

Microencapsulación de aceite de nuez pecan

Castagnini, Juan M.; Rasia, Mercedes C.; Benitez Lucas O.; Capodoglio, Daniel; Pereyra Florencia; Urroz Beltramelli Karla; Gerard, Jorge A.

Autores: Facultad de Ciencias de la Alimentación. Universidad Nacional de Entre Ríos. Mons. Tavella 1450. Concordia, Entre Ríos, Argentina.

Contacto: juan.castagnini@uner.edu.ar

ARK: <http://id.caicyt.gov.ar/ark://suc53rt4t>

Resumen

En el presente proyecto de investigación se estudió la microencapsulación de aceite de nuez pecán para obtener un producto que permita incorporar el aceite en una amplia gama de formulaciones de alimentos procesados. La encapsulación se realizó mediante secado por atomización, como material de pared se utilizó maltodextrina, almidón modificado y proteína de suero lácteo. Mediante un ensayo de mezcla se realizó una optimización de la formulación de la emulsión en función de la viscosidad y el tamaño de las partículas. Además, se estudió el proceso de secado por atomización en función del ratio aceite:matriz encapsulante, el rendimiento del proceso, la humedad y actividad de agua de las microcápsulas y la eficiencias de encapsulación. Los resultados de estabilidad oxidativa indicaron que la mejor formulación para proteger el aceite de nuez pecán fue la preparada con 33% de almidón modificado, 33% de maltodextrina y 33% de proteína de suero lácteo y un ratio aceite:matriz 1:2.

Palabras clave: microencapsulación, estabilidad de emulsiones, aceite de nuez pecán

Objetivos propuestos y cumplidos

Objetivo general:

Estudiar la estabilidad de emulsiones aceite en agua, formuladas con aceite de nuez pecán, para microencapsular este aceite para su posterior utilización en el desarrollo de nuevas formulaciones alimenticias.

Objetivos específicos:

- Formular emulsiones aceite en agua utilizando aceite de nuez pecan como fase lipídica y como material de pared, WPC 80, almidón modificado y maltodextrina.
- Comparar el efecto del procedimiento de emulsificación con ultraturrax y con sonificador sobre la estabilidad de la emulsión.
- Estudiar el efecto de la presión de homogeneización sobre la estabilidad de la emulsión.

- Obtener microcápsulas de aceite de nuez pecán mediante secado por atomización.
- Estudiar la estabilidad del aceite en el proceso de emulsificación y en el secado

Todos los objetivos planteados en el presente proyecto de investigación se cumplieron según lo estipulado.

Marco teórico y metodológico, a modo de síntesis:

La nuez pecan ha sido calificada como un alimento funcional Premium y es uno de los 20 productos con mayor capacidad antioxidante. Entre sus propiedades conocidas se puede ver que ayuda a mejorar y reducir el colesterol: más del 90% del contenido oleico en la nuez pecan está compuesto por aceites insaturados. Esto implica que su consumo aumenta el colesterol bueno (HDL) y disminuye los niveles de colesterol malo (LDL). La nuez pecan está recomendado por la Asociación Cardíaca Americana como una fuente deseada de grasas insaturadas para mantener la salud cardíaca. El aceite de nuez pecán tiene una composición muy interesante, ya que está compuesto por ácidos grasos mono y poli insaturados, fitoesteroles, tocoferoles y otros micronutrientes importantes como las vitaminas (Panozzo, 2017). Sin embargo, la incorporación de este aceite en alimentos procesados es limitada debido a su excesiva susceptibilidad a la oxidación y a la baja solubilidad (Shamaei et al., 2017). Una forma de superar este problema es por medio de la tecnología de microencapsulación.

La microencapsulación es un proceso fisicoquímico o mecánico para entrapar una sustancia en un material a fin de producir partículas con diámetros en el rango de los nanómetros a los milímetros. Este proceso permite la protección de un gran número de materiales bioactivos de interés para la industria de alimentos (Borgogna et al., 2010). Además tiene muchas ventajas tales como la liberación controlada de los componentes encapsulados, mejora la estabilidad y prolonga la vida útil durante el período de almacenamiento (Zhou et al., 2017).

Para encapsular el aceite de nuez es necesario, en primer lugar, formar emulsiones estables en el tiempo con los compuestos de la matriz encapsulante. En esta operación existen muchas variables a tener en cuenta: método de emulsificación, ratio matriz encapsulante-material de pared, el material de pared utilizado, el método de secado, entre otras. La estabilización de las gotas en una emulsión se logra generalmente por la adición de surfactantes o emulsificadores, los cuales actúan por disminución de la tensión interfacial, aumentando el impedimento estérico y/o mediante repulsión electrostática entre las gotas.

La elección del material de cobertura es crítica, ya que intervienen en las propiedades de la emulsión como el tamaño de partículas y las propiedades de flujo. Para estabilizar emulsiones en la industria de alimentos se utilizan proteínas, como las proteínas del suero de leche, caseinatos y gelatina, y carbohidratos, entre los que se incluyen almidones modificados y maltodextrinas, gomas y derivados de celulosa (Gómez-Cruz and Jiménez-Murgia, 2014). Entre los estudios que se han realizado sobre microencapsulación de aceite de nuez los compuestos utilizados como matriz encapsulante fueron leche en polvo descremada, maltodextrina, derivados de celulosa, goma arábiga, gelatina, aislado de proteínas de soja (Martínez et al., 2015; Luna-Guevara et al., 2017; Shamaei et al., 2017; Zhou et al., 2017)

A la hora de formular las microcápsulas también es necesario tener en cuenta el método final de estabilización. Entre los más utilizados en la industria de alimentos está el secado por atomización (secado “spray”). Las propiedades de la emulsión tales como la viscosidad de la emulsión y la distribución del tamaño de partícula tienen efectos físicos significativos en el proceso de secado (Gómez-Cruz and Jiménez-Murgia, 2014) y por lo tanto habrá que definir el porcentaje de sólidos y la relación aceite:matriz encapsulante para lograr la máxima eficiencia de encapsulación.

Síntesis de resultados y conclusiones

1. Formulación de emulsiones

En la Figura 1 se presenta el gráfico de curvas de nivel para la variable respuesta D_{43} . Los tamaños de partícula crecen desde los verdes claros hacia los verdes oscuros. No fue posible obtener emulsiones con un 100% de maltodextrina debido a que no posee las propiedades emulsificantes necesarias para estabilizar las emulsiones. Se puede apreciar que hay una amplia zona donde se obtienen tamaños de partículas pequeños, en el caso de la emulsificación con ultraturrax se puede apreciar una zona entorno a 50% de maltodextrina-almidón y 75-25% almidón-maltodextrina que posee un mayor tamaño de las gotas.

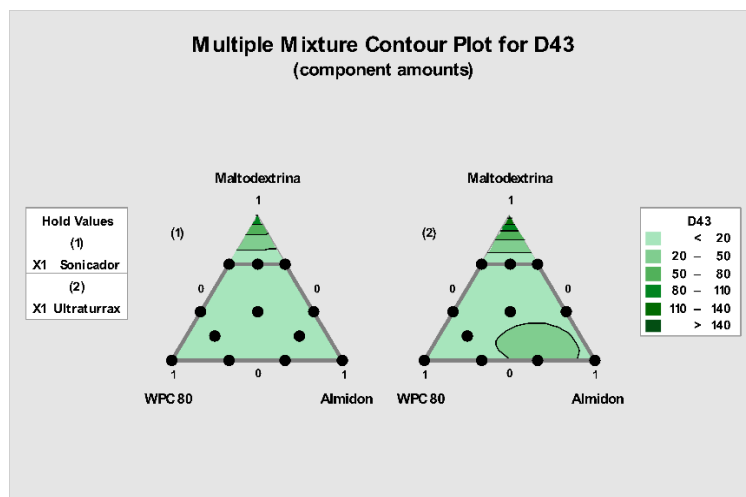


Figura 1: Curvas de nivel para la variable respuesta D_{43} para la emulsificación realizada con sonicador (1) y ultraturrax (2).

En la Figura 2 se presenta el gráfico de curvas de nivel para la variable respuesta D_{32} . Al igual que en el caso anterior el tamaño de las partículas aumenta desde los colores verdes claros a los verdes oscuros. A partir de las curvas de nivel se puede observar que prácticamente todas las emulsiones obtenidas tienen tamaños de partícula semejantes.

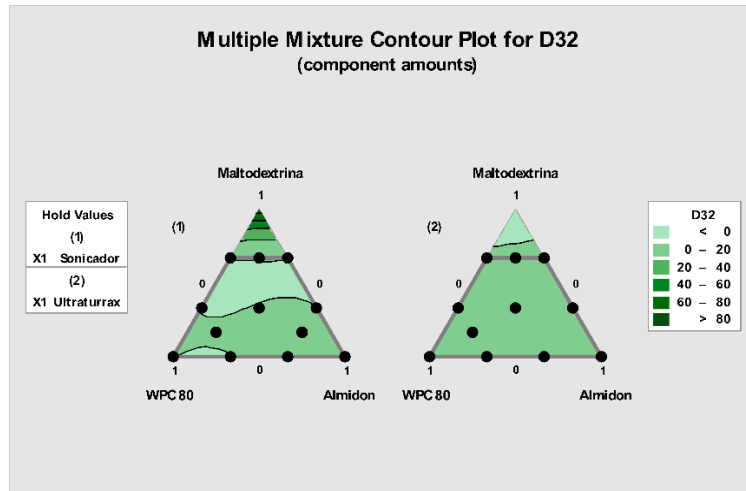


Figura 2: Curvas de nivel para la variable respuesta D_{32} para la emulsificación realizada con sonicador (1) y ultraturrax (2).

En la Figura 3 se presentan los gráficos de contorno para la variable respuesta viscosidad. En este caso, colores verdes claros indican menor viscosidad. El modelo obtenido ubica a todas las emulsiones obtenidas en un mismo nivel de viscosidad.

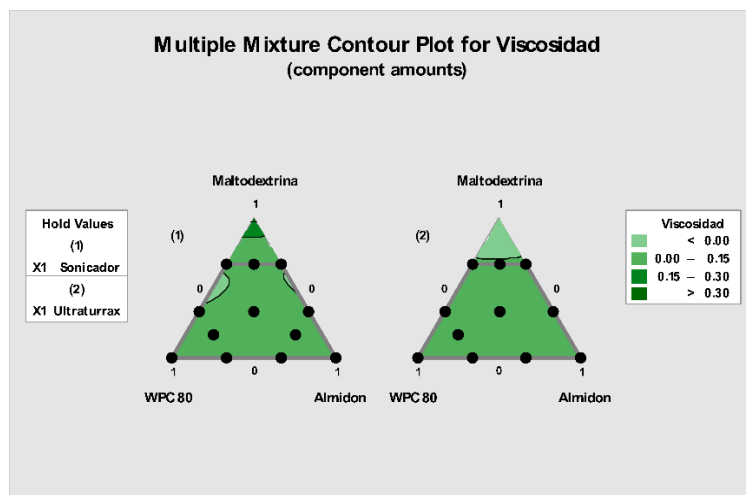


Figura 3: Curvas de nivel para la variable respuesta viscosidad para la emulsificación realizada con sonicador (1) y ultraturrax (2).

Teniendo en cuenta que las superficies de respuesta obtenidas ubican a las emulsiones en zonas de tamaño y viscosidad similares, se decide seleccionar 3 formulaciones para continuar el proceso de secado considerando la posibilidad de contar con mezclas binarias y ternarias y además, teniendo en cuenta los resultados de estabilidad obtenidos mediante turbiscan y los de propiedades reológicas obtenidas con reómetro rotacional que se presentan a continuación.

Las emulsiones seleccionadas para continuar con el secado por aspersión son las siguientes:

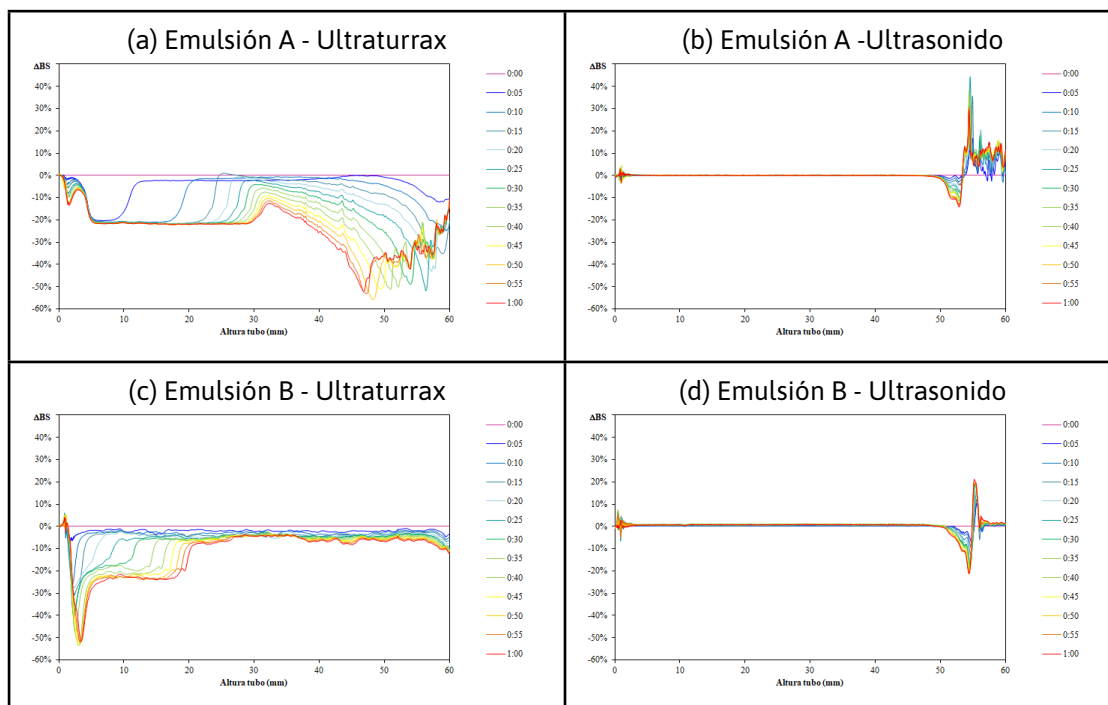
- Emulsión A: 67% AM, 33% MD
- Emulsión B: 67% AM, 33% WPC 80
- Emulsión C: 33% AMA, 33% MD, 33% WPC 80.

2. Estabilidad óptica de las emulsiones

En la Figura 4 se presentan los perfiles de retrodispersión de luz para las emulsiones seleccionadas (Emulsión A, Emulsión B y Emulsión C) elaboradas con ultraturrax y con sonicador. En general, las emulsiones elaboradas con el ultraturrax formaron espuma en la superficie y presentaron baja estabilidad en el tiempo estudiado. Las correspondientes emulsiones elaboradas con el sonicador se mostraron estables durante el tiempo de medición.

La estabilidad de una emulsión aceite-en-agua depende del tamaño de las gotas formadas y está influenciada por el tipo de tecnología de homogeneización utilizada. El efecto de la energía mecánica y la cavitación en el tamaño de las gotas es aparente. En los perfiles ópticos obtenidos de las emulsiones (Figura 4) se puede observar que el uso del ultraturrax genera emulsiones más inestables que las correspondientes elaboradas con ultrasonidos. En las tres emulsiones seleccionadas y formadas usando ultraturrax se observa el fenómeno de cremado que induce a la separación de las fases. Además, se puede observar la generación de espuma en la parte superior del tubo, debido a la gran incorporación de aire por parte de este método.

El uso de energía mecánica en las emulsiones con ultraturrax genera gotas más grandes que con ultrasonidos, bajo las mismas condiciones de emulsificación. El efecto positivo de los ultrasonidos como método de homogeneización puede ser atribuido al efecto de la cavitación, que comprime y expande la estructura molecular del medio a través del cual pasa. Adicionalmente como las burbujas crecen rápidamente y colapsan, se producen niveles extremos de turbulencia localizada y altas fuerzas de cizalla, que implosionan a alta velocidad y causan la ruptura de las gotas de la fase líquida inmisible. Así la emulsión es formada con tamaños de gotas más pequeños.



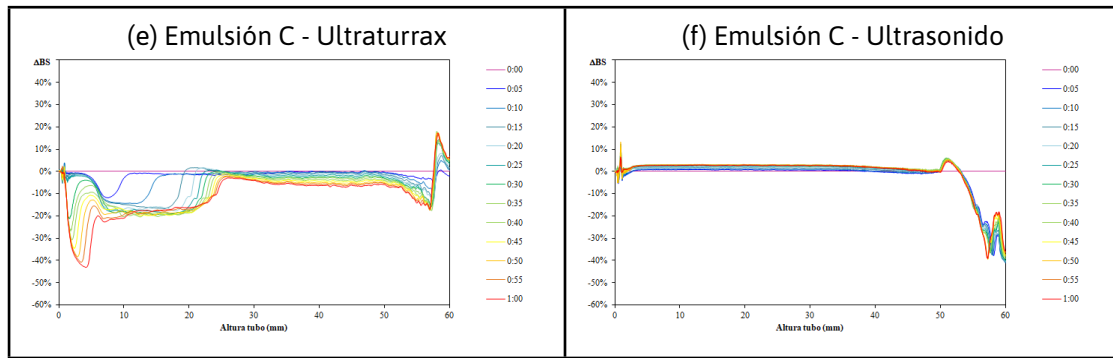


Figura 4. Representaciones de *backscattering* para las emulsiones seleccionadas A, B y C.

3. Obtención de microcápsulas

Teniendo en cuenta las emulsiones seleccionadas en la actividad 1 (Emulsión A: 67% AM, 33% MD; Emulsión B: 67% AM, 33% WPC 80; Emulsión C: 33% AM, 33% MD, 33% WPC 80) se seleccionaron dos ratios aceite:matriz, 1:1 y 1:2. Se realizó la caracterización reológica y del tamaño de las partículas de estas emulsiones (Tabla 3) y se secaron con un secador por atomización de laboratorio (Mini Spray Dryer B-290, Büchi, Suiza) utilizando las siguientes condiciones: temperatura de entrada del aire de secado 150°C, caudal de aire 536 L/h, caudal de alimentación 21 mL/min, aspiración 35 m³/h.

Como se puede observar en la Tabla 1, se encontraron diferencias estadísticamente significativas en cuanto a la viscosidad de las emulsiones. Se observó una viscosidad mayor en los casos que la formulación contenía WPC. En términos del índice de consistencia (*n*), se puede observar que las emulsiones A, tienen un comportamiento cercano a un fluido newtoniano, en tanto que las emulsiones B y C tienen un comportamiento marcadamente pseudoplástico. Por último, considerando que los parámetros del $D_{4,3}$ y $D_{3,2}$ coinciden en el caso de emulsiones monodispersas, pero son notablemente diferentes en emulsiones polidispersas (McClements, 2015). Si calculamos la diferencia aritmética entre ambos parámetros podemos observar que las emulsiones A presentaron la menor polidispersidad, en tanto que en las B (1:2), C (1:1) y C (1:2) se observó una polidispersidad intermedia; siendo la emulsión B (1:1) la más polidispersa de todas.

Tabla 1. Características de las emulsiones para el secado spray.

Emul.	Matriz	Ratio Aceite:Matriz	Viscosidad (Pa.s)	<i>n</i>	$D_{4,3}$ (μm)	$D_{3,2}$ (μm)
A	AM-MD	1.1	0,03 ± 0,00 ^a	0,99 ± 0,01 ^a	1,15 ± 0,26 ^a	0,23 ± 0,01 ^a
A	AM-MD	1.2	0,05 ± 0,00 ^a	0,98 ± 0,02 ^a	0,70 ± 0,04 ^a	0,29 ± 0,01 ^a
B	AM-WPC	1.1	6,58 ± 1,40 ^b	0,39 ± 0,03 ^b	23,54 ± 0,53 ^b	8,50 ± 0,49 ^b
B	AM-WPC	1.2	1,38 ± 0,08 ^c	0,62 ± 0,01 ^c	8,99 ± 0,09 ^c	4,86 ± 0,08 ^c
C	AM-MD-WPC	1.1	5,11 ± 0,59 ^d	0,37 ± 0,01 ^b	12,09 ± 0,60 ^d	5,79 ± 0,30 ^d
C	AM-MD-WPC	1.2	2,33 ± 0,20 ^c	0,52 ± 0,01 ^d	13,29 ± 0,48 ^e	7,09 ± 0,68 ^e

Los resultados del secado por atomización y la obtención de las microcápsulas des-

hidratadas se presentan en la Tabla 2. Como se puede observar el rendimiento del proceso de secado fue de entre un 20 y un 36% y no se encontraron diferencias estadísticamente significativas para las distintas emulsiones secadas. En términos de actividad de agua y humedad, los valores obtenidos fueron similares, destacándose sólo el caso de la emulsión A con un ratio 1:2, la cual tuvo una humedad final mayor a las demás. Tanto el rendimiento, como la humedad y actividad de agua son parámetros que dependen mayoritariamente de las condiciones de secado y en menor medida de la composición de las emulsiones. En cambio, desde el punto de vista de la eficiencia de encapsulación se observaron diferencias estadísticamente significativas entre las emulsiones A, B y C. La mayor eficiencia de encapsulación se obtuvo para las microcápsulas preparadas con 67% de almidón modificado y 23% de maltodextrina.

Tabla 2. Características de las microcápsulas obtenidas por secado spray.

Emul.	Matriz	Ratio Aceite:Matriz	Rendimiento %	Humedad %	Actividad de agua	Eficiencia de encapsulación %
A	AM-MD	1:1	36,67 ± 4,14 ^a	3,60 ± 0,01 ^a	0,26 ± 0,08 ^a	87,46 ± 3,15 ^a
A	AM-MD	1:2	33,80 ± 7,77 ^a	5,26 ± 0,31 ^b	0,26 ± 0,00 ^a	95,49 ± 1,90 ^a
B	AM-WPC	1:1	23,87 ± 6,31 ^a	3,44 ± 0,16 ^a	0,26 ± 0,04 ^a	17,06 ± 2,53 ^b
B	AM-WPC	1:2	32,93 ± 1,71 ^a	4,22 ± 0,38 ^a	0,21 ± 0,04 ^a	28,87 ± 0,51 ^c
C	AM-MD-WPC	1:1	20,78 ± 1,81 ^a	3,23 ± 0,13 ^a	0,29 ± 0,19 ^a	18,25 ± 3,16 ^b
C	AM-MD-WPC	1:2	31,70 ± 2,27 ^a	3,81 ± 0,01 ^a	0,17 ± 0,03 ^a	25,26 ± 3,53 ^b

4. Estabilidad y vida útil

En la Figura 5 se presenta el tiempo de inducción para las microcápsulas de aceite de nuez pecán obtenidas por secado por atomización. Se puede observar que las microcápsulas formuladas con AM-MD presentaron los menores tiempos de inducción (2,4 h para 1:1 y 2,6 h para 1:2), y no se observaron diferencias estadísticamente significativas para los distintos ratios estudiados. Las microcápsulas formuladas con la emulsión C (1:2), que combina los 3 componentes como matriz encapsulante (AM-MD-WPC), presentó la mayor estabilidad a la oxidación (78,6 h).

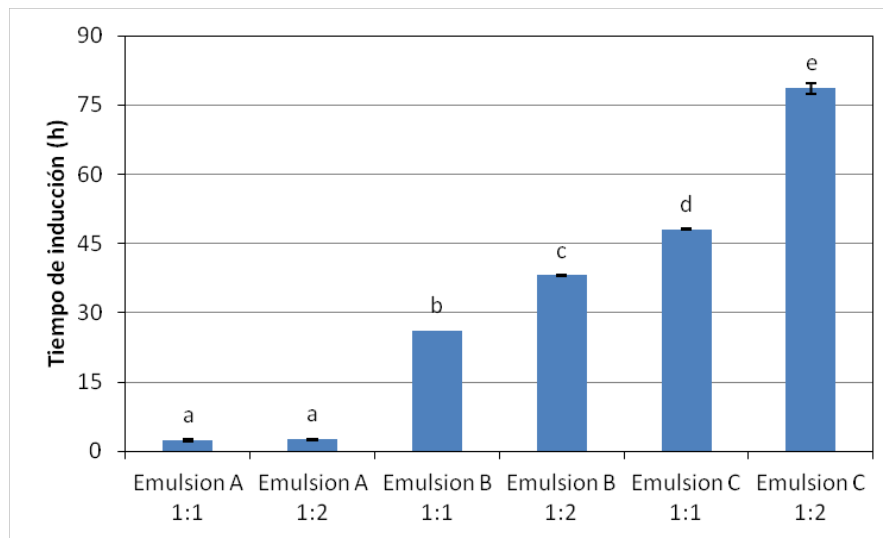


Figura 5. Tiempo de inducción de las microcápsulas de aceite de nuez pecán.

Mediante el presente proyecto de investigación fue posible obtener aceite de nuez pecán microencapsulado que puede ser utilizado en la formulación de nuevos alimentos. De esta manera sería posible valorizar el aceite de nuez pecán y aprovechar su contenido en ácidos grasos poliinsaturados para desarrollar alimentos funcionales.

Por otro lado, el proyecto de investigación permitió fortalecer la línea de investigación de microencapsulación y desarrollo de alimentos funcionales del Laboratorio de Fisicoquímica, la formación de recursos humanos mediante las becas de formación de la Facultad y la de Estímulo a las Vocaciones Científicas del CIN. Por último cabe destacar que dos integrantes han conseguido su título de doctor en temáticas relacionadas con el presente proyecto de investigación.

Se encuentran en proceso de escritura los artículos científicos derivados del presente proyecto de investigación y serán publicados a la brevedad.

Indicadores de producción

Publicaciones

Castagnini, J. M., Tappi, S., Tylewicz, U., Romani, S., Rocculi, P., & Dalla Rosa, M. (2021). Sustainable Development of Apple Snack Formulated with Blueberry Juice and Trehalose. *Sustainability*, 13(16), 9204. <https://doi.org/10.3390/su13169204>

Iaccheri, E., Castagnini, J. M., Dalla Rosa, M., & Rocculi, P. (2021). New insights into the glass transition of dried fruits and vegetables and the effect of pulsed electric field treatment. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 67(July 2020), 102566. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2020.102566>

Mannozi, C., Glicerina, V., Tylewicz, U., Castagnini, J. M., Canali, G., Rosa, M. D., & Romani, S. (2021). Influence of Two Different Coating Application Methods on the Maintenance of the Nutritional Quality of Fresh-Cut Melon during Storage. *Applied Sciences*, 11(18), 8510. <https://doi.org/10.3390/app11188510>

Castagnini, J. M., Iaccheri, E., Tylewicz, U., Dalla Rosa, M., & Rocculi, P. (2020). Pulsed electric fields effect on mechanical and sorption properties of dried apple tissue. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 102442. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2020.102442>

- Benitez, L. O., Castagnini, J. M., Añón, M. C., & Salgado, P. R. (2020). Development of oil-in-water emulsions based on rice bran oil and soybean meal as the basis of food products able to be included in ketogenic diets. *LWT*, 108809. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108809>
- Sandoval, V., Femenias, A., Martínez-Garza, Ú., Sanz-Lamora, H., Castagnini, J. M., Quifer-Rada, P., Relat, J. (2019). Lyophilized Maqui (*Aristotelia chilensis*) Berry Induces Browning in the Subcutaneous White Adipose Tissue and Ameliorates the Insulin Resistance in High Fat Diet-Induced Obese Mice. *Antioxidants*, 8(9), 360. <https://doi.org/10.3390/antiox8090360>
- Tylewicz, U., Mannozi, C., Romani, S., Castagnini, J. M., Samborska, K., Rocculi, P., & Dalla Rosa, M. (2019). Chemical and physicochemical properties of semi-dried organic strawberries enriched with bilberry juice-based solution. *LWT - Food Science and Technology*, 114(February), 108377. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108377>
- Zapata, L. M., Castagnini, J. M., Quinteros, C. F., & Veuthey, M. J. (2019). Drying kinetics modeling of apple and zucchini slices vacuum impregnated with anthocyanins. *Ciência Rural*, 49(10). <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20180839>
- Zampedri, C. A., Zampedri, P. A., Scattolaro, O., Zapata, L. M., & Castagnini, J. M. (2018). Evaluación de la biodisponibilidad in vitro de compuestos bioactivos de arándanos. *Ciencia, Docencia y Tecnología*, 29(Vol29No57), 285–295. <https://doi.org/10.33255/2957/320>

Presentaciones a congresos internacionales

- Castagnini, J. M., Spataro F., Romani, S., Dalla Rosa M., Tappi S., Rocculi P., Tylewicz U.. Concentration and microencapsulation of phycocyanin extract from spirulina platensis. *Presentación oral ISEKI-FOOD 2021 (23-25 de junio – Online)*.

Bibliografía

- Atanasov, A. G., Sabharanjak, S. M., Zengin, G., Mollica, A., Szostak, A., Simirgiotis, M., Mocan, A. (2018). Pecan nuts: A review of reported bioactivities and health effects. *Trends in Food Science and Technology*, 71, 246–257.
- Borgogna, M., Bellich, B., Zorzin, L., Lapasin, R., & Cesaro, A. (2010). Food microencapsulation of bioactive compounds: Rheological and thermal characterisation of non-conventional gelling system. *Food Chemistry*, 122(2), 416–423.
- Gómez-Cruz, N. I., & Jiménez-Murgia, M. T. (2014). Metodos de secado de emulsiones en alimentarias. *Temas Selectos de Ingeniería En Alimentos*, 8, 23–33.
- Luna-Guevara, J. J., Ochoa-Velasco, C. E., Hernández-Carranza, P., & Guerrero-Beltrán, J. A. (2017). Microencapsulation of walnut, peanut and pecan oils by spray drying. *Food Structure*, 12, 26–32.
- Martínez, M. L., Curti, M. I., Rocchia, P., Llabot, J. M., Penci, M. C., Bodoira, R. M., & Ribotta, P. D. (2015). Oxidative stability of walnut (*Juglans regia* L.) and chia (*Salvia hispanica* L.) oils microencapsulated by spray drying. *Powder Technology*, 270, 271–277.
- McClements, D. J. (2015). *Food Emulsions* (D. J. McClements (ed.); 3rd ed.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/b18868>
- Oleinizak, M. (2018). La reina de las frutas secas pide su lugar. *Revista x más*, 42, 9-23.

- Panozzo, M. (2017). Aceite de nuez pecán. Una alternativa prometedora. Instituto Nacional de Tecnología Agropecuaria. Informe disponible online. <https://inta.gob.ar/documentos>
- Shamaei, S., Seiedlou, S. S., Aghbashlo, M., Tsotsas, E., & Kharaghani, A. (2017). Microencapsulation of walnut oil by spray drying: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 39, 101-112.
- Zhou, D., Pan, Y., Ye, J., Jia, J., Ma, J., & Ge, F. (2017). Preparation of walnut oil microcapsules employing soybean protein isolate and maltodextrin with enhanced oxidation stability of walnut oil. *LWT - Food Science and Technology*, 83, 292-297.

PID 8102 Denominación del Proyecto
Microencapsulación de aceite de nuez pecan

Director
Juan Manuel Castagnini

Codirectora
Mercedes Carolina Rasia

Unidad de Ejecución
Universidad Nacional de Entre Ríos

Dependencia
Facultad de Ciencias de la Alimentación

Cátedra/s, área o disciplina científica
Ciencia y Tecnología de alimentos

Contacto
juan.castagnini@uner.edu.ar, jmcastagnini@gmail.com

Integrantes del proyecto
Integrantes internos: Benitez, Lucas Osvaldo; Capodoglio, Daniel; Gerard, Jorge Amado. Pereyra Florencia (Becaria de Investigación); Urroz Beltramelli Karla (Becaria CIN)

Fechas de iniciación y de finalización efectivas
03/10/2018 y 24/08/2021
Aprobación del Informe Final por Resolución C.S. N° 045/23 (23/03/2023)