tostado, las tres muestras se diferenciaron significativamente en este atributo ( $p \leq 0,05$ ), la muestra IR mostró el mayor olor a tostado seguido de la muestra tratada mediante lecho fluidizado (LF) y por último la muestra cruda, a la cual no se le detectó olor a tostado en el análisis sensorial.

Un comportamiento similar se observó en el atributo crujencia en donde las tres muestras se diferenciaron significativamente ( $p \leq 0,05$ ). LF obtuvo el valor más elevado de crujencia (muestra más crujiente), la cual fue seguida por la muestra IR y por último con un valor de crujencia cero fue clasificado el de germen crudo. Estas diferencias en el valor del atributo crujencia pueden relacionarse en el contenido de humedad de las muestras, el germen tratado mediante lecho fluidizado mostró un contenido de humedad (bs) menor a 0,3% mientras que el germen tratado con calentamiento IR tuvo un contenido de humedad de 1,65% (bs) (Tabla 5.4). Estos resultados además, concuerdan con los datos del análisis sensorial discriminativo realizado por Srivastava et al. (2007), los cuales informaron que el germen crudo presentó una textura suave o blanda mientras que el germen estabilizado mediante la aplicación de calor seco presentó una textura crujiente.

El contenido de humedad modifica la textura del alimento y tiene incidencias sobre los atributos relacionados con ella (crujencia, masticabilidad y adhesividad). Los restantes atributos de textura evaluados (masticabilidad y adhesividad) mostraron una relación entre el contenido de humedad del germen y los resultados obtenidos, a mayor contenido de humedad las muestras manifestaron un menor valor del atributo masticabilidad y mayor valor del atributo adhesividad (el germen crudo, comparado con ambas muestras tratadas térmicamente, fue significativamente más adhesivo y presentó un menor valor del atributo masticabilidad,  $p \leq 0,05$ ). Los resultados obtenidos para el germen concordaron con lo publicado por Ansari et al. (2014), los cuales determinaron que un

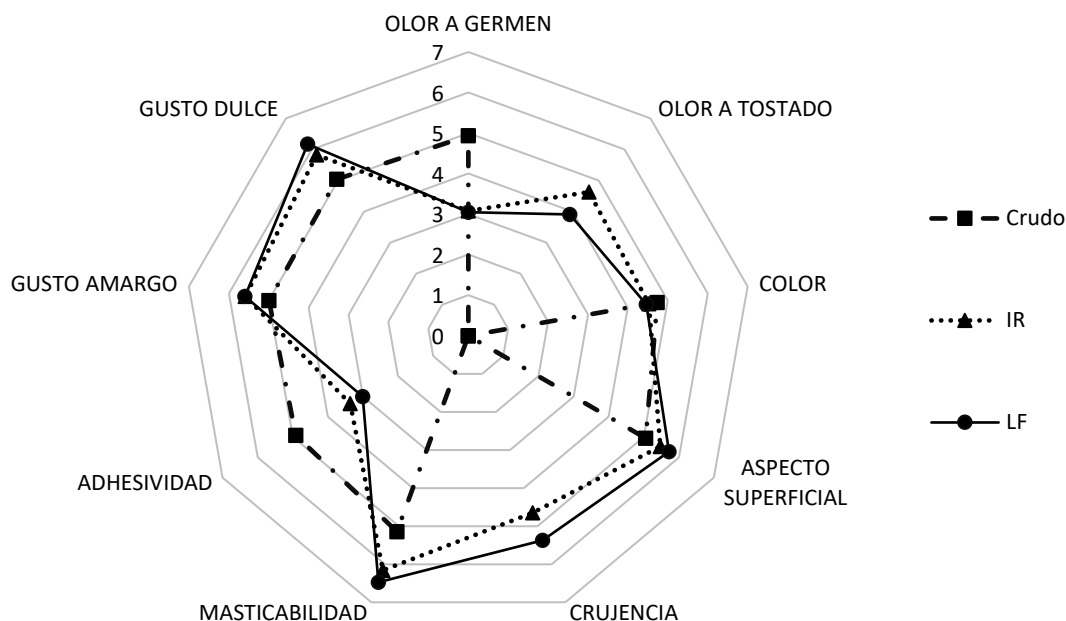
mayor contenido de humedad en los alimentos incrementa su adhesividad y disminuye su masticabilidad.

El aspecto superficial de las muestras analizadas evidenció diferencias significativas entre las muestras tratadas y la muestra cruda. Los jueces encontraron que la muestra cruda fue significativamente más homogénea que las muestras tratadas, a las cuales le asignaron valores estadísticamente iguales ( $p \leq 0,05$ ). Es importante destacar que, si bien se hallaron diferencias significativas entre las muestras tratadas y cruda en este atributo, los valores absolutos del mismo no representaron un gran cambio en el aspecto superficial del germen.

El análisis sensorial del atributo color de las muestras no arrojó diferencias significativas, este resultado coincide con las mediciones experimentales mediante el espectrofotómetro de acuerdo a lo explicado en la sección 2.3.5.2, al comparar los WI obtenidos para la muestra tratada mediante lecho fluidizado ( $WI=57,83 \pm 0,88$ ) con las muestras cruda ( $WI=59,16 \pm 0,60$ ) y tratada mediante calentamiento infrarrojo ( $WI= 57,29 \pm 0,67$ ) donde no se observaron diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ). Estos resultados coinciden con los informados por Srivastava et al. (2007) para un análisis sensorial discriminativo realizado a muestras de germen crudo y tratado térmicamente con calor húmedo y seco.

La concordancia entre los resultados sensoriales y experimentales confirman que a pesar de los tratamientos térmicos aplicados se logró cumplir con la meta de mantener el color original de las muestras.

En lo respectivo a los atributos relacionados con el sabor (gusto dulce y gusto amargo) las muestras mantuvieron la tendencia de los atributos relacionados con el olfato, es decir, la muestra cruda se diferenció significativamente ( $p \leq 0,05$ ) de las muestras tratadas, las cuales no se diferenciaron entre sí ( $p \leq 0,05$ ). Los tratamientos térmicos resaltaron el gusto amargo y el gusto dulce de las muestras. Srivastava et al. (2007) analizaron el efecto de varios tratamientos térmicos de estabilización (aplicación de calor húmedo y seco) aplicados al germen y realizaron un análisis sensorial discriminativo del germen crudo y tratado. Mediante la utilización de una escala hedónica concluyeron que los tratamientos térmicos resaltan el gusto dulce del germen, resultado que concuerda con lo obtenido en el presente trabajo.

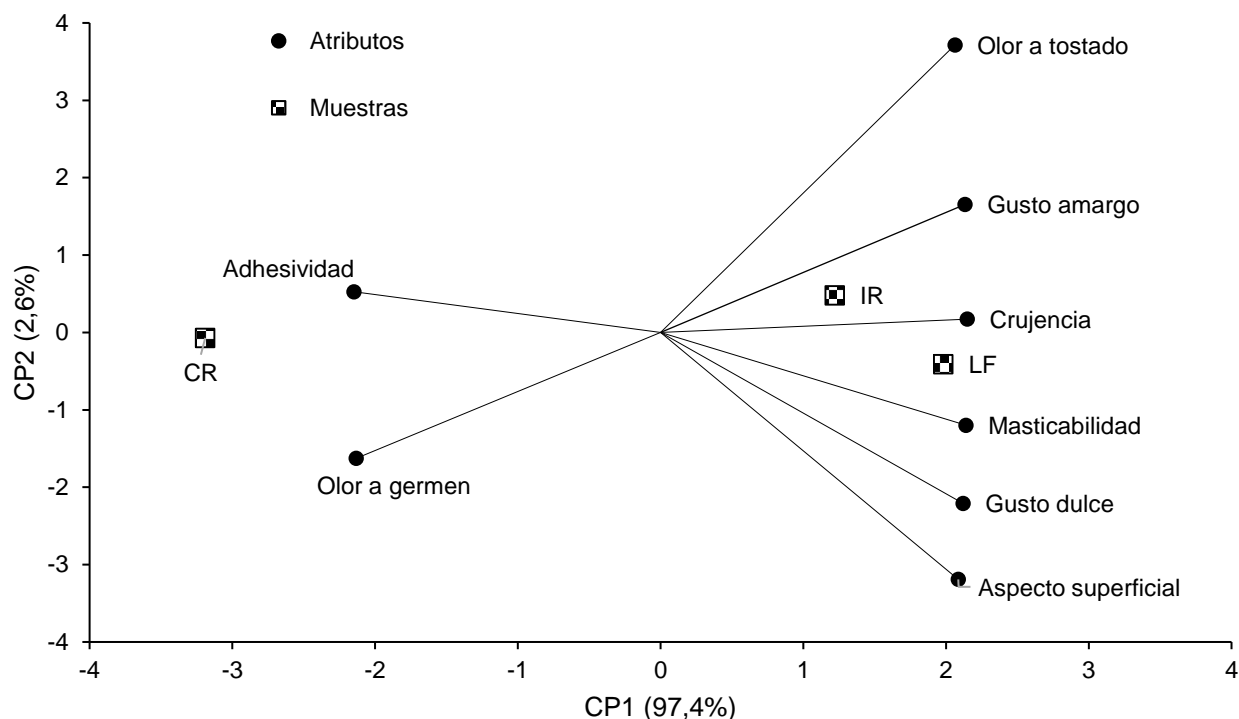


**Figura 6.4** Perfil sensorial de las muestras de germen crudo y tratado térmicamente mediante lecho fluidizado y calentamiento infrarrojo.

### 6.4.3 Análisis de componentes principales (PCA)

El análisis multivariado es un método ampliamente utilizado de selección de datos con el fin de mejorar la interpretación de las variables en estudio, el análisis multivariado se realizó para determinar los atributos sensoriales relacionados a cada tratamiento realizado. Todos los atributos incluidos en el análisis multivariado presentaron diferencias significativas. El diagrama bi-plot (Figura 6.5) fue generado a partir del componente principal 1 (CP1) y el componente principal 2 (CP2), este diagrama muestra las relaciones entre las muestras y los atributos sensoriales medidos. El análisis de los componentes principales otorga una visión general de la relación entre los atributos y las muestras, el PCA explicó el 100% de la variabilidad de los datos entre las muestras con los primeros dos componentes principales, destacando la separación hallada en el CP1 que explicó el 97,4% de la variabilidad de los datos. En el lado izquierdo del diagrama bi-plot se ubicó la muestra de germen crudo, la que mostró una fuerte asociación con los atributos olor a germen y adhesividad. Mientras que en el lado derecho de la figura se agruparon las muestras tratadas térmicamente (IR y LF) y se relacionaron con los demás atributos medidos. El PCA permitió establecer los atributos relacionados a la muestra cruda y los atributos

relacionados a las muestras tratadas los cuales pueden ser utilizados como criterio de separación e identificación.



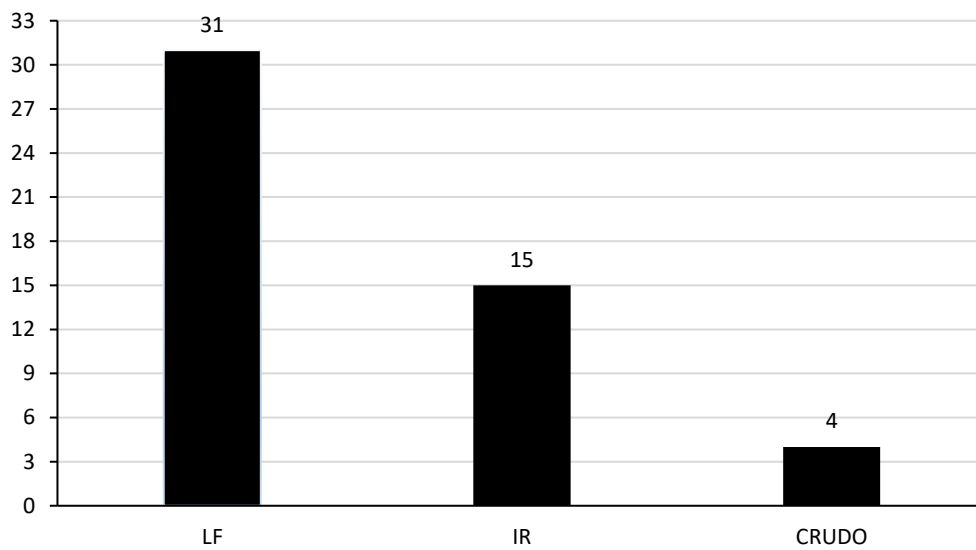
**Figura 6.5.** Diagrama bi-plot de los CP1 y CP2 para los atributos sensoriales medidos a las muestras de germen. CR: germen de trigo crudo; LF: germen de trigo tratado mediante lecho fluidizado; IR: germen de trigo tratado mediante calentamiento infrarrojo.

#### 6.4.4 Análisis de preferencia

Las muestras de germen crudo y tratado térmicamente mediante lecho fluidizado y calentamiento infrarrojo fueron sometidas a un análisis sensorial de preferencia. Un panel compuesto por 50 jueces ordenó las muestras en orden decreciente según su predilección. En la Figura 6.6 se puede observar el resultado final del análisis de preferencia obtenido al considerar solo la muestra de mayor predilección por partes de los jueces. La muestra tratada mediante lecho fluidizado obtuvo más del doble de asignaciones (31) que las que obtuvo la muestra tratada mediante calentamiento infrarrojo (15).



Si consideramos la clasificación como segunda muestra en orden de agrado, la proporción se mantiene entre IR y LF pero de manera invertida, la muestra IR se seleccionó 33 veces como segunda muestra en orden de preferencia mientras que LF se eligió 17 veces según ese criterio. La muestra de germen crudo fue seleccionada 46 veces como la tercera muestra en orden de preferencia o, dicho en otras palabras, como la muestra que menor sensación de agrado generó en los jueces.



**Figura 6.6** Número de veces que se seleccionó cada muestra como la de mayor agrado por parte de los jueces.

## 6.5 Conclusiones

El análisis sensorial descriptivo de las muestras de germen de trigo permitió obtener su perfil sensorial y cuantificar significativamente los efectos de los procesos térmicos de estabilización.

El color de las muestras analizadas fue el único de los atributos medidos en el cual no hubo diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ) entre las muestras tratadas térmicamente y las muestras no estabilizadas. Por otro lado, los atributos crujencia y olor a tostado fueron afectados ( $p \leq 0,05$ ) por los procesos de estabilización.

El análisis multivariado mostró una clara separación entre las muestras tratadas térmicamente y la muestra cruda. El CP1 explicó el 97,4% de la variabilidad, el análisis reveló que la muestra cruda tuvo una fuerte asociación con los atributos adhesividad y olor a germen.

La muestra sometida al tratamiento térmico mediante lecho fluidizado fue seleccionada como la de mayor preferencia por los jueces: 31 jueces la seleccionaron como la muestra de mayor agrado mientras que la muestra tratada mediante calentamiento infrarrojo fue seleccionada como la de mayor preferencia por 15 evaluadores. La muestra cruda fue seleccionada como la muestra de menor agrado por 46 de los 50 jueces.

# CAPÍTULO

## 7

### **Conclusiones y perspectivas futuras**

Históricamente, Argentina fue considerada como un país agroexportador ya que su economía se basó en la producción agropecuaria. En los últimos años el país ha desarrollado políticas para mejorar progresivamente la industrialización de las materias primas que produce con el objetivo de actualizar su oferta mundial de productos e incrementar el valor de sus *commodities* y con ello, generar empleo para su población y mejorar sus balances financieros.

El trabajo desarrollado en esta Tesis contribuye en parte con ese gran objetivo nacional aportando conocimientos sensibles para el desarrollo y aplicación de procesos térmicos que permiten valorizar un subproducto agroindustrial. La estabilización del germen de trigo no solo contribuye con el agregado de valor de la materia prima sino también, permite poner a disposición de la población un alimento con excelentes propiedades nutricionales y larga vida útil, hasta el momento principalmente utilizado en la alimentación animal y por industrias cosméticas, las cuales aprovechan su elevado contenido de vitamina E.

El abordaje del inconveniente tecnológico que presentó el germen debido a la presencia de enzimas que degradan rápidamente la calidad del aceite exigió realizar una caracterización física, química, geométrica y fluidodinámica del germen obtenido en la provincia de Córdoba mediante la aplicación de técnicas analíticas estandarizadas y a su vez requirió la adecuación de metodologías para determinar su calidad química, como fue el caso del desarrollo de la determinación indirecta de actividad lipásica.

La caracterización física, química y geométrica del germen proporcionó las herramientas necesarias para llevar a cabo el desarrollo y optimización de dos procesos de estabilización térmica de este material, mediante calentamiento infrarrojo y lecho fluidizado. Ambas tecnologías presentan una gran aplicabilidad industrial ya que fueron seleccionadas por su robustez, versatilidad, capacidad de implementarse paralelamente al proceso principal de molienda de trigo y además por ser tecnologías limpias.

Se analizó el efecto de los tratamientos térmicos sobre las partículas de germen para cada una de las tecnologías de estabilización analizadas. Las muestras de germen estabilizadas, obtenidas luego de aplicar cada uno de los tratamientos térmicos definidos como óptimos, mantuvieron un elevado contenido total de tocoferoles en su aceite. Además de conservar el contenido de tocoferoles, las muestras estabilizadas presentaron una significativa disminución de la actividad enzimática manteniendo los niveles de peróxidos y acidez del aceite por debajo de los límites legales permitidos, diferenciándose así de las muestras crudas, las cuales no lograron mantener sus parámetros de calidad en valores aceptables por más de diez días.

El profundo análisis desarrollado para la metodología de lecho fluidizado permitió obtener propiedades de las partículas, importantes para la aplicación de diferentes procesos térmicos industriales. Mediante la resolución del balance macroscópico de energía se calculó el coeficiente

efectivo de transferencia de calor por convección partícula-aire y mediante la aplicación de la solución analítica de la ecuación de difusión se obtuvo el coeficiente de difusión efectivo del germen para cada una de las temperaturas de aire analizadas.

El efecto de los tratamientos térmicos aplicados a las partículas de germen no fue solo analizado analíticamente, sino que dos metodologías de análisis sensorial fueron desarrolladas para determinar el perfil sensorial y la preferencia por parte de los consumidores de las muestras crudas y tratadas térmicamente. Estos resultados brindan una importante información sobre el producto obtenido que contribuyen a su futura comercialización.

Los desarrollos logrados en el marco del presente trabajo de investigación brindan a los molinos harineros nacionales la posibilidad, mediante la aplicación de procesos térmicos cortos y en condiciones de alta temperatura, de ampliar su oferta de productos agregándole valor a una corriente de subproducto de su industria obteniendo un ingrediente alimentario de atractivas características nutricionales para el consumo humano.

En base a los resultados conseguidos acerca de las condiciones de proceso y del análisis sensorial de los productos obtenidos se propone el proceso de estabilización térmica de germen de trigo mediante lecho fluidizado con aire a 150°C durante 2,5 minutos como la manera apropiada para continuar con los pasos necesarios de implementación a escala industrial del desarrollo tecnológico alcanzado con el fin de obtener un producto estabilizado con destacables características nutricionales y con un mayor valor de mercado.

# Bibliografía

- AACC, 2012a. Approved Methods of Analysis, Method 44-15.02. Moisture – air-oven methods. St. Paul, MN, USA. doi:10.1094/ AACCIntMethod-44-15.02.
- AACC, 2012b. Approved Methods of Analysis, Method 08-01.01. Ash-Basic Method, in: AACC International Approved Methods. pp. 8–9. doi:10.1094/AACCIntMethod-08-01.01
- AACC International, 1999. Approved Methods of Analysis, Method 46-12.01. Crude Protein-Kjeldahl Method, Boric Acid Modification. pp. 10–12.
- Ah-Hen, K., Zambra, C.E., Aguëro, J.E., Vega-Gálvez, A., Lemus-Mondaca, R., 2013. Moisture Diffusivity Coefficient and Convective Drying Modelling of Murta (*Ugni molinae* Turcz): Influence of Temperature and Vacuum on Drying Kinetics. *Food Bioprocess Technol.* 6, 919–930. doi:10.1007/s11947-011-0758-5
- Ahmad, E., Fatima, S., Khan, M.M., Khan, R.H., 2010. More stable structure of wheat germ lipase at low pH than its native state. *Biochimie* 92, 885–893. doi:10.1016/j.biochi.2010.03.023
- Akinyosoye, S.T., Adetumbi, J.A., Amusa, O.D., Olowolafe, M.O., Olosoji, J.O., 2014. Effect of seed size on in vitro seed germination, seedling growth, embryogenic callus induction and plantlet regeneration from embryo of maize (*Zea mays* L.) seed. *Niger. J. Genet.* 28, 1–7. doi:10.1016/j.nigjg.2015.06.001
- Akpinar, E.K., Bicer, Y., 2005. Modelling of the drying of eggplants in thin-layers. *Int. J. Food Sci. Technol.* 40, 273–281. doi:10.1111/j.1365-2621.2004.00886.x
- Al-Muhtaseb, A.H., Hararah, M.A., Megahey, E.K., McMinn, W.A.M., Magee, T.R.A., 2010. Moisture adsorption isotherms of microwave-baked Madeira cake. *LWT - Food Sci. Technol.* 43, 1042–1049. doi:10.1016/j.lwt.2010.01.003
- Ali, S., Usman, S., Nasreen, Z., Zahra, N., Nazir, S., Yasmeen, A., Yaseen, T., 2013. Nutritional evaluation and stabilization studies of wheat germ 23, 148–152.
- ANMAT, 2006. Guía de Interpretación de Resultados Microbiológicos de Alimentos. Inst. Nac. Aliment.
- Ansari, S., Maftoon-Azad, N., Farahnaky, A., Hosseini, E., Badii, F., 2014. Effect of moisture content on textural attributes of dried figs. *Int. Agrophysics* 28, 403–412. doi:10.2478/intag-2014-0031
- Anthon, G.E., Barrett, D.M., 2002. Kinetic Parameters for the Thermal Inactivation of Quality-Related Enzymes in Carrots and Potatoes Kinetic Parameters for the Thermal Inactivation of Quality-Related Enzymes in Carrots and Potatoes. doi:10.1021/jf011698i
- AOCS, 2009. Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society. AOCS Press, Champaign, IL, USA.
- APHA-AWWA-WEF, 2006. Multiple-Tube fermentation technique for members of the coliform group. *Stand. Methods Exam. Water Wastewater*, 22nd Ed. 48–59.
- Asociación Argentina de Trigo, 2015. ArgenTrigo Informe mensual No 7 [WWW Document]. URL [http://www.argentrigo.org.ar/documentos/164\\_informe\\_argentrigo\\_no\\_7\\_-\\_consolidado.pdf](http://www.argentrigo.org.ar/documentos/164_informe_argentrigo_no_7_-_consolidado.pdf)
- Attia, R.S., Abou-Gharbia, H.A., 2011. Evaluation and Stabilization of Wheat Germ and its Oil Characteristics. *Alex. J. Food. Sci. Technol.* 8, 31–39.
- Aviara, N.A., Ajibola, O.O., Oni, S.A., 2004. Sorption Equilibrium and Thermodynamic Characteristics of Soya Bean. *Biosyst. Eng.* 87, 179–190. doi:10.1016/j.biosystemseng.2003.11.006
- Bansal, S., Sudha, M.L., 2011. Nutritional, microstructural, rheological and quality characteristics of biscuits using processed wheat germ. *Int. J. Food Sci. Nutr.* 62, 474–479. doi:10.3109/09637486.2010.549116
- Barbosa-Cánovas, G. V., Fontana, A.J., Schmidt, S.J., Labuza, T.P., 2007. Water Activity in

- Foods. Fundamentals and Applications, 1st ed. Blackwell Publishing.
- Barbosa-Cánovas, G. V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H., 2010. Food Powders Physical Properties, Processing, and Functionality. *Annu. Rev. Food Sci. Technol.* 1, 211–239. doi:10.1146/annurev.food.102308.124155
- Barnes, H.M., 1948. Process of stabilizing organic materials and products of said process. US 2448208 A.
- Barnes, H.M., 1948. Glyceride oxidation inhibited by 5-pentadecyl resorcinol.
- Barnes, P.J., Taylor, P.W., 1980. The composition of acyl lipids and tocopherols in wheat germ oils from various sources. *J. Sci. Food Agric.* 31, 997–1006.
- Barsky, O., Bearzotti, O., Becker, V.A., Bocco, A.M., Cascardo, A.R., Del Bello, J.C., Gómez, P.O., Cosse, G., Gutiérrez, M., Keller, D., Llovet, I., Moscatelli, G.N., Neiman, G., Peretti, M.A., Pizarro, J.B., Pucciarelli, A.R., Solá, F., Sabalsin, C., Tort, M.I., 1991. *El Desarrollo agropecuario pampeano*, 1st ed. Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura, Buenos Aires, AR.
- Becker, H.A., 1959. A study of diffusion in solids of arbitrary shape, with application to the drying of the wheat kernel. *J. Appl. Polym. Sci.* 1, 212–226. doi:10.1002/app.1959.070010212
- Belhamra, A., Diabi, R., Moussaoui, A., 2007. Technology and Application of Infrared Heating in the Industrial Area. *J. Eng. Appl. Sci.* 2, 1183–1187.
- Bendicho, S., Estela, C., Giner, J., Barbosa-Cánovas, G. V., Martín, O., 2002. Effects of high intensity pulsed electric field and thermal treatments on a lipase from *Pseudomonas fluorescens*. *J. Dairy Sci.* 85, 19–27. doi:10.3168/jds.S0022-0302(02)74048-4
- Berghofer, L.K., Hocking, A.D., Miskelly, D., Jansson, E., 2003. Microbiology of wheat and flour milling in Australia. *Int. J. Food Microbiol.* 85, 137–149. doi:10.1016/S0168-1605(02)00507-X
- Bornscheuer, U.T., 2002. Microbial carboxyl esterases: Classification, properties and application in biocatalysis. *FEMS Microbiol. Rev.* 26, 73–81. doi:10.1016/S0168-6445(01)00075-4
- Brandolini, A., Hidalgo, A., 2012. Wheat germ: not only a by-product. *Int. J. Food Sci. Nutr.* 63, 71–74. doi:10.3109/09637486.2011.633898
- Brunauer, S., Deming, L.S., Deming, W.E., Teller, E., 1940. On a Theory of the van der Waals Adsorption of Gases. *J. Am. Chem. Soc.* 62, 1723–1732. doi:10.1021/ja01864a025
- CAA, 2012. Capítulo IX. Alimentos Farináceos-Cereales, Harinas y derivados.
- Callahan, J.C., Cleary, G.W., Elefant, M., Kaplan, G., Kensler, T., Nash, R.A., 1982. Equilibrium Moisture Content of Pharmaceutical Excipients. *Drug Dev. Ind. Pharm.* 8, 355–369. doi:10.3109/03639048209022105
- Capitani, M., Mateo, C.M., Nolasco, S.M., 2011. Effect of temperature and storage time of wheat germ on the oil tocopherol concentration. *Brazilian J. Chem. Eng.* 28, 243–250. doi:10.1590/S0104-66322011000200008
- Chen, C., 2006. Obtaining the isosteric sorption heat directly by sorption isotherm equations. *J. Food Eng.* 74, 178–185. doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.01.041
- Chenlo, F., Moreira, R., Prieto, D.M., Torres, M.D., 2011. Desorption Isotherms and Net Isosteric Heat of Chestnut Flour and Starch. *Food Bioprocess Technol.* 4, 1497–1504. doi:10.1007/s11947-009-0239-2
- Cited, R., 1991. United States Patent [ 19 ] Patent Number : Date of Patent : References Cited 1–4.
- Coulson, J.M., Richardson, J.F., Harker, J.H., Backhurst, J., 1991. *Chemical Engineering Volume*



- 2: Particle Technology and Separation Processes, 5th ed, Chemical Engineering Science. Butterworth-Heinemann, Oxford. doi:10.1016/0009-2509(60)80030-9
- Crank, J., 1975. *The mathematics of diffusion*, Oxford University Press. Oxford University Press. doi:10.1016/0306-4549(77)90072-X
- Crapiste, G.H., Rotstein, E., 1997. Design and Performance Evaluation of Dryers, in: Rotstein, E., Singh, R.P., Valentas, K.J. (Eds.), *Handbook of Food Engineering Practice*. CRC Press, New York, p. 699.
- Delele, M.A., Tijssens, E., Atalay, Y.T., Ho, Q.T., Ramon, H., Nicolaï, B.M., Verboven, P., 2008. Combined discrete element and CFD modelling of airflow through random stacking of horticultural products in vented boxes. *J. Food Eng.* 89, 33–41. doi:10.1016/j.jfoodeng.2008.03.026
- Di Scala, K., Crapiste, G., 2008. Drying kinetics and quality changes during drying of red pepper. *LWT - Food Sci. Technol.* 41, 789–795. doi:10.1016/j.lwt.2007.06.007
- Díaz-Ramírez, M., Calderón-Domínguez, G., Chanona-Pérez, J.J., Janovitz-Klapp, A., López-Santiago, R., Farrera-Rebollo, R.R., De La Paz Salgado-Cruz, M., 2013. Modelling sorption kinetic of sponge cake crumb added with milk syrup. *Int. J. Food Sci. Technol.* 48, 1649–1660. doi:10.1111/ijfs.12135
- Ding, C., Khir, R., Pan, Z., Zhao, L., Tu, K., El-Mashad, H., McHugh, T.H., 2015. Improvement in Shelf Life of Rough and Brown Rice Using Infrared Radiation Heating. *Food Bioprocess Technol.* 8, 1149–1159. doi:10.1007/s11947-015-1480-5
- Doymaz, I., 2004. Convective air drying characteristics of thin layer carrots. *J. Food Eng.* 61, 359–364. doi:10.1016/S0260-8774(03)00142-0
- Doymaz, I., Osman, I., 2010. Drying characteristics of sweet cherry. *Food Bioprod. Process.* 9, 31–38. doi:10.1016/j.fbp.2010.03.006
- Durance, T., 2002. *Handbook of Food Preservation*. *Food Res. Int.* 35, 409. doi:10.1016/S0963-9969(00)00143-5
- Elisia, I., Young, J.W., Yuan, Y. V., Kitts, D.D., 2013. Association between tocopherol isoform composition and lipid oxidation in selected multiple edible oils. *Food Res. Int.* 52, 508–514. doi:10.1016/j.foodres.2013.02.013
- Ergun, S., 1952. Fluid Flow through Packed Columns. *Am. Inst. Chem. Eng. Chem. Eng. Prog.* 48, 89–94.
- Escardino, A., Ruiz, F., Barbero, P., 1974. Circulación de aire a través de lechos formados por granos de cereales. *Rev. Agroquímica y Tecnol. Aliment.* 10, 528–539.
- FAIM, 2017. *Molienda y producción de Harina* [WWW Document].
- FAO/WHO, 2015. *Standart for Edible Fats and Oils, CODEX STAN 19-1981*. *Codex Alimentarius* 2–7.
- Ferrara, P.J., Ridge, R.D., Benson, J.T., 1991. Method of producing shelf stable wheat germ. *US Pat* 5.063.079.
- Ferreira, S.L.C., Bruns, R.E., Ferreira, H.S., Matos, G.D., David, J.M., Brandão, G.C., da Silva, E.G.P., Portugal, L. a, dos Reis, P.S., Souza, A.S., dos Santos, W.N.L., 2007. Box-Behnken design: an alternative for the optimization of analytical methods. *Anal. Chim. Acta* 597, 179–86. doi:10.1016/j.aca.2007.07.011
- Finnie, S., Atwell, W.A., 2016. *Wheat Flour*, 2 nd. ed, *Wheat Flour*. doi:10.1016/B978-1-891127-90-8.50012-7
- Formisani, B., Girimonte, R., Mancuso, L., 1998. Analysis of the fluidization process of particle beds at high temperature. *Chem. Eng. Sci.* 53, 951–961. doi:10.1016/S0009-2509(97)00370-

- Galle, E.L., 1974. Process for producing milled stabilized wheat germ. US 3783164 A.
- Ganthavorn, C., Nagel, C.W., Powers, J.R., 1991. Thermal Inactivation of Asparagus Lipoxygenase and Peroxidase. *J. Food Sci.* 56, 47–49. doi:10.1111/j.1365-2621.1991.tb07972.x
- Garza, S., Ibarz, A., Pagán, J., Giner, J., 1999. Non-enzymatic browning in peach puree during heating. *Food Res. Int.* 32, 335–343. doi:10.1016/S0963-9969(99)00094-0
- Gastón, A.L., Abalone, R.M., Giner, S.A., 2002. Wheat drying kinetics. Diffusivities for sphere and ellipsoid by finite elements. *J. Food Eng.* 52, 313–322. doi:10.1016/S0260-8774(01)00121-2
- Geldart, D., 1973. Types of gas fluidization. *Powder Technol.* 7, 285–292. doi:10.1016/0032-5910(73)80037-3
- Gely, M.C., Giner, S.A., 2007. Diffusion Coefficient Relationships during Drying of Soya Bean Cultivars. *Biosyst. Eng.* 96, 213–222. doi:10.1016/j.biosystemseng.2006.10.015
- Gely, M.C., Giner, S.A., 2000. WATER - CORN EQUILIBRIUM: TEMPERATURE DEPENDENCY OF THE G.A.B. MODEL PARAMETERS AND CALCULATION OF THE HEAT OF SORPTION 18, 1449–1464. doi:https://doi.org/10.1080/07373930008917787
- Gely, M.C., Santalla, E.M., 2007. Moisture diffusivity in quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.) seeds: Effect of air temperature and initial moisture content of seeds. *J. Food Eng.* 78, 1029–1033. doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.12.015
- Gili, R.D., Palavecino, P.M., Cecilia Penci, M., Martinez, M.L., Ribotta, P.D., 2017. Wheat germ stabilization by infrared radiation. *J. Food Sci. Technol.* 54, 71–81. doi:10.1007/s13197-016-2437-z
- Giner, S.A., Calvelo, A., 1987. Modelling of wheat drying in fluidized beds. *J. Food Sci.* 52, 1358–1363. doi:10.1111/j.1365-2621.1987.tb14082.x
- Giner, S.A., De Michelis, A., 1988. Evaluation of the thermal efficiency of wheat drying in fluidized beds: Influence of air temperature and heat recovery. *J. Agric. Eng. Res.* 41, 11–23. doi:10.1016/0021-8634(88)90199-0
- Giner, S.A., Gely, M.C., 2005. Sorptional parameters of sunflower seeds of use in drying and storage stability studies. *Biosyst. Eng.* 92, 217–227. doi:10.1016/j.biosystemseng.2005.06.002
- Giner, S.A., Mascheroni, R.H., 2002. Diffusive Drying Kinetics in Wheat, Part 2: applying the Simplified Analytical Solution to Experimental Data. *Biosyst. Eng.* 81, 85–97. doi:10.1006/bioe.2001.0004
- Giner, S.A., Mascheroni, R.H., 2001. Diffusive drying kinetics in wheat, Part 1: Potential for a simplified analytical solution. *Biosyst. Eng.* 80, 351–364. doi:10.1006/bioe.2002.0066
- Gómez, M., González, J., Oliete, B., 2012. Effect of Extruded Wheat Germ on Dough Rheology and Bread Quality. *Food Bioprocess Technol.* 5, 2409–2418. doi:10.1007/s11947-011-0519-5
- González, A., Martínez, M.L., Paredes, A.J., León, A.E., Ribotta, P.D., 2016. Study of the preparation process and variation of wall components in chia (*Salvia hispanica* L.) oil microencapsulation. *Powder Technol.* 301, 868–875. doi:10.1016/j.powtec.2016.07.026
- Grandel, F., 1959. Process of making germ flakes. US Pat 2879167 A.
- Grosso, N.R., Resurreccion, A.V.A., 2002. Predicting Consumer Acceptance Ratings of Cracker-coated and Roasted Peanuts from Descriptive Analysis and Hexanal Measurements. *J. Food Sci.* 67, 1530–1537. doi:10.1111/j.1365-2621.2002.tb10317.x

- Guiné, R.P.F., Henriques, F., Barroca, M.J., 2012. Mass Transfer Coefficients for the Drying of Pumpkin (*Cucurbita moschata*) and Dried Product Quality. *Food Bioprocess Technol.* 5, 176–183. doi:10.1007/s11947-009-0275-y
- Guiotto, E.N., Ixtaina, V.Y., Nolasco, S.M., Tomás, M.C., 2014. Effect of storage conditions and antioxidants on the oxidative stability of sunflower-chia oil blends. *JAOCs, J. Am. Oil Chem. Soc.* 91, 767–776. doi:10.1007/s11746-014-2410-9
- Håkansson, B., Jägerstad, M., 1990. The effect of thermal inactivation of lipoxygenase on the stability of vitamin E in wheat. *J. Cereal Sci.* 12, 177–185. doi:10.1016/S0733-5210(09)80099-4
- Håkansson, B., Jägerstad, M., Öste, R., Åkesson, B., Jonsson, L., 1987. The effects of various thermal processes on protein quality, vitamins and selenium content in whole-grain wheat and white flour. *J. Cereal Sci.* 6, 269–282. doi:10.1016/S0733-5210(87)80064-4
- Hemdane, S., Leys, S., Jacobs, P.J., Dornez, E., Delcour, J.A., Courtin, C.M., 2015. Wheat milling by-products and their impact on bread making. *Food Chem.* 187, 280–289. doi:10.1016/j.foodchem.2015.04.048
- Hernández Sánchez, M. del R., Cuvelier, M.-E., Turchiuli, C., 2016. Effect of  $\alpha$ -tocopherol on oxidative stability of oil during spray drying and storage of dried emulsions. *Food Res. Int.* 88, 32–41. doi:10.1016/j.foodres.2016.04.035
- Hidalgo, A., Brandolini, A., 2012. Lipoxygenase activity in wholemeal flours from *Triticum monococcum*, *Triticum turgidum* and *Triticum aestivum*. *Food Chem.* 131, 1499–1503. doi:10.1016/j.foodchem.2011.09.132
- Ibanoğlu, E., 2002. Kinetic study on colour changes in wheat germ due to heat. *J. Food Eng.* 51, 209–213. doi:10.1016/S0260-8774(01)00057-7
- Inouye, K., 2003. Handbook of food enzymology, Handbook of Food Enzymology. doi:10.1201/9780203910450.ch5
- ISO, 2014. ISO 4833-2:2013: Horizontal method for the enumeration of microorganisms Part 2: Colony count at 30 degrees C by the surface plating technique.
- ISO, 2008. ISO 21527-2:2008. Microbiology of food and animal feeding stuffs — Horizontal method for the enumeration of yeasts and moulds, Communication.
- Jahani, M., Alizadeh, M., Pirozifard, M., Qudsevali, A., 2008. Optimization of enzymatic degumming process for rice bran oil using response surface methodology. *LWT - Food Sci. Technol.* 41, 1892–1898. doi:10.1016/j.lwt.2007.12.007
- Jha, P.K., Kudachikar, V.B., Kumar, S., 2013. Lipase inactivation in wheat germ by gamma irradiation. *Radiat. Phys. Chem.* 86, 136–139. doi:10.1016/j.radphyschem.2013.01.018
- Juárez, Z.N., Bárcenas-Pozos, M.E., Hernández, L.R., 2014. El grano de trigo: características generales y algunas problemáticas y soluciones a su almacenamiento. *Temas Sel. Ing. Aliment.* 8, 79–92.
- Kapranchikov, V.S., Zhrebtsov, N.A., Popova, T.N., 2004. Purification and Characterization of Lipase from Wheat (*Triticum aestivum* L.) Germ 40, 98–103. doi:10.1002/jsfa.2102
- Kermasha, S., Bisakowski, B., Ramaswamy, H., Voort, F. Van De, 2007. Comparison of microwave, conventional and combination heat treatments on wheat germ lipase activity. *Int. J. Food Sci. Technol.* 28, 617–623. doi:10.1111/j.1365-2621.1993.tb01313.x
- Kim, I.-H., Kim, C.-J., You, J.-M., Lee, K.-W., Kim, C.-T., Chung, S.-H., Tae, B.-S., 2002. Effect of roasting temperature and time on the chemical composition of rice germ oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 79, 413–418. doi:10.1007/s11746-002-0498-2
- Kim, Y.S., Flores, R.A., Chung, O.K., Bechtel, D.B., Marketing, G., 2003. Physical, chemical, and

- thermal characterization of wheat flour milling coproducts. *J. Food Process Eng.* 26, 469–488. doi:10.1111/j.1745-4530.2003.tb00613.x
- Korneeva, O.S., Popova, T.N., Kapranchikov, V.S., Motina, E. a., 2008. Identification of catalytically active groups of wheat (*Triticum aestivum* L.) germ lipase. *Prikl. Biokhim. Mikrobiol.* 44, 387–393. doi:10.1134/S0003683808040029
- Krishnamurthy, K., Khurana, H.K., Jun, S., Irudayaraj, J., Demirci, A., Soojin, J., Irudayaraj, J., Demirci, A., 2008. Infrared Heating in Food Processing : An Overview. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* 7, 2–13. doi:10.1111/j.1541-4337.2007.00024.x
- León, A., Rosell, C., 2007. De tales harinas, tales panes: granos, harinas y productos de panificación en Iberoamerica, 1st ed, Statewide Agricultural Land Use Baseline 2015. Córdoba, Arg. doi:10.1017/CBO9781107415324.004
- Li, B., Zhao, L., Chen, H., Sun, D., Deng, B., Li, J., Liu, Y., Wang, F., 2016. Inactivation of Lipase and Lipoxygenase of Wheat Germ with Temperature-Controlled Short Wave Infrared Radiation and Its Effect on Storage Stability and Quality of Wheat Germ Oil. *PLoS One* 11, e0167330. doi:10.1371/journal.pone.0167330
- Liu, F., Niu, L., Li, D., Liu, C., Jin, B., 2013. Kinetic Characterization and Thermal Inactivation of Peroxidase in Aqueous Extracts from Sweet Corn and Waxy Corn. *Food Bioprocess Technol.* 6, 2800–2807. doi:10.1007/s11947-012-0996-1
- Lowell, S., Shields, J.E., 1984. Powder Surface Area and Porosity, Statewide Agricultural Land Use Baseline 2015. Springer Netherlands, Dordrecht. doi:10.1007/978-94-009-5562-2
- Magariño, M., Mateo, C.M., Nolasco, S.M., 2015. Kinetics of tocopherol degradation during the storage of wheat germ oil. *Can. J. Chem. Eng.* doi:10.1002/cjce.22316
- Markowski, M., Białobrzewski, I., Modrzewska, A., 2010. Kinetics of spouted-bed drying of barley: Diffusivities for sphere and ellipsoid. *J. Food Eng.* 96, 380–387. doi:10.1016/j.jfoodeng.2009.08.011
- Márquez, C.A., De Michelis, A., Giner, S.A., 2006. Drying kinetics of rose hip fruits (*Rosa eglanteria* L.). *J. Food Eng.* 77, 566–574. doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.06.071
- Marti, A., Torri, L., Casiraghi, M.C., Franzetti, L., Limbo, S., Morandin, F., Quaglia, L., Pagani, M.A., 2014. Wheat germ stabilization by heat-treatment or sourdough fermentation: effects on dough rheology and bread properties. *LWT - Food Sci. Technol.* doi:10.1016/j.lwt.2014.06.039.This
- Martínez, M.L., Bordón, M.G., Lallana, R.L., Ribotta, P.D., Maestri, D.M., 2017. Optimization of Sesame Oil Extraction by Screw-Pressing at Low Temperature. *Food Bioprocess Technol.* 10, 1113–1121. doi:10.1007/s11947-017-1885-4
- Martínez, M.L., Maestri, D.M., 2015. Aceites vegetales no tradicionales : guía para la producción y evaluación de calidad, 1 st. ed. Córdoba, Arg.
- Martínez, M.L., Marín, M.A., Ribotta, P.D., 2013. Optimization of soybean heat-treating using a fluidized bed dryer. *J. Food Sci. Technol.* 50, 1144–1150. doi:10.1007/s13197-011-0434-9
- Matsui, K.N., Gut, J.A.W., de Oliveira, P.V., Tadini, C.C., 2008. Inactivation kinetics of polyphenol oxidase and peroxidase in green coconut water by microwave processing. *J. Food Eng.* 88, 169–176. doi:10.1016/j.jfoodeng.2008.02.003
- McKellar, R.C., 1989. *Enzymes of Psychrotrophs in Raw Food*. CRC Press, Boca Raton, Florida, USA.
- Megahed, M., 2011. Study on stability of wheat germ oil and lipase activity of wheat germ during periodical storage. *Agric. Biol. J. North Am.* 2, 163–168. doi:10.5251/abjna.2011.2.1.163.168
- Meilgaard, M., Civille, G.V., Carr, T.B., 2016. *Sensory Evaluation Techniques*, fifth. ed. CRC

Press, Boca Raton, FL.

- Meriles, S.P., Penci, M.C., Gili, R.D., Martinez, M.L., Ribotta, P.D., 2016. Efecto del tratamiento térmico sobre la cinética de inactivación de enzimas lipasa y lipoxigenasa del germen de trigo, in: León, A.E., Rosati, V., Robledo, C.W. (Eds.), VI Congreso Internacional de Ciencia Y Tecnología de Los Alimentos 2016 : Libro de Actas, Resúmenes. Ministerio de Ciencia y Tecnología de la provincia de Córdoba, Córdoba, p. 835.
- Mohapatra, D., Rao, P.S., 2005. A thin layer drying model of parboiled wheat. *J. Food Eng.* 66, 513–518. doi:10.1016/j.jfoodeng.2004.04.023
- Mohsenin, N.N., 1980. *Thermal Properties of Food and Agricultural Materials*. Gordon and Breach, Science Publishers, Ney York.
- Molenda, M., Montross, M.D., Mcneill, S.G., Horabik, J., 2005. Airflow resistance of seeds at different bulk densities using Ergun's equation. *Trans. ASAE* 48, 1137–1145.
- Murthy, K.V., Ravi, R., Bhat, K.K., Raghavarao, K.S.M.S., 2008. Studies on roasting of wheat using fluidized bed roaster. *J. Food Eng.* 89, 336–342. doi:10.1016/j.jfoodeng.2008.05.014
- Myers, R.H., Montgomery, D.C., Anderson-cook, C.M., 2009. *Response Surface Methodology*, 3rd ed, Wiley. wiley. doi:10.1007/s13398-014-0173-7.2
- Naves, M.M.V., Castro, M.V.L. de, Mendonça, A.L. de, Santos, G.G., Silva, M.S., 2011. Corn germ with pericarp in relation to whole corn: nutrient contents, food and protein efficiency, and protein digestibility-corrected amino acid score. *Ciência e Tecnol. Aliment.* 31, 264–269. doi:10.1590/S0101-20612011000100040
- Niu, L.-Y., Jiang, S.-T., Pan, L.-J., Pang, M., 2013. Characterization of Wheat Germ Oil in Terms of Volatile Compounds, Lipid Composition, Thermal Behavior, and Structure. *Int. J. Food Prop.* 16, 1740–1749. doi:10.1080/10942912.2011.608141
- Özcan, M.M., Al-Juhaimi, F., Ghafoor, K., Babiker, E.E., Uslu, N., 2015. Effect of heating process on oil yield and fatty acid composition of wheat germ. *Qual. Assur. Saf. Crop. Foods* 7, 517–520. doi:10.3920/QAS2014.0457
- Perea-Flores, M.J., Garibay-Febles, V., Chanona-Pérez, J.J., Calderón-Domínguez, G., Méndez-Méndez, J. V., Palacios-González, E., Gutiérrez-López, G.F., 2012. Mathematical modelling of castor oil seeds (*Ricinus communis*) drying kinetics in fluidized bed at high temperatures. *Ind. Crops Prod.* 38, 64–71. doi:10.1016/j.indcrop.2012.01.008
- Pinarli, I., İbanoglu, S., Öner, M.D., 2004. Effect of storage on the selected properties of macaroni enriched with wheat germ. *J. Food Eng.* 64, 249–256. doi:10.1016/j.jfoodeng.2003.10.005
- Rahman, M.S., Labuza, T.P., 2007. *Water Activity and Food Preservation*, in: Rahman, M.S. (Ed.), *Handbook of Food Preservation*. Taylor & Francis Group, New York, NY, p. 1088.
- Rahman, N., Kumar, S., 2006. Evaluation of convective heat transfer coefficient during drying of shrinking bodies. *Energy Convers. Manag.* 47, 2591–2601. doi:10.1016/j.enconman.2005.10.025
- Rodríguez-Fernández, M., Balsa-Canto, E., Egea, J.A., Banga, J.R., 2007. Identifiability and robust parameter estimation in food process modeling: Application to a drying model. *J. Food Eng.* 83, 374–383. doi:10.1016/j.jfoodeng.2007.03.023
- Rose, D.J., Ogden, L. V., Dunn, M.L., Pike, O.A., 2008. Enhanced lipid stability in whole wheat flour by lipase inactivation and antioxidant retention. *Cereal Chem.* 85, 218–223. doi:10.1094/CCHEM-85-2-0218
- Rose, D.J., Pike, O.A., 2006. A simple method to measure lipase activity in wheat and wheat bran as an estimation of storage quality. *JAOCS, J. Am. Oil Chem. Soc.* 83, 415–419. doi:10.1007/s11746-006-1220-0

- Rothe, M., 1963. Uber ein neues Stabilisierungsverfahren fur Weizenkeime. *Mol. Nutr. Food Res.* 7, 579–587. doi:10.1002/food.19630070805
- Sabliov, C.M., Fronczek, C., Astete, C.E., Khachatryan, M., Khachatryan, L., Leonardi, C., 2009. Effects of Temperature and UV Light on Degradation of  $\alpha$ -Tocopherol in Free and Dissolved Form. *JAOCS, J. Am. Oil Chem. Soc.* 86, 895–902. doi:10.1007/s11746-009-1411-6
- Sakai, N., Hanzawa, T., 1994. Applications and advances in far-infrared heating in Japan. *Trends Food Sci. Technol.* 5, 357–362. doi:10.1016/0924-2244(94)90213-5
- Sakin-Yilmazer, M., Kemerli, T., Isleroglu, H., Ozdestan, O., Guven, G., Uren, A., Kaymak-Ertekin, F., 2013. Baking kinetics of muffins in convection and steam assisted hybrid ovens (baking kinetics of muffin...). *J. Food Eng.* 119, 483–489. doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.06.019
- Sandu, C., 1986. Infrared radiation drying in food engineering: a process analysis. *Biotechnol. Prog.* 2, 109–119. doi:DOI: 10.1002/btpr.5420020305
- Sau, D.C., Mohanty, S., Biswal, K.C., 2007. Minimum fluidization velocities and maximum bed pressure drops for gas–solid tapered fluidized beds. *Chem. Eng. J.* 132, 151–157. doi:10.1016/j.cej.2007.01.036
- Savi, G.D., Piacentini, K.C., Bittencourt, K.O., Scussel, V.M., 2014. Ozone treatment efficiency on *Fusarium graminearum* and deoxynivalenol degradation and its effects on whole wheat grains (*Triticum aestivum* L.) quality and germination. *J. Stored Prod. Res.* 59, 245e253. doi:10.1016/j.jspr.2014.03.008
- Sayago, A., Marín, M.I., Aparicio, R., Morales, M.T., 2007. Vitamina E y aceites vegetales. *Grasas y aceites* 58, 74–86. doi:0017-3495
- Senadeera, W., Wijesinghe, B., Young, G., Bhandari, B., 2006. Fluidization characteristics of moist food particles. *Int. J. Food Eng.* 2, i-13. doi:10.2202/1556-3758.1047
- Seppanen, C.M., Song, Q., Saari Csallany, A., 2010. The antioxidant functions of tocopherol and tocotrienol homologues in oils, fats, and food systems. *JAOCS, J. Am. Oil Chem. Soc.* 87, 469–481. doi:10.1007/s11746-009-1526-9
- Shelef, L., Mohsenin, N., 1966. Moisture relations in germ endosperm and whole corn kernel. *Cereal Chem.* 43, 347–352.
- Shin, T.-S., Godber, J.S., Martin, D.E., Wells, J.H., 1997. Hydrolytic Stability and Changes in E Vitamers and Oryzanol of Extruded Rice Bran During Storage. *J. Food Sci.* 62, 704–728. doi:10.1111/j.1365-2621.1997.tb15440.x
- Shurpalekar, S.R., Rao, P.H., 1977. Wheat Germ. *Adv. Food Res.*
- Siljeström, M., Westerlund, E., Björck, I., Holm, J., Asp, N.G., Theander, O., 1986. The effects of various thermal processes on dietary fibre and starch content of whole grain wheat and white flour. *J. Cereal Sci.* 4, 315–323. doi:10.1016/S0733-5210(86)80035-2
- Sjövall, O., Virtalaine, T., Lapveteläinen, A., Kallio, H., 2000. Development of rancidity in wheat germ analyzed by headspace gas chromatography and sensory analysis. *J. Agric. Food Chem.* 48, 3522–3527. doi:10.1021/jf981309t
- Soponronnarit, S., Swasdisevi, T., Wetchacama, S., Wutiw WATCHAI, W., 2001. Fluidised bed drying of soybeans. *J. Stored Prod. Res.* 37, 133–151. doi:10.1016/S0022-474X(00)00015-1
- Srivastava, A.K., Sudha, M.L., Baskaran, V., Leelavathi, K., 2007. Studies on heat stabilized wheat germ and its influence on rheological characteristics of dough. *Eur. Food Res. Technol.* 224, 365–372. doi:10.1007/s00217-006-0317-x
- Stone, H., Sidel, J.L., 2004. Sensory Evaluation Practices, Sensory Evaluation Practices. doi:10.1016/B978-012672690-9/50013-5

- Timmermann, E.O., Chirife, J., Iglesias, H.A., 2001. Water sorption isotherms of foods and foodstuffs: BET or GAB parameters? *J. Food Eng.* 48, 19–31. doi:10.1016/S0260-8774(00)00139-4
- Torrez Irigoyen, R.M., Giner, S.A., 2014. Drying-toasting kinetics of presoaked soybean in fluidised bed. Experimental study and mathematical modelling with analytical solutions. *J. Food Eng.* 128, 31–39. doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.12.009
- Torrez Irigoyen, R.M., Giner, S.A., 2011. Fluidisation velocities during processing of whole soybean snack. *J. Food Eng.* 107, 90–98. doi:10.1016/j.jfoodeng.2011.05.040
- Torrez Irigoyen, R.M., Giner, S.A., 2011. Fluidisation velocities during processing of whole soybean snack. *J. Food Eng.* 107, 90–98. doi:10.1016/j.jfoodeng.2011.05.040
- Torrez Irigoyen, R.M., Goñi, S.M., Giner, S.A., 2014. Drying-toasting kinetics of presoaked soybean. A mathematical model considering variable diffusivity, shrinkage and coupled heat transfer. *J. Food Eng.* 142, 70–79. doi:10.1016/j.jfoodeng.2014.06.002
- Tuncel, N.B., Yilmaz, N., Kocabiyik, H., Uygur, A., 2014. The effect of infrared stabilized rice bran substitution on physicochemical and sensory properties of pan breads: Part I. *J. Cereal Sci.* 59, 155–161. doi:10.1016/j.jcs.2013.12.003
- Ureta, M.M., Olivera, D.F., Salvadori, V.O., 2014. Baking of muffins: Kinetics of crust color development and optimal baking time. *Food Bioprocess Technol.* 7, 3208–3216. doi:10.1007/s11947-014-1292-z
- USDA, 2017. World Agricultural Production, Circular Series May 2014. doi:Circular Series WAP 05-17
- Vega-Gálvez, A., Aravena, E.L., Lemus-Mondaca, R., 2006. Isotermas de adsorción en harina de maíz (*Zea mays* L.). *Cienc. y Tecnología Aliment.* 26, 821–827. doi:10.1590/S0101-20612006000400017
- Vega-gálvez, A., Dagnino-Subiabre, A., Terreros, G., López, J., Miranda, M., Di Scala, K., 2011. Mathematical modeling of convective air drying of quinoa-supplemented feed for laboratory rats. *Brazilian Arch. Biol. Technol.* 54, 161–171. doi:10.1590/S1516-89132011000100021
- Vetrimani, R., Jyothirmayi, N., Haridas Rao, P., Ramadoss, C.S., 1992. Inactivation of Lipase and Lipoxygenase in Cereal Bran , Germ and Soybean by Microwave Treatment. *Leb. und-Technologie* 25, 532–535.
- Werther, J., 1999. Measurement techniques in fluidized beds. *Powder Technol.* 102, 15–36. doi:10.1016/S0032-5910(98)00202-2
- Winkler-Moser, J.K., Breyer, L., 2011. Composition and oxidative stability of crude oil extracts of corn germ and distillers grains. *Ind. Crops Prod.* 33, 572–578. doi:10.1016/j.indcrop.2010.12.013
- Xu, B., Wang, L.K., Miao, W.J., Wu, Q.F., Liu, Y.X., Sun, Y., Gao, C., 2016. Thermal versus Microwave Inactivation Kinetics of Lipase and Lipoxygenase from Wheat Germ. *J. Food Process Eng.* 39, 247–255. doi:10.1111/jfpe.12216
- Xu, B., Zhou, S.L., Miao, W.J., Gao, C., Cai, M.J., Dong, Y., 2013. Study on the stabilization effect of continuous microwave on wheat germ. *J. Food Eng.* 117, 1–7. doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.01.031
- Yang, W.-C., 2003. Handbook of fluidization and fluid-particle systems, Chemical Engineering. doi:10.1016/S1672-2515(07)60126-2
- Yilmaz, N., Tuncel, N.B., Kocabiyik, H., 2013. Infrared stabilization of rice bran and its effects on  $\gamma$ -oryzanol content, tocopherols and fatty acid composition. *J. Sci. Food Agric.* doi:10.1002/jsfa.6459

- Yılmaz, N., Tuncel, N.B.B., Kocabıyık, H., Yılmaz, N., Tuncel, N.B.B., Kocabıyık, H., 2014. Infrared stabilization of rice bran and its effects on  $\alpha$ -oryzanol content, tocopherols and fatty acid composition. *J. Sci. Food Agric.* 94, 1568–1576. doi:10.1002/jsfa.6459
- Yogendrarajah, P., Samapundo, S., Devlieghere, F., De Saeger, S., De Meulenaer, B., 2015. Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of whole black peppercorns (*Piper nigrum* L.). *LWT - Food Sci. Technol.* 64, 177–188. doi:10.1016/j.lwt.2015.05.045
- Yöndem-Makascioğlu, F., Gürün, B., Dik, T., Kincal, N.S., 2005. Use of a spouted bed to improve the storage stability of wheat germ followed in paper and polyethylene packages. *J. Sci. Food Agric.* 85, 1329–1336. doi:10.1002/jsfa.2102
- Yoshida, H., Takagi, S., Mitsuhashi, S., 1999. Tocopherol distribution and oxidative stability of oils prepared from the hypocotyl of soybeans roasted in a microwave oven. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 76, 915–920. doi:10.1007/s11746-999-0106-3
- Zielinska, M., Markowski, M., 2007. Drying Behavior of Carrots Dried in a Spout–Fluidized Bed Dryer. *Dry. Technol.* 25, 261–270. doi:10.1080/07373930601161138



## **Divulgación de resultados y actividades de transferencia**

Parte de los resultados obtenidos en este trabajo de Tesis Doctoral dieron lugar a las siguientes publicaciones y presentaciones en reuniones científicas.

### **Trabajos publicados en revistas internacionales con referato**

Título: **WHEAT GERM STABILIZATION BY INFRARED RADIATION**

Autores: Gili, R.D., Palavecino, P.M. Penci, M. C. Martinez, M.L. Ribotta, P.D.

Revista: Journal of Food Science and Technology

Datos bibliográficos: Jan 2017, Volume 54, Issue 1, pp 71–81. DOI:10.1007/s13197-016-2437-z.

Título: **PHYSICAL CHARACTERIZATION AND FLUIDIZATION DESIGN PARAMETERS OF WHEAT GERM**

Autores: Renato D. Gili, R. Martín Torrez Irigoyen, M. Cecilia Penci, Sergio A. Giner, Pablo D. Ribotta

Revista: Journal of Food Engineering

Datos bibliográficos: Vol. 212, Nov. 2017, Pag. 29-37. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2017.05.011

Título: **WHEAT GERM THERMAL TREATMENT IN FLUIDISED BED. EXPERIMENTAL STUDY AND MATHEMATICAL MODELLING OF THE HEAT AND MASS TRANSFER**

Autores: Renato D. Gili, R. Martín Torrez Irigoyen, M. Cecilia Penci, Sergio A. Giner, Pablo D. Ribotta

Revista: Journal of Food Engineering

Datos bibliográficos: Vol. 221, Mar. 2018, Pag. 11-19. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2017.09.029

Título: **EFFECT OF WHEAT GERM HEAT TREATMENT BY FLUIDISED BED ON THE KINETICS OF LIPASE INACTIVATION**

Autores: Renato D. Gili, M. Cecilia Penci, R. Martín Torrez Irigoyen, Sergio A. Giner, Pablo D. Ribotta

Revista: Food and Bioprocess Technology

Datos bibliográficos: DOI: 10.1007/s11947-018-2069-6.