

## DESARROLLO DE EMULSIONES CON ACEITE ESENCIAL DE NARANJA FORMULADAS CON DIFERENTES BIOPOLÍMEROS

Torres-Álvarez C.<sup>\*a,\*</sup>, Báez-González J.G.<sup>a</sup>, Amaya Guerra C.A.<sup>a</sup> Núñez-González A.<sup>a</sup>, Alanís Guzmán M.G.<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Biológicas, Departamento de Alimentos, Av. Universidad s/n, San Nicolás de los Garza, C.P. 66451. Nuevo León, México. \* cta\_83@hotmail.com

### RESUMEN

Recientemente se ha presentado un gran interés en la industria alimenticia y en la medicina preventiva por la búsqueda de antioxidantes naturales, principalmente obtenidos de extractos vegetales; actualmente se considera un antioxidante natural el aceite esencial de naranja, sin embargo, a la vez es muy inestable a ciertos factores ambientales como luz, oxígeno, humedad, pH, etc.; una manera de proteger la degradación es por medio de una emulsión. El propósito de este estudio fue desarrollar emulsiones de aceite esencial de naranja utilizando  $\beta$ -ciclodextrina, concentrado de proteína de suero y goma xantana. Las combinaciones de los biopolímeros fue de 0, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25, 0.3, 0.4, 0.5, 0.8, 0.85, 0.9, 1 %, realizándose 10 fórmulas de emulsiones (identificadas como 1 a 10). El análisis de tamaño de partícula nos proporcionó un diámetro promedio superficial [ $D_{3,2}$ ] y diámetro promedio volumétrico [ $D_{4,3}$ ] de 1.6 y 2  $\mu\text{m}$  respectivamente. Se obtuvo la tasa de coalescencia de las emulsiones de  $1.35 \times 10^{-8}$  a  $9.13 \times 10^{-9}$ , en las emulsiones 1, 2, 6, 7, 8 y 9. Siendo estables solo 6 fórmulas y presentarse 4 inestables, de las cuales presentaron índices de cremado entre 15-40 %. Este estudio mostró que  $\beta$ CD, WPC, y XG son factibles para el uso como materiales de pared en las formulaciones de emulsiones para el aceite esencial de naranja.

### ABSTRACT

Recently there has been a great interest in the food industry and in preventive medicine for the search for natural antioxidants, mainly from vegetable extracts; now it considered a natural antioxidant orange essential oil, however, while very unstable to certain environmental factors such as light, oxygen, moisture, pH, etc.; a way to protect degradation is via an emulsion. The purpose of this study was to develop emulsions orange essential oil using  $\beta$ -cyclodextrin, whey protein concentrate and xanthan gum. Combinations of biopolymers was 0, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25, 0.3, 0.4, 0.5, 0.8, 0.85, 0.9, 1 %, 10 emulsions were developed (identified as 1 to 10). The particle size analysis provided a mean surface average diameter [ $D_{3,2}$ ] and volumetric diameter [ $D_{4,3}$ ] 1.6 and 2  $\mu\text{m}$  respectively. The rate of coalescence of the emulsions  $1.35 \times 10^{-8}$  to  $9.13 \times 10^{-9}$ , in the emulsions was obtained 1, 2, 6, 7, 8 and 9. Being only 6 formulas stable and unstable presented 4, which presented indices of cremated between 15-40%. This study showed that  $\beta$ CD, WPC, and XG are feasible for use as wall materials in emulsion formulations for orange essential oil.

### Palabras clave

Emulsiones, biopolímeros, aceite esencial de naranja

### Keyword

Emulsions, biopolymers, orange essential oil

### Área Otros

## INTRODUCCIÓN

Recientemente se ha presentado un gran interés en la industria alimenticia y en la medicina preventiva por la búsqueda de antioxidantes naturales, principalmente obtenidos de extractos vegetales; actualmente se considera un antioxidante natural el aceite esencial de naranja (Vargas *et al.*, 1998) sin embargo, a la vez es muy inestable a ciertos factores ambientales como luz, oxígeno, humedad, pH, etc. (Donsi *et al.*, 2011). Por esta razón, se están utilizando nuevas técnicas de protección de estos compuestos activos como la microencapsulación (Donsi *et al.*, 2011). Debido a que el aceite esencial de naranja y en general los aceites esenciales son muy inestables y se degradan muy fácilmente, una manera de proteger la degradación es por medio de una emulsión; que se utilizan cada vez más para maximizar las propiedades nutricionales de los alimentos, mientras que los nuevos ingredientes con propiedades funcionales contribuyen a la mejora de la salud (Viuda-Martos *et al.*, 2008).

Una emulsión consiste en dos líquidos inmiscibles (usualmente aceite y agua), en la cual uno de los líquidos dispersos, es una pequeña gota esférica dentro del otro, así como también utilizando la microencapsulación (Velázquez, 2008). Las emulsiones pueden ser de dos tipos: una en la cual las gotas (fase dispersa) son de agua o solución acuosa y la fase en donde están inmersas las gotas (fase continua) es aceite, el otro tipo de emulsión es la inversa; gotas de aceite en una fase continua acuosa. El tamaño del diámetro de las gotas esféricas en el producto emulsificado alimenticio puede variar entre el rango de 0.1 a 100  $\mu\text{m}$  (Alfaro, 2012). Sin embargo, las combinaciones y cantidades de diferentes materiales de pared, el material a encapsular entre otros factores pueden influir en la estabilidad de las emulsiones. El proceso de ruptura de las emulsiones puede ocurrir mediante cuatro mecanismos de inestabilidad diferentes: (1) “*creaming*” o sedimentación, (2) floculación, (3) coalescencia, (4) engrosamiento de gotas (Aranberri *et al.*, 2006).

El objetivo de esta investigación fue la elaboración de emulsiones con aceite esencial de naranja formulada con diferentes biopolímeros.

### **MATERIALES Y MÉTODOS**

El aceite esencial de naranja (*Citrus sinensis*) (AN) utilizado en esta investigación fue proporcionado por Frutech S.A. (Nuevo León, México), obtenidos por extracción en prensado en frío.  $\beta$ - ciclodextrina ( $\beta$ CD) fue proporcionada por Wacker Mexicana S. A. de C. V (México), goma xantana (XG) y concentrado de proteína de suero (WPC, por sus siglas en inglés) fueron adquiridos comercialmente.

#### **Preparación de Emulsiones**

Se hidrataron los materiales de pared utilizados para las formulaciones de emulsiones, los cuales fueron  $\beta$ CD, XG, WPC. Se pesaron entre 3 y 3.5 g de cada uno, mezclándose en agua destilada a temperatura de 55-60°C por agitación magnética, en caso de la goma xantana se agitación durante 2 h en una propela a 25°C. Se realizó la medición de porcentaje de sólidos totales mediante un refractómetro Abbemat 300, el resultado nos permite conocer la concentración exacta de cada material de pared a utilizar.

Se formularon diferentes emulsiones con una fracción volumétrica de aceite o fase oleosa ( $\phi$ ) de 0.1 como fase dispersa, conteniendo en la fase acuosa WPC,  $\beta$ CD y XG en diferentes porcentajes como lo muestra la **Tabla I**.

**Tabla I.-** Formulaciones de emulsiones en porcentaje;  $\beta$ CD, WPC, XG.

Formula	$\beta$ CD	WPC	XG	Agua
1	0.5	0.5	0.3	56.3
2	0.8	0.2	0.3	56.7
3	0.25	0.25	0.15	67.24
4	0.4	0.1	0.15	67.24
5	1	0	0.3	49
6	0	1	0.3	54.46
7	0.5	0.5	0	59.67
8	0.85	0.15	0.3	50.98
9	0.9	0.1	0.3	50.77
10	0.5	0.5	0.5	52.21

Se mezcló WPC y  $\beta$ CD, utilizando un homogeneizador IKA T50 Ultra Turrax a 7000 rpm durante 5 min. Posteriormente, se adicionó la fase oleosa, la cual fue el AN adicionando lentamente y finalizando se aumentó a 10000 rpm por 5 min. Por último, se agregó la cantidad de XG manteniendo a 10000 rpm por 5 min adicionales.

### Caracterización de las emulsiones

#### *Análisis de tamaño de partícula*

La distribución de tamaño de partícula de las emulsiones como son el diámetro promedio superficial [ $D_{3,2}$ ] y diámetro promedio volumétrico [ $D_{4,3}$ ], se determinaron con el equipo Malvern Mastersizer 3000.

#### Estabilidad de las emulsiones

La tasa de coalescencia, se calculó a partir de la variación del tamaño de partícula de la emulsión, con respecto al tiempo (30 días) a través de la siguiente ecuación:

$$\frac{N_t}{N_0} = \left[ \frac{(d_{30})_{t=0}}{(d_{30})_{t=1}} \right]^3$$

Donde  $N_t$  es el número de glóbulos con respecto al tiempo (t),  $N_0$  es el número de glóbulos al tiempo cero. Al graficar  $\ln\left(\frac{N_t}{N_0}\right)$  *ln versus*, el tiempo de almacenamiento en segundos (t) para cada emulsión, se describe por Mahdi *et al.*, 2007

#### *Índice de cremado*

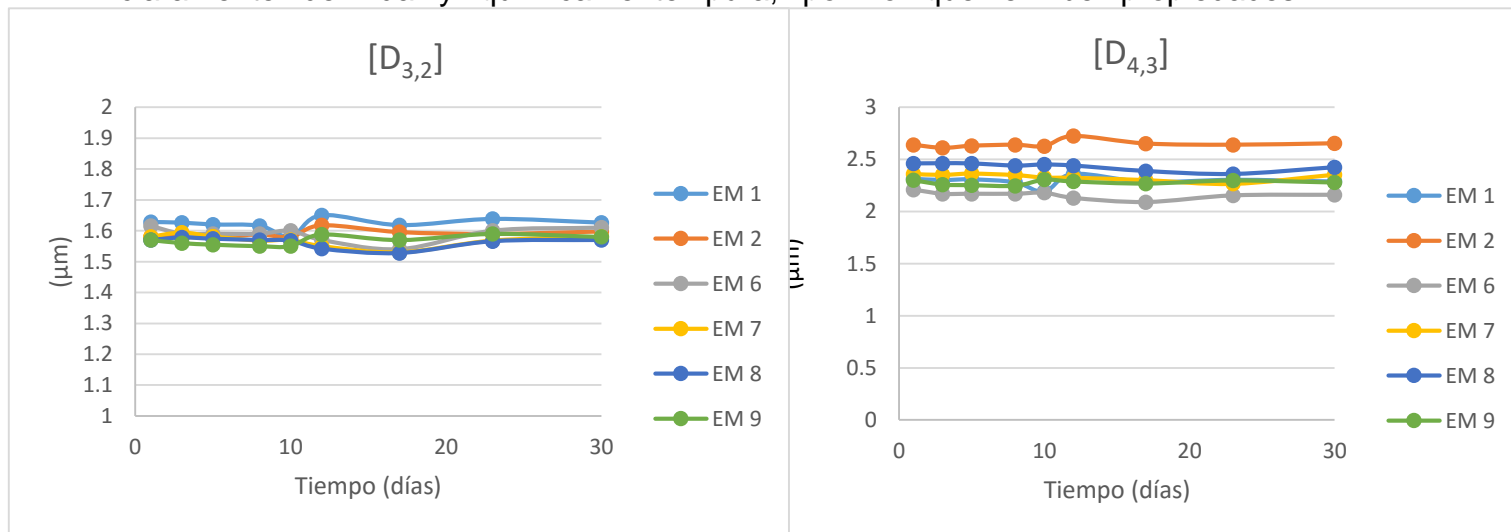
Se determinó por la medición de la altura de la capa opaca ( $H_1$ ) y altura total ( $H_3$ ). En un tubo de plástico (15mm de diámetro interno y 125mm de altura) se colocaron 10 g de cada emulsión y fueron almacenadas a temperatura ambiente durante 30

días, según Charoen *et al.*, 2010. Al término del tiempo de almacenamiento, se realizó el cálculo con la siguiente ecuación:

$$\text{Índice de cremado} = 100 \times (H_1/H_3).$$

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se desarrollaron 10 formulaciones de emulsiones, a diferentes concentraciones con diferentes matrices biopoliméricas. En la Figura 1 y 2, se observa el comportamiento de las emulsiones durante 30 días en el diámetro promedio superficial  $[D_{3,2}]$  y diámetro promedio volumetrico  $[D_{4,3}]$ , durante el tiempo de almacenamiento las emulsiones se mantuvieron entre de 1.5-1.7  $\mu\text{m}$  y 2-3  $\mu\text{m}$  respectivamente. Se descartaron las formulas 3, 4, 5 y 10, ya que presentaron inestabilidad durante el almacecamiento. Hye-Sook *et al.*, 2011, encapsularon aceite de pescado con WPC, XG y ciclodextrinas en diferentes relaciones y obtuvieron tamaños de partículas menores a las presentadas en esta investigación, ellos mencionaron que la combinación de WPC-CD influyen fuertemente en el tamaño de partícula. Wacker 2012, menciona que las ciclodextrinas pueden utilizarse para estabilizar emulsiones, dependiendo de la proporción de aceite y agua y de la cantidad de ciclodextrina usada, se puede modificar la viscosidad y, por ende, las propiedades organolépticas de la emulsión. La ciclodextrina es un oligosacárido cíclico de origen natural, producido enzimáticamente a partir del almidón. Se trata de una sustancia claramente definida y químicamente pura, por lo que exhibe propiedades



consistentes: fibra dietética soluble en agua, no digerible pero totalmente fermentable (Wacker, 2012)

**Figura 1 y 2.-** Diámetro promedio superficial  $[D_{3,2}]$  y Diámetro promedio volumetrico  $[D_{4,3}]$  de las emulsiones desarrolladas.

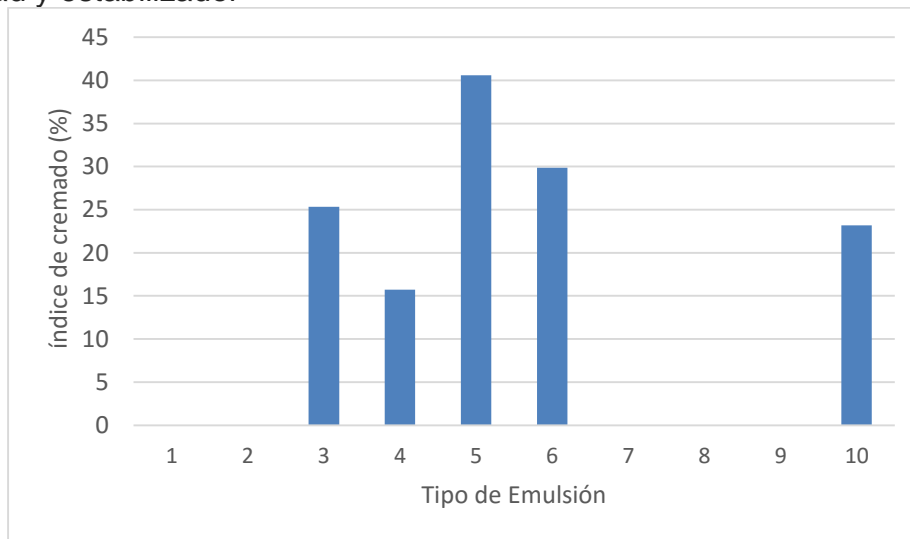
En la **Tabla II**, indica la tasa de coalescencia de las emulsiones desarrolladas, se obtuvieron tasas de colaesencia entre  $1.35 \times 10^{-8}$  a  $9.13 \times 10^{-9}$  en las emulsiones 1, 2, 6, 7, 8 y 9, lo cual nos indica su estabilidad, debido a que entre mas pequeño es el numero obtenido en la tasa de coalescencia mas estable es la emulsión. A

diferencia de las emulsiones 3, 4, 5 y 10, no se lograron determinar, debido a que el sistema fue inestable.

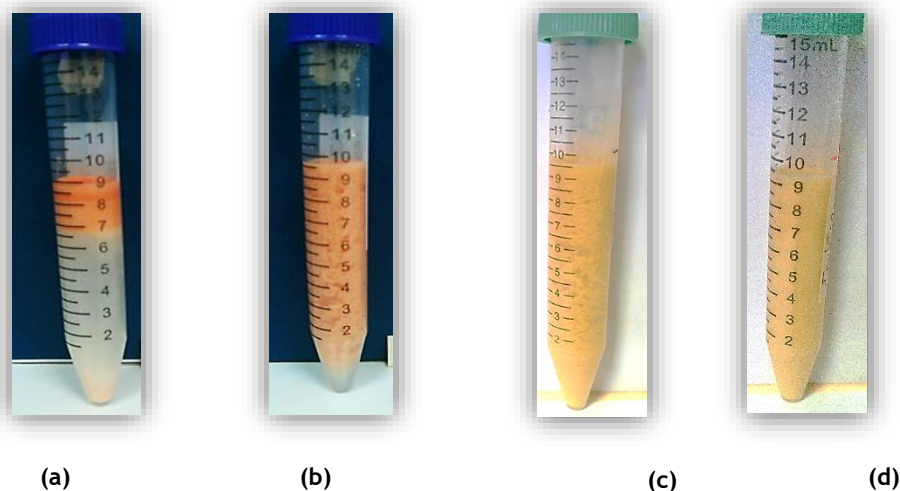
**Tabla II.** Tasa de coalescencia de las formulaciones

Formula	1	2	6	7	8	9
Tasa de coalescencia	$1.49 \times 10^{-9}$	$1.35 \times 10^{-8}$	$1.49 \times 10^{-8}$	$1.43 \times 10^{-9}$	$9.13 \times 10^{-9}$	$1.52 \times 10^{-8}$

Ademas de los datos obtenidos en el analisis de tamaño de partícula, el índice de cremado nos permite visualizar el comportamiento de la emulsion, entre mayor sea el índice de cremado más inestable es el sistema. En la **Figura 3**, se observa que las emulsiones 3, 4, 5 y 10 son las que presenta mayor porcentaje de índice de cremado de 25, 15, 40 y 30 %, esto se debe a la interracción de las diferentes concentraciones de biopolimeros en las formulas de emulsiones, el resto de las emulsiones fue de 0%. En la **Figura 4**, se muestran imágenes de formulas de emulsiones 4 y 5 que fueron inestables, sin embargo en la formula 7 no se observa la separacion de los biopolimetos debido a que no habia la capa opaca y mediante esta medición no se detectaba y en la formula 1 que si fue estable. En las fórmulas 3 y 4 la cantidad de agua fué mayor que en todas las fórmulas, siendo que con el tiempo fueran inestables, la fórmula 5 presenta menos cantidad de agua, este carece de WPC, mostrando un sistema poco estable, finalmente en la fórmula 10 contiene mayor cantidad de XG que el resto de las fórmulas. Hye-Sook *et al.*, 2011, menciona que este tipo de fórmulas, la XG se añade a la emulsión con el fin de producir una mayor estabilidad de la emulsión. Los polisacáridos se agregan a menudo para estabilizar emulsiones. La goma xantana, un polisacárido aniónico extracelular producido por *Xanthomonas campestris*, es un excelente agente de viscosidad y estabilizador



**Figura 3.-** Índice de cremado (%) de las formulaciones



**Figura 4.** Imágenes de fórmulas de emulsiones (a) 4, (b) 5, (c) 7, Inestables, (c) 1, Estable

## CONCLUSIONES

Este estudio mostró que  $\beta$ CD, WPC, y XG son factibles para su uso como materiales de pared en las formulaciones de emulsiones en la encapsulación de aceite esencial de naranja. Se descartan las formulaciones 3, 4, 5 y 10 en la combinación de biopolímeros, ya que presentaron inestabilidad. Del resto, se podría realizar un estudio de la fórmula o fórmulas más estables para realizar un estudio más extenso en alguna actividad biológica sobre la protección del aceite esencial de naranja.

## BIBLIOGRAFÍA

- Alfaro MJ. 2012. Desarrollo de metodologías de encapsulación utilizando aislado proteico de suero lácteo modificado con azúcares para la protección de ingredientes. Tesis Doctoral. Facultad de Ciencias. Universidad Central de Venezuela, P: 1-267.
- Aranberri I, Binks BP, Clint JH, Fletcher PD. 2006. Elaboración y caracterización de emulsiones estabilizadas por polímeros y agentes tensoactivos. Revista Iberoamericana de Polímeros, 7(3): 211-231.
- Changhui S, Gunasekaran S. 2010. Rheology and oxidative stability of whey protein isolate-stabilized menhaden oil-in-water emulsions as a function of heat treatment. Journal of Food Science, 75(1): C1-C8.
- Donsi F, Annunziata M, Sessa M, Ferrari G. 2011. Nanoencapsulation of essential oils to enhance their antimicrobial activity in foods. Food Science and Technology, 22: 1908-1914.
- Hye-Sook Na, Ji-Na Kim, Jin-Man Kim, and Ki-Young Lee. 2011. Encapsulation of Fish Oil Using Cyclodextrin and Whey Protein Concentrate. Biotechnology and Bioengineering 16: 1077-1082

- Mahdi JS, He Y, Bhandari B. 2007. Encapsulation of Nanoparticle of d-limonene by spray drying: Role of emulsifiers and emulsifying techniques. *Drying Technology*, 25: 1079-1089.
- Vargas A, Sanz IB, Martínez TMA, Primo YE. 1998. Actividad antioxidante de compuestos aislados del residuo no volátil del aceite esencial de naranja. *Grasas y Aceites*. 49(2): 159-164.
- Velázquez CC. 2008. Encapsulación de aceite esencial de naranja en un secado de lecho por fluidizado con sólidos inertes. Tesis de Maestría. Escuela Nacional de Ciencias Biológicas. Instituto Politécnico Nacional, P: 4-7.
- Viuda-Martos M, Ruiz-Navajas Y, Fernandez-López J, Pérez-Álvarez J. 2008. Antifungal activity of lemon (*Citrus lemon L.*), mandarin (*Citrus reticulata L.*), grape fruit (*Citrus paradise L.*) and orange (*Citrus sinensis L.*) essential oils. *Food Control* 19: 1130-1138.
- Wacker. 2012. Emulsiones estables de aceite en agua con ciclodextrinas. Folleto de Información. [info.brazil@wacker.com](mailto:info.brazil@wacker.com)