

INFLUENCIA DE LOS SOPORTES SOBRE LA ESTABILIDAD DE UNA EMULSIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE NARANJA

Madai Bringas, Sarah Gutiérrez, Roger de Hombre, Margarita Núñez de Villavicencio, Milenis Rondón y David Valdés*

*Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia,
Carretera al Guatao, km 3 1/2, La Habana, Cuba, C.P. 19 200
E-mail: sarah@iiaa.edu.cu*

RESUMEN

Se evaluó la influencia de los soportes sobre la estabilidad de una emulsión de aceite esencial de naranja. El estudio se realizó mediante un diseño de mezcla, con tres componentes (goma arábiga, maltodextrina DE 20 y agua), el resto de los componentes de la emulsión se mantuvieron constantes. El análisis y optimización de los resultados mediante la metodología de superficie de respuesta mostró que para obtener una emulsión de naranja estable, la misma debe estar constituida por 24,30 % de goma arábiga; 8,65 % de maltodextrina y 57,99 % de agua. El resto de los componentes fueron 8,06 % de aceite esencial de naranja exprimido en frío; 0,8 % de ácido cítrico y 0,2 % de benzoato de sodio. El tamaño de glóbulo de aceite fue de 2,7 micrómetros, la viscosidad de 678 mPa·s y la separación de aceite por centrifugación de 0,028 %, lo que indica que la emulsión obtenida posee una alta estabilidad.

Palabras clave: emulsión de naranja, estabilidad, diseño de mezcla, optimización.

ABSTRACT

Influence of the carriers on the stability of an orange essential emulsion

The influence of the carriers on the stability of an orange essential oil emulsion was evaluated. The study was carried out by means of a mixing design with three components (Arabic gum, maltodextrin DE < 20 and water). The analysis and optimization of results, by means of the surface methodology, showed that to obtain a stable orange emulsion, it should be constituted by 24.30% Arabic gum, 8.65% maltodextrin and 57.99% of water. Other components were 8.06% of orange essential oil; 0.8% of citric acid and 0.2% of sodium benzoate. The size of globule oil was of 2.7 μm , the viscosity of 678 mPa·s and the oil separated by centrifugation was 0.028%, which indicates that the obtained emulsion possesses high stability.

Key words: orange: emulsion, stability, mixing design, optimization.

**Sarah Lidia Gutiérrez Rodríguez: Licenciada en Alimentos (U.H., 1977). Investigadora titular. Máster en Ciencia y Tecnología de los Alimentos (U.H. 1998). Dra. en Ciencias Técnicas (Universidad Politécnica de Valencia, 1999). Jefa del Dpto. de Aromas. Labora en el estudio de composición por cromatografía de gases y físicos y químicos de aceites esenciales de cítricos y hierbas aromáticas. Desarrollo de aromas naturales de frutas tropicales. Utilización y caracterización química de los aromas recuperados en el proceso de concentración de los jugos cítricos en la formulación de saborizantes. Obtención de sangre de ganado porcino y bovino secado por aspersion (hemoderivados) para el desarrollo de alimentos para personas con anemia por deficiencia de hierro.*

INTRODUCCIÓN

Los compuestos que se añaden a una emulsión para aumentar su estabilidad son conocidos como agentes emulsificantes (1). Un buen agente emulsificante tiene dos propósitos, reducir la tensión interfacial entre los líquidos a emulsionar y tratar de que las gotitas formadas no puedan aproximarse lo suficiente como para sumergirse. Por consiguiente, se debe crear una esfe-

ra alrededor de las partículas emulsionadas para evitar la coalescencia (2, 3). La viscosidad es la resistencia a la fluidez de las emulsiones, probablemente una de las propiedades más importantes, tanto desde el punto de vista práctico como teórico y es con frecuencia una guía para su estabilidad (4).

La estabilidad de una emulsión puede depender de la temperatura, cambio de las propiedades físicas de la fase aceite con el tiempo, naturaleza y concentración del aceite emulsionante y la adición de agentes químicos a la fase acuosa o aceite. Generalmente una emulsión no es un sistema estable, existen diferentes razones para este comportamiento: primero la gravedad específica de las gotas de aceite difiere generalmente de la fase continua (agua) y las partículas tienden a depositarse (sedimento) o a flotar (crema). En tal caso es posible que el depósito o la capa de crema misma permanezcan como emulsión. Además, hay una posibilidad de que las gotitas se pongan en contacto unas con otras, se sumerjan y consecuentemente formen gotas más grandes y así sucesivamente, lo que finalmente resultará la formación de una capa de aceite consistente que conlleva la rotura de la emulsión (5, 6). El objetivo de este trabajo fue evaluar la influencia de los soportes sobre la estabilidad de una emulsión de aceite esencial de naranja.

MATERIALES Y MÉTODOS

En el estudio se utilizó goma arábica (Dallant, Barcelona), maltodextrina DE 20 (Tate and Lyle Inc., Decatur, EE.UU.) y agua suavizada. El procedimiento para la elaboración de las emulsiones consistió en la mezcla de las materias primas: agua, colorantes amarillo

tartrazina E-102 (Roha, Valencia, España) y amarillo Sunset yellow E-110 (Noha, Valencia, España), ácido cítrico monohidratado (China) y sorbato de potasio granulado E-202 (China). Posteriormente la mezcla se calentó a 60 °C, se adicionaron paulatinamente la sacarosa y los soportes hasta total disolución y se dejó enfriar hasta 40 °C, momento en el que se adicionó el aceite esencial de naranja (*Citrus aurantifolia*, L.) exprimido en frío (Contramaestre, Santiago de Cuba). A continuación se realizó la homogeneización en un homogeneizador IKA (Alemania) a 13 500 min⁻¹ durante 5 min (7).

Mediante diseño de mezcla se estudió el efecto de los componentes goma arábica, maltodextrina y agua, sobre las variables de respuestas: viscosidad, tamaño del glóbulo y estabilidad, que dan una medida de la calidad y estabilidad de la emulsión. El total de experimentos planteados fue de 24 con 5 kg por cada corrida experimental. Los resultados se analizaron mediante la metodología de superficie de respuesta por el programa Design Expert versión 6.01, edición del 2000.

La Tabla 1 muestra las restricciones impuestas sobre los componentes de la mezcla. El intervalo del porcentaje de la goma arábica se tomó teniendo en cuenta las recomendaciones realizadas en estudios de estabilidad de emulsiones saborizadas para refrescos (8, 9) y el rango de la maltodextrina teniendo en cuenta el aporte de sólidos a la emulsión y resultados obtenidos en trabajos anteriores (8). La goma arábica y maltodextrina se utilizaron como material encapsulante y el agua, para balancear las combinaciones de estos componentes. La Tabla 2 refleja la matriz de los experimentos planteados por el diseño de mezcla.

Tabla 1. Límites de los componentes en el diseño de mezcla

Materias primas (%)	Mínimo	Máximo
Goma arábica	12	25
Maltodextrina	5	15
Agua	60	83

Tabla 2. Matriz experimental del diseño de mezcla

Corrida	Composición (%)				Viscosidad (mpa-s)	D ₄₃ (µm)	Estabilidad		pH
	Goma arábica	Maltodextrina	Agua	Densidad (g/L)			(mL de aceite separado)		
1	25,00	15,00	60,00	4000	4,42	0,080	1,209	3,42	
2	12,00	5,00	83,00	42	3,58	0,080	1,100	3,22	
3	16,33	8,33	75,33	150	3,28	0,080	1,131	3,27	
4	18,50	15,00	66,50	640	2,44	0,025	1,164	3,30	
5	18,50	15,00	66,50	640	2,47	0,000	1,171	3,34	
6	12,00	5,00	83,00	20	4,23	0,670	1,097	2,94	
7	25,00	15,00	60,00	3900	5,19	0,330	1,205	3,47	
8	12,00	10,00	78,00	70	3,75	0,000	1,121	3,20	
9	20,67	8,33	71,00	400	3,02	0,080	1,157	3,35	
10	25,00	15,00	60,00	3500	3,52	0,080	1,205	3,42	
11	20,67	8,33	71,00	340	3,10	0,000	1,148	3,83	
12	25,00	15,00	60,00	3300	3,22	0,000	1,206	3,49	
13	25,00	5,00	70,00	685	2,45	0,025	1,159	3,44	
14	25,00	10,00	65,00	1140	3,40	0,000	1,184	3,39	
15	12,00	5,00	83,00	23	4,23	0,000	1,113	3,26	
16	16,33	11,67	72,00	225	4,25	0,330	1,148	3,27	
17	25,00	10,00	65,00	1040	3,50	0,330	1,175	3,43	
18	25,00	5,00	70,00	640	2,47	0,025	1,163	3,42	
19	12,00	10,00	78,00	62	3,95	0,670	1,132	3,29	
20	12,00	15,00	73,00	140	3,37	0,000	1,144	3,20	
21	16,33	8,33	75,33	145	3,00	0,000	1,131	3,29	
22	25,00	10,00	65,00	1060	2,94	0,330	1,171	3,50	
23	12,00	15,00	73,00	120	3,35	0,080	1,146	3,40	
24	12,00	5,00	83,00	34	3,78	0,330	1,095	3,32	

La estabilidad de la emulsión se evaluó con una centrífuga MLWT-52 durante 10 min y a 6 000 min⁻¹. El análisis del tamaño del glóbulo se realizó por difracción láser en un analizador de tamaño de partículas LS 230 (Beckman Coulter, Hialeah, FL.). Para la determinación se dispersaron 0,05 mL de emulsión en 125 mL de agua destilada para prevenir efectos de dispersión múltiples. Cada muestra fue analizada por duplicado y los resultados se expresaron como promedios. La distribución del tamaño de glóbulo fue expresada como distribución de volumen y definida como la medida promedio de la emulsión (D₄₃) (10), los análisis se realizaron por duplicado y los resultados se expresaron como promedios. La viscosidad fue determinada mediante un viscosímetro de Brookfield, cada muestra fue analizada por duplicado y los resultados se expresaron como promedios.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 2 muestra los resultados de las variables estudiadas para la emulsión de naranja, donde las variantes, cuya viscosidad se encuentra entre 640 y 685 mPa s, presentaron mayor estabilidad (no aparecen valores referativos de la viscosidad, pues estos dependen del

porcentaje de goma arábica y de la fracción aromática) (11). El tamaño del glóbulo de aceite estuvo entre 2,4 y 2,9 μm (valores inferiores a 3,0 μm indican que la emulsión es estable) (4, 11). No se observó separación de la fase de aceite durante el proceso de centrifugación (una separación de la emulsión superior a 0,3 % indica que la emulsión es inestable) (11). Se obtuvieron densidades entre 1,1 y 1,2 g/mL según la relación de los soportes y acorde con los valores de emulsiones similares (8, 12); mientras que el pH alcanzó valores inferiores a 3,5; lo que resulta una barrera para el crecimiento microbiano.

El análisis de varianza de la regresión para la viscosidad resultó significativo ($p \leq 0,05$) y el coeficiente de determinación alto ($R^2 = 0,99$). La prueba de falta de ajuste resultó no significativa ($p > 0,05$), el análisis de los residuos no mostró observaciones atípicas y los residuos estandarizados siguieron la distribución normal con media cero y desviación estándar uno. Se obtuvo un buen ajuste a un modelo cúbico especial. La Tabla 3 muestra los coeficientes estimados para los modelos ajustados.

Tabla 3. Modelos del diseño experimental

Componente	Viscosidad (mpa-s)	D ₄₃ (μm)	Estabilidad (mL de aceite)
A-goma arábica	-626,18	0,86	0,0032
B-maltodextrina	-595,50	3,79	0,057
C-agua	20,22	2,98	0,028
AB	17421,00***	4,92	0,044 *
AC	4130,83***	3,78*	0,044 ***
BC	1419,03	0,45	-0,04 ***
ABC	-42716,63	-9,32	-0,15 ***
R ²	0,99	0,92	0,98
F modelo	391,63***	21,91***	86,95***
F falta de ajuste	2,04	0,36	0,87

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

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

La combinación de los componentes goma arábica-maltodextrina y goma arábica-agua, resultaron significativos sobre las variaciones de la viscosidad, pues estos soportes inciden directamente en esta variable debido a sus características funcionales de aportar sólidos e incrementar la viscosidad. Los soportes como espesantes, por definición, producen un efecto de espesamiento o de aumento de la viscosidad cuando se dispersan en un medio acuoso. Esta propiedad es la base de sus usos como agente de suspensión y emulsificante de diversos productos. Los agentes encapsulantes, como es el caso de la maltodextrina, no son emulsificantes auténticos o verdaderos, por lo menos no lo son como propiedad primaria. Es decir, no actúan por medio de la funcionalidad hidrofílico-lipofílico; actúan como estabilizadores de la emulsión o protectores. Su función esencial es la de incrementar la viscosidad de la fase acuosa por espesamiento de la misma (5). Por tanto, es común usar mezclas de goma acacia-almidones hidrolizados o almidones modificados-almidones hidrolizados para favorecer la estabilidad de las emulsiones (4, 13).

Los componentes influyen de forma negativa en la viscosidad, pues los soportes aportan sólidos y a menor cantidad de estos la viscosidad disminuye; sin embargo, menor cantidad de agua incrementa la viscosidad. Los signos de la combinación de dos componentes fueron positivos, o sea, la combinación de estos incide en el incremento de la viscosidad.

La combinación de los componentes goma arábica-agua resultó significativa a las variaciones del tamaño de glóbulo, pues la función esencial de los soportes es incrementar la viscosidad de la fase acuosa por espesamiento de la misma, de modo tal que esta se aproxime o exceda ligeramente a la viscosidad del aceite. De este modo la tendencia de la fase dispersada a unirse se minimiza y la emulsión se estabiliza, lo cual constituye un efecto protector basado en las propiedades de espesamiento de los soportes (5).

La combinación de los componentes goma arábica-maltodextrina-agua, incide en la disminución del tamaño del glóbulo, esto es importante pues mientras menor sea este valor, más estable es la emulsión.

La combinación de los componentes goma arábica-maltodextrina, goma arábica-agua, maltodextrina-agua y goma arábica-maltodextrina-agua, resultaron significativos a las variaciones de la estabilidad (disminución del porcentaje de aceite separado), pues la goma arábica y la maltodextrina son los soportes que tienen las propiedades encapsulantes de la emulsión, para recubrir las gotas de aceite y hacer estable la emulsión, el agua es la fase dispersa de la emulsión con la que se mezclan los soportes.

La combinación de los componentes maltodextrina-agua y goma arábica-maltodextrina-agua, inciden en la disminución de la cantidad de aceite separado, esto es importante, pues mientras menor sea este valor, más estable es la emulsión; además, el conjunto de estos tres componentes es el más influyente, pues son los soportes quienes poseen la función de emulsionar el aceite y formar la emulsión.

Una vez comprobados el buen ajuste y adecuación de los tres modelos, se procedió a la optimización numérica. Se minimizaron la viscosidad y el tamaño del glóbulo, mientras que se maximizó la estabilidad. La Tabla 4 refleja las soluciones propuestas.

De acuerdo a estos resultados, se seleccionó la solución No. 4, que presenta menor tamaño del glóbulo de aceite, lo que indica una emulsión estable, pues la literatura especializada (4, 10) plantea que emulsiones con valores del tamaño del glóbulo de 2 a 3 μm son muy estables. El valor de la viscosidad está ligeramente alto, pero dentro de lo planteado en la literatura (11), para obtener una emulsión estable y el porcentaje de aceite separado coincide con resultados obtenidos en trabajos anteriores (7, 8), en los que se demostró que con porcentajes de aceite separado de 0,03 mL, las emulsiones se mantienen estables durante 12 meses.

Tabla 4. Soluciones propuestas del proceso de optimización

No.	Goma arábica (%)	Maltodextrina (%)	Agua (%)	Viscosidad (mPa-s)	D ₄₃ (µm)	Estabilidad (mL aceite separado)	Función objetivo
1	19,85	5,32	74,84	676	3,13	0,025	1,0
2	21,59	5,46	72,95	676	3,02	0,025	1,0
3	18,69	14,38	66,93	653	3,3	0,032	1,0
4	24,30	8,65	67,05	678	2,75	0,028	1,0
5	21,73	10,82	67,45	648	3,02	0,029	1,0
6	23,10	9,62	67,28	673	2,88	0,028	1,0
7	19,21	5,27	75,52	665	3,16	0,025	1,0

CONCLUSIONES

Las causas que afectan la estabilidad de la emulsión de aceite esencial de naranja son la combinación de las materias primas utilizadas como material encapsulante, la baja viscosidad, el alto tamaño del glóbulo de aceite y la separación del aceite en la superficie de la emulsión.

El tiempo de homogenización y la velocidad del homogeneizador fijado fue suficiente para lograr una emulsión estable, con un tamaño del glóbulo inferior a 2,8 µm y una separación de aceite esencial inferior a 0,025 mL.

La optimización numérica mostró que para obtener una emulsión estable, la misma debe estar constituida por 24,30 % de goma arábica; 8,65 % de maltodextrina; 57,99 % de agua; 8,06 % de aceite esencial de naranja exprimido en frío; 0,8 % de ácido cítrico y 0,2 % de benzoato de sodio. La emulsión de aceite esencial de naranja óptima mostró un tamaño de glóbulo de 2,7 micrómetros, una viscosidad de 678 mPa-s y una separación 0,028 mL de fracción aromática en el proceso de centrifugación, lo que indica que la emulsión obtenida posee una alta estabilidad.

REFERENCIAS

1. Tan, C. y Colmes, J. Stability of Beverage flavor emulsions. *Perf. Flav.* 13(1): 23-41.
2. Preston, H. D. Clouding agents and heading liquor. En: *Developments in Soft Drink Technology*, Vol.1., ed. Applied Science, 1978, pp. 87-88.
3. Vandana, S.; Sumit, A. y Sindhu, J. S. *Indian Food Industry* 18 (1): 39-48, 1999.
4. Reineccius, G. A. *Flavor Chemistry and Technology*. Taylor & Francis Group, Boca Raton, FL. USA, 2006.
5. Reineccius, G. A. *Drying Technol.* 22: 1289-1324, 2004.
6. Walstra, P. The role of proteins in the stabilisation of emulsions. En: *Gums and Stabilisers for the Food Industry*. Phillips G.O. y Williams P. A. (Eds.), IRL Press, Washintong D.C. 1988, pp. 323-336.
7. Kim, Y. D.; Morr, C. V. y Schenz, T. W. *J. Agric. Food Chem* 44: 1308-1313, 1996.
8. Soottitantawat, A.; Yoshii, H.; Furuta, T.; Ohkawara, M. y Linko, P. *J. Food Sci.* 68: 2256-2262, 2003.
9. Tau, C. T. y Colmes J. N. *Perf. Flav.* 13 (1): 23-41. 2008.
10. Reineccius, G. *Source Book of Flavours*. 2nd. ed. Chapman Hall, New York, 1994.
11. Shiga, H.; Yoshii, H.; Nishiyama, T.; Furuta, T.; Forssele, P.; Poutanen, K. y Linko, P. *Drying Technology* 19 (7): 1385-1395, 2001.
12. García, E. Utilización del aceite de hígado de tiburón en el desarrollo de alimentos nutricionalmente mejorados (tesis en opción al grado de Doctor en Ciencias. CIBNOR. Baja California, México) 2005.
13. Gutiérrez, S.; Muñoz, Y.; Núñez, M.; Montelongo, I. y Bocourt, J. *Cienc. Tecnol. Alim.* 16 (1): 65-69, 2006.