

Microcápsulas conteniendo aceite esencial de pomelo y su aplicación en alimentos

Cáceres, Liliana Mariel^a; Dagnino, Eliana Paola^a; Ester Chamorro^a

^a QUIMOBÍ, UTN-FRRe, French 414, H3500CHJ, Resistencia, Chaco. IMIT-CONICET, Corrientes
lmarielc@yahoo.com.ar

Resumen

Los aceites esenciales presentan propiedades que los hacen excelentes aditivos alimentarios aportando sabores y aromas en todo tipo de alimentos. Sin embargo, estos compuestos presentan alta volatilidad e inestabilidad química en presencia de aire, luz, humedad y altas temperaturas. Una forma de limitar la degradación o pérdida de aroma durante el procesamiento y almacenamiento es la encapsulación de estos compuestos incorporando una matriz polimérica que lo proteja y forme un ambiente capaz de controlar su interacción con el exterior. El alginato es uno de los hidrocoloides más utilizados como polímero de pared con propiedades que incluyen espesamiento, estabilización, suspensión, formación de película y de gel. Asimismo, experimenta una transición de sol-gel independiente de la temperatura en presencia de cationes multivalentes aprovechada en el proceso de gelificación iónica, donde se reticula el hidrogel con una solución del cloruro de calcio. El objetivo de este estudio fue obtener microcápsulas secas de aceite esencial de pomelo al 2% y al 10% p/p en matrices de alginato de calcio por gelificación iónica externa y extrusión. Se obtuvieron rendimientos alrededor del 50% y una eficiencia superior al 90%. Se aplicó un secado al vacío y se midieron sus liberaciones controladas del aceite esencial contenido en medio alcohólico, manteniendo su liberación durante 10 días aproximadamente. Por último, se emplearon ambas microcápsulas en dos alimentos: masitas y bombones de chocolate, se realizó un análisis sensorial y se analizaron los resultados utilizando la prueba de rangos de Friedman para la concentración de sabor y la preferencia en la degustación.

Abstract

Essential oils have properties that make them excellent food additives, providing flavours and aromas in all types of food. However, these compounds show high volatility and chemical instability in the presence of air, light, humidity and high temperatures. One way to limit the degradation or loss of aroma during processing and storage is the encapsulation of these compounds incorporating a polymeric matrix that forms an environment capable of controlling their interaction with the outside. Alginate is one of the most widely used hydrocolloids as a wall polymer with properties including thickening, stabilization, suspension, film and gel formation. Likewise, it undergoes a temperature-independent sol-gel transition in the presence of multivalent cations used in the ionic gelation process, where the hydrogel is crosslinked with a calcium chloride solution. The objective of this study was to obtain dry grapefruit essential oil microcapsules at 2% and 10% w/w in calcium alginate matrices by external ionic gelation and extrusion. Yields of around 50% and efficiency greater than 90% were obtained. Vacuum drying was applied, and their controlled releases of the essential oil contained in the alcoholic medium were measured, maintaining their release for approximately 10 days. Finally, both microcapsules were used in two foods: chocolate dumplings and chocolates, a sensory analysis was performed, and the results were analyzed using the Friedman range test for flavour concentration and taste preference.

Palabras claves: Microencapsulación, aceite esencial de pomelo, gelificación iónica, alimentos.

INTRODUCCIÓN

Los aceites esenciales son utilizados como sabores y aromas en los alimentos. Sin embargo, estos compuestos presentan alta volatilidad e inestabilidad química en presencia de aire, luz, humedad y altas temperaturas. Por lo tanto, es beneficioso encapsular

estos ingredientes antes de su uso en alimentos o bebidas para limitar la degradación o pérdida de aroma durante el procesamiento y almacenamiento [1]. La microencapsulación es una técnica empleada para proteger compuestos activos y nutraceuticos, utilizando

materiales biopoliméricos que forman una pared de protección contra los peligros externos [2].

El alginato es uno de los hidrocoloides más interesante como polímero de pared o componente de revestimiento debido a sus propiedades coloidales únicas, que incluyen espesamiento, estabilización, suspensión, formación de película, producción de gel y estabilización de emulsión [3]. Asimismo, es de importancia para las industrias alimenticias la capacidad de las soluciones de alginato para experimentar una transición de sol-gel independiente de la temperatura en presencia de cationes multivalentes como el Ca^{+2} [4]. Esta característica del alginato se la aprovecha en el proceso de gelificación iónica, donde se reticula el hidrogel con una solución del cloruro de calcio [5],[6]. Se puede adosar a este proceso de gelificación externa, una extrusión utilizando una bomba jeringa [7],[8] y encapsular un aceite esencial para aplicarlo luego a distintos productos. Un aceite esencial muy interesante por su versatilidad es el que se extrae de la cáscara de pomelo con distintas propiedades como antioxidante, antimicrobiano, además de su aroma y sabor [9] gracias a su composición con un porcentaje de limoneno por encima del 90%. Este componente lo hace un importante e interesante aditivo alimenticio, cosmético y farmacéutico. Su uso en alimentos como conservante natural, portador de aroma y sabor, satisface la demanda de los consumidores de alimentos seguros, sanos y nutritivos. Por otra parte, para conocer qué piensan los consumidores de las propiedades organolépticas de los alimentos elaborados y el grado de aceptación, se pueden llevar a cabo una evaluación sensorial con pruebas no paramétricas [10],[11].

El objetivo de este trabajo fue obtener microcápsulas de aceite esencial de pomelo y aplicarlas en un alimento seco como masitas dulces y bombones de chocolate. Las pruebas de evaluación sensorial se elaboraron para conocer si el consumidor puede diferenciar la intensidad en el sabor dado por las microcápsulas de distinta carga de aceite esencial, y analizar su preferencia. El uso de microcápsulas con aceite de pomelo brinda a los productos un aroma y sabor cítrico característico del limoneno; pero con el agregado de que el sabor se libera de forma controlada y además ayuda a su conservación y evita el enranciamiento del aceite.

DESARROLLO

Materiales

Se utilizó alginato de sodio (Aldrich), cloruro de calcio anhidro (Cicarelli, p.a.), alcohol ter-butílico (Anedra, p.a.), patrón cromatográfico de R-(+)-

Limoneno (Aldrich, 97%), agua desionizada. El aceite de pomelo fue proporcionado por la empresa Magger Cítricos del Valle de la provincia de Corrientes. Para los alimentos: harina de trigo con leudante, huevos, grasa vegetal, azúcar, chocolate blanco.

Obtención de Microcápsulas

Se prepararon las siguientes soluciones: solución reticulante de cloruro de calcio al 2% p/v, y solución de alginato de sodio al 1% p/v. Se formó la emulsión adicionando aceite de pomelo 2% p/p y al 10% p/p a la solución de alginato, con agitación vigorosa de 1500 rpm durante 20 minutos. Se formaron las microcápsulas a través de una extrusión con una bomba jeringa APEMA PC 11 UBT, goteando la emulsión sobre la solución de cloruro de calcio a 5cm de altura, con caudal de 90ml/h. El diámetro de salida de la gota fue de 0,1 mm, el tiempo de reticulación varió de 1 a 5 minutos. Luego se filtraron las microcápsulas para eliminar el agua residual y se pesaron.

Características y Propiedades

La eficiencia porcentual del aceite esencial de pomelo encapsulado se calculó determinando su concentración con un espectrofotómetro UV/Vis marca METASH modelo UV-5100 y Software METASH MetaSpec a una longitud de onda de 323 nm. Además, se verificaron los resultados con cromatografía gaseosa determinando la concentración de limoneno (componente principal del aceite esencial) con un SHIMADZU GC 14B, con columna polar Megabore DB-WAX P/N 125-7032 de 30 m de longitud x 0,53 mm de diámetro interno x 1 μm de espesor, detector FID.

El valor de la eficiencia (E%) se determinó con la ecuación: $E\% = (w_1/w_2)100$. Donde w_1 es la masa de aceite en una masa conocida de microcápsulas que se determina por diferencia de w_2 (masa inicial teórica de aceite agregada) y la masa final medida.

Para determinar el rendimiento, se pesaron las microcápsulas (w_m) obtenidas y conociendo la cantidad de principio activo (w_a) y de polímero (w_p) que se empleó para preparar la emulsión, se aplicó la ecuación $R\% = w_m/(w_a+w_p)100$. Se secaron las microcápsulas en estufa al vacío a 50°C durante una hora.

Luego se estudió la liberación controlada suspendiendo aproximadamente 0,6 g de microcápsulas secas en un Erlenmeyer de 50 mL con 5 mL de alcohol etílico, a temperatura ambiente y agitación continua sobre un agitador orbital. Se extrajeron muestras con reposición en tramos de 10-15-30 minutos primero y luego en intervalos de 24 horas. Las muestras se analizaron en un espectrofotómetro

UV con las mismas condiciones especificadas anteriormente.

Aplicación de las microcápsulas a productos alimenticios

Se elaboró una masa homogénea mezclando harina leudante, huevos, azúcar y materia grasa vegetal. Se dividió en dos la masa y se agregó a cada una el 1% p/p de las microcápsulas secas obtenidas con carga de aceite del 2 y 10 % correspondientemente. Se amasó en forma suave para mezclar uniformemente las microcápsulas en toda la masa y luego se estiró la misma hasta obtener un espesor de 4 mm aproximadamente. Se cortaron masitas de 2x3 cm y se hornearon en estufa a 180°C por 15 minutos.

Por otra parte, se fundió chocolate blanco a Baño de María. Se separaron en dos recipientes a los que se les agregó el 1% p/p de microcápsulas secas al 2 y 10%. Se depositó cada mezcla sobre moldes de bombones de forma oval y se refrigeró en heladera por 2 horas.

Análisis sensorial

Se seleccionaron pruebas de tipo afectivas de ordenamiento y aceptación con 30 personas elegidas al azar en el ámbito de la Facultad, hombres y mujeres de entre 20 y 65 años. Las características analizadas fueron la intensidad del sabor cítrico y la preferencia con preguntas de tipo ordenamiento y la aceptación con escala hedónica, tanto para las masitas como para los bombones. Se tomaron tres tratamientos en ambos casos, como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1: Contenido y composición de los tratamientos de masitas y bombones. Nota. Mc: Microcápsula

	Tratamientos		
	a	b	c
Contenido	Sin Mc	Mc con carga del 2%	Mc con carga del 10%
Concentración	-	1% p/p	1% p/p

Para la prueba de Intensidad los jueces debieron identificar cada tratamiento seleccionando los números 1, 2 o 3; siendo el valor 1 para el sabor de máxima intensidad. En el ensayo de preferencia se les pidió que ordenen de mayor a menor de acuerdo con el nivel de agrado. Y por último en la prueba de Aceptación debieron elegir en una escala hedónica, si volverían a comer el producto y con qué frecuencia.

El análisis estadístico para la prueba de ordenamiento por rangos se basa en el Test de

Friedman con dos colas comparando todos los tratamientos entre sí. Se calcula el valor de Chi cuadrado (χ^2) con la Ecuación 1.

$$\chi^2 = \frac{12}{nK(K + 1)} \sum_{i=1}^K R_i^2 - 3n(K + 1) \tag{1}$$

Donde n es el número de juicios realizados, K es el número de tratamientos en el experimento y R_i es la suma de los puntos totales por muestra.

RESULTADOS

Las microcápsulas húmedas obtenidas fueron de forma esférica y homogénea y de diámetro de hasta 2mm, mientras que después de secadas su diámetro disminuyó aproximadamente a un tercio del anterior (ver Figura 1).

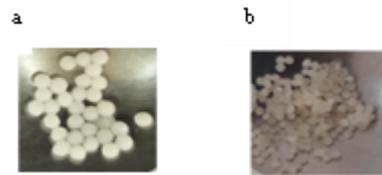


Figura 1: Microcápsulas conteniendo aceite esencial de pomelo: (a) húmedas, (b) secas

El Rendimiento del proceso de las microcápsulas con carga de aceite esencial del 2% fue de 56,8±2,46% y la Eficiencia de 98,7±1,30%; en cambio para microcápsulas con una carga de aceite del 10% el Rendimiento obtenido fue de 61,51±1,52% y la Eficiencia de 97,5±2,02%.

La liberación controlada de las microcápsulas evidenció que las microcápsulas con una carga del 10% tiene mayor tasa de liberación que con carga al 2%. Esto puede ser por la mayor carga de aceite contenido en la microcápsula que indicaría una difusión de mayores cantidades de moléculas de aceite por poro [12]. A los 30 minutos la tasa de liberación llega al 90% en ambos casos y la liberación total del aceite microencapsulado (superior al 90%) se produjo entre las 200 y 300 horas.

Las masitas y bombones elaborados a partir de las microcápsulas se pueden ver en la Figura 2.

El análisis sensorial de las masitas demostró que los jueces observaron diferencias significativas entre los tratamientos en cuanto a la intensidad del sabor cítrico, y su nivel de preferencia fue mayor para las masitas con carga de aceite esencial del 2%.



Figura 2: Masita y bombón elaborados con microcápsulas de aceite esencial de pomelo.

Por el contrario, no observaron diferencias significativas entre los tratamientos de bombones en intensidad y tampoco en preferencia. Los resultados de estas pruebas se muestran en la Tabla 2. Con respecto a la Aceptación de las masitas, el 78% de los jueces dijeron que volverían a comer siempre las masitas conteniendo microcápsulas de aceite esencial de pomelo. En cambio, la aceptación de los bombones fue menor: el 50% dijo que volverían a comer frecuentemente, mientras que el 35% sólo comerían en ocasiones bombones conteniendo microcápsulas. Los resultados obtenidos en bombones pueden deberse al alto sabor dulce y propio del chocolate blanco, lo que enmascara el sabor cítrico que aportan las microcápsulas.

Tabla 2: Resultados de las pruebas sensoriales.

Nota. I: Intensidad, P: Preferencia. *Valores de χ^2 con (k-1) grados de libertad y nivel de confianza del 95%.

	Masitas		Bombones	
	I	P	I	P
χ^2 tabla*	7,38	7,38	7,38	7,38
χ^2 obtenido	62	17,9	5	0,82

Los resultados demuestran que las microcápsulas pueden ser aplicadas en un alimento de masa neutra, como las masitas. Además, es evidente que aceite esencial se mantiene encapsulado luego de horneada la masa, ya que los jueces pueden diferenciar la intensidad del sabor cítrico entre los tratamientos.

CONCLUSIONES

Las microcápsulas obtenidas conteniendo cargas de aceite esencial de pomelo del 2% y 10% p/p tuvieron Rendimientos por encima del 55% y Eficiencias superiores al 97%. Ambas han desarrollado un perfil de liberación controlada similar, liberando al 90% en 30 minutos, aunque la tasa de liberación de las microcápsulas con carga de aceite esencial del 10% fue mayor. El análisis sensorial demostró que la aplicación de las microcápsulas es viable en un producto

horneado, identificándose las diferencias entre las intensidades de sabor cítrico de los tratamientos con distintas cargas de aceite esencial

REFERENCIAS

- [1] Jun-xia, X.; Hai-yan, Y.; Jian, Y. (2011). Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum Arabic. *Food Chemistry*, 125, 1267–1272. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.10.063>
- [2] Ribeiro, A.M., Shahgol, M., Estevinho, B.N.; Rocha, F. (2020). Microencapsulación de vitamina A mediante secado por aspersión, utilizando mezclas binarias y ternarias de goma arábiga, almidón y maltodextrina. *Hidrocoloides alimentarios*, 108, 106029. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106029>
- [3] Rhim, J. (2004). Physical and mechanical properties of water resistant sodium alginate films *LWT-Food Science and Technology*, 37, 323–330. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2003.09.008>
- [4] Avendaño-Romero, G.; López-Malo, A.; Paolu, E. (2013). Propiedades del alginato y aplicaciones en alimentos. *Temas selectos de Ingeniería de Alimentos*, 7(1), 87-96. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2003.09.008>
- [5] Mahdi, M.H.; Diryak, R.; Kontogiorgos, V.; Morris, G.A.; Smith, AM (2016). Mediciones reológicas in situ de la gelificación externa de alginato. *Hidrocoloides alimentarios*, 55, 77-80. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.11.002>
- [6] Draget, K.I.; Skjåk-Bræk, G.; Stokke, B.T. (2006). Similitudes y diferencias entre los geles de ácido algínico y los geles de alginato reticulados iónicamente. *Hidrocoloides alimentarios*, 20 (2-3), 170-175. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2004.03.009>
- [7] Chan, E.S. (2011). Preparación de perlas de alginato de calcio con alto contenido de aceite: influencia de las variables del proceso en la eficiencia de encapsulación y las propiedades de las perlas. *Polímeros de carbohidratos*, 84 (4), 1267-1275. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.01.015>

- [8] Pasukamonset, P.; Kwon, O.; Adisakwattana, S. (2016). Alginate-based encapsulation of polyphenols from *Clitoria ternatea* petal flower extract enhances stability and biological activity under simulated gastrointestinal conditions. *Food Hydrocolloids*, 61, 772-779. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.06.039>
- [9] Cáceres, L. M.; Velasco, G. A.; Dagnino, E. P.; Chamorro, E. R. (2020). MICROENCAPSULATION of grapefruit oil with sodium alginate by gelation and ionic extrusion: Optimization and modeling of crosslinking and study of controlled release kinetics. <http://hdl.handle.net/20.500.12272/4976>
- [10] Berlanga, V., Rubio Hurtado, M. J. (2012). Clasificación de pruebas no paramétricas. Cómo aplicarlas en SPSS. REIRE. *Revista d'Innovació i Recerca en Educació*, 2012, vol. 5, num. 2, p. 101-113.
- [11] Manfugás, J. E. (2020). Evaluación sensorial de los alimentos. Editorial Universitaria (Cuba).
- [12] Banerjee, S., Chattopadhyay, P., Ghosh, A., Goyary, D., Karmakar, S., and Veer, V. (2013). Influence of process variables on essential oil microcapsule properties by carbohydrate polymer-protein blends. *Carbohydrate polymers*, 93(2), 691-697. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.028>