

DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS DE ENCAPSULAMIENTO POR CO-CRISTALIZACIÓN DE JUGO DE MARACUYÁ (*Passiflora edulis*)

OPTIMUM CONDITIONS FOR PASSION FRUIT (*Passiflora edulis*) ENCAPSULATION JUICE THROUGH CO-CRYSTALLIZATION

Everaldo J. Montes¹, Claudia D. De Paula¹, Fabián A. Ortega¹

Recibido para evaluación: Marzo 30 de 2006 - Aceptado para publicación: Septiembre 9 de 2006

RESUMEN

Para la determinación de las condiciones óptimas de encapsulamiento por co-cristalización de jugo de Maracuyá (*Passiflora edulis*) en sacarosa, el pH de los jugos concentrados y el porcentaje de jugo adicionado fueron considerados. El pH del jugo concentrado fue ajustado a 3.5, 4.5 y 5.5 y los porcentajes de jugo adicionado fueron 10, 15 y 20% p/p. Los experimentos fueron realizados en un reactor por lotes con cantidades iniciales de 300 g de jarabe de sacarosa con concentración inicial de 70°Brix. Las variables fueron optimizadas empleando la metodología de superficies de respuesta (RMS) utilizando el software STATISTICA 5.0, teniendo como variables de respuestas (variables dependientes) a la humedad del producto final (p/p), la densidad aparente (g cm^{-3}), tiempo de solubilización (s), tiempo de co-cristalización y ángulo de reposo. Además, se evaluó la degradación de la vitamina C en el producto final. Los resultados muestran que las condiciones óptimas para el encapsulamiento por co-cristalización de jugo de maracuyá fueron para el pH de los jugos concentrados de 4.5 y el porcentaje de jugo adicionado del 15% p/p.

Palabras clave: Co-cristalización, jugo de Maracuyá, densidad aparente, ángulo de reposo, higroscopicidad, tiempo de solubilización, superficie de respuesta.

ABSTRACT

Optimum conditions for passion fruit (*Passiflora edulis*) juice encapsulation through co-crystallization with sucrose considering pH and juice percentage were evaluated. Concentrated juice pH was adjusted to 3.5, 4.5 and 5.5 and juice percentages of 10, 15 and 20%w/w were added. A batch reactor with 300 g of sucrose syrup and 70 °Brix was used as initial quantities. Variables were optimized using Response Surfaces (RMS) and STATISTICA 5.0. Variable evaluated were response humidity of the final product (w/w), apparent density (g cm^{-3}), solubility time (s), co-crystallization time (s), rest angle and vitamin C degradation. The results showed that optimums conditions for the encapsulation through co-crystallization of passion fruit juice were pH 4.5 and 15% w/w juice percentage added.

Key words: Co-crystallization, passion fruit juice, apparent density, rest angle, solubility time, response surfaces.

¹Universidad de Córdoba, Departamento de Ingeniería de Alimentos, Km 12 vía Cereté - Ciénaga de Oro. Tel (4) 894 0508, Fax (4) 786 0255, Email: emontes@sinu.unicordoba.edu.co

INTRODUCCIÓN

La encapsulación es un proceso mediante el cual ciertas sustancias bioactivas (sabores, vitaminas o aceites esenciales) son introducidas en una matriz o sistema pared con el objetivo de impedir su pérdida, para protegerlos de la reacción con otros compuestos presentes en el alimento o para impedir que sufran reacciones de oxidación debido a la luz o al oxígeno (Shahidi y Han, 1993). Las aplicaciones de esta técnica han ido incrementándose en la industria de los alimentos debido a la protección de los materiales encapsulados de factores como temperatura y humedad, permitiendo mantener su estabilidad y viabilidad (Nori, 1996). Las microcápsulas han sido también barreras contra malos olores y sabores; las microcápsulas ayudan a que los materiales frágiles resistan las condiciones de procesamiento y empaque mejorando sabor, aroma, estabilidad, valor nutritivo y apariencia de sus productos. En la encapsulación de sabores, se reduce su volatilidad o previene reacciones indeseables con otros componentes del alimento aún cuando se almacene por un período prolongado (Risch y Reineccius, 1998; Popplewell, 2001).

Diversas técnicas han sido desarrolladas o aplicadas para la fabricación de microcápsulas, pudiendo ser clasificadas como métodos físicos, químicos, o fisicoquímicos. El tipo de proceso utilizado depende de las propiedades del agente encapsulante, así como de las limitaciones del material activo, del mecanismo de liberación deseado y el costo (King, 1995; Shahidi y Han, 1993). En el caso de sabores y aromas, varios métodos físicos, químicos o físico-químicos han sido desarrollados para encapsularlos y utilizarlos en la industria de alimentos (Spray drying, Spray chilling, Extrusión, Liofilización, Inclusión molecular, Coacervación, Separación en

fase orgánica etc); el secado por aspersión es el que más se utiliza (Chen *et al.*, 1998). Esta investigación tuvo como objetivo determinar las condiciones óptimas de encapsulamiento por co-cristalización de jugo de maracuyá en sacarosa variando el pH y la concentración de jugo.

MATERIALES Y MÉTODOS

Diseño experimental

En esta investigación fueron consideradas dos variables independientes que fueron el pH (3.5, 4.5, 5.5) de los jugos concentrados y el porcentaje de jugo adicionado al jarabe de sacarosa (10, 15 y 20%). Se realizó un planeamiento factorial con el objetivo de observar la tendencia de optimización de las variables de respuestas: humedad (p/p), densidad aparente (g cm^{-3}), tiempo de solubilización (s), ángulo de reposo, higroscopicidad, degradación de vitamina C ($\text{mg } 100 \text{ g}^{-1}$), con tres réplicas para cada experimento, con las variables y niveles indicados. Las variables de proceso fueron optimizadas empleando la metodología de superficie de respuesta (RMS) (Beristain *et al.*, 1994).

Posteriormente se realizó un planeamiento factorial de punto central compuesto, con el objetivo de alcanzar la optimización de las variables respuestas seleccionadas como: humedad del producto, densidad aparente, solubilidad, ángulo de reposo, higroscopicidad y degradación de vitamina C.

Materia prima

Se utilizó sacarosa de tipo comercial (azúcar refinada) y los jarabes fueron preparados en agua destilada. Se empleó jugo de tipo concentrado congelado comercial. El ajuste de pH del jugo antes de ser adicionado al jarabe fue realizado por pH-metro digital, empleando una solución de hidróxido de calcio (4N).

Co-cristalización

Los experimentos fueron realizados en un reactor por lotes con cantidades iniciales de jarabe igual a 300 g. El jarabe de sacarosa con concentración inicial de 70°Brix fue calentado hasta 128 °C, indicativo del grado de supersaturación necesaria para la cristalización espontánea (Tavare, 1994). En este momento la muestra fue retirada del calentamiento siendo iniciada la agitación a alta velocidad (200 rpm) y la adición del jugo concentrado hasta observar la formación de un material sólido particulado.

Terminada la agitación, se realizaron análisis de humedad (p/p), densidad, tiempo de solubilización, tiempo de co-cristalización, ángulo de reposo, higroscopicidad y degradación de vitamina C, efectuados después de una estandarización del material (esto fue conseguido por secado del material en estufa a vacío a 50 °C por 12 h, seguida de molienda y tamizado en malla número 20).

Humedad

La humedad (p/p), fue determinada en estufa al vacío, a 60 °C por un período de 48 h según método de la AOAC (1990) 948.12 adaptado.

Densidad aparente

La densidad aparente (g cm⁻³) del producto fue determinada midiéndose el volumen ocupado por aproximadamente 30 g de polvo según Beristain *et al.* (1996).

Tiempo de solubilización

Fue medido el tiempo necesario para la completa disolución de 10 g del producto en 10 ml de agua destilada a 25 °C según Beristain *et al.* (1996).

Ángulo de reposo

El ángulo de reposo del producto fue determinado según Beristain *et al.* (1996).

Higroscopicidad

La higroscopicidad del producto fue determinada según Beristain *et al.* (1996).

Degradación de vitamina C

Para la determinación de la concentración de vitamina C fue utilizado el método estándar de la AOAC 1990 modificado por Benassi y Antunes (1988).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos en los análisis de humedad se representan en la figura 1. A través del software STATÍSTICA 5.0, fue realizado el análisis de los datos obtenidos, ajustando, en todos los casos, modelos empíricos de acuerdo con la ecuación (1):

$$Y = m + \beta_0 \cdot X + \beta_1 \cdot X^2 + \beta_2 \cdot Z + \beta_3 \cdot Z^2 \quad (1)$$

Donde:

Y: humedad, densidad, solubilidad, tiempo de co-cristalización y ángulo de reposo.

X: es el porcentaje de jugo adicionado.

Z: es el pH.

m: es media de la regresión.

β_0 y β_2 : son los efectos lineales

β_1 y β_3 : son los efectos cuadráticos

Humedad

Fueron observados efectos significativos ($\alpha = 5\%$) para los efectos de porcentaje de jugo adicionado y pH, donde se observa que a menor pH y menor porcentaje de jugo adicionado mayor será el porcentaje de humedad que tiene el producto final. En principio, se esperaba lo contrario, dado que los resultados presentados por Beristain *et al.* (1994, 1996) y por Bhandari *et al.* (1998) indican humedades correspondientes a mayor porcentaje del material encapsulado. Incluso después de realizar la tercera replica, la

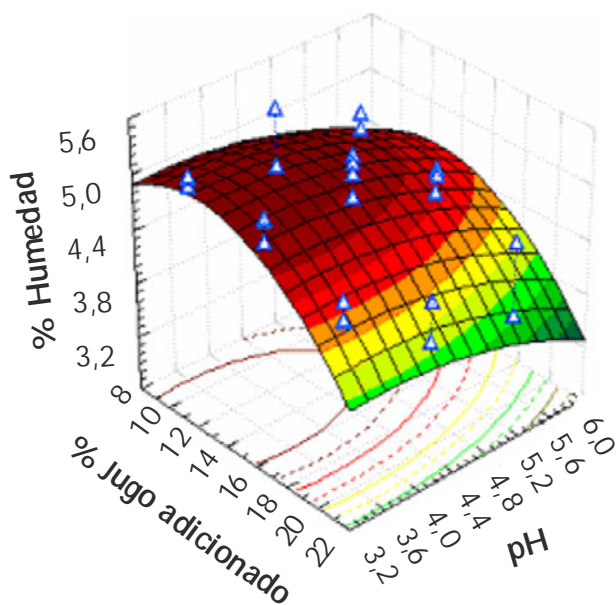


Figura 1. Influencia del pH y del porcentaje de jugo sobre la humedad del producto.

tendencia de los resultados continuó siendo la misma. Una posible explicación para este hecho puede ser la presencia de algún componente específico del jugo de maracuyá que favorece el secado del producto co-cristalizado. Los valores absolutos de humedad obtenidos sin ninguna etapa de secado posterior a la co-cristalización, estuvieron entre 3,21 y 5,31% p/p (base húmeda), que comparados a los valores encontrados para el azúcar refinado comercial (de 0,04 a 0,05% p/p) son muy altos, lo que puede verse reflejado en una disminución de la vida útil del producto.

Densidad aparente

Los resultados obtenidos para la densidad aparente son presentados en la figura 2 (que corresponde a las muestras analizadas después de la estandarización). Los nuevos resultados indicaron que ninguno de los dos efectos (pH y porcentaje de Jugo adicionado) fue significativo ($P < 0.05$), aunque el efecto lineal del porcentaje de jugo haya presentado niveles de significancia de 5,9%. La tendencia de aumento de la densidad para bajas concentraciones de jugo permaneció, al

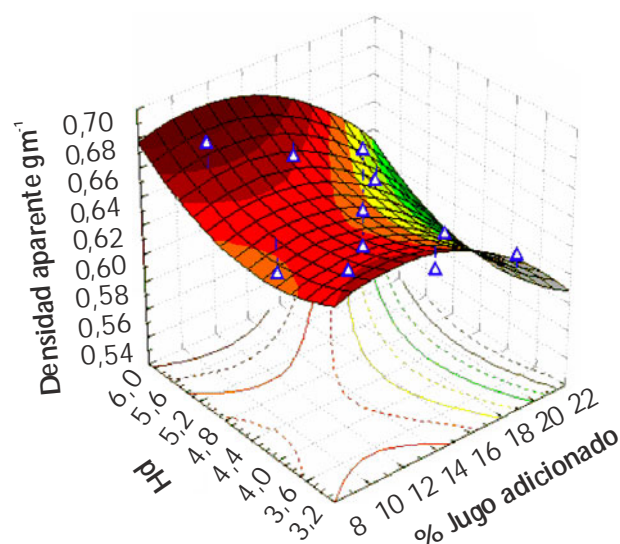


Figura 2. Influencia del pH y del porcentaje de jugo adicionado sobre la densidad aparente del producto después de la estandarización de la muestra.

tiempo, en que el efecto del pH ocasionó lo contrario; se verifica, en esa nueva carga-lote de experimentos, que las menores densidades ocurren para el pH intermedio (4,5).

De forma general los valores de densidad aparente observados se encontraron en la franja correspondiente a la mayoría de los polvos alimenticios, que según Peleg (1983), va de 0,3 a 0,8 g cm⁻³. El aumento de densidad del producto utilizando menores concentraciones de jugo parece estar relacionado con las altas humedades de los mismos, dado que humedades excesivas, especialmente en polvos conteniendo compuestos cristalinos solubles (tales como azúcares o sales), pueden resultar en la licuefacción del material y consecuentemente en un aumento de su densidad (Peleg, 1983).

Tiempo de solubilización

Los resultados obtenidos para el tiempo de solubilización son presentados en la figura 3 que corresponde a las muestras analizadas después de la estandarización donde se observa una caída considerable de los tiempos

de solubilización, los cuales pasaron a ser muy próximos unos de los otros. De esta forma, el análisis estadístico de los datos mostró que ninguno de los efectos (pH y porcentaje de jugo adicionado) fue significativo. Fue comprobado, que antes de la estandarización había una tendencia al aumento del tiempo de solubilización con el aumento del porcentaje de jugo adicionado y ligera disminución con el aumento del pH. En la figura 5, se observa que los mayores tiempos de solubilización ocurrieron en porcentaje de jugo del 15%, pero las diferencias son tan pequeñas que pueden ser ignoradas.

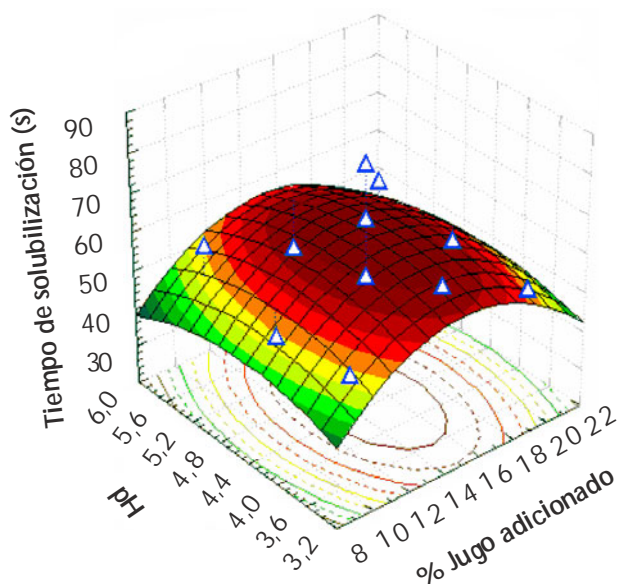


Figura 3. Influencia del pH y del porcentaje de jugo adicionado sobre el Tiempo de solubilización del producto después de la estandarización.

Tiempo de co-cristalización

En la figura 4, se presentan los resultados correspondientes al tiempo de co-cristalización, el cual sufrió una gran influencia de la concentración de jugo ($Pr < 0,0001$) que, a la vez, fue la única variable significativa. Cuanto mayor era la cantidad de jugo, mayor fue el tiempo necesario para la co-cristalización. Eso indica que el proceso se torna más ventajoso en la medida que se utilizan menores

concentraciones de jugo, ya que el costo es reducido, pero las características sensoriales del producto (como el sabor y el olor) resultan disminuidas.

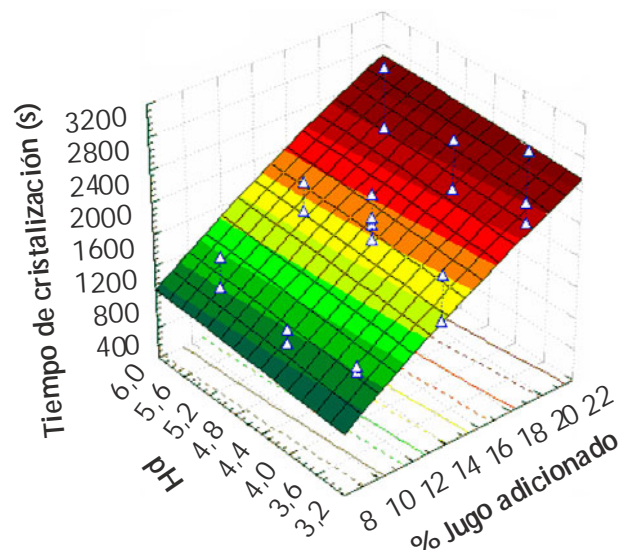


Figura 4. Influencia del pH y del porcentaje de jugo adicionado sobre el tiempo de co-cristalización del producto.

Ángulo de reposo

Los resultados para el ángulo de reposo se encuentran en la tabla 1. Los valores son bastante próximos unos de los otros y el análisis estadístico no indicó ningún efecto significativo de las variables estudiadas ($Pr > 0.05$), sólo el efecto cuadrático del pH se aproximó al nivel de significancia ($Pr = 0.066$), demostrando una tendencia de menores ángulos de reposo para pH de 4.5. La medida del ángulo estático de reposo es un método simple de caracterización del comportamiento de polvos o gránulos durante el flujo. Los polvos que exhiben ángulos de reposo menores que 40° , generalmente presentan propiedades de flujo libre, mientras que ángulos arriba de 50° indican cohesividades o problemas de flujo (Bhandari *et al.*, 1998); la tabla 1 indica que todas las muestras presentaron ángulos alrededor de 30° , lo que puede ser considerado adecuado.

Tabla 1. Ángulo de reposo del producto (°)

| pH | Jugo adicionado (%) | Ángulo de reposo |
|-----|---------------------|------------------|
| 3,5 | 10 | 30.40 |
| 3,5 | 15 | 30.04 |
| 3,5 | 20 | 29.09 |
| 4,5 | 10 | 30.21 |
| 4,5 | 15 | 26.74 |
| 4,5 | 20 | 32.04 |
| 5,5 | 10 | 30.04 |
| 5,5 | 15 | 29.47 |
| 5,5 | 20 | 31.32 |

Higroscopicidad

Fueron evaluadas las variaciones de peso, definidas por la ecuación (2), para las muestras preparadas en los valores de pH 3,5, 4,5 y 5,5 y porcentajes de jugo de 10, 15 y 20% p/p respectivamente, y almacenadas a 25 °C y 75% de humedad relativa.

$$\text{Variación de peso} = (\text{peso en el día N} - \text{peso inicial}) / \text{peso inicial} \quad (2)$$

Todas las muestras ganaron peso rápidamente en los primeros seis días de almacenamiento (Después de mantener masas prácticamente constantes), indicando una buena estabilidad del producto en relación a las condiciones ambientales teniendo en cuenta que las muestras no estaban protegidas por ningún empaque y, además, la humedad relativa a la que estaban expuestas era bastante alta. La figura 5 representa las variaciones de peso para las muestras a pH 3.5, en los porcentajes de jugo de 10, 15 y 20% p/p. En todos los valores de pH la mayor ganancia de peso fue observada para las muestras con mayor proporción de jugo. La influencia del pH (3.5, 4.5, 5.5) sobre las ganancias de peso de muestras preparadas con 10, 15 y 20% p/p de jugo respectivamente, fue determinada. Con excepción de las muestras con 15% p/p de

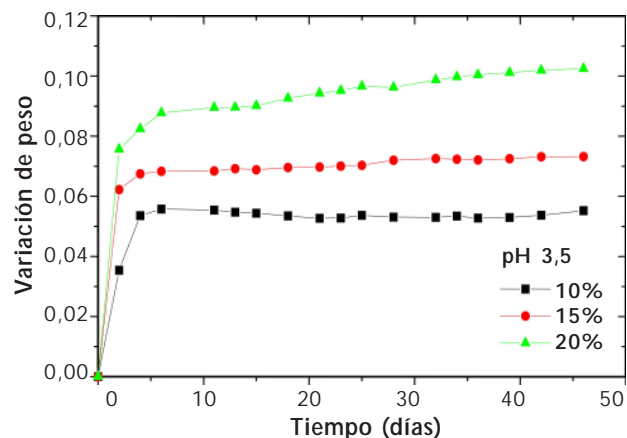


Figura 5. Influencia del porcentaje (p/p) de jugo adicionado sobre la ganancia de peso del producto en relación al pH 3,5.

jugo, donde la muestra de pH 5,5 fue la más higroscópica, los productos con menor pH tuvieron mayor higroscopicidad. Las mismas tendencias en relación al pH y a la proporción de jugo fueron observadas por Beristain *et al.* (1994). La figura 6 representa la variación de peso para muestras preparadas con 10% p/p de jugo de maracuyá y pHs de 3.5, 4.5 y 5.5.

De acuerdo con García *et al.* (1992), la sacarosa, en estado puro, tiende a adsorber agua en actividad de agua a partir de 0,8, mientras que la fructosa tiene capacidad de adsorber agua a actividad de agua más baja que la sacarosa pura. Durante ciertas condiciones de almacenamiento, la

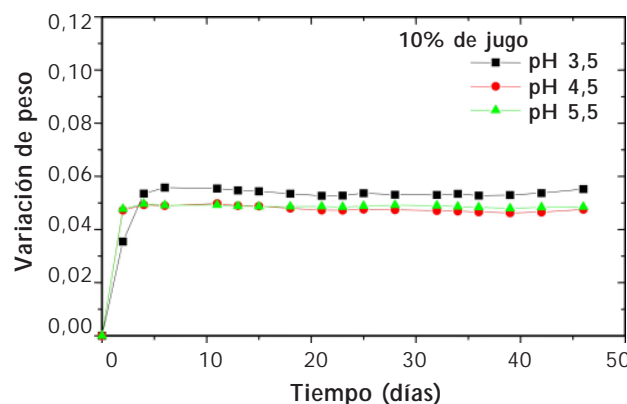


Figura 6. Influencia del pH sobre la ganancia de peso del producto para 10% (p/p) de jugo.

sacarosa puede sufrir una hidrólisis (inversión), produciendo, por cada molécula de sacarosa, una molécula de glucosa y una de fructosa. La inversión es controlada por la actividad de agua y pH (favorecida en soluciones levemente ácidas). Cuando la actividad de agua alcanza 0,6, pequeñas cantidades de sacarosa pueden ser disueltas en la superficie de los cristales, iniciándose entonces la inversión. La fructosa presenta mayor higroscopicidad y, por tanto, acarrea adsorción de mayor cantidad de agua, que disolverá más sacarosa y que será hidrolizada subsecuentemente. El fenómeno es por tanto progresivo y, una vez iniciado, prácticamente es irreversible. Eso explica la mayor higroscopicidad observada en las muestras con mayor proporción de jugo (que contiene azúcares reductores) y menor pH.

Degradación de vitamina C

La figura 7 presenta los niveles de vitamina C determinados en muestras preparadas con 15% p/p de jugo y pH 4,5. Esa condición fue escogida, con base en los resultados anteriores, que demostraron que ese tratamiento suministra un producto con características físicas adecuadas y una razonable proporción de jugo. El nivel de vitamina C del jugo de maracuyá congelado

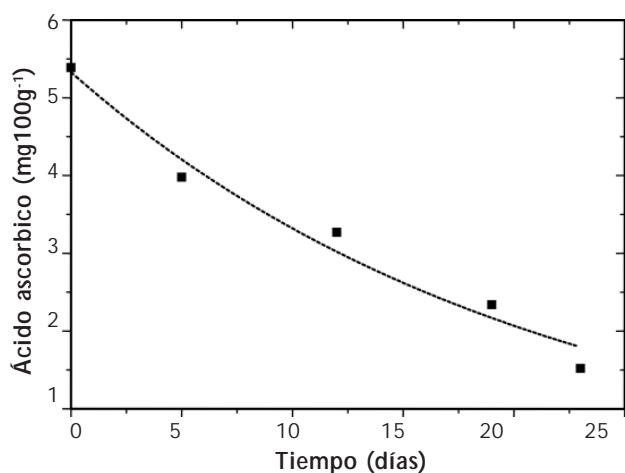


Figura 7. Degradación de vitamina C durante el almacenamiento del producto a 75% de Humedad relativa y temperatura de 25 °C.

fue de 0,276 mg g⁻¹. Después del proceso de co-cristalización (tiempo cero de almacenamiento), ese nivel disminuyó hasta 0,0539 mg g⁻¹, evidenciando una pérdida muy grande de nutriente del proceso.

CONCLUSIONES

- La gran influencia de la concentración de jugo observada en todas las variables estudiadas se debe, probablemente, a su efecto sobre el grado de supersaturación de la mezcla alcanzado en el momento de la adición del mismo.
- El enfriamiento de la solución de sacarosa causado por la adición de jugo y por la agitación favorece al paso de la mezcla de la zona metaestable (grado de supersaturación entre 1 y 1.25) para la zona lábil. Entre tanto la adición del jugo (concentración de 64 °Brix) también provoca la dilución de la mezcla, disminuyendo el grado de supersaturación, siendo esa disminución tanto mayor cuanto mayor sea el porcentaje de jugo adicionado. Eso explica el aumento del tiempo de co-cristalización observado en función del aumento del porcentaje del jugo adicionado.
- El efecto del pH también puede estar sufriendo una interferencia por el mismo motivo, esto es, la corrección del pH para niveles más altos exige la adición de mayores cantidades de solución de hidróxido de calcio, diluyendo más el jugo.
- Los resultados muestran que las condiciones óptimas para el encapsulamiento por co-cristalización de jugo de maracuyá fueron para el pH de los jugos concentrados de 4.5 y el porcentaje de jugo adicionado del 15% (p/p).

BIBLIOGRAFÍA

- AOAC (Association of Official Analytical Chemists). 1990. AOAC Official Methods of Analysis. Washington, D.C., p1058-1059
- Benassi, M. y Antunes, A. 1988. A comparison of meta-phosphoric and oxalic acids as extractant solutions for the determination of vitamin C in selected vegetables. *Arquivos de Biologia e Tecnologia* 31:507-513
- Beristain, C.; Mendoza, R.; Garcia, H. y Vazquez, A. 1994. Cocrystallization of Jamaica (*Hibiscus sabdarifa* L.) granules. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 27(4):347-349
- Beristain, C.; Vazquez, A.; Garcia, H. y Vernon-Carter, E. 1996. Encapsulation of orange peel oil by co-crystallization. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 29:645-647
- Bhandari, B.; Datta, N.; D'arcy, B. y Rintoul, G. 1998. Co-Crystallization of honey with sucrose. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 31:138-142.
- Chen, A.; Veiga, M.; y Rizzuto, A. 1988. Co-Crystallization: an encapsulation process. *Food Technology* 44:87-90
- Garcia, E.; Ardito, E.; Grosso, C.; Leite, R.; Savitci, L.; Gasparino, J. y Pinto, M. 1992. O uso de polietileno de baixa densidade (PEBD) para embalagem de até 5 Kg de açúcar cristal e refinado. CETEA/ITAL, p8
- King, A. 1995. Encapsulation of food ingredients. *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*. Risch, S.J. y Reineccius, G.A. ACS Symposium Series, Washington DC, p26-39
- Nori, M. 1996. Ingredientes e aditivos microencapsulados na indústria de alimentos. *Engenharia de Alimentos*, Brasília, p33-35
- Popplewell, L. 2001. Evaluating encapsulation economics. *Perfumer & Flavorist* 26(2):2-6
- Peleg, M. 1983. Physical Properties of Foods. Physical characteristics of food powders. Peleg, M. e Bagley, E.B., AVI Publishing Co., Westport, p293-323
- Risch, S. y Reineccius, J. 1998. Flavor encapsulation. American Chemical Society, Washington, p180
- Shahidi, F. y Han, X. 1993. Encapsulation of food ingredients. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 33(6):501-547.
- Tavare, N. 1994. Industrial Crystallization. Process Simulation Analysis and Design. Plenum Press, New York, p527