

## **MICROENCAPSULACIÓN DE UN SABORIZANTE DE NARANJA-PIÑA**

*Yojhansel Aragüez-Fortes<sup>1\*</sup>, Jorge A. Pino<sup>1,2</sup> y Madelys Martín<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia. Carretera al Guatao km 3½, La Habana, Cuba, C.P. 19200.*

<sup>2</sup>*Dpto. Alimentos. Instituto de Farmacia y Alimentos. Universidad de La Habana. La Habana CP 13600, Cuba.  
E-mail: yojansel@iiaa.edu.cu*

*Recibido: 23-06-2020 / Revisado: 06-07-2020 / Aceptado: 10-07-2020 / Publicado: 30-07-2020*

### **RESUMEN**

Se optimizaron la temperatura del aire de entrada y la velocidad del flujo de alimentación del secado por aspersión para la obtención de un saborizante microencapsulado de naranja-piña, mediante un diseño factorial de superficie de respuesta, donde se obtuvo un óptimo con una temperatura de entrada del aire de 190 °C y una velocidad del flujo de alimentación de 391 mL/h, con el uso de goma arábiga y maltodextrina (1:2 m/m) como agentes encapsulantes. De acuerdo con los modelos determinados se logró 90,5 % de rendimiento; 3,8 % de humedad y 95 % de retención de saborizante. Se encontró que el saborizante microencapsulado de naranja piña, producido con los parámetros optimizados, es de una alta calidad sensorial.

**Palabras clave:** saborizante, secado por atomización, optimización.

### **ABSTRACT**

#### **Development of a microencapsulated orange-pineapple flavoring by spray drying**

The air inlet temperature and feed flow rate of the spray drying were optimized to obtain a microencapsulated orange-pineapple flavoring by means of a response surface factorial design, where an optimum was obtained with an air inlet temperature of 190 °C and a feed flow rate of 391 mL/h, with the use of gum arabic and maltodextrin (1:2 m/m) as encapsulating agents. According to the models 90.5% of yield was achieved; 3.8% humidity and 95% flavor retention. It was determined that the microencapsulated flavoring, produced with the optimized parameters, is of a high sensory quality.

**Keywords:** flavoring, spray drying, optimization.

### **INTRODUCCIÓN**

Las sustancias que se añaden a los alimentos para darles olor y sabor se denominan saborizantes y están constituidos en la mayoría de los casos por mezclas de muchos componentes, que pueden ser naturales u obtenidos por síntesis. La producción de saborizantes requiere de diversas materias primas, tales como: las provenientes de plantas y animales, productos de fermentación o biotecnológicos y compuestos obtenidos por síntesis químicas (1).

En muchas ocasiones existen alimentos en los que se requiere un saborizante en forma sólida, ya sea porque todos los ingredientes son sólidos, porque se requiere

---

**\*Yojhansel Aragüez-Fortes:** *Licenciado en Ciencias Alimentarias (IFAL, 2013). Máster en Ciencias Alimentarias (IFAL, 2016). Investigador agregado. Sus principales líneas de trabajo han sido análisis de compuestos volátiles, microencapsulación de saborizantes, secado por aspersión de jugos de frutas y obtención de productos naturales.*

aumentar la vida de anaquel del producto o controlar la liberación durante la conservación. Para tal fin, se hace necesario encapsular al saborizante líquido (2-4). La microencapsulación de saborizantes mediante el secado por aspersión se ha convertido en un proceso muy aplicado en la industria alimentaria. Esta técnica es particularmente aplicable a materiales que son sensibles al calor, pues hay una menor probabilidad de oxidación o pérdida de compuestos volátiles por evaporación (5-8). El material encapsulado se recupera como un polvo finamente dividido, en formas esféricas bastante uniformes o en parte esférica con propiedades físicas características (9).

La mayoría de los estudios reportados sobre el efecto de la temperatura de entrada del aire y velocidad del flujo de alimentación se han basado en combinaciones puntuales de estas sin considerar su interacción. Las técnicas de superficie de respuesta son una metodología estadística que permiten determinar, experimentalmente, aquellos niveles de los factores en investigación que producen una respuesta óptima bajo la consideración de los factores principales (temperaturas del aire) y sus interacciones. Sólo algunos autores han utilizado esta metodología para evaluar el efecto de las temperaturas del proceso en la microencapsulación (9-12).

El objetivo del trabajo fue desarrollar un saborizante microencapsulado de naranja-piña, mediante secado por aspersión, con buena aceptabilidad para aplicar en mezclas sólidas.

## MATERIALES Y MÉTODOS

El saborizante líquido de naranja-piña fue preparado a partir de aromáticos químicos para uso alimentario, quedó constituido por 50 % de aceite esencial de naranja exprimido en frío y 50 % de base piña 20020378. Este saborizante está concentrado 10 veces en relación con el saborizante para helado NPH-1 que se diluye con etanol. Para la microencapsulación se utilizaron goma arábiga (Ciudad de México, México) y maltodextrina DE 10 (Guadalajara, México), ambas para uso alimentario. Además, se usó agua suavizada mediante resina de intercambio iónico en ciclo sódico para preparar las mezclas.

La mezcla de soportes en base seca (goma arábiga:maltodextrina 1:2 m/m) se disolvió en agua suavizada (relación soportes/agua de 1:2 m/m) a temperatura

ambiente, se mezcló vigorosamente en un vaso de precipitado con agitador mecánico, se dejó reposar durante 24 h antes del secado para garantizar una adecuada hidratación de los soportes y posteriormente se añadió el saborizante. Esta mezcla quedó constituida por 20 % de saborizante, 6,7 % de maltodextrina y 3,3 % de goma arábiga (expresados en base seca) que representa un 30 % de sólidos en la matriz de alimentación.

Las experiencias se hicieron en un secador por aspersión, a escala de laboratorio, SD-05 (LabPlant Ltd., Huddersfield, R.U.). Los parámetros del secador fueron velocidad de evaporación del agua 1,0 kg/h, temperatura de alimentación de la mezcla 25 °C, aspersor con abertura de 0,75 mm, velocidad de flujo del aire de secado 63 m<sup>3</sup>/h y velocidad de flujo del aspirador 43 m<sup>3</sup>/h (100 % de su máxima capacidad). Las temperaturas de salida del aire se mantuvieron entre 80 y 100 °C. Se evaluaron temperaturas de entrada del aire entre 150 y 190 °C y velocidades del flujo de alimentación entre 350 y 600 mL/h. Estos intervalos se seleccionaron de acuerdo con estudios de microencapsulación de saborizantes reportados (11-15). Las corridas experimentales se hicieron al azar y en cada una se procesaron 100 g de emulsión.

En los diferentes experimentos se calculó el rendimiento por un balance de masa y a los saborizantes microencapsulados, humedad y saborizante total, mediante microextracción en fase sólida (12). El saborizante total fue determinado, mediante el espacio de cabeza, a partir de 0,1 g de saborizante microencapsulado pesados en un vial de 15 mL con tapa de rosca y membrana de silicona, al que posteriormente se le adicionaron 7 mL de agua destilada. Se utilizó una fibra de 50/30 µm DVB/CAR/PDMS y un soporte manual, comercializados por Supelco (Bellefonte, EE.UU.). Las condiciones analíticas fueron agitación magnética 100 min<sup>-1</sup>; tiempo de pre-extracción 10 min; tiempo de extracción 20 min y temperatura de extracción 35 °C. Los análisis cromatográficos se hicieron en un equipo Perkin-Elmer Autosystem XL (Shelton, CT, EE.UU.) con una columna de 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm del tipo AT-5ms (Alltech, Deerfield, IL, EE.UU.) y con detector de llama de hidrógeno. La temperatura del horno fue mantenida a 50 °C por 2 min e incrementada hasta 280 °C a 4 °C/min, e isotérmico final por 10 min. El gas portador helio tuvo una velocidad de flujo de 1 mL/min. Las temperaturas del inyector y detector fueron de 240 y 250 °C, respectivamente.

La inyección se hizo en modo *split/splitless* con 2 min. La estimación de las concentraciones se hizo a partir de las áreas de los picos cromatográficos de cada muestra de secado y de una muestra patrón preparada con una cantidad conocida del saborizante (0,067 g) y mezcla de soportes (0,033 g). Los resultados se expresaron en base seca al considerar la humedad de cada muestra. Los análisis se hicieron por triplicado y los resultados se promediaron. La retención de saborizante durante el proceso fue calculada teniendo en cuenta que el contenido de saborizante fue 20 % al asumir una retención ideal (16).

La optimización de la temperatura de entrada del aire y el flujo de alimentación se realizó mediante las técnicas de superficie de respuesta. Se utilizó un modelo de diseño factorial de tres niveles (modelo 3<sup>2</sup>). Los factores fueron temperatura del aire de entrada y velocidad de flujo de alimentación. Las variables de respuesta fueron rendimiento, humedad y retención de saborizante. Todas las variables de respuesta se maximizaron, con excepción de la humedad que se minimizó, para calcular los valores óptimos. La adecuación de los modelos se evaluó mediante la prueba F-Fisher. La prueba fue dirigida para comparar los valores experimentales con los valores predichos por el modelo en cuestión. Esta observación verifica el ajuste adecuado de los modelos empleados para predecir la variación de cada variable de respuesta como función de las variables independientes (19). Las experiencias

se hicieron aleatoriamente y sus resultados se procesaron con el programa Design-Expert ver. 8.0.7 del 2011 (Stat-Ease, Inc., Minneapolis, EE.UU.).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El intervalo estudiado de temperatura de entrada fue 150 a 190 °C, mientras que para la velocidad de flujo de alimentación fue entre 350 y 600 mL/h, valores que fueron seleccionados de acuerdo con otros trabajos reportados (9-12). La temperatura de salida del aire no debe ser menor de 60 °C, pues está condicionada al flujo de alimentación (mayores flujos conducen a menores temperaturas de salida del aire), lo cual implica que se incorpore una mayor cantidad de agua en la alimentación y que el producto se apelmace en el secador por un exceso de humedad (9). La Tabla 1 presenta el programa de los experimentos, mientras que las respuestas aparecen en la Tabla 2.

Los modelos calculados para las tres variables de respuesta del saborizante de naranja-piña fueron significativos y en todos los casos la falta de ajuste no fue significativa, por lo que estos modelos pueden ser utilizados para representar el comportamiento de las variables de respuesta.

En el modelo para el rendimiento del saborizante resultaron significativos la temperatura del aire de entrada en sus términos lineales y cuadráticos, junto con el término lineal de la velocidad del flujo de alimentación. El

**Tabla 1. Matriz experimental para la microencapsulación del saborizante de naranja-piña**

Corrida	TAE (°C)	VFA (mL/h)	Rendimiento (%)	Humedad (% m/m)	Retención de saborizante (%)
1	170	475	85,7	4,7	70,3
2	170	350	87,2	4,6	73,8
3	170	475	88,1	4,8	71,2
4	190	475	93,3	3,9	93,5
5	170	475	84,7	5,0	67,6
6	170	600	82,9	5,5	67,1
7	150	475	72,8	5,8	66,4
8	170	475	87,4	5,0	74,3
9	150	600	67,8	6,2	62,7
10	150	350	75,3	4,7	54,9
11	190	600	83,6	4,5	93,3
12	190	350	88,5	3,8	93,7

TAE: temperatura del air de entrada; VFA: velocidad del flujo de alimentación.

**Tabla 2. Modelos del diseño experimental**

Indicador	Rendimiento	Humedad	Retención de saborizante
Intercepto	86,95	4,91	71,42
$X_{TAE}$	8,25***	-0,75***	16,08***
$X_{VFA}$	-2,78*	0,52***	0,12
$X_{TAE}^2$	-4,84**	-0,14	7,40*
$X_{VFA}^2$	-2,84	0,06	-2,10
$X_{TAE}X_{VFA}$	0,65	-0,20	-2,05
F modelo	26,93***	26,54***	23,96***
F falta de ajuste	2,56	2,48	2,75
R <sup>2</sup>	0,957	0,957	0,952

TAE: temperatura de entrada; VFA: flujo de alimentación.

\*Valor significativo para  $p \leq 0,05$ ; \*\*Valor significativo para  $p \leq 0,01$ ;

\*\*\*Valor significativo para  $p \leq 0,001$ .

coeficiente lineal de la temperatura del aire de entrada resultó con signo positivo, por lo que puede afirmarse que un aumento de este factor favoreció el incremento del rendimiento, mientras que el término lineal de la velocidad del flujo de alimentación fue negativo, lo que indica un efecto opuesto.

La relación directa entre la temperatura del aire de entrada con el rendimiento puede ser explicada por una evaporación más rápida debido a una mayor transferencia de calor y masa, lo que hace que el agua se evapore rápidamente con una pérdida mínima de saborizante (20).

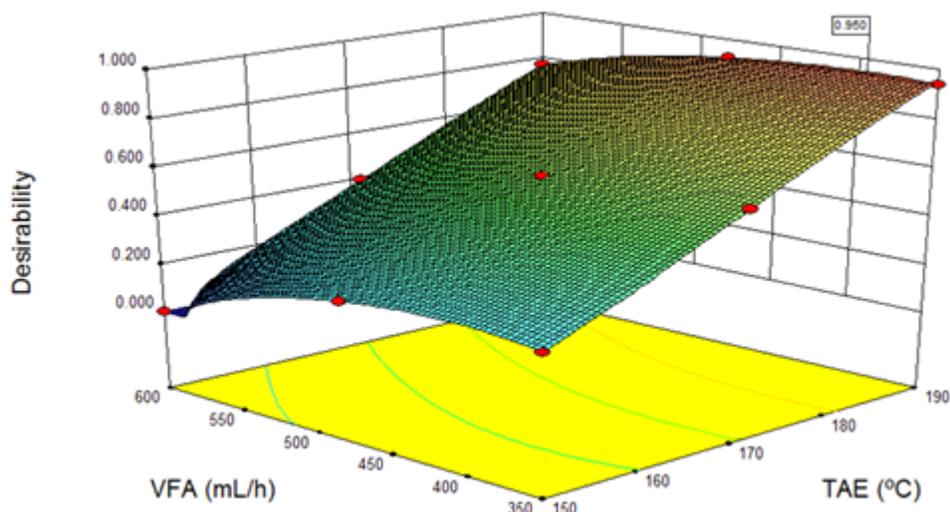
Por otra parte, la relación inversa entre la velocidad del flujo de alimentación y el rendimiento puede ser debido a que, a temperatura del aire de entrada constante, una disminución de la entrada de material conduce a una reducción de la masa de agua a evaporar y, por tanto, la transferencia de calor y masa es mayor con la consiguiente obtención de un producto más seco que no se adhiere a las paredes de la cámara de secado (8).

En el modelo para la humedad del saborizante microencapsulado sólo resultaron significativos los términos lineales, la temperatura del aire de entrada con signo negativo y la velocidad del flujo de alimentación con signo positivo, ambos con igual contribución. Esto significa que un aumento de la temperatura del aire de entrada favoreció una disminución de la humedad, lo cual se debe a que a mayor temperatura de secado se

suministra mayor calor a la cámara de secado, lo que incrementa la velocidad de secado y reduce el contenido de humedad en el polvo (21). El signo positivo del término lineal de la velocidad del flujo de alimentación puede explicarse porque a mayor velocidad del flujo de alimentación se hace más lenta la transferencia de calor y masa, lo que dificulta el secado adecuado de las microgotas y, consecuentemente, se producen partículas más húmedas (21).

En el modelo para la retención fueron significativos los términos lineales de ambos factores, con una mayor contribución de la temperatura de secado. El coeficiente de la temperatura del aire de entrada resultó con signo positivo, lo que revela que un aumento de esta temperatura favoreció la retención de saborizante. De acuerdo con otros autores, una temperatura del aire de entrada alta favorece una formación rápida de la membrana semipermeable alrededor de la gota antes del secado, aunque por supuesto no puede ser tan elevada que pueda causar daño térmico a los componentes termolábiles (19).

Una vez comprobados el buen ajuste y adecuación de los cuatro modelos se procedió a la optimización de las variables de respuesta, mediante la maximización del rendimiento y la retención de saborizante, así como la minimización de la humedad. La Fig. 1 muestra la superficie de respuesta obtenida para la optimización de las variables evaluadas. Del gráfico de contorno, el punto definido por la temperatura de entrada del aire de 190 °C



**Fig. 1. Gráfico de optimización para la microencapsulación del saborizante de naranja-piña.**

y velocidad del flujo de alimentación de 391 mL/h fue sugerido como el más adecuado para la microencapsulación del saborizante de caramelo. En este punto se obtuvo un valor de 0,95 para la función objetivo (*desirability function*) (de un máximo posible de uno).

Con esta combinación se lograron los mejores resultados para cada variable de respuesta con un 90,5 % de rendimiento; 3,8 % m/m de humedad y 95,2 % de retención de saborizante.

## CONCLUSIONES

Para el saborizante de naranja-piña microencapsulado se obtuvo un óptimo con una temperatura del aire de entrada de 190 °C y velocidad del flujo de alimentación de 391 mL/h. Con esta combinación se lograron los mejores resultados para cada variable de respuesta evaluada que fueron: 90,5 % de rendimiento; 3,8 % de humedad y 95,0 % de retención de saborizante. El saborizante microencapsulado, según los parámetros optimizados, es de una alta calidad sensorial para elaborar productos secos.

## REFERENCIAS

1. Reineccius GA. Flavor Chemistry and Technology. Boca Raton, FL.: Taylor and Francis Group. CRC Press; 2006.
2. Expósito I, Pino JA. Secado de aroma de alimentos por aspersión. *Cienc Tecnol Alim* 2010; 20(1):67-73.
3. Saifullah Md, Shishir MRI, Ferdowsi R, Rahman MdRT, Vuong QV. Micro and nano encapsulation, retention and controlled release of flavor and aroma compounds: A critical review. *Trends Food Sci Technol* 2019; 30. DOI: 10.1016/j.tifs.2019.02.030.
4. Pellicer JA, Forte MI, Trabal J, Rodríguez- López MI, Gabaldón JA, Núñez-Delicado E. Stability of microencapsulated strawberry flavour by spray drying, freeze drying and fluid bed. *Powder Technol* 2019; 347:179-85.
5. Jyothi NVN, Prasanna PM, Sakarkar S, Prabha K, Ramaiah PS, Srawan GY. Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. *J Microencap* 2010;27(3):187-97.
6. Nedovic V, Kalusevic A, Manojlovic V, Levic S, Bugarski B. An overview of encapsulation technologies for food applications. *Proc Food Sci* 2011; 1:1806-15.
7. Singh-Vishwakarma G, Gautam N, Nagendra-Babu J, Mittal S, Jaitak V. Polymeric encapsulates of essential oils and their constituents: a review of preparation techniques, characterization, and sustainable release mechanisms. *Polym Rev* 2016; 56(4):668-701.
8. Bakry AM, Abbas S, Ali B, Majeed H, Abouelwafa MY, Mousa A, Liang L. Microencapsulation of oils: a comprehensive review of benefits, techniques, and applications. *Comp Rev Food Sci Food Safety* 2016; 15:143-82.
9. Bringas-Lantigua M, Pino JA. Microencapsulación de saborizantes mediante secado por atomización. *Cienc Tecnol Alim* 2012; 11(2):35-68.

10. Bringas-Lantigua M, Expósito I, Reineccius G, López O, Pino JA. Influence of spray-dryer air temperatures on encapsulated mandarin oil. *Drying Technol* 2011; 29(5):520-26.
11. Bringas-Lantigua M, Expósito I, Pino JA. Influencia de las temperaturas de secado en la obtención de un saborizante microencapsulado de fresa. *Cienc Tecnol Alim* 2013; 23(1):49-54.
12. Aragüez-Fortes Y, Bringas-Lantigua M, Pino JA, Roncal E. Desarrollo de un saborizante de coco microencapsulado mediante secado por atomización. *Cienc Tecnol Alim* 2013; 23(3):21-6.
13. Bringas M, Valdes D, Pino JA, Aragüez-Fortes Y. Efecto de las temperaturas de secado en la obtención de un saborizante microencapsulado de piña. *Cienc Tecnol Alim* 2014; 24(1):1-6.
14. Bringas-Lantigua M, Pino JA, Aragüez-Fortes Y, Álvarez M, Hernández G, Roncal E. Desarrollo de un saborizante microencapsulado de queso mediante secado por atomización. *Cienc Tecnol Alim* 2015; 25(1):1-6.
15. Pino JA, Bringas-Lantigua M, Aragüez-Fortes Y, Montero LA. Retención de compuestos volátiles en la microencapsulación mediante secado por atomización. *Cienc Tecnol Alim* 2015; 25(3):14-8.
16. Cuevas-Glory L, Bringas-Lantigua M, Sauri-Duch E, Sosa-Moguel O, Pino JA, Loría-Sunsa H. Spray drying and process optimization of sour orange juice. *Acta Alimentaria* 2017; 46(1):17-26.
17. Pino JA, Aragüez-Fortes Y, Bringas-Lantigua M. Optimization of spray-drying process for concentrated orange juice. *Acta Alimentaria* 2018; 47(4):417-24.
18. ISO 11136. Sensory Analysis - Methodology - General guidance for conducting hedonic tests with consumers in a controlled area; 2014.
19. Montgomery DC. Design and Analysis of Experiments. New York: John Wiley and Sons, Inc; 2013.
20. Shiga H, Yoshii H, Ohe H, Yasuda M, Furuta T, Kuwahara H, Ohkawara M, Linko P. Encapsulation of shiitake (*Lentinus edodes*) flavors by spray drying. *Biosci Biotechnol Biochem* 2004; 68(1):68-71.
21. Shishir MRI, Chen W. Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends Food Sci Technol* 2017; 65:49-67.