



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO  
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLÁN



2<sup>a</sup> ej

**ALMIDONES MODIFICADOS,  
SU USO COMO MICROENCAPSULANTES**

**TRABAJO DE INVESTIGACION  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:  
INGENIERA EN ALIMENTOS  
P R E S E N T A**

**SUSANA ALCANTARA PATIÑO**

**ASESORA: M. EN C. DORA LUZ VILLAGOMEZ**



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN  
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

U. N. A. M.  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLAN



DR. JAINE KELLER TORRES  
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN  
P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez, <sup>Departamento de</sup> Jefe del Departamento de Exámenes Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el trabajo de Investigación: Almidones Modificados, su uso como Microencapsulantes.

que presenta la pasante: Susana Alcántara Patiño  
con número de cuenta: 8239810-9 para obtener el TITULO de:  
Ingeniera en Alimentos

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .  
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"  
Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 17 de Mayo de 1995

PRESIDENTE	<u>M. en C. Clara Inés Alvarez Manrique</u>	<i>(Clara Inés Alvarez Manrique)</i>
VOCAL	<u>M. en C. Dora Luz Villogómez Zavala</u>	<i>(Dora Luz Villogómez Zavala)</i>
SECRETARIO	<u>M. en C. Nidia Aragón Saigado</u>	<i>(Nidia Aragón Saigado)</i>
1er. SUPLENTE	<u>Q.F.B. Patricia Miranda Castro</u>	
2do. SUPLENTE	<u>Q.F.B. Edgar Aguilera Cerón</u>	

A mis padres:

Con cariño.

A Lupita:

Porque mis logros son los tuyos.

A Danaé:

Porque el camino aún es largo.

A Ajbeiza, Andrea y Diana:

Por ser tan bonitas.

A mis sobrinos: Jesús, Rocío, Jorge, Luis, Laura, Verónica,  
Ricardo, Belém:

Pequeñas estrellas en mi cielo.

A Federico:

Por confiar en mí y estar siempre a mi lado.

# I N D I C E

Indice.....	1
Marco Teórico.....	2
<b>Generalidades</b>	
Aceite Esencial de Toronja.....	6
Microencapsulamiento.....	7
Secado por Aspersión.....	8
Esquema del Secado por Aspersión.....	9
Goma Arábiga.....	12
Almidones Modificados.....	14
Objetivos.....	19
Diagrama General de Trabajo.....	19a
Materiales y Métodos.....	20
Cronograma de Actividades.....	24
Anexo I: Métodos Analíticos.....	25
Trampa Clevenger.....	26
Anexo II: Degradación del Limoneno.....	29
Bibliografía.....	30

## ALMIDONES MODIFICADOS, SU USO COMO MICROENCAPSULANTES

### MARCO TEORICO

Desde siempre, el hombre ha consumido sus alimentos adicionándoles algún saborizante como: azúcar, sal, vinagre y una extensa variedad de condimentos; ya que para él, el comer también implica disfrutar el alimento; de ahí, que en la actualidad los alimentos que continuamente se desarrollan deben reunir ciertas propiedades sensoriales que los hagan ser aceptados por el consumidor. Es decir; los sabores, colores y aromas asociados con ellos deben estar presentes en la proporción adecuada, de tal forma que recuerden al producto natural. Por ejemplo, la carne de soya texturizada es altamente nutritiva, pero para ser comercialmente aceptable, es preciso que sepa a carne y tenga el color y textura de ésta. En algunos casos de cocimiento excesivo o cocimiento en horno de microondas, el color del producto no es el deseado, por lo que se ha buscado la manera de adicionar colorantes naturales para enmascarar un mal color o para dar el tono de cocido; lo mismo ocurre cuando se imparte sabor u olor se trata, en este caso se está logrando volver a lo natural; es decir, a la aplicación de aceites esenciales de cítricos como precursores de sabor o aroma en los productos alimenticios. De estos precursores de sabor y aroma, es de nuestro interés el aceite esencial de toronja dado el auge que su utilización está teniendo como saborizante -sobre todo en la industria

refresquera-. Lamentablemente su utilización se ha encontrado con un problema; el de mantener la integridad del aceite a través del tiempo, ya que por ser un líquido oleoso está expuesto a cambios indeseables de deterioro (7, 24), por lo que minimizar al máximo las modificaciones indeseables se ha vuelto una prioridad. Enfocados a lo anterior se han aplicado diferentes métodos de conservación y almacenamiento buscando garantizar la estabilidad del aceite esencial de toronja aún en condiciones severas de temperatura, pH, humedad, etc. En cuanto al almacenamiento, se ha implementado el uso de áreas refrigeradas lo mismo que el uso de un envase adecuado; y otras veces la aplicación de la técnica de microencapsulamiento del ingrediente. En los dos primeros casos, el espacio disponible en una industria es la limitante que nos hace volver los ojos al tercer caso -el del microencapsulamiento- ésta técnica provee, aparte de la protección buscada, la ventaja de "convertir" en polvo los líquidos facilitando su manejo y con esto, la disminución primero del costo -porque ya no se requieren cámaras frigoríficas-; segundo, del área requerida para el almacenamiento; lo mismo que un control sobre el momento de la liberación del ingrediente microencapsulado -algo inusual en la formulación-, que puede darse durante el proceso de elaboración de un alimento o al momento de su consumo.

El propósito de este trabajo es comparar la eficiencia de microencapsulamiento de almidones modificados de nombres comerciales "Capsul", "National-46" y "N-10k" con respecto a la goma Arábiga; apoyado esto, por la necesidad de sustituir

materias primas -como la goma Arábica- que por ser netamente de importación son de alto costo (aproximadamente 26 dólares por kilogramo) si se toma en cuenta la reciente crisis económica en que se disparó la paridad cambiaria del dólar incrementándolo en más de un 100% es claro que repercute en el precio de la goma arábica (si para 1992 la goma valía \$90<sup>00</sup> por kilogramo, ahora vale \$182<sup>00</sup>); aunando a ésto la inestabilidad política de los lugares de procedencia que en ocasiones inhabilita su distribución al mundo, se hace necesario dejar de depender de materias primas importadas. Ahora bien, en México se están produciendo desde hace al menos un década sucedáneos -de la goma en cuestión- de alta calidad, como son los almidones modificados del tipo maltodextrinas, ciclodextrinas y los almidones ya mencionados. Estos últimos, tienen la ventaja de ser multifuncionales, es decir, aplicados desarrollan más de una propiedad funcional (por ejemplo: en una emulsión lo mismo emulsionan -permiten la mezcla de dos líquidos inmiscibles- que estabilizan, con lo que ya no es necesario el uso de un agente tensoactivo y otro agente estabilizante); logrando con ello dar practicidad a un hidrocoloide abatiendo costos; y que en este caso, que se buscan sustitutos de la goma arábica, dichos almidones son una opción.

Pareciese que este tema ya ha sido explotado, la revisión de los trabajos publicados muestran más bien la tendencia a reforzar la aplicación de la goma arábica mediante el uso de otro hidrocoloide que subsane -entre otras cosas- la porosidad de la pared formada por la goma -cuando utilizan como técnica de

microencapsulamiento el secado por aspersión-. Por ejemplo, es frecuente encontrar estudios de microcápsulas obtenidas con mezclas de goma arábiga y maltodextrinas y en ellas se ve que si bien el efecto logrado es satisfactorio, se les presenta el problema de la dispersión de la maltodextrina, cosa que no ocurre con los almidones que se proponen para éste estudio. O en otros casos, el estudio de almidones modificados se refiere propiamente a almidones pregelatinizados que nada tienen que ver con los almidones de microencapsulamiento.

Todo lo anterior muestra que la importancia de éste trabajo, es en cuanto a proveer información acerca de la calidad de formación de microcápsula de los almidones modificados Capsul, N-lok y Nat-46; que son de producción nacional, de bajo costo (poco más o menos de entre 7 y 9 pesos por kilogramo); son éstas, entre otras, las características que los hacen atractivos.

## GENERALIDADES

Para llevar a buen término éste proyecto de investigación es necesario conocer aspectos relevantes tales como, la composición del aceite esencial.

### ACEITE ESENCIAL DE TORONJA:

El aceite esencial de toronja es el líquido aromático oleoso volátil que se extrae principalmente por el método de aplicación de presión de las vesículas presentes en la cáscara de la toronja (Citrus x paradisi de la familia Rutaceae); la cual, es un fruto globular achatado en los polos de 10 a 15 cm de diámetro, de cáscara gruesa de color amarillo con centro carnoso de color rosado. Este fruto proviene del Toronjo, que es un árbol vigoroso de 4.5 a 9 m de altura con follaje denso sin o con espinas poco formadas y sus hojas son largas, ovales agudas de 10 a 20 cm de largo (SARR, 1992). El aceite se caracteriza por tener una proporción del 90 al 95% de hidrocarburos terpenoides (principalmente el monoterpeno limoneno) y una baja proporción de derivados oxigenados que son los verdaderos responsables del aroma. Como ya se mencionó el limoneno es el hidrocarburo que más abunda en los cítricos, es fácilmente oxidable (ver Anexo II) y tiene un umbral de detección de 10g/l. El aceite obtenido mantiene las características sensoriales muy similares a la materia prima pero con una fuerza o intensidad de hasta 100 veces más, por lo que se usa en concentraciones de 0.01 a 0.1% para saborizar o aromar alimentos, bebidas, perfumes, etc. (7, 23, 19)

Dadas sus características, los aceites esenciales de cítricos almacenados en estado "puro", sin modificar y expuestos al medio están sujetos a una serie de alteraciones de deterioro tales como: rancidez oxidativa o hidrolítica, pérdida de color, desprendimiento de malos olores y presencia de sabores desagradables; con lo que es muy deseable un método de protección que mantenga sus características y prolongue su vida de anaquel (19, 23). El aceite esencial de toronja no es la excepción; es por eso que la técnica de conservación que se utilizará en este proyecto de investigación será la de microencapsulamiento.

#### **MICROENCAPSULAMIENTO:**

El desarrollo de la técnica de microencapsulamiento se sitúa en un principio a su aplicación en la industria farmacéutica, y es a partir de los resultados tan favorables en ésta, que se comienza a idear la mejor manera de trasladarla a la industria alimentaria.

El microencapsulamiento ha sido definido como el proceso de envolver, encerrar o encajonar una partícula -núcleo, corazón, etc.- en una fase polimérica continua (10, 20, 37, 45)-pared, material cubriente, etc.- para proteger al ingrediente del medio que lo rodea. (24, 27)

Para obtener el encapsulado existen una amplia variedad de métodos desarrollados y probados tales como; la coacervación, extrusión, cocrystalización, esparado en aire frío o caliente, deshidratación por solventes (4, 9, 10, 20), etc. De todos los

mencionados, la mayoría sólo encuentra su aplicación a nivel laboratorio por las características tan complicadas de algunos procesos y el hecho de que varios usan solventes orgánicos.

En la industria de los alimentos, el método de microencapsulamiento generalmente usado es el secado por aspersión (16, 30, 27) debido a que el proceso es de bajo costo, flexible, el equipo involucrado es de fácil adquisición y la calidad de la microcápsula obtenida es adecuada. El secado por aspersión es realmente la manera más rápida de microencapsular -el tiempo que tarda en evaporar el agua de la suspensión o emulsión-; es segura por que no usa solventes orgánicos con lo que tampoco éstos se deben recuperar; es menos costosa porque el encapsulado sólo requiere una operación unitaria y el gasto de energía se ve compensado por los altos volúmenes de producto que se pueden obtener por día; etc. Todo esto nos sirve de base para decidir que el método de microencapsulamiento de aceite esencial de toronja sea el de secado por aspersión.

#### **SECADO POR ASPERSION:**

El secado por aspersión (atomización, pulverización o esparcido), consiste en pulverizar el producto en finas gotas formando una niebla. Este se hace llegar a la boquilla del pulverizador mediante bombeo, por lo que debe ser bastante fluido como para facilitar su traslado del tanque de alimentación al secador. Desde el momento de su formación, dicha niebla está en contacto con una corriente de aire caliente (en alimentos

generalmente es de 100 a 300°C) que actúa como calefactora y vehiculizadora. La rápida evaporación del agua debida a la considerable superficie total de transferencia transforma las gotas de líquido en partículas sólidas que son separadas del aire mediante la ayuda de un ciclón primario que se halla a la salida de la cámara del secador (Figura 1).

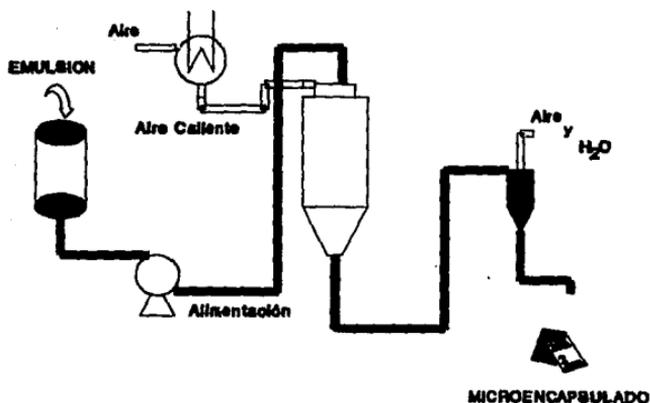


Figura 1- ESQUEMA DEL SECADO POR ASPERSION

Mediante una ventilación de aspiración apropiada un ciclón secundario recupera los polvos finos que tienden a permanecer en suspensión en el cuerpo del equipo. Así, el tiempo de residencia

del producto en el atomizador no depende de la alimentación, sino sólo de las condiciones de circulación del aire caliente en el secador - si el aire circula en paralelo, el tiempo de secado es mayor; en cambio a contracorriente éste se lleva a cabo mucho más rápido-(6, 11, 20, 26). Otra variable que también afecta al producto, es la naturaleza de la aspersion (boquillas rociadoras a presión -en éste caso, como se hace pasar al alimento por orificios muy pequeños y a presión podemos llegar a dañarlo- y los discos giratorios centrifugos). La apariencia, tamaño, forma, densidad y solubilidad de la partícula final puede ser afectada de diversas maneras por la presión de la boquilla, la viscosidad del líquido, la tensión superficial, la naturaleza de los sólidos,etc.(29, 34)

Los intervalos de temperatura generalmente usados en el secador para microencapsular -conforme a la recomendación de Shahidi, 1991- son de entre 100 y 300°C, aunque en promedio se usan 200°C. (27, 31)

Una vez establecido el método de obtención de las microcápsulas, cobra importancia el seleccionar el agente encapsulante de una manera adecuada, tomando en cuenta: la finalidad, que sea compatible con el método de microencapsulamiento y que sea apropiado para el ingrediente que se desea encapsular. Los agentes encapsulantes de uso común varían desde lípidos, proteínas, carbohidratos naturales (5, 8, 9), hasta polímeros comestibles expresamente "diseñados" para esta función (31, 33, 36); aunque para el microencapsulamiento

por aspersión se prefieren aquellos que permitan el tener grandes cantidades del agente en dispersión sin altas viscosidades que pudiesen interferir en el secado.(4, 6)

Los hidrocoloides se han caracterizado por su aplicación en el microencapsulamento vía secado por aspersión y hasta hace algunos años la goma arábiga era considerada el microencapsulante universal -por su habilidad de formar dispersiones concentradas con baja viscosidad, excelentes propiedades de emulsificante, estabilizante y de formación de película (14, 16)-. Sin embargo, todas sus ventajas se ven opacadas por la dificultad en su adquisición ya que es de importación; además de que por la diversidad de propiedades de la goma se le destina a usos diferentes al microencapsulamiento, sin contar con la baja homogeneidad en el grado de calidad de la goma en polvo y, principalmente su alto costo. Esto hace obligado el buscar nuevos agentes encapsulantes dentro del grupo de carbohidratos de relativa fácil adquisición y bajo costo; en un inicio se pensó que los almidones naturales podían ser la solución pero no fué así, por lo que se generó la inquietud de modificar las características del almidón para mejorar o resaltar alguna de sus propiedades.

Como en este proyecto de investigación se va a contrastar a la goma arábiga con tres almidones modificados -de nombres comerciales: Capsul, National-46 y N-lok-, en el microencapsulamiento de aceite esencial de toronja; y dada la importancia que estos polisacáridos tendrán dentro de este proyecto, se realizará una breve revisión de cada uno de ellos.

#### **GOMA ARÁBIGA:**

La goma arábica es un heteropolisacárido obtenido por la recolección manual del exudado de diversas especies del género **Acacia**. Esta leguminosa es típica de las áreas tropicales y subtropicales de África, India, Australia, América Central y el Suroeste de Norteamérica; pero las zonas comercialmente importantes se localizan en la República de Sudán, África Occidental Francesa y varios países africanos vecinos a ésta. La goma aparece entre las rajaduras o grietas de los troncos de los árboles que la exudan en forma de aglomerados parecidos a esferas o gotas, la recolección de este exudado es manual (Fick, 1990).

La goma arábica es un hidrocoloide de estructura ramificada, constituido por una cadena de unidades de beta-galactopiranosas unidas en las posiciones 1-3 con cadenas laterales de galactopiranosas con enlaces 1-6 y terminaciones de ácido glucurónico o residuos ácidos del 4-orto-metilglucurónico, con alrededor del 5% de proteínas -que son responsables de sus propiedades de emulsificante (Reineccius, 1991)-, por lo que su peso molecular puede variar de 250000 hasta 1000000. Su carga es neutra y a veces ligeramente ácida, su principal grupo sustituyente son los metoxilos, pero si la molécula se hidroliza completamente en sus posiciones C-3, se obtiene como resultado 4 azúcares sustituyentes básicos como la D-galactosa, L-arabinosa, L-ramnosa y el ácido D-glucurónico. La goma arábica presenta una conformación globular compleja y altamente ramificada -la molécula tiene forma de espiral corto y firme-, por lo que es altamente soluble en agua y esto le permite que a

concentraciones mayores del 55% siga dispersa, pudiendo llegar a formar un gel viscoso similar a un gel fuerte de almidón. (3, 14, 16)

Es característica de esta goma el que puede ser usada en combinación con otras -salvo alginato de sodio y grenetina- para mantener las propiedades funcionales de la otra goma pero disminuyendo la viscosidad de la dispersión resultante. En altas concentraciones (40-50%) la goma arábiga no presenta un aumento notable de viscosidad, por lo que se le usa como coloide protector y su comportamiento reológico es el de un fluido pseudoplástico, pero a concentraciones menores al 40% se comporta como un fluido newtoniano. Una despolimerización inducida provoca una disminución en sus viscosidades; igual ocurre con la adición de electrolitos, que bajan la tensión interfacial con lo que se ve favorecida su propiedad funcional de emulsificante.

Por todo lo anterior, con la goma arábiga en dispersión se pueden desarrollar una infinidad de propiedades funcionales tales como: estabilizante, emulsificante, formador de película inhibidor de la cristalización, encapsulante, etc. Así pues, es principalmente aplicable como encapsulante de sabores, condimentos y protector de vitaminas; antioxidante; fijador de sabores; estabilizante; clarificante de vinos y jugos; se usa en productos de panificación previniendo la pérdida de humedad; etc.

#### **ALMIDONES MODIFICADOS:**

Después del agua, el almidón en una o más formas es el constituyente más abundante en la dieta humana. A nivel comercial, es casi tan importante como la celulosa y se encuentra presente de manera natural en la mayoría de los tejidos de las plantas (raíces, tubérculos, granos de cereales, vegetales verdes, etc.), y en las frutas como reserva energética donde su concentración varía con el estado de madurez.

Químicamente, el almidón es un carbohidrato polimérico sintetizado dentro de una planta por el entrecruzamiento de cientos de miles de unidades individuales de glucosa para formar largas cadenas moleculares. Estas cadenas son una mezcla de dos polisacáridos muy similares: la amilosa y la amilopectina; el primero es el producto de la condensación de la D-glucopiranosas mediante enlaces glucosídicos alfa-1-4, que en realidad son largas cadenas lineales de 200 a 2500 unidades, su conformación es helicoidal y cada vuelta de hélice tiene 6 moléculas de glucosa; el grado de polimerización depende del origen del almidón y el método de obtención. En tanto que la amilopectina es altamente ramificada, de configuración molecular arbolada y compuesta de cadenas lineales similares a la amilosa pero conectadas a un "tronco" central por enlaces alfa-D-1,6-, localizados cada 15 ó 25 unidades lineales de glucosa.

Todas las plantas verdes compactan y almacenan carbohidratos en forma de discretas partículas llamadas gránulos de almidón. Así, el almidón es casi cristalino, denso, insoluble en agua fría y poco hidratado; como los gránulos ejercen una presión osmótica

muy baja es posible que la planta almacene grandes cantidades de glucosa siempre disponible sin romper el balance de agua interior.

Dada la alta organización estructural de los gránulos de almidón, éste no se solubiliza en agua fría, pero si se le suministra calor, pasa de este estado ordenado a otro desordenado. Otro fenómeno que sólo ocurre en almidones es la retrogradación, que es la insolubilización y precipitación, principalmente, de moléculas de amilosa.

Con el crecimiento y la expansión de la industria de los alimentos los derivados de almidón son de gran importancia dada la diversidad de usos que se les asignan; además, la tecnología permite la incorporación a dicha industria, de almidones cuyo gránulo ha sido sometido a una transformación o modificación. (14, 15)

Antes del desarrollo de los almidones modificados, de los almidones naturales es posible la obtención de productos tales como la glucosa, que se obtiene por la hidrólisis total vía ácidos del almidón; otro producto lo conforman las dextrinas que son el resultado de hidrólisis a temperaturas controladas; por ejemplo, las dextrinas pardas o pirodextrinas se obtienen por calentamiento del almidón a 170-210°C por espacio de 7 a 18 horas, con lo que se obtiene este derivado de color oscuro, de baja tendencia a la retrogradación y soluble en agua fría. De la hidrólisis ácida a una temperatura de reacción de 95-120°C (para garantizar una hidrólisis y no una polimerización como en las

perdas) se obtienen las dextrinas blancas. Las dextrinas amarillas son el resultado de adicionar ácido a muy bajas concentraciones y a una temperatura de 150-200°C.

De todos los derivados arriba mencionados, sólo la glucosa cristaliza, por lo que las dextrinas encuentran su aplicación como espesantes y estabilizantes de alimentos.

Los almidones modificados presentan una mayor variedad de propiedades funcionales que los almidones naturales, dado que la modificación de que son objeto busca el desarrollo de propiedades funcionales acompañadas de una fácil dispersión (35, 43). La modificación suele darse en base a cualesquiera de los siguientes procesos:

**Gelatinización.-** Consiste en cocer el almidón para posteriormente secarlo, obteniendo con ésto un producto que se hincha rápidamente en agua fría formando una pasta estable que no exuda agua. Se usa como espesante adicionado en alimentos que se consumen en frío.

**Fluidización.-** O hidrólisis por ácidos. Estos se obtiene calentando una suspensión de almidón a temperatura media en presencia de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico a baja concentración durante 10 ó 20 horas. Este tipo de almidón forma pastas que al calor presentan poca viscosidad, por lo que los geles que forma son débiles; tiene su aplicación en aquellos alimentos que requieren textura gomosa.

**Esterificación.-** La esterificación se lleva a cabo con anhídridos orgánicos e inorgánicos, o con sales ácidas de orto, piro y tripolifosfatos, a los que se les hace reaccionar con los grupos oxhidrilos del almidón formando uniones éster.

**Esterificación.-** Se hace reaccionar óxido de propileno con los oxhidrilos del almidón a temperatura media para formar enlaces éter, hasta alcanzar un grado de sustitución de 0.05 a 0.10, obteniéndose un producto de menor temperatura de gelatinización y muy dado a la retrogradación.

**Oxidación.-** Esta se efectúa usando compuestos como permanganato de potasio y persulfato de amonio entre otros, para dar lugar a grupos carboxilo y cierto grado de hidrólisis. El tamaño de dichos grupos crea un efecto estérico e impide la unión de cadenas lineales y el almidón deja de ser retrogradable, además de que gelatinizan a una menor temperatura y sus dispersiones desarrollan viscosidades bajas; por lo que al someter este almidón al calor se obtienen pastas fluidas y translúcidas.

**Entrecruzamiento de enlaces.-** Esta es una reacción de esterificación de dos cadenas unidas por un grupo funcional como el éster de fosfatos; para lograr esto, se pone a reaccionar una suspensión de almidón con trimetafosfato de sodio, anhídrido succínico o con oxicloloruro de fósforo formando enlaces entre cadenas del almidón para darle fuerza. El producto de este proceso no retrograda, ni gelifica y casi no presenta sinéresis; esto lo hace deseable en alimentos que necesitan ser esterilizados o en aquellos de pH muy bajo. (15, 20, 21, 28, 33)

De todos los métodos de modificación mencionados, el que se utilizó para la obtención de los almidones (Capsul y National-46) fué el de adicionar un grupo funcional lipofílico sobre una base de almidón de baja viscosidad a un almidón obtenido de un maíz céreo, y una mezcla de sólidos de maíz sobre una base de almidón modificado (N-lok).

En este proyecto de investigación se van a utilizar tres almidones modificados (N-lok, Capsul y National-46) para contrastar con la goma arábiga las cualidades de producto microencapsulado, en el microencapsulamiento de aceite esencial de toronja, y proveer la información adecuada que permita calificar la propiedad de microencapsulante de estos almidones modificados que están comercialmente disponibles y tienen un menor precio que el "encapsulante universal", y en base a ésto, proponer su utilización. Buscando cumplir con todo lo expuesto anteriormente se han planteado los siguientes objetivos.

## O B J E T I V O S

### OBJETIVO GENERAL:

Evaluar la capacidad como microencapsulantes de tres almidones modificados y de la goma arábica en el microencapsulamiento de aceite esencial de toronja mediante secado por aspersión.

### OBJETIVOS PARTICULARES:

Estimar la calidad de la microcápsula formada por cada uno de los almidones modificados a partir de evaluaciones fisicoquímicas.

Estimar la calidad de la microcápsula formada por la goma arábica mediante secado por aspersión a partir de evaluaciones fisicoquímicas.

Comparar la eficiencia, como microencapsulantes de aceite esencial de toronja, de los almidones modificados frente a la goma arábica.



## MATERIALES Y METODOS

Como se va a realizar la evaluación de los agentes encapsulantes en función del encapsulamiento de aceite esencial de toronja, es preciso la realización de actividades previas tales como el análisis del aceite para su caracterización. Los análisis propuestos son el INDICE DE ACIDEZ\* (Titulación con NaOH) para una estimación del estado de envejecimiento del aceite; además de DENSIDAD por picnómetro, COLOR Y ROTACION OPTICA (en colorímetro Hunter y Polarímetro Binko, respectivamente)-19.080, A.O.A.C. 1984-; así como un ANALISIS CROMATOGRAFICO -en un cromatógrafo de gases Perkin-Elmer- para la identificación de los componentes más lábiles a la oxidación y a la volatilidad. En cuanto a los agentes encapsulantes, se les determinará tanto la HUMEDAD\* inicial -en una termobalanza-, como el TAMAÑO DE PARTICULA por granulometría (Tamizado), y la DENSIDAD\* con picnómetro -28.006 y 28.007, A.O.A.C., 1984-.

Además, y previo a las actividades ya descritas, será necesario estandarizar las técnicas de análisis para productos grasos del tipo aceites esenciales de cítricos y, como producto ya encapsulado.

De igual manera, se realizará la selección de las condiciones de trabajo en el secador por aspersión partiendo de condiciones recomendadas -Shahidi, 1991- y en función de las viscosidades manejadas en los extremos de nuestra experimentación. A la par, se probarán diferentes condiciones de dispersión de cada uno de los encapsulantes en agua -buscando

que no se forme espuma-. Hecho lo anterior, se elegirán las condiciones de dispersión del aceite en el sistema disperso agente encapsulante-agua (en cuanto a velocidad, tiempo, etc.) usando un agitador de propela -"CAFRAMO"-; igualmente se determinarán las condiciones de homogenización -en cuanto a tiempo y velocidad, establecidos en función del tamaño de glóbulo- del aceite ya dispersado en el sistema encapsulante-agua para formar la emulsión, en un homogenizador Silver-Line; y a ésta, se le determinará la VISCOSIDAD APARENTE en un viscosímetro Brookfield RVT, se le medirá la CONDUCTIVIDAD en un conductímetro "Yellow S. Inst. Modelo 33" de celdas, lo mismo que la ESTABILIDAD de la emulsión a través del tiempo, evaluando el tamaño de glóbulo por microscopía, el cambio de su VISCOSIDAD APARENTE y el comportamiento de su CONDUCTIVIDAD. La experimentación se realizará con relaciones de agente encapsulante y de aceite esencial de toronja de 2:1, 1:1 y 1:1.5.

El secado de las emulsiones se hará en un SECADOR POR ASPERSION "Niro Atomizer Mobile minor"

Una vez obtenidas las microcápsulas se determinarán las características físicas del polvo que proporcionen información sobre la calidad de ésta y que puedan tener efecto sobre su vida de anaquel; éstas son: EL TAMAÑO DE LA CAPSULA mediante el uso de tamices, DENSIDAD\* por picnómetro -28.006 y 28.007, A.O.A.C., 1984-, COLOR por el método del colorímetro de Hunter, el

PORCENTAJE DE HUMEDAD\* de las microcápsulas por el método de termobalanza, y el GRADO DE DISPERSABILIDAD\* en agua como índice de calidad del secado.

En cuanto a la evaluación de la eficiencia de los polisacáridos como encapsulantes se efectuarán una serie de análisis tales como: CONTENIDO DE ACEITE TOTAL\* (Extracción por solvente usando trampas de aceite "CLEVENGER" -30.020, A.O.A.C., 1984-) para determinar la capacidad de "carga" de cada encapsulante, el INDICE DE ACIDEZ\* (Titulación con NaOH) para evaluar la eficiencia de la pared forrada -a partir del envejecimiento presentado por el aceite- y un ANALISIS CROMATOGRAFICO -en un cromatógrafo de gases del tipo Perkin-Elmer- del aceite extraído de las cápsulas para cuantificar el efecto del secado sobre los compuestos volátiles y oxidables del aceite. Como testigos y punto de comparación se analizará a la goma arábiga como encapsulante y a una muestra de aceite esencial de toronja a las mismas condiciones que las microcápsulas. Todos los análisis a las microcápsulas y al aceite extraído de éstas se harán una vez obtenido el polvo en el secador, y a lo largo de un periodo de almacenamiento de 6 meses, cada veintidós días.

El análisis de resultados se hará gráfico (series de tiempo), y apoyándonos en un diseño estadístico conocido como "BLOQUES ALEATORIZADOS" de dos factores las variables serán agentes encapsulantes (como bloques) y concentraciones de encapsulantes; que nos permitirá analizar dos factores a la vez y sus interacciones para observar si existen diferencias significativas

entre agentes encapsulantes, concentraciones de éstos y concentraciones de aceite. Hecho esto, se aplicará una prueba "a posteriori" para especificar en donde se localiza la mayor diferencia significativa, lo que nos conllevará a concluir cuál es el mejor encapsulado en cada una de las variables de respuesta -color, índice de acidez y aceite total- y cuál es el mejor encapsulante para el aceite esencial de toronja, esta prueba es la de "NEWMANN KEULS".

Los niveles que se trabajarán son:

#### TIPOS DE ENCAPSULANTE

- \*Goma Arábiga
- \*Almidón Modificado "N-Lok"
- \*Almidón Modificado "Capsul"
- \*Almidón Modificado "National-46"

#### RELACIONES ENCAPSULANTE:ACEITE

- C<sub>2</sub>:1
- C<sub>1</sub>:1
- C<sub>1</sub>:1.5

\* Ver anexo I

CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

1995-1996

ENE FEB MAR AB MAY JUN JUL AGO SEP OCT NOV DIC E

Estandarización  
de Técnicas  
de análisis  
de aceites  
esenciales

X

Estandarización  
de Técnicas  
de análisis de  
microcápsulas

X X

Condiciones de  
formación de  
emulsiones

X X

Secado de la  
emulsiones

X X X X X X

Análisis  
Estadístico  
y análisis de  
resultados

X X

Período de  
almo. de  
microcápsulas

X X X X X X X X X X

Análisis de  
microcápsulas

X X X X X X X X X X

Aplicación de  
Análisis  
Estadístico  
y análisis de  
resultados.

X X X X

## A N E X O I

### Métodos Analíticos

#### 1. Determinación de Aceite Total

Se deberán pesar 20g de muestra y colocarlos en un matraz balón de 500ml adicionándole 200ml de agua destilada, mezclar bien y establecer el reflujo a través de la trampa colectora de aceites más ligeros que el agua (Clevenger) -figura 2-. Llenar la trampa con agua destilada hasta que derrame; permitir el reflujo durante cuatro horas con el reóstato marcando 68% del voltaje total. La lectura es en ml y se hace en el colector de aceite graduado.\*

#### 2. Determinación de humedad en polvos

Colocar 10g de muestra en el platillo de la termobalanza y tarar a 10g, colocar exactamente sobre la muestra la lámpara cuidando que se encuentre a 13cm de altura y que la perilla de intensidad esté marcando 2.5. El tiempo de exposición debe ser el necesario de tal forma que la muestra ya no pierda peso por evaporación de agua. La lectura es directa y se reporta en % de humedad\*

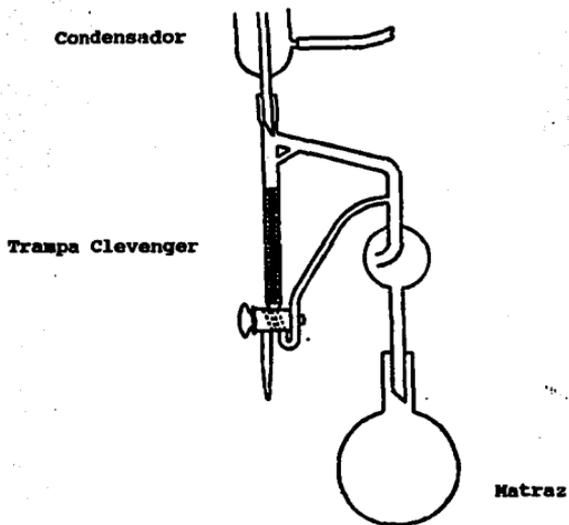


Figura 2.- Trampa Clevenger para aceites más ligeros que el agua.

### 3. Determinación de densidad del aceite

Pesar un picnómetro de volumen conocido, limpio y seco; después colocar la muestra en él y ajustar el nivel del capilar del picnómetro con la muestra. Pesar otra vez y aplicar la siguiente fórmula para conocer la densidad de la muestra.\*

$$\rho_{\text{muestra}} = (\text{Picnómetro con aceite} - \text{Picnómetro sólo}) / \text{Volumen del picnómetro}$$

### 4. Determinación del % de ácidos

Colocar NaOH 0.1N valorado en una bureta de 50ml (hasta el nivel), aparte en un matraz Erlenmeyer colocar 10ml de aceite a titular adicionándole 1 a 2 gotas de fenolftaleína al 1% solución alcohólica y mezclar. Adicionar gota a gota el NaOH -cuidando de tener un agitador magnético en el matraz- hasta obtener una coloración firme de rosa mexicano. Obtener el volumen gastado y aplicar la siguiente fórmula:\*

$$\% \text{ Ácidos} = \text{gasto (ml)} \times 5.61 / \text{volumen de aceite}$$

### 5. Determinación de la densidad del polvo

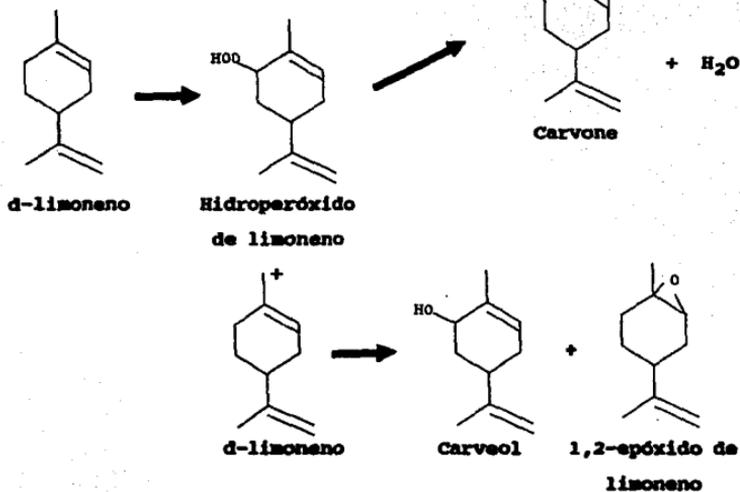
Pesar un picnómetro de volumen conocido, limpio y seco ( $m_0$ ); colocar en él una muestra de aceite de densidad conocida y obtener por diferencia de peso la masa de éste ( $m_1$ ).

Poner el picnómetro limpio y seco a peso constante, y colocar una muestra de polvo y pesar otra vez ( $m_p$ ), adicionar a esto último aceite de densidad conocida hasta ajustar el capilar del picnómetro y pesar ( $m_{pa}$ ). Aplicar la siguiente ecuación para obtener la densidad del polvo (25):

$$\rho_p = ((m_p - m_0) / [(m_1 - m_0) - (m_{pa} - m_p)]) \times \rho_a$$

A N E X O I I

Degradación del Limoneno.



ESTA TESIS NO DEBE SALIR DE LA BIBLIOTECA

## BIBLIOGRAFIA

- 1.- ANANDARAMAN, S. and G. A. REINECCIUS. "Stability of Encapsulated orange peel oil" Food Technology, 40 (11) 88-93, 1986..
- 2.- A. O. A. C. "Official Methods of Analysis" 40th edition. USA, 1984.
- 3.- BADUI DERGAL, S. "Química de los Alimentos". Editorial Alhambra. 2ª edición. México, 1990. p.p. 94-112, 267-270, 446-449.
- 4.- BAKAN, JOSEPH A. "Microencapsulation of Foods and Related Products". Food Technology. November, 1973. p.p. 34-42.
- 5.- BANGS, W. E. and G. A. REINECCIUS. "Characterization of Selected Materials for Lemon Oil Encapsulation by Spray Drying". Journal of Food Science 55 (5) 1356-1358, 1990.
- 6.- BHANDARI, B. R. et al. "Flavor Encapsulation by Spray Drying: Application to Citral and Linalyl Acetate". Journal of Food Science. vol. 57, No 1, 1992. p.p. 217-221.

- 7.- CROCKER, DONALD C. and DAVID E. PRITCHETT. "Improved Encapsulated Citrus Oils". Food Technology. January, 1978. p.p. 36-39.
- 8.- CHEN , ANDY C. "Cocrystallization: and Encapsulation Process". Food Technology. November, 1988. p.p. 87.
- 9.- DUXBURY, DEAN D. (editor). "Encapsulated Ingredients Face Healthy Future". Food Processing. vol. 53, No 2. February, 1992. p.p. 38-46.
- 10.- DZIEZAK, JUDIE D. (editor). "Emulsifiers: The Interfacial Key to Emulsion Stability". Food Technology. October, 1988. p.p. 173-186.
- 11.- DZIEZAK, JUDIE D. (editor). "Microencapsulation and Encapsulated Ingredients". Food Technology. April, 1988. p.p. 136-151.
- 12.- EGAN, H. et al. "Análisis Químico de los Alimentos de Pearson". CECSA. Primera edición. México, 1987.p. 586.
- 13.- FENNEMA, O. R. "Introducción a la Ciencia de los Alimentos". Ed. Reverté, S.A.
- 14.- GLICKSMAN, MARTIN. "Gum Technology in the Food Industry". Academic Press, Inc. USA, 1989. p.p. 274-329.

- 15.- GLICKSMAN, MARTIN. "Food Hidrocolloids". Vol. II. CRC Press.
- 16.- GRACIA, OSWALDO. "La Goma Arábica: Una Maravilla Natural Que nos Beneficia a Todos". Industria Alimentaria. México, 1991. p.p.4-17.
- 17.- HABER, A. and RICHARD P. RUNYON. "Estadística General". Fondo Educativo Interamericano. México, 1973. p. 371.
- 18.- HANSEN, F. G. and J. M. FLINK. " Application of Microscopic Techniques to the Description of Structure of dehydrated Food Systems". Journal of Food Science. vol. 41, 1976. p.p. 483-489.
- 19.- HUET, R. " Les Huiles essentielles d'agrumes". Fruits. vol. 45, Nos. 4, 5 and 6, 1991.
- 20.- HUI, Y. H. " Encyclopedia of Food Science and Technology". vol. I and IV. John Wiley and Sons, Inc. 1ª ed. USA, 1992. p.p. 619-658, 2418-2424.
- 21.- IFT.- "A focus on Gums". Food Technology. March, 1991. p.p. 116-131.
- 22.- J. ADRIAN and R. FRAGNE. "La Ciencia de los Alimentos de la A a la Z". Ed. Acribia. España, 1990. p. 317.

23.- JOHNSON, J. D. and J. D. VORA. "Natural Citrus Essences".  
Food Technology. December, 1983. p.p.92-97.

24.- LABELL, FRAN. "Custom encapsulation protects ingredients".  
Food Processing. December, 1991. p.p. 42-44.

25.- LINOLA, KOICHI et al. "Powder Technology Handbook". Marcel  
Dekker, Inc. 1ª ed. USA, 1991. p. 795.

26.- MAFART, PIERRE. "Ingeniería Industrial Alimentaria/Procesos  
Físicos de Conservación". vol. I. Ed. Acribia, S. A. Zaragoza  
(España), 1994. p.p. 195- 275.

27.- MOSHE, ROSENBERG, et al. "A scanning electron microscopy  
study of microencapsulation". Journal of Food Science, vol. 50,  
1985. p.p. 139-144.

28.- MORTON, RUTENBERG and SOLAREK. "Starch Derivatives:  
Production and Uses". Academic Press, Inc. 2ª ed. USA, 1984. p.p.  
311-367.

29.- MUJUMDAR, ARUN S. "Handbook of Industrial Drying". Marcel  
Dekker, Inc. 1ª ed. USA, 1987. p.p. 243-293.

30.- MUTKA, JERRY R. and DENNY B. NELSON. "Preparation of  
Encapsulated Flavors with high Flavor Level". Food Technology.  
April, 1988. p.p. 154-157.

- 31.- NDC. "Chemical Technology Review". 1a edición, Usa, 1979.  
No. 135. p.p. 56-63 y 108-133.
- 32.- PAGINTON, J. S. "Molecular Encapsulation with  
Beta-ciclodextrin". Food, Flavor, Proc., Pack. vol.7, No 9. p.p.  
51, 52 and 53.
- 33.- POMERANZ, Y. "Functional Properties of Food Components".  
Food Science and Technology. Academic Press, Inc. USA, 1992. p.p.  
70-83.
- 34.- POTTER, NORMAN N. "La ciencia de los Alimentos". Harla,  
Primera edición 2da reimpresión. México, 1992. p.p.288-299.
- 35.- RADLEY, J. A. "Starch Production Technology". Applied  
Science Publishers LTD. Usa, 1976. p. 587.
- 36.- REINECCIUS, G. A. "Carbohidrates for Flavor Encapsulation".  
Food Technology. March, 1991. p.p. 144-149.
- 37.- SANKARIKUTTY, B. et al. "Studies on Microencapsulation of  
Cardamom Oil by Spray Drying Technique". Journal of Food Science  
Technology- India. vol. 25, No 6, 1988. p.p. 352-356.
- 38.- S.A.R.H. "Anuario Estadístico de la Producción Agrícola de  
los Estados Unidos Mexicanos". Tomo I. Secretaría de planeación.  
México, 1993.

- 39.- SHAHIDI, F. AND R. B. PEGG. "Encapsulation of the pre-formed cooked cured-meat pigment". Journal of Food Science. vol. 56, No. 6, 1991. p.p. 1500-1518.
- 40.- SHARMA, S. C. "Gums and Hydrocolloids in oil-water Emulsions". Food Technology. January, 1981. p.p.59-67.
- 41.- SHAW, PHILLIP E. "Review of Quantitative Analyses of Citrus Essential Oils". Journal Agric. and Food Chem. vol. 27, No 2. March/April, 1979. p.p.246-257.
- 42.- SCHEFLER, WILLIAM C. "Bioestadística". Fondo Educativo Interamericano. México, 1973. p. 371.
- 43.- WHISTLER, ROY L. "Starch: Chemistry and Technology". Academic Press, Inc. 2<sup>a</sup> ed. USA, 1984. p. 718.
- 44.- WONG, D. W. S. "Mechanism and Theory in Food Chemistry". AVI Book. New York (USA), 1988. p. 428.
- 45.- ZILBERBOIM, R. et al. "Microencapsulation by dehydrating liquid". Two parts. Journal of Food Science vol. 51, No 5, 1986. p.p. 1301-1310.