

Optimización del proceso de microencapsulación de astaxantina con maltodextrina y goma arábica mediante secado por aspersión

M.M. Rivera-Salas¹, R. Gutiérrez-Dorado¹, M.A. Parra-Inzunza¹, J. Basilio-Heredia², J.J. Caro-Corrales¹, L.A. Contreras-Angulo², A. Emus-Medina², E. García-Armenta¹, R.I. Castillo-López¹.

1 Maestría en Ciencia y Tecnología de Alimentos, Facultad de Ciencias Químico Biológicas, Universidad Autónoma de Sinaloa. 2 Laboratorio de Alimentos Funcionales y Nutraceuticos, Centro de Investigación en Alimentación y Desarrollo A. C., Unidad Culiacán. mae_risa22@hotmail.com

RESUMEN: La astaxantina es un poderoso antioxidante. Sin embargo, su naturaleza lipofílica y alta inestabilidad limitan su uso en matrices acuosas, por lo que, el uso de alguna tecnología de microencapsulación podría ser empleada para reducir los problemas de incompatibilidad e inestabilidad de astaxantina en dispersiones acuosas. El objetivo de este estudio fue optimizar el proceso de microencapsulación de astaxantina con maltodextrina y goma arábica mediante secado por aspersión para la obtención de microencapsulados con rendimiento (R) y concentración de astaxantina ([Ast]) altos. Las variables independientes fueron el porcentaje de agente encapsulante, la temperatura de entrada de aire y el flujo de alimentación del secador. Las variables de respuesta fueron el rendimiento del proceso de encapsulación y la concentración de astaxantina en los microencapsulados. Las condiciones óptimas para la obtención de los microencapsulados de astaxantina fueron 20 % de agente encapsulante, 155 °C de temperatura de secado y un flujo de alimentación de 7.5 mL/min. Los resultados experimentales de R y [Ast] de los microencapsulados optimizados fueron similares a los valores teóricos arrojados por los modelos de predicción. Estas microcápsulas de astaxantina, por su alta solubilidad en agua, podrían ser usadas en formulación de bebidas funcionales con potencial antioxidante alto.

Palabras clave: Astaxantina, microencapsulación, secado por aspersión.

ABSTRACT: Astaxanthin is a powerful antioxidant. However, its lipophilic nature and high instability limit its use in aqueous matrices, so, the use of some microencapsulation technology could be used to reduce the problems of incompatibility and instability of astaxanthin in aqueous dispersions. The objective of this study was to optimize the microencapsulation process of astaxanthin with maltodextrin and Arabic gum by spray drying to obtain microencapsulations with high yield (Y) and high astaxanthin concentration ([Ast]). The independent variables were the percentage of encapsulating agent, the inlet temperature of the air and the dryer feed flow. The response variables were the yield of the encapsulation process and the concentration of astaxanthin in the microencapsulations. The optimal conditions for the microencapsulation of astaxanthin were 20 % encapsulating agent, 155 °C drying temperature and a feed flow of 7.5 mL/min. The experimental results of Y and [Ast] of optimized microencapsulations were similar to the theoretical values shown by the prediction models. These microcapsules of astaxanthin, due to their high solubility in water, could be used in the formulation of functional beverages with high antioxidant potential.

Keywords: Astaxanthin, microencapsulation, spray drying.

Área: Nutrición y nutraceuticos

INTRODUCCIÓN

La astaxantina es un carotenoide (3,3'-dihidroxi, 4,4'-diona, β , β '-caroteno) que se distingue por tener una cadena poliénica de once dobles enlaces conjugados que le proporcionan su intenso color rojo-naranja característico; este pigmento liposoluble se puede encontrar en diversas fuentes como algas, levaduras, mariscos, peces y aves (Higuera *et al.*, 2006). Se ha reportado que la astaxantina tiene hasta diez veces mayor capacidad antioxidante que el β -caroteno, la luteína y la zeaxantina y hasta 550 veces más que la vitamina E (Capelli, 2007). Como la mayoría de los carotenoides, la astaxantina es una sustancia altamente insaturada y por tanto sensible a la presencia de oxígeno, luz y altas temperaturas (Bustos-Garza 2013). La microencapsulación es una tecnología empleada para proteger compuestos bioactivos de la degradación u oxidación, además de ayudar a reducir problemas de incompatibilidad y

umentar su biodisponibilidad (Martins *et al.*, 2014). Dicha tecnología consiste en el recubrimiento de un principio activo con una matriz polimérica inerte, creándose así una barrera que retarda reacciones químicas entre el compuesto activo y el medio ambiente (Flores-Belmont y col., 2013). La selección de la técnica de microencapsulación adecuada se rige por las propiedades físicas y químicas del núcleo y del recubrimiento (material encapsulante), así como de la aplicación que se les dará a los microencapsulados obtenidos (Flores-Belmont *et al.*, 2013). En la industria alimentaria y farmacéutica, el secado por aspersión figura entre las metodologías de microencapsulación más aplicadas, debido a su bajo costo, continuidad de proceso y versatilidad (Parra-Huertas, 2010). La microencapsulación utilizando secado por aspersión comienza con la preparación de la solución (emulsión o suspensión) de alimentación (solución de encapsulante más el principio activo), en donde el componente a encapsular es rodeado por la matriz protectora. Posteriormente, la solución es alimentada a un secador y atomizada por una boquilla. Durante la atomización, la muestra entra en contacto con una corriente de aire caliente que ocasiona la evaporación del agua presente en la muestra. Finalmente, se obtiene un producto seco en forma de polvo o gránulos (microencapsulados) con un tamaño de partícula que oscila entre 1-100 μm . El tiempo de contacto entre la muestra atomizada y el aire caliente es muy corto y en consecuencia el daño debido al calor es mínimo (Fang y Bhandari, 2010; Parra-Huertas, 2010). Diversos estudios han revelado el uso de astaxantina como una potente molécula antioxidante. Sin embargo, su naturaleza lipofílica y alta inestabilidad limitan su uso en sistemas alimenticios (Bustos-Garza y col., 2013). La microencapsulación utilizando secado por aspersión representa una alternativa tecnológica adecuada para proporcionar estabilidad y solubilidad en agua a este compuesto. El objetivo de esta investigación fue optimizar el proceso de microencapsulación de astaxantina con maltodextrina y goma arábiga mediante secado por aspersión para la obtención de microencapsulados con rendimiento (R) y concentración de astaxantina ([Ast]) altos, los cuales podrán ser usados en un futuro en la formulación de bebidas con potencial antioxidante alto. La mejor combinación de las variables del proceso para la obtención de microencapsulados de astaxantina fue 20 % de agente encapsulante, 155 °C de temperatura de secado y un flujo de alimentación de 7.5 mL/min. Los microencapsulados de astaxantina preparados bajo condiciones óptimas presentaron un R del 53.5 % y [Ast] de 10.6 μg ast/mg de polvo, resultados que fueron similares a los valores teóricos arrojados por los modelos de predicción. Estas microcápsulas de astaxantina, por su alta solubilidad en agua, podrían ser usadas en formulación de bebidas funcionales con potencial antioxidante alto.

MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales

Se utilizó oleoresina de astaxantina (Astazine 5%) de BGG North America Inc., maltodextrina (Globe 10 DE) de Ingredion Incorporated y goma arábiga (Instant Gum BB) de Nexira S.A. de C.V.

Diseño experimental

Se utilizó un diseño Box-Behnken con 3 factores: concentración de encapsulante (10, 15 y 20 %), temperatura de entrada del aire de secado (150, 155 y 160 °C) y el flujo de alimentación al secador (6, 7 y 8 mL/min), con un total de 14 tratamientos (incluyendo 2 repeticiones del punto central).

Preparación de las emulsiones de astaxantina

El material de pared, que consistió en una mezcla de maltodextrina y goma arábiga (1:1 p/p), se disolvió en agua destilada. Una vez que se obtuvo una completa disolución de los agentes encapsulantes, se adicionó 0.5% de lecitina de soya. Las emulsiones se prepararon utilizando un homogenizador (Ultraturrax, Ika T25, EUA) a 13,000 rpm durante 2 minutos. La cantidad de fase oleosa (oleoresina de astaxantina y aceite de girasol) usada en la emulsión fue del 2 % p/p con base en la cantidad de material de pared utilizado.

Microencapsulación mediante secado por aspersión

Las emulsiones se convirtieron en polvos utilizando un secador por aspersión (Yamato, ADL-311S, EUA) de acuerdo con las condiciones de proceso consideradas en el diseño experimental. La presión de atomización (0.15 MPa) y el flujo de aire de secado (0.42 m³/min) se mantuvieron constantes para todas las corridas experimentales. Los microencapsulados obtenidos se colectaron una vez reducida la temperatura de salida a 40°C, para posteriormente pesarse y almacenarse en bolsas de polipropileno, las cuales se colocaron en un desecador a una temperatura de 4°C para análisis posteriores.

Rendimiento (R)

El rendimiento del proceso se calculó mediante una técnica gravimétrica como la relación que existe entre la cantidad de sólidos alimentados en el secador (m1) respecto a los sólidos recuperados a la salida del secador (m2) (Krishnaiah *et al.*, 2012).

$$\% R = \frac{m2}{m1} \times 100$$

Concentración de astaxantina [Ast]

Cuatrocientos mg de microencapsulados se dispersaron en 30 mL de una solución buffer de fosfatos (pH 7). La astaxantina se extrajo adicionando 1 mL de metanol y 2.5 mL de acetato de etilo. La mezcla se agitó a 3000 rpm por 2 minutos y se centrifugó a 1010 x g durante 15 minutos, el sobrenadante conteniendo el acetato de etilo y la astaxantina, se colectó con pipeta Pasteur y se colocó en un frasco ámbar, el cual se almacenó a 4°C hasta su respectivo análisis (Bustos y col., 2013). Para determinar la concentración de astaxantina, se midió la absorbancia (472 nm) de 0.1 g (m₀) de extracto de acetato de etilo previamente diluido con 20 mL (V) de hexano. La absorbancia (A) y el coeficiente de extinción de la astaxantina (E_{1 cm}^{1%} = 2100) se utilizaron en el cálculo de la concentración (Corrêa y col., 2012).

$$[Ast] \text{ (ppm)} = \frac{V(\text{mL}) \cdot A}{E_{1 \text{ cm}}^{1\%} \cdot m(\text{g})} \times 10^4$$

Caracterización de los microencapsulados optimizados

Humedad

Se determinó mediante la metodología de la AOAC (2012). El análisis se efectuó por triplicado.

Eficiencia de microencapsulación (EM)

El contenido de aceite en la superficie de los microencapsulados se eliminó mediante una extracción con éter de petróleo según el método de Jafari y col. (2008) con algunas modificaciones. A un gramo de los microencapsulados optimizados se les añadió 15 mL de disolvente, la suspensión se mezcló durante 10 minutos. El polvo y el disolvente se separaron por filtración al vacío, las partículas contenidas en el papel filtro se lavaron con 5 mL adicionales de éter de petróleo. El papel filtro con los microencapsulados de astaxantina lavados, se dejó secar a temperatura ambiente hasta que alcanzó peso constante. Finalmente, se determinó la concentración de astaxantina en los microencapsulados lavados ([Ast]L) y sin lavar ([Ast]).

$$EM(\%) = \frac{\text{Contenido de astaxantina dentro de los microencapsulados ([Ast]L)}}{\text{Contenido total de astaxantina en los microencapsulados ([Ast])}} \times 100$$

Morfología y tamaño de partícula

La morfología del microencapsulado de astaxantina optimizado se analizó en un microscopio electrónico de barrido (Carl Zeiss, EVO-50, Alemania). La muestra sin ningún tratamiento previo se montó sobre un porta muestras con ayuda de una cinta de carbono de doble cara adhesiva. La observación se realizó en condiciones de alto vacío, con un detector de electrones secundarios (SE1) y

voltaje de aceleración de 15 kV. Las imágenes capturadas fueron analizadas usando el programa ImageJ para determinar el tamaño de los microencapsulados (Bustos-Garza 2013).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Optimización del proceso de secado por aspersión

Los resultados del ANOVA indicaron que las variables que tuvieron efectos significativos en el rendimiento (R) de los microencapsulados de astaxantina ($p < 0.05$) fueron el % de agente encapsulante (X_1) ($p < 0.0001$), la interacción temperatura de entrada del aire de secado (X_2) y flujo de alimentación (X_3) ($p = 0.0363$) y los términos cuadráticos de X_2 ($p = 0.007$) y X_3 ($p = 0.0149$). Mientras que para [Ast] los términos significativos del modelo fueron X_1 ($p = 0.0004$) y X_1^2 ($p = 0.0003$). Las ecuaciones de los modelos matemáticos (variables codificadas) de rendimiento y [Ast] fueron:

$$R = +38.09 + 19.19 * X_1 - 4.39 * X_2 * X_3 - 6.79 * X_2^2 - 5.87 * X_3^2$$

$$[Ast] = +15.94667 - 0.98950 * X_1 + 0.036833 * X_1^2$$

Estos modelos de predicción explicaron el 97% ($p < 0.0001$) y 83% ($p < 0.0001$) de la variabilidad de R y [Ast], respectivamente. A continuación se muestran los gráficos de superficies de respuesta obtenidos con los modelos matemáticos de predicción mediante el Software Design Expert 7.0.0 (**Figura 1**).

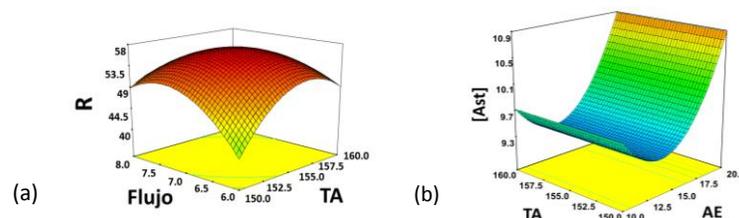


Figura 1 (a) Gráficos de superficie de respuesta para el rendimiento de microencapsulados de astaxantina como función del flujo y la temperatura de entrada del aire, a un porcentaje constante de agente encapsulante de 20 %; (b) gráficos de superficie de respuesta de [Ast] como función de la temperatura de entrada de aire y el porcentaje de agente encapsulante, con un flujo constante de 7 mL/min.

Las condiciones óptimas para la obtención de los microencapsulados de astaxantina con rendimiento y [Ast] altos fueron un 20 % de agente encapsulante, una temperatura de entrada de aire de 155°C y un flujo de alimentación de 7.5 mL/min. Bajo estas condiciones, los valores predichos de R y [Ast] por los modelos fueron de 56.19 % y 10.89 µg ast/mg de polvo, respectivamente, mientras que en los experimentos de validación los resultados del rendimiento y [Ast] fueron de 53.5 % y 10.6 µg ast/mg de polvo, respectivamente, lo que representa aproximadamente el 95 y 97 % de los valores predichos, con lo que se demostró que existe un buen ajuste entre los valores experimentales y los valores predichos por el modelo.

Caracterización de microencapsulados optimizados

Los microencapsulados de astaxantina optimizados presentaron un contenido de humedad promedio del 4.94 %, valor que está por debajo de lo reportado por Bustos y col. (2013) (8.31-11.17 %), quienes probaron diferentes materiales de pared para la obtención de microencapsulados de astaxantina pero a una TA constante de 120°C vs. los 155°C que se utilizaron en esta optimización; esto concuerda con lo reportado por Hogan y col. (2001), quienes observaron que las variaciones en el contenido de humedad, de microencapsulados de aceite de soya, se debían principalmente a las temperaturas de secado empleadas y no al material de pared que era utilizado. La EM para los microencapsulados optimizados fue del 89.1 %, valor que se considera relativamente alto ($\approx 90\%$) e indican la formación de una "capa" protectora efectiva por parte de los materiales de pared durante el proceso de secado. EM altas confieren protección efectiva a los compuestos presentes dentro del núcleo, mientras que EM

bajas pueden afectar la reconstitución de los microencapsulados en agua, esto debido a la presencia de una mayor cantidad de aceite o grasa en la superficie de los microencapsulados. A menor EM, mayor cantidad de aceite en la superficie de los microencapsulados lo que puede causar propiedades de reconstitución más bajas (Carneiro y col 2013). La morfología de los microencapsulados de astaxantina obtenidos en condiciones óptimas se muestra en la **Figura 2**. En las imágenes se observó que las microcápsulas en su mayoría presentaron una forma esférica, con un rango de tamaño de partícula de aproximadamente 1-14 μm , no presentaron grietas, ni fisuras aparentes, lo cual es una ventaja, ya que implica que las microcápsulas tienen una menor permeabilidad a los gases, aumentando así la protección y retención de la astaxantina. La variedad en los tamaños de partícula obtenidos (1 a 14 μm) es una característica típica para las partículas producidas mediante secado por aspersión (Carneiro y col., 2013). En la **Figura 2** también se puede observar la presencia de concavidades en la superficie de los polvos; la presencia de este tipo de depresiones superficiales se asocia comúnmente con el colapso sufrido por las gotas durante las etapas iniciales de secado. Sheu y Rosenberg (1998) demostraron que las altas velocidades de secado, asociadas a partículas pequeñas, generalmente conducen a una solidificación más rápida de la pared obteniéndose en consecuencia una superficie menos lisa.

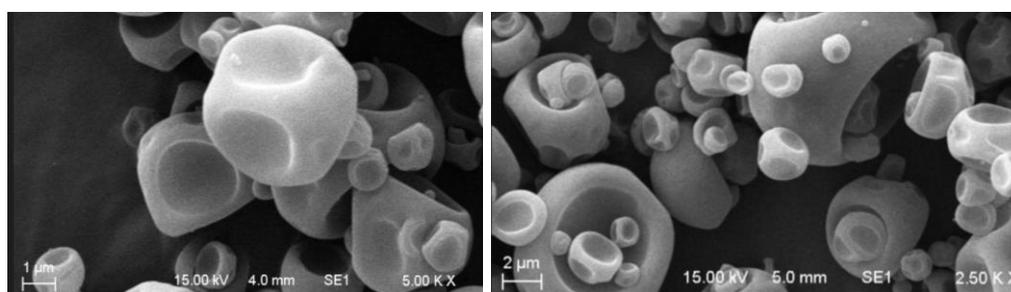


Figura 2. Micrografías de MEB de los microencapsulados de astaxantina optimizados, con dos diferentes campos de observación.

BIBLIOGRAFÍA

- [AOAC] Association of Official Analytical Chemists. 2012. Official methods of analysis of AOAC International, Editorial AOAC International.
- Barbosa, M.I.M.J., Borsarelli, C.D., & Mercadante, A.Z. 2005. Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations. *Food Research International*, 38 (8-9), 989-994.
- Bustos-Garza, C., Yañez-Fernández, J., & Barragán-Huerta, B.E. 2013. Thermal and pH stability of spray-dried encapsulated astaxanthin oleoresin from *Haematococcus pluvialis* using several encapsulation wall materials. *Food Research International*, 54, 641-649.
- Capelli, B. 2007. Astaxantina natural: La reina de los carotenoides. Kailua-Kona: Cyanotech Corporation, 148 p.
- Carneiro, H., Tonon, R., Grosso, C., & Hubinger, M. 2013. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*, 115(4), 443-451.
- Corrêa, N., Silva-Macedo, C., Moraes, J., Teixeira-Machado, N., & Ferreira-França, L. 2012. Characteristics of the extract of *Litopenaeus vannamei* shrimp obtained from the cephalothorax using pressurized CO₂. *The Journal of Supercritical Fluids*, 66, 176-180.
- Fang, Z., & Bhandari, B. 2010. Encapsulation of polyphenols – a review. *Trends in Food Science & Technology*, 21(10), 510-523.
- Flores-Belmont, I.A., & Jiménez-Munguia, M.T. 2013. Microencapsulación de compuestos bioactivos con quitosano. *Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos*, 7(1), 48-56.
- Hogan, S.A., McNamee, B.F., O’Riordan, E.D., & O’Sullivan, M. 2001. Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends. *International Dairy Journal*, 11(3), 137-144.
- Higuera-Ciapara, I., Felix-Valenzuela, L., & Goycoolea, F.M. 2006. Astaxanthin: A review of its chemistry and applications. *Food Science Nutrition*. 46, 185-196.
- Jafari, S.M., Assadpoor, E., Bhandari, B., & He, Y. 2008. Nano-particle encapsulation of fish oil by spray drying. *Food Research International*, 41, 172-183.

- Krishnaiah, D., Sarbatly, R., & Nithyanandam, R. 2012. Microencapsulation of *Morinda citrifolia L.* extract by spray-drying. *Chemical Engineering Research and Design*, 90(5), 622-632.
- Martins, I.M., Barreiro, M.F., Coelho, M., & Rodríguez, A.E. 2014. Microencapsulation of essential oils with biodegradable polymeric carriers for cosmetic applications. *Chemical Engineering Journal*, 245, 191-200.
- Parra-Huertas, R.A. 2010. Revisión: microencapsulación de alimentos. *Revista Facultad Nacional de Agronomía-Medellín*, 63(2), 5669-5684.
- Saénz, C., Tapia, S., Chávez, J., & Robert, P. 2009. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus indica*). *Food Chemistry*, 114, 616-622.
- Sheu, T.Y., & Rosenberg, M., 1995. Microencapsulation by spray-drying ethyl caprylate in whey protein and carbohydrate wall systems. *Journal of Food Science*, 60(1), 98-103.
- Villalobos-Castillejos, F., Cerezal-Mezquita P., Hernández-de Jesús M.L., & Barragán-Huerta, B.E. 2013. Production and stability of water-dispersible astaxanthin oleoresin from *Phaffia rhodozyma*. *International Journal of Food Science and Technology*, 48, 1243-1251.