

## DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DE ENCAPSULACIÓN Y OXIDACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE CANELA MICROENCAPSULADO MEDIANTE SECADO POR ATOMIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE SUS PROPIEDADES

N.I. Gómez-Cruz, A. López-Malo, E. Palou-García y M.T. Jiménez-Munguía\*

Departamento de Ingeniería Química, Alimentos y Ambiental, Universidad de las Américas Puebla. Ex hacienda Sta. Catarina Mártir S/N, San Andrés, Cholula, Puebla. C.P.72810. México.

\* mariat.jimenez@udlap.mx

### RESUMEN:

La microencapsulación brinda protección a ciertos compuestos lipídicos, como los aceites esenciales que son susceptibles a degradación química, física o biológica. En este trabajo se microencapsuló aceite esencial de canela, mediante secado por atomización empleando mezclas de maltodextrina-inulina y maltodextrina-quitosano como agentes encapsulantes y variando la cantidad de fase oleosa (2,5% ó 5%) con el objetivo de evaluar la eficiencia de encapsulación, las propiedades de los polvos y oxidación de los aceites de las microcápsulas. Los resultados muestran una alta eficiencia de encapsulación con cualquiera de los agentes encapsulantes lo que indica un buen proceso de microencapsulación. Las microcápsulas que resultaron con las mejores propiedades de los polvos fueron las que emplearon la mezcla maltodextrina-quitosano, de igual forma esta mezcla fue la que brindó mayor protección contra la oxidación. No se observó efecto significativo ( $p > 0.05$ ) de la variación de la fase oleosa en los parámetros evaluados. De manera general, se confirma el efecto protector brindado por el proceso de microencapsulación al aceite esencial de canela.

### ABSTRACT:

Microencapsulation provides protection to certain lipid compounds such as essential oils which are susceptible to chemical, physical or biological degradation. In this study, cinnamon essential oil was microencapsulated by spray-drying using mixtures of maltodextrin-inulin and maltodextrin-chitosan as encapsulating agents, the amount of oil phase was varied (2.5% or 5%) in order to evaluate the efficiency encapsulation, the powder properties and oxidation of the essential oil microencapsulated. The results showed a high encapsulation efficiency with both mixtures of the encapsulating agents indicating a good microencapsulation process. The best properties of the powders were obtained using the maltodextrin-chitosan mixture, likewise this agent offered greatest protection against oxidation. The variation of the oil phase had no significant effect ( $p > 0.05$ ) on the evaluated parameters. The protective effect provided by the microencapsulation process to the cinnamon essential oil is confirmed in this study.

**Palabras clave:** microencapsulación, oxidación, aceite esencial de canela.

**Keywords:** microencapsulation, oxidation, cinnamon essential oil.

**Área:** Otros

### INTRODUCCIÓN

Existe un gran número de componentes alimentarios que no se pueden incorporar en los alimentos de forma directa y requieren ser encapsulados en algún tipo de sistema de liberación antes de ser introducidos en la matriz del alimento (McClements, 2012), dentro de este tipo de componentes se incluyen a los aceites esenciales, que han tenido una gran demanda como antimicrobianos naturales. Existen varias razones por las cuales dichos componentes se deben encapsular, por ejemplo para añadirse

en los alimentos sin afectar los atributos de calidad, para protegerlos contra degradación química, física o biológica; para enmascarar sabores, para liberarse en algún sitio de acción en particular, para mejorar sus condiciones de almacenamiento, manejo y utilización, además de extender su vida útil (Fang y Bhandari, 2012).

El proceso de encapsulación se lleva a cabo cuando se atrapan pequeñas partículas del material de interés (ingrediente activo) dentro de un material de cobertura para formar cápsulas (Gouin, 2004). Las técnicas más comunes para estos fines involucran la preparación de una emulsión de aceite en una fase acuosa que incluye agua y materiales solubles, seguido de algún proceso físico como el secado, para convertir esta suspensión a una forma estable y seca (Murugesan y Orsat, 2012). El secado por atomización es un método extensamente utilizado por la industria para el proceso de encapsulación, debido a que es una tecnología bien establecida y el equipo es fácilmente disponible (Abdelwahed, Degobert, Trainmesse y Fessi, 2006).

Para que el proceso de encapsulación mediante secado por atomización sea exitoso es necesario tomar en cuenta diferentes condiciones que determinan su eficacia. Por otra parte existe una estrecha relación entre los parámetros de proceso y las características deseables otorgadas a las partículas microencapsuladas que determinan su calidad. Debido a lo anterior este estudio se llevó a cabo con el objetivo de evaluar la eficiencia de encapsulación (EE) y las propiedades los polvos de aceite esencial de canela (AEC) microencapsulado mediante secado por atomización y estudiar la influencia de distintos agentes encapsulantes en dichas propiedades y en la oxidación del aceite esencial microencapsulado.

Como resultado de este estudio se obtuvieron altos valores de EE (98,75%) empleando como agente encapsulante maltodextrina-quitosano (MD-Q), el tamaño de partícula ( $D_{50}$ ) no fue significativamente diferente ( $p > 0,05$ ) entre las distintas formulaciones con un rango de 11,20-24,84  $\mu\text{m}$ . La densidad bulto (0,349 g/mL) y compactada (0,546 g/ mL) para fines prácticos fueron mejores al encapsularse en maltodextrina-inulina (MD-IN). Los polvos encapsulados con MD-Q presentaron bajos niveles de humedad (0,200-0,220%) lo que indica una mejor protección al compuesto encapsulado. En la solubilidad no se encontró diferencia significativa ( $p > 0,05$ ) entre ambos encapsulantes, presentando baja solubilidad (12,42-31,66%) en cambio el polvo MD-IN presentó significativamente ( $p < 0,05$ ) mejor dispersabilidad (71,71-77,88%).

El agente encapsulante que brindó más protección contra la oxidación al AEC microencapsulado fue la mezcla de MD-Q, obteniendo valores menores de 0,01 meq de peróxido/ kg. Se concluye que la mezcla de MD-Q resultó ser el mejor agente encapsulante para AEC y con los bajos valores obtenidos de índice de peróxidos, en general se confirma el efecto protector brindado por el proceso de microencapsulación.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Como material microencapsulado se empleó aceite esencial de canela (Grupo Tecnaal, Aromáticos Químicos Potosinos S.A. de C.V., México) y como agentes encapsulantes se utilizaron maltodextrina de maíz (CPIngredientes, S.A. de C.V., México), inulina de agave (Fructagave PR95, Agaviótica, N.L, México) y quitosano (MMW, Sigma-Aldrich, Alemania). El emulgente utilizado para la preparación de las emulsiones fue polisorbato 80 (Tween 80 P1754, Sigma-Aldrich, Alemania). Las emulsiones tipo aceite en agua estuvieron compuestas de una mezcla oleosa de AEC y polisorbato 80 en dos concentraciones (2,5% o 5% (p/p)) y una solución acuosa de MD-Q (39.9% (p/p) de MD, 0,5% de Q) o MD-IN (32% de MD y 8% (p/p) de IN). La solución acuosa se preparó disolviendo los sólidos en agua destilada a 50°C, esta solución se colocó en un vaso de doble pared con recirculación de agua fría (10°C) y posteriormente se sometió a homogeneización por ultrasonido (Ultrasonic Processor CP 505, Cole Parmer, EE.UU.), a una intensidad de 90 µm de amplitud de onda e inmediatamente se añadió gota a gota la fase oleosa.

La homogeneización con ultrasonido se realizó durante 10 minutos (Cortés, 2012). Las emulsiones preparadas previamente se secaron en un secador por atomización (Modelo B-290, Büchi, Suiza). Se empleó una temperatura de entrada de 160°C y un flujo de alimentación de 5 mL/min, manteniendo fijo el flujo del aire de secado constante a 60 L/min. La eficiencia de encapsulación se obtuvo mediante la fórmula de Jafari *et al.*, 2007 y siguiendo el método de Cuvelier *et al* (2014). El tamaño de partícula se midió utilizando un analizador de partículas (Bluewave, Microtrac, EE.UU.) con software integrado. La densidad de bulto y compactada se midieron según Rahman (1993). La dispersabilidad y solubilidad se llevaron a cabo siguiendo el método de Telang y Thorat (2010). Para determinar el índice de peróxidos se aplicó el método 965.33 de la A.O.A.C (2000).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

**Eficiencia de encapsulación.** Las EE resultantes para el AEC microencapsulado con cualquier agente se consideran altas. Los porcentajes de EE obtenidos para las mezclas de MD-IN y MD-Q con fase oleosa de 2,5% y 5% se presentan en la Tabla I. Se observó que al incrementar la fase oleosa al 5% incrementa la EE. Sin embargo, las diferentes formulaciones no presentaron diferencia significativa ( $p > 0.05$ ) en los valores obtenidos de eficiencia de encapsulación. Reportes donde se ha empleado inulina como agente encapsulante muestran que la vainillina microencapsulada tuvo una EE de 53.3% (Sun-Waterhouse *et al.*, 2012). Estas diferencias en los valores de EE se deben a los distintos agentes encapsulantes, diferentes concentraciones y parámetros de proceso de secado (Jafari *et al.*, 2008).

Propiedad	MD-IN <sup>a</sup>		MD-Q <sup>b</sup>	
	Fase oleosa (%)			
	5	2,5	5	2,5
Eficiencia de encapsulación (%)	98,14 ± 0,715	94,2 ± 0,264	98,75 ± 0,203	97,53 ± 1,289
Tamaño de partícula, D <sub>50</sub> (µm)	11,20 ± 0,986	12,33 ± 1,023	24,84 ± 9,94	15,90 ± 1,758
Densidad bulto (g/cm <sup>3</sup> )	0,349 ± 0,007	0,320 ± 0,006	0,216 ± 0,012	0,206 ± 0,002
Densidad compactada (g/cm <sup>3</sup> )	0,546 ± 0,017	0,510 ± 0,015	0,379 ± 0,034	0,350 ± 0,007
Humedad (%)	1,09 ± 0,062	1,01 ± 0,138	0,200 ± 0,042	0,220 ± 0,028
Solubilidad (%)	12,42 ± 1,935	20,57 ± 0,837	27,73 ± 0,492	31,66 ± 0,736
Dispersabilidad (%)	77,88 ± 6,221	71,71 ± 0,352	59,76 ± 5,187	55,56 ± 2,189

### Propiedades de los polvos

El diámetro medio de las partículas obtenidas con MD-Q fue mayor a los obtenidos con la mezcla MD-IN, observando diferencias no significativas ( $p > 0.05$ ). Tampoco se observó diferencia significativa ( $p > 0.05$ ) entre los diámetros obtenidos variando la cantidad de la fase oleosa. Algunos autores han reportado en trabajos similares diámetros cercanos a los obtenidos en este trabajo, por ejemplo: Nuisin *et al.* en el 2013 microencapsularon mentol utilizando 1.5% (p/p) de quitosano como agente encapsulante, resultando tamaños de partícula con rangos entre de 26.8-28.6  $\mu\text{m}$ . Ellos observaron que al incrementar la cantidad de AE aumentó el tamaño promedio de las microcápsulas. Este fenómeno aplica solamente en este trabajo para el quitosano ya que en las cápsulas de inulina se observó el efecto contrario. Las microcápsulas producidas con las mezclas de MD-IN mostraron los valores más altos de densidad bulto (0.320–0.349  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) y fueron significativamente diferentes ( $p < 0.05$ ) a las obtenidas con la mezcla MD-Q (0.206–0.216  $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

Según Fernandes *et al.* (2014) de forma general la densidad se incrementa con la disminución del tamaño de partícula. Confirmando este hecho, se observó que los polvos de MD-IN presentaron los valores más pequeños de tamaño de partícula y por lo tanto altas densidades. Como era de esperarse la densidad compactada fue mayor en los polvos de MD-IN, e incrementa de forma no significativa ( $p > 0.05$ ) al incrementar la cantidad de fase oleosa. Los valores de humedad obtenidos en las microcápsulas con MD-IN (1.01%-1,09%), fueron mayores que los de MD-Q (0.200-0.220%), observando diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre ambos agentes encapsulantes. Resultados parecidos son reportados por Botrel *et al.*, (2014) quienes obtuvieron un contenido de humedad por debajo del 2% en aceite de pescado microencapsulado con mezclas de inulina y proteína de suero.

Los bajos contenidos de humedad que presentaron las formulaciones con quitosano pueden contribuir a la conservación de polvo durante el almacenamiento y evitar cambios en las características físicas y químicas del compuesto encapsulado. Los valores de solubilidad obtenidos en las mezclas de MD-IN (12.42% y 20.57%) fueron menores a los de las mezclas de MD-Q (20.57% y 31.66%), sin embargo no mostraron una diferencia significativa ( $p > 0.05$ ). Asimismo, para ambos agentes encapsulantes se observa que al incrementar la cantidad de la fase oleosa en la emulsión disminuye la solubilidad, no obstante, esta disminución no fue estadísticamente significativa ( $p > 0.05$ ) como se ha presentado en otros trabajos reportados. Botrel *et al.*, (2014) reporta que al microencapsular aceite de pescado con inulina y proteína de suero, la solubilidad de dicho polvo disminuyó cuando la cantidad de fase oleosa se incrementó, este resultado se relacionó a las características hidrófobas de las partículas, así como que la disolución del polvo está estrechamente relacionada con la afinidad al agua de sus componentes.

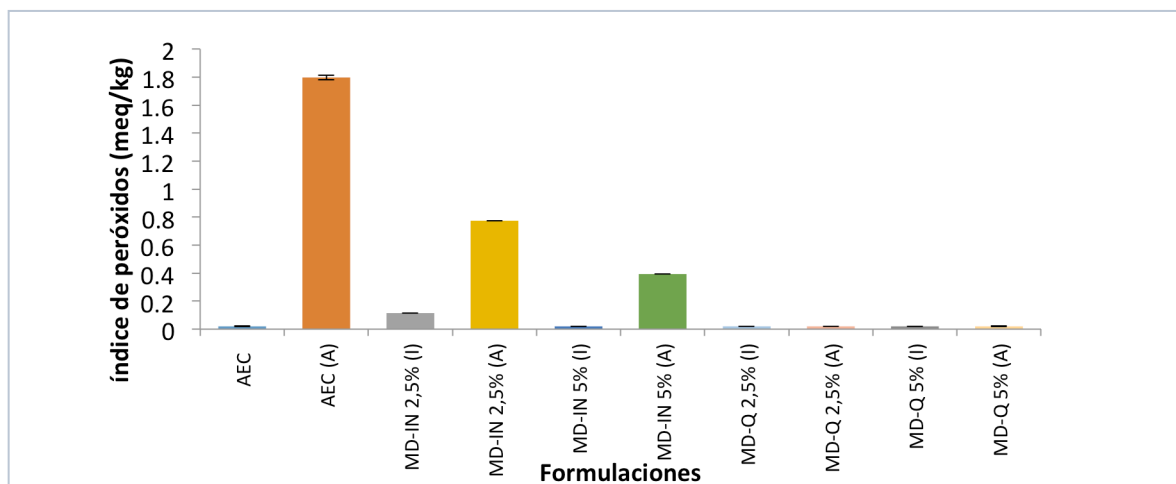
Ellos obtuvieron altos valores de solubilidad con rango entre 71.9%-84.2%. Los mayores porcentajes de dispersabilidad se obtuvieron con MD-IN como agente encapsulante, la cual fue significativamente diferente ( $p < 0.05$ ) a la mezcla MD-Q.

Este fenómeno se puede atribuir al alto contenido de humedad de los polvos obtenidos y debido a la presencia de la inulina que por sí misma contribuye con grupos hidrofílicos adicionales a las partículas, que como consecuencia presenta una mayor interacción con el agua, facilitando su dispersabilidad (Fernandes *et al.*, 2014).

### Oxidación

La microencapsulación brinda protección a los compuestos lipídicos contra las condiciones adversas del medio ambiente previniendo o retardando su oxidación. En la Figura 1 se muestran las variaciones en el índice de peróxido (IP) de las diferentes formulaciones de MD-IN y MD-Q (con fase oleosa de 2,5% o 5%, almacenado durante 7 días a 45°C (A) o recién encapsulado (R)), así como del AEC sin encapsular. El AEC antes de su almacenamiento no presentó rastros de oxidación (<0,01meq/kg), al final del almacenamiento el valor de IP se incrementó significativamente ( $p < 0.05$ ) respecto al de aceite encapsulado con cualquiera de los agentes, resultando en un valor menor a 1 meq /kg. El valor máximo permitido por la NMX-223-1985 para grasas y aceites que es de 2 meq/kg. Los valores de IP más altos se observaron en general en las muestras de MD-IN (0.77meq/kg), los cuales fueron significativamente diferentes ( $p < 0.05$ ) a los obtenidos con la mezcla MD-Q (<0.01 meq/ kg), lo cual indica una mayor protección al AEC por parte de esta mezcla de agentes encapsulantes y confirma el efecto protector proporcionado por el proceso de microencapsulación.

La protección de MD-Q probablemente se atribuyen a que el quitosano no es fácilmente hidratado en medios acuosos y exhibe diferentes características físico-químicas debido a su estructura, por lo tanto este material previene la pérdida de volátiles y mejora la estabilidad del compuesto en las cápsulas (Nuisin *et al.*, 2013). Los valores bajos de IP también se deben a que el AEC posee propiedades antioxidantes, debidas en gran medida a los polifenoles, se ha demostrado que éstos reducen el estrés oxidativo mediante la inhibición de 5-lipoxigenasa (Hamidpour *et al.*, 2015). En un trabajo similar reportado por Frascarelli *et al.* (2012) se microencapsuló aceite de café con goma arábica y maltodextrina, se evaluó la estabilidad oxidativa, siendo estable durante el almacenamiento a 25°C pero no a 60°C durante 8 semanas, a esta temperatura el aceite puro presentó alta oxidación (7.6 meq/ kg) en comparación con el encapsulado (4.4 meq/ kg). Los autores relacionaron la alta estabilidad de la fracción lipídica de café a la presencia de polifenoles y productos de la reacción de Maillard con buenas propiedades antioxidantes.



## BIBLIOGRAFÍA

- Abdelwahed, W., Degobert, G., Trainmesse, S. y Fessi, H. 2006. Freeze-drying of nanoparticles: formulation, process and storage considerations. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 58, 1688–1713.
- A.O.A.C. 2000. Official Methods of Analysis of A.O.A.C. International. Association of Official Analytical Chemists. EE.UU.
- Botrel, D. A., Borges, S. V., Fernandes, R. B., y Lourenço Do Carmo, E. 2014. Optimization of fish oil spray drying using a protein:inulin system. *Drying Technology*, 32(3), 279-290.
- Cuvelier, M-E., Hernández-Sánchez M.R., Turchiuli, C. 2014. Oil distribution in spray-dried O/W emulsions: methodology for oil extraction. XII Euro Fed Lipid Congress, Montpellier, Francia. Septiembre 14-17.
- Fang, Z. y Bhandari, B. 2012. Spray drying, freeze drying and related processes for food ingredient and nutraceutical encapsulation. En N. Garti y J. McClements, *Encapsulation technologies and delivery systems for food ingredients and nutraceuticals* (págs. 92-121). Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited
- Fernandes, R. B., Borges, S. V., Botrel, D. A., y Oliveira, C. 2014. Physical and chemical properties of encapsulated rosemary essential oil by spray drying using whey protein-inulin blends as carriers. *International Journal of Food Science & Technology*, 49(6), 1522-1529.
- Frascareli, E., Silva, V., Tonon, R. y Hubinger, M. 2012. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. *Food and Bioproducts Processing*, 90, 413-424.
- Gouin, S. 2004. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in Food Science and Technology*, 15, 330–347.
- Hamidpour, R., Hamidpour, M., Hamidpour, S. y Shahlari, M. 2015. Cinnamon from the selection of traditional applications to its novel effects on the inhibition of angiogenesis in cancer cells and prevention of Alzheimer's disease, and a series of functions such as antioxidant, anticholesterol, antidiabetes, antibacterial, antifungal, nematocidal, acaricidal and repellent activities. *Journal of traditional and complementary medicine*. 5, 66-70.
- Jafari, S. M., He, Y. y Bhandari, B. (2007). Encapsulation of nanoparticles of *d*-limonene by spray drying: role of emulsifiers and emulsifying techniques. *Drying Technology*. 25: 1079-1089.

- Jafari, S. M., Assadpoor, E., He, Y. y Bhandari, B. 2008. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technology*, 26, 816–835.
- Kim, I., Han, J., Na, J. H., Chang, P., Chung, M. S., Park, K. H. y Min, S. C. 2013. Insect-resistant food packaging film development using cinnamon oil and microencapsulation technologies. *Journal of Food Science*, 78(2), 229-237.
- Murugesan, R. y Orsat, V. 2012. Spray drying for the production of nutraceutical ingredients: a review. *Food and Bioprocess Technology*, 5, 3-14.
- McClements, J. 2012. Requirements for food ingredient and nutraceutical delivery systems. En N. Garti y J. McClements, *Encapsulation technologies and delivery systems for food ingredients and nutraceuticals* (págs. 5-21). Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited.
- NMX-F-223-1985. Alimentos. Aceite vegetal comestible. Foods edible vegetable oil. Normas mexicanas. Dirección general de normas. (En línea): <http://www.colpos.mx/bancodenormas/nmexicanas/NMX-F-223-1985.PDF>. Ultimo acceso: 28/04/2016.
- Nuisin, R., Krongsin, J., Noppakundilokrat, S., y Kiatkamjornwong, S. 2013. Microencapsulation of menthol by crosslinked chitosan via porous glass membrane emulsification technique and their controlled release properties. *Journal of Microencapsulation*, 30(5), 498-509.
- Rahman, M.S y Perera, C.O. 1993. Drying and Food Preservation. En: Rahman, M.S. 1999. *Handbook of food preservation*. Marcel Dekker. EE.UU.
- Sun-Waterhouse, D., Wadhwa, S. y Waterhouse, G. 2012. Spray-drying microencapsulation of polyphenol bioactives: a comparative study using different natural fibre polymers as encapsulants. *Food Bioprocess Technology* 6, 2376–2388.
- Telang, A. y Thorat, B. 2010. Optimization of process parameters for spray drying of fermented soy milk. *Drying Technology*. 28: 1445–1456.