

Desarrollo y caracterización de partículas de hidrocoloides producidas por el método “Jet Cutting”

Danny Bernardo Patiño Prado

**Escuela Agrícola Panamericana, Zamorano
Honduras**

Noviembre, 2017

ZAMORANO
CARRERA DE AGROINDUSTRIA ALIMENTARIA

Desarrollo y caracterización de partículas de hidrocoloides producidas por el método “Jet Cutting”

Proyecto especial de graduación presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniero en Agroindustria Alimentaria en el Grado Académico de Licenciatura

Presentado por

Danny Bernardo Patiño Prado

Zamorano, Honduras

Noviembre, 2017

Desarrollo y caracterización de partículas de hidrocoloides producidas por el método de “Jet Cutting”

Danny Bernardo Patiño Prado

Resumen. La gelificación iónica ha sido ampliamente utilizada para la encapsulación de compuestos sensibles tales como vitaminas, antocianinas, proteínas, aromas, células y varios fármacos. El método “Dripping” es comúnmente utilizado para producir partículas de 3-5 mm, lo cual limita su aplicación en algunas matrices alimenticias que requieren menor tamaño. La reducción del tamaño de partícula se logra adaptando una herramienta de corte “Jet cutter” a la boquilla del atomizador. Los objetivos de este estudio fueron: disminuir el tamaño de partículas de alginato de sodio al 2%, alginato al 1% más almidón al 2% y pectina al 5% e identificar el efecto de la velocidad de rotación del “Jet cutter” y el tiempo de endurecimiento en la formación de partículas. Las partículas se produjeron a una velocidad de rotación del “Jet cutter” de 600, 700, 800 y 900 rpm con tiempo de endurecimiento de 15 y 30 min, obteniendo partículas entre 1 a 1.6 mm. A mayor velocidad de rotación del “Jet cutter”, menor fue el tamaño de partículas de alginato de sodio al 2%, mientras que este parámetro no influyó en las demás partículas estudiadas. Para todos los hidrocoloides la resistencia mecánica de las partículas disminuyó mientras la velocidad de rotación del “Jet cutter” aumentó. El tiempo de endurecimiento de partículas no influyó en la formación de las mismas. La adición de almidón al alginato no cambió la capacidad de las partículas para formar gel, sino que generó partículas menos esféricas.

Palabras clave: “Dripping”, gelificación iónica, microencapsulación, tamaño de partícula.

Abstract. Ionotropic gelation has been widely used for the encapsulation of sensitive compounds such as vitamins, anthocyanins, proteins, aromas, cells and various drugs. The dripping method is commonly used to produce beads of 3-5 mm, which limits their application in some food matrices that require smaller size. Reducing bead size is achieved by adapting a jet cutter cutting tool to the nozzle of the atomizer. The objectives of this study were: to reduce the bead size of 2% sodium alginate, 1% alginate plus 2% starch; and 5% pectin and to identify the effect of the jet cutter's rotational speed and hardening time on bead formation. The beads were produced at 600, 700, 800 and 900 rpm jet cutter speeds with hardening times of 15 and 30 min, obtaining beads between 1 and 1.6 mm. The higher the jet cutter's speed rotation, the smaller the bead size of 2% sodium alginate, whereas this parameter did not influence the other beads studied. For all the hydrocolloids, the mechanical resistance of the beads decreased as the jet cutter's speed rotation increase. The bead hardening time did not influence bead formation. The addition of starch to the alginate did not change its ability to form gel, but generated less spherical beads.

Key words: Beads size, dripping, ionotropic gelation, microencapsulation.

CONTENIDO

Portadilla	i
Página de firmas	ii
Resumen	iii
Contenido	iv
Índice de Cuadros, Figuras y Anexos	v
1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. MATERIALES Y MÉTODOS.....	3
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	7
4. CONCLUSIONES.....	16
5. RECOMENDACIONES.....	17
6. LITERATURA CITADA.....	18
7. ANEXOS	22

ÍNDICE DE CUADROS, FIGURAS Y ANEXOS

Cuadros	Página
1. Propiedades físicas de las soluciones de hidrocoloides a 25 °C.....	7
2. Tamaños de partículas de hidrocoloides producidas por los métodos “Dripping” y “Jet cutting”	9
3. Tamaño de partículas de hidrocoloides producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.....	11
4. Resistencia mecánica de las partículas de hidrocoloides producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.....	12
5. Tamaño y resistencia mecánica de las partículas de alginato, alginato más almidón y pectina producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación a 15 y 30 min de endurecimiento.....	13

Figuras	Página
1. Tipos de métodos de producción de partículas “Dripping” y “Jet Cutting”	5
2. Partículas de alginato de sodio producidas por los métodos “Dripping” (izquierda) y “Jet cutting” (derecha)	9
3. Partículas de alginato de sodio más almidón producidas por los métodos “Dripping” (izquierda) y “Jet cutting (derecha)	10
4. Partículas de pectina producidas por los métodos “Dripping” (izquierda) y “Jet cutting (derecha).....	10
5. Partículas de alginato al 1% más almidón al 2% producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.....	11
6. Partículas de pectina al 5% producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.....	12
7. Partículas de alginato de sodio (2%) producidas por el “Jet cutter”	14
8. Partículas de alginato de sodio (1%) más almidón (2%) producidas por el "Jet cutter"	14
9. Partículas de pectina (5%) producidas por el “Jet cutter”	15

Anexos	Página
1. Pruebas preliminares producción de partículas por el método “Dripping”, utilizando una pipeta Pasteur	22
2. Equipo para producir partículas por el método “Dripping”	22
3. Equipo para producir partículas por el método “Jet cutting”	23
4. “Jet cutter” de 6.2 cm con 48 segmentos.....	23

1. INTRODUCCIÓN

La industria alimentaria con frecuencia está innovando ante la necesidad de desarrollar productos de características sensoriales adecuadas para el consumidor. Los aditivos más usados en la industria son los hidrocoloides conocidos como biopolímeros, estos son una macromolécula sintetizada mediante algún proceso biológico y poseen la capacidad de modificar la reología en sistemas o matrices alimenticias. Además son biocompatibles, de baja toxicidad, resistentes a deformación y tienen alta capacidad de formar geles por esta razón son cada vez más estudiados (Garibay *et al.* 1993; García-Ceja y López-Malo 2012).

Los hidrocoloides forman partículas, las cuales son obtenidas comúnmente por el método de “Dripping”; este proceso consiste en que una solución formada por un biopolímero es impulsada por gravedad a través de una capilaridad formando una gota como resultado del impacto de la fuerza gravitacional de la gota hacia abajo contra la fuerza de tensión superficial. En este método comúnmente se usan biopolímeros como alginato, carragenina y pectinas capaces de formar geles estructurantes. Estos hidrocoloides son grupos funcionales quelantes de iones multivalentes. Sin embargo, la adición de almidones en soluciones gelificantes es utilizada para retardar la liberación de compuestos hidrófilos encapsulados debido a la fuerte adsorción de almidón sobre la superficie del fosfato cálcico (Nedovic *et al.* 2013).

Las partículas producidas por el método “Dripping” presentan un tamaño relativamente grande de 3–5 mm lo cual limita su aplicación en matrices alimenticias, puesto que partículas grandes afectan negativamente las propiedades texturales y sensoriales del producto (Sandoval-Castilla *et al.* 2009). Por lo tanto, en esta investigación se utilizará un método similar llamado “Jet cutting”, el cual utiliza un dispositivo llamado “Jet cutter”. Este dispositivo es una tecnología sencilla y eficiente para la producción de partículas esféricas menores a 2 mm a partir de soluciones. Las partículas son producidas por la combinación de un fluido que es presionado a alta velocidad fuera de la boquilla del atomizador y por la velocidad de rotación del dispositivo que se encuentra por debajo de esta boquilla cortando con segmentos cilíndricos la solución (Prube *et al.* 2002).

Actualmente, los alimentos funcionales son una tendencia de los consumidores por lo que tecnologías como encapsulación nos permiten solucionar problemas en la industria alimentaria tales como la degradación u oxidación de compuestos bioactivos (Burgain *et al.* 2011; Davarci *et al.* 2016). Esta tecnología realiza una liberación controlada del compuesto bioactivo y es considerado como un método de preservación de alimentos no térmicos.

La encapsulación se define como un proceso que atrapa una sustancia (agente activo) dentro de otra sustancia (material de la pared o barrera física), la cual inmoviliza, protege, estabiliza y libera la sustancia atrapada. Los agentes bioactivos que son atrapados dentro de las partículas normalmente son antioxidantes, colorantes naturales, vitaminas, aceites esenciales, ácidos grasos poliinsaturados, sabores, enzimas y probióticos (Nedovic *et al.* 2013; Ozkan y Bilek 2014).

Existen diversos métodos de encapsular o formar partículas, los cuales se pueden clasificar en físicos o mecánicos y químicos, dentro de estos las técnicas más usadas son el secado por aspersión, extrusión y gelificación iónica. La gelificación iónica es el método químico más sencillo, que se desarrolló para inmovilizar algún agente, donde usualmente el alginato es usado como componente de la membrana y la combinación con iones divalentes como el calcio inducen la gelificación, formando partículas (Pedroza-Islas 2002; Célis 2014).

La gelificación iónica es un proceso utilizado con frecuencia para encapsular compuestos bioactivos en alimentos, áreas biomédicas y biotecnológicas protegiéndolos contra cualquier condición ambiental indeseable (Yanniotis *et al.* 2013). Sin embargo, para seleccionar una técnica de formación de partículas o encapsulación, se toma en cuenta parámetros como tamaño de partícula, agente encapsulante, sustancia a encapsular, mecanismo de liberación y costos (Hernández-Torres *et al.* 2016).

La presente investigación se enfocó en reducir el tamaño de partícula de hidrocoloides ampliamente difundidos en el sector alimenticio como: alginato de sodio, pectina, alginato más almidón, utilizando el método “Jet cutting”; por tal razón los objetivos que se establecieron en el estudio fueron los siguientes:

- Disminuir el tamaño de partícula de tres hidrocoloides utilizando el método de “Jet cutting”, a través de gelificación iónica.
- Determinar el efecto de la velocidad de rotación del “Jet cutter” y del tiempo de endurecimiento de las partículas en el tamaño y resistencia mecánica de las partículas de alginato de sodio, pectina y la combinación de alginato más almidón.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

La investigación se realizó en el Laboratorio de Innovación de Alimentos, Facultad de Ingeniería en alimentos de la Universidad Estadual de Campinas en la ciudad de Campinas estado de Sao Paulo, Brasil.

Materiales.

Se utilizó alginato de sodio comercial con alta concentración de ácido gulurónico (67% de gulurónico con 33% de manurónico; Manugel DMB, FMC BioPolymer, EE.UU.), almidón de maíz (Amisol 4000, Ingredion, Brasil), pectina con bajo contenido en metoxilación (LM) (Genu®, CPKelco). Se utilizó cloruro de calcio dihidratado, CaCl₂ (147.01 g / mol, Anidrol, Brasil) y agua desionizada para preparar las soluciones.

Elaboración de las soluciones y especificación de parámetros.

El alginato de sodio, pectina y una combinación de alginato de sodio con almidón en polvo se suspendieron en agua desionizada al (2, 5 y 1:2 %), p / p, respectivamente; las suspensiones se agitaron usando un agitador magnético durante 24 h hasta disolución completa. El pH de la solución de pectina se ajustó a 3.75. La solución de CaCl₂ se preparó en la concentración de 100 mM en agua desionizada, lo que representa 0.015 g / ml. Todas las soluciones se prepararon a temperatura ambiente.

Caracterización de los fluidos.

Las soluciones de diferentes biopolímeros se caracterizaron por su reología, densidad y tensión superficial como se describe a continuación:

Reología. Esta metodología fue propuesta por Paulo *et al.* (2017), haciendo un ajuste en el ángulo de cono. Las mediciones reológicas de todas las soluciones se realizaron por triplicado, después de 24 h de preparación de las soluciones utilizando un reómetro controlado por deformación (AR 1500 ex; TA Instruments, New Castle, EE.UU.). Este análisis se realizó con una geometría de placa cónica (D = 60 mm) con un ángulo de cono de 2°. Las curvas de flujo se obtuvieron utilizando un programa de pasos ascendentes-descendentes con una velocidad de corte de 0 a 300 s⁻¹ a 25 °C. Los datos de la tercera curva de flujo se ajustaron al modelo para el Herschel-Bulkley:

$$\tau = \tau_0 + k(\dot{\gamma})^n \quad [1]$$

Donde τ_0 es el esfuerzo de cizallamiento inicial (Pa), k es el índice de consistencia (Pa.sⁿ), γ es la tasa de cizallamiento (s⁻¹), n es el índice de comportamiento. La viscosidad aparente se analizó a la velocidad de cizallamiento de 100 s⁻¹ (η_{ap}).

Densidad. La densidad de todas las soluciones se determinó usando un picnómetro calibrado de 50 ml. El picnómetro vacío (m_{pic}) y el picnómetro lleno ($m_{sistema}$) se pesaron a 25 °C. La densidad se calculó como la ecuación 2.

$$\rho = \frac{m_{sistema} - m_{pic}}{v_{pic}} \quad [2]$$

Donde v_{pic} es el volumen del picnómetro.

Tensión superficial. La tensión superficial entre las soluciones y el aire se midió por el método de caída colgante usando un Tensiómetro Tracker-S (Teclis, Francia). La gota inicial con volumen de 2 μ L se generó mediante una micro-jeringa controlada por un ordenador en una cámara ambiental a 25 °C. La forma axial simétrica de la gota se analizó utilizando una cámara conectada a un ordenador y se registró la tensión superficial de equilibrio.

Desarrollo de partículas.

Las partículas de alginato de sodio, pectina y la combinación de alginato-almidón fueron producidas mediante los métodos de “Dripping” y “Jet cutter” a través de gelificación iónica usando CaCl₂ (Figura 1). Las condiciones de proceso utilizadas en este trabajo con algunas modificaciones fueron seleccionadas sobre los argumentos de estudio de Paulo *et al.* (2017) para lograr partículas esféricas. Todos los ensayos se realizaron a una temperatura controlada de 25 °C.

El proceso de “Dripping” se llevó a cabo para comparar el tamaño de partícula obtenido en los diferentes procesos. Cada solución de hidrocoloide se transportó mediante una bomba peristáltica (Reglo Analog MS-2/6 Ismatec mark; Wertheim, Germany), a través de un tubo de silicona de diámetro interno de 3 mm y espesor de pared de 1 mm, a una boquilla de atomizador de doble fluido con medidas de diámetro interno de 1 mm. El caudal para alginato de sodio, pectina y la combinación de alginato más almidón fue de 49, 49 y 27 ml/min, respectivamente. La solución de CaCl₂ fue colocada a 16.5 cm de la boquilla del atomizador. El tiempo de endurecimiento de las partículas en solución se estableció a 15 min.

Para la producción de partículas por el método “Jet cutting”, se colocó el “Jet cutter” a 1 cm de la boquilla del atomizador. Las partículas de las diferentes disoluciones de hidrocoloides cayeron en una solución acuosa de CaCl₂ a 4 cm por debajo del “Jet cutter”, el cual estuvo en constante movimiento a velocidad de 600, 700, 800 y 900 rpm con un caudal de 53 ml / min. Las partículas permanecieron 15 y 30 min en la solución de CaCl₂. Para todos los ensayos, las propiedades de la solución gelificante no fueron modificadas. Las partículas se separaron de la solución por filtración, se lavaron y se almacenaron con agua desionizada en un refrigerador a 8 °C.

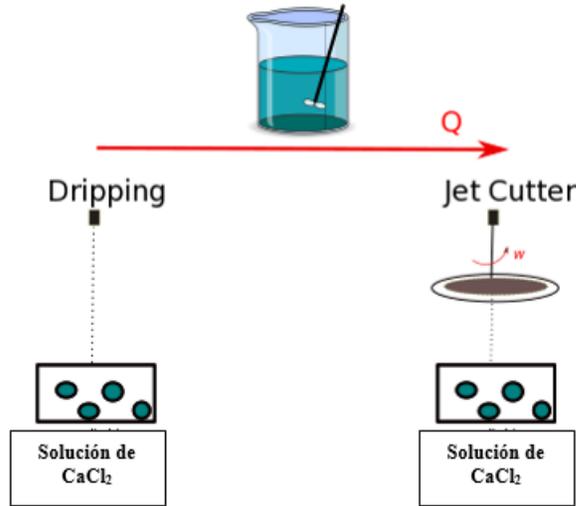


Figura 1. Tipos de métodos de producción de partículas “Dripping” y “Jet Cutting”.

Caracterización de partículas.

Las partículas se caracterizaron midiendo el diámetro, la resistencia mecánica y morfología.

Diámetro de partículas. Para las partículas producidas por el proceso de “Dripping” el diámetro medio de las partículas se basó en la medición de 300 partículas por ensayo, utilizando el “software ImageJ” mediante análisis de las imágenes de partículas obtenidas en un microscopio óptico (BX40F-3; Olympus, Japón).

El diámetro medio de las partículas producidas por el método de “Jet cutting” se determinó con el analizador de distribución de tamaño de partículas de difracción Láser (Particle LA-950V2; HORIBA, Japón). Antes de comenzar las mediciones, las muestras se añadieron en un recipiente que contenía agua desionizada y después se colocaron en un baño ultrasónico (USC 14000A, Brasil) durante 30 s. El diámetro medio de ambos métodos se evaluó mediante el volumen (D [4,3]):

$$D_{[4,3]} = \frac{\sum_i n_i d_i^4}{\sum_i n_i d_i^3} \quad [3]$$

Donde d_i es el diámetro de partículas y n_i el número de partículas.

Resistencia mecánica. La resistencia a la deformación de las partículas (textura) fue analizada después de 24 h de haber sido producidas en un texturómetro universal (TA-Xt Plus Texture Analyzer; estable Micro Systems, Reino Unido). Se basó en las especificaciones de Lupo *et al.* (2015), con algunas modificaciones acorde al equipo a una temperatura controlada de 25 °C.

Las partículas se analizaron ejerciendo una fuerza de compresión sobre la muestra a una velocidad constante de 0.025 mm s^{-1} con una placa acrílica (diámetro 35 mm). Se colocaron ocho partículas en la placa sin silicona y la textura se obtuvo por compresión uniaxial hasta fractura macroscópica de 80% de la altura original.

Morfología.

La morfología de las partículas producidas por “Jet cutting” se observó mediante un microscopio óptico (Olympus, Japón) con un lente óptico de 4X.

Diseño del estudio.

Para la caracterización de soluciones de hidrocoloides y comparación del tamaño de partículas entre los métodos de “Dripping” y “Jet cutting” se utilizó un análisis estadístico ANDEVA con separación de medias Tukey. Para el análisis de las variables dependientes (resistencia y diámetro de las partículas) y variables independientes (velocidad de rotación del “Jet cutter” y tiempo de endurecimiento) se utilizó un Diseño Completamente al Azar (DCA) con un arreglo factorial de 4×2 . Esta investigación comprende tres estudios independientes; uno por cada uno de los tres hidrocoloides estudiados. Para todos los análisis se utilizó una probabilidad de significancia del 5%. Se realizaron tres repeticiones para cada experimento. El análisis de datos se realizó a través de “Statistical Analysis System” (SAS versión 9.1[®]).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Caracterización de soluciones.

La densidad es una propiedad importante del fluido durante la formación de partículas, en el método “Dripping”, ya que la gota se forma en función de la fuerza de gravedad sobre la masa del fluido (Chan *et al.* 2009). En este estudio se observó que las densidades de las soluciones de hidrocoloides no fueron diferentes ($P>0.05$) (Cuadro 1). Estos datos fueron muy similares a los encontrados el estudio de Gaudio *et al.* (2005), quienes reportaron densidades de alginato de sodio en solución al 1 y 2% de 1.01 g/cm^3 para producción de partículas a través de “Dripping”.

Cuadro 1. Propiedades físicas de las soluciones de hidrocoloides a 25 °C.

Soluciones	Densidad (g/ml)	Viscosidad (Pa·s)	Tensión superficial (mN/m)
Alginato de sodio al 2%	$1.17^a \pm 0.1$	$0.93^a \pm 0.01$	$55.33^b \pm 4.4$
Alginato al 1% más almidón al 2%	$1.22^a \pm 0.0001$	$0.13^c \pm 0.0002$	$67.16^a \pm 1.3$
Pectina al 5%	$1.23^a \pm 0.001$	$0.42^b \pm 0.01$	$58.06^b \pm 0.1$

^{abc} Letras diferentes en cada columna indican una diferencia significativa ($P<0.05$) (Prueba de Test-Tukey).

El comportamiento viscoso de la solución influye en la desintegración de fluidos capilares y consecuentemente en las propiedades de las partículas obtenidas (Paulo *et al.* 2017). La solución de alginato de sodio presentó la viscosidad más alta (0.93 Pa·s) al mismo esfuerzo de cizalla (100 s^{-1}) utilizado en todos los análisis de hidrocoloides. Esto también fue comprobado por Gaudio *et al.* (2005), donde obtuvo una viscosidad similar. Mientras que la menor viscosidad fue obtenida en la solución de alginato 1% más almidón 2% (0.13 Pa·s). Sin embargo, en el estudio de Paulo *et al.* (2017), se analizó alginato de sodio 1% obteniendo 0.14 Pa·s de viscosidad, un valor similar al encontrado en la solución de alginato con almidón. Esto se atribuye a que la viscosidad obtenida en este estudio fue solamente del alginato de sodio y no de toda la solución, ya que el almidón de maíz utilizado contenía una parte insoluble en su composición (70% de amilopectina) y además este almidón no fue gelatinizado, lo cual disminuyó la capacidad de absorción de agua del hidrocoloide. Esto pudo ser comprobado ya que horas después se observó en la solución un precipitado por lo que se asume que el almidón no se mezcló, ni se solubilizó completamente.

La tensión superficial de un líquido varía al añadir otra sustancia, por lo que la introducción de almidón en la formulación provocó un aumento de la propiedad de tensión superficial, aumentando en 67.16 mN/m. Este aumento no es favorable según los estudios de Amorós (2013) quien encontró que entre menor es la reducción de la tensión superficial, el comportamiento de la solución en “Jet cutting” es más estable, produciendo una partícula más pequeña con un comportamiento homogéneo en la formación de las partículas. Por lo que se puede asumir que el alginato de sodio al 2% fue el más estable por su baja tensión superficial y su alta viscosidad.

El estudio de Paulo *et al.* (2017) nos lleva a concluir que el almidón fue responsable de este incremento en la tensión superficial, ya que la solución de alginato de sodio al 1% presentó un valor menor al mostrado en el cuadro 1.

Comparación del tamaño de las partículas de hidrocoloides producidas por “Dripping” y “Jet cutting”.

Aunque la diferencia entre estos métodos es el uso del “Jet cutter”, ambos empiezan con el principio básico de formación del fluido capilar. Este fluido es el resultado de la competencia entre la fuerza gravitacional que presiona al líquido hacia abajo y las fuerzas cohesivas del fluido líquido, que tienden a sostener la gota en la boquilla en el momento de su desprendimiento las cuales influyen en el tamaño de las partículas (Chan *et al.* 2009).

Las partículas de todos los hidrocoloides producidas por “Dripping” y “Jet cutting” fueron diferentes ($P < 0.05$) (Cuadro 2). Lo cual también fue confirmado por Prube *et al.* (1998) y Whelehan (2011) afirmando que “Dripping” es el método más antiguo produciendo partículas de diámetro muy grande (generalmente > 3 mm) y “Jet cutting” produce partículas de un menor diámetro (< 2 mm). El tamaño de todas las partículas de los diferentes hidrocoloides producidos por “Dripping”, fue mayor a 3 mm lo cual también fue verificada con estudios anteriores que afirman, que el tamaño de partícula por “Dripping” es mayor a 3 mm (Etchepare *et al.* 2015). Mishra (2015) menciona que en la técnica de “Dripping” el tamaño de partícula dependerá de la viscosidad del material, gravedad o el tipo de hidrocoloide a usar.

Por lo tanto, al haber viscosidades diferentes en las soluciones de alginato, almidón y pectina se anticipa que el tamaño de partícula será diferente para cada hidrocoloide, lo cual sucedió en este estudio. Prube *et al.* (2002) afirman que entre mayor es la velocidad de rotación del “Jet cutter” el tamaño de partícula es menor, por lo tanto se seleccionó para este estudio una velocidad de 600 rpm asumiendo que esta velocidad iba a producir las partículas de mayor diámetro, para luego compararlas con el método “Dripping”.

Se observó que el tamaño de partícula de los hidrocoloides producidos con el método de “Jet cutting” fueron menores a 2 mm (Cuadro 2). Prube *et al.* (1998) afirman que el tamaño de partículas producidas con este método presentan un diámetro medio entre 0.3 a 2 mm, esto significa que la técnica del “Jet cutting” produce partículas de menor diámetro para estos hidrocoloides. A pesar de que el tamaño de partículas en ambos métodos fue obtenido de diferente manera, ambos diámetros de partículas (“Dripping” y “Jet cutting”) se encontraron dentro de los valores establecidos en la literatura. Las figuras (2, 3 y 4) siguientes muestran los tamaños de las partículas a través de un microscopio óptico:

Cuadro 2. Tamaños de partículas de hidrocoloides producidas por los métodos “Dripping” y “Jet cutting”.

Método	Alginato de sodio al 2% (mm)	Alginato al 1% más almidón al 2% (mm)	Pectina al 5% (mm)
“Dripping”	3.50 ^a ± 0.005	3.41 ^a ± 0.10	3.63 ^a ± 0.10
“Jet cutting”	1.39 ^b ± 0.110	1.37 ^b ± 0.04	1.69 ^b ± 0.10

^{ab} Letras diferentes indican una diferencia significativa ($P < 0.05$) para cada columna (Prueba de Test-Tukey).
mm: milímetros

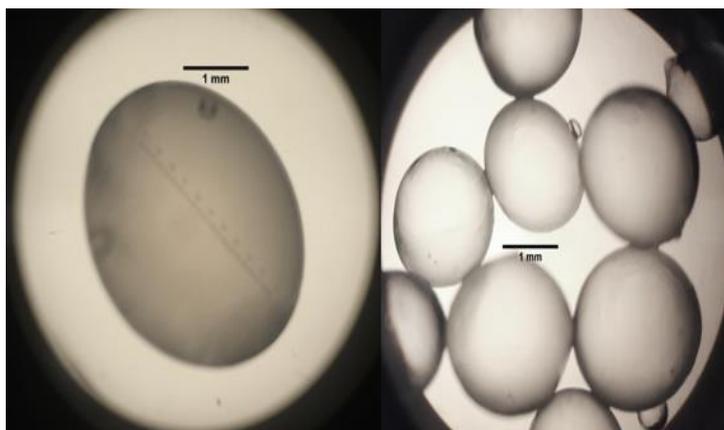


Figura 2. Partículas de alginato de sodio producidas por los métodos “Dripping” (izquierda) y “Jet cutting” (derecha).

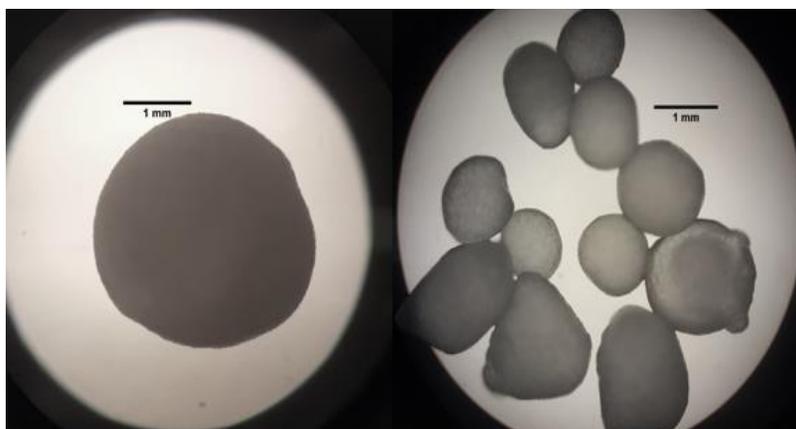


Figura 3. Partículas de alginato de sodio más almidón producidas por los métodos “Dripping” (izquierda) y “Jet cutting” (derecha).

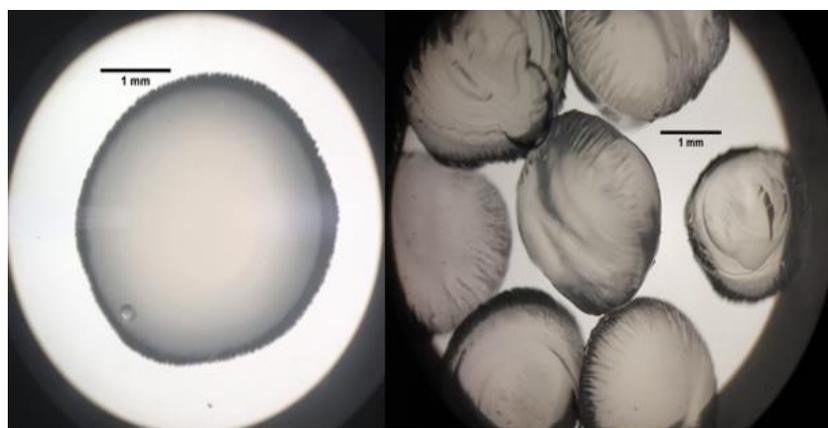


Figura 4. Partículas de pectina producidas por los métodos “Dripping” (izquierda) y “Jet cutting” (derecha).

Caracterización de las partículas producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación con distinto tiempo de endurecimiento.

Influencia de la velocidad de rotación del “Jet cutter” en el tamaño y la resistencia mecánica de las partículas.

Tamaño de partículas. El alginato de sodio al 2% disminuyó el tamaño de partículas al aumentar la velocidad de rotación del “Jet cutter” a 800 y 900 rpm; produciendo a 900 rpm la partícula con menor diámetro (Cuadro 3). Estos resultados fueron confirmados con el estudio de Paulo *et al.* (2017) quienes obtuvieron una disminución del tamaño de partículas utilizando alginato de sodio al 2% a 900 rpm. Los resultados obtenidos comprueban la relación que establece Prube *et al.* (2002) que entre mayor es la velocidad de rotación del “Jet cutter” menor es el tamaño de la partícula.

El diámetro de las partículas tanto de alginato de sodio al 1% más almidón al 2% como pectina al 5% no disminuyó ($P>0.05$) mientras aumentaba la velocidad de rotación del “Jet cutter” contradiciendo la relación establecida por Prube *et al.* (2002). No hubo diferencias ($P>0.05$) en el diámetro de partículas para todas las velocidades de rotación del “Jet cutter” en ambos hidrocoloides (Cuadro 3). Esto se atribuye a la baja viscosidad que presentan estos hidrocoloides en solución (Cuadro 1), ya que para el uso de la técnica de “Jet cutting” se necesita alta viscosidad (Prube *et al.* 2000). Por lo tanto, el alginato de sodio al 2% es el más idóneo para esta metodología, ya que exhibió una viscosidad más alta entre las soluciones de hidrocoloides estudiados (Cuadro 1).

Cuadro 3. Tamaño de partículas de hidrocoloides producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.

Velocidad de rotación (rpm)	Alginato de sodio al 2% (mm)	Alginato al 1% más almidón al 2% (mm)	Pectina al 5% (mm)
600	1.37 ^a ±0.08	1.38 ^a ±0.05	1.57 ^a ±0.23
700	1.42 ^a ±0.07	1.35 ^a ±0.06	1.25 ^a ±0.40
800	1.20 ^b ±0.05	1.46 ^a ±0.16	1.31 ^a ±0.17
900	1.06 ^c ±0.05	1.50 ^a ±0.21	1.37 ^a ±0.14

^{abc} Letras diferentes en cada columna indican una diferencia significativa ($P<0.05$) para cada columna.

rpm: revoluciones por minuto.

mm: milímetros.

El diámetro de las partículas tanto de alginato al 1% más almidón al 2% como de pectina al 5% observado a través de un microscopio óptico no fue homogéneo en cada velocidad, lo cual explica la variación de los valores de diámetros obtenidos (Figura 5 y 6).

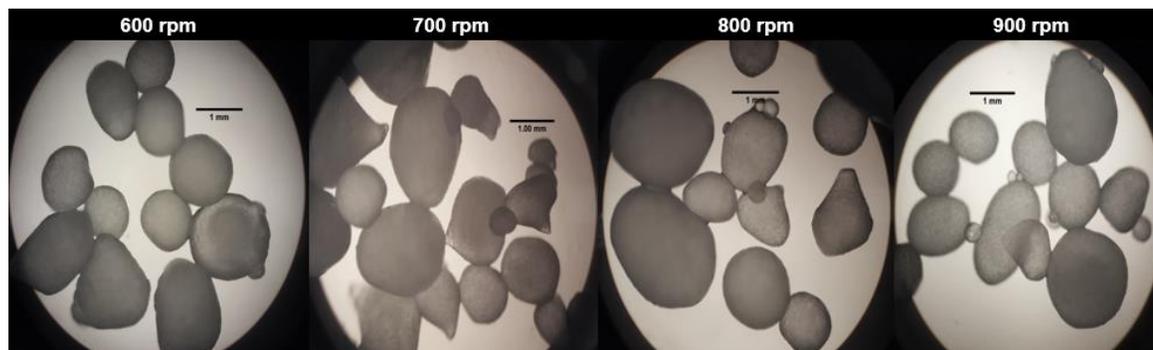


Figura 5. Partículas de alginato al 1% más almidón al 2% producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.

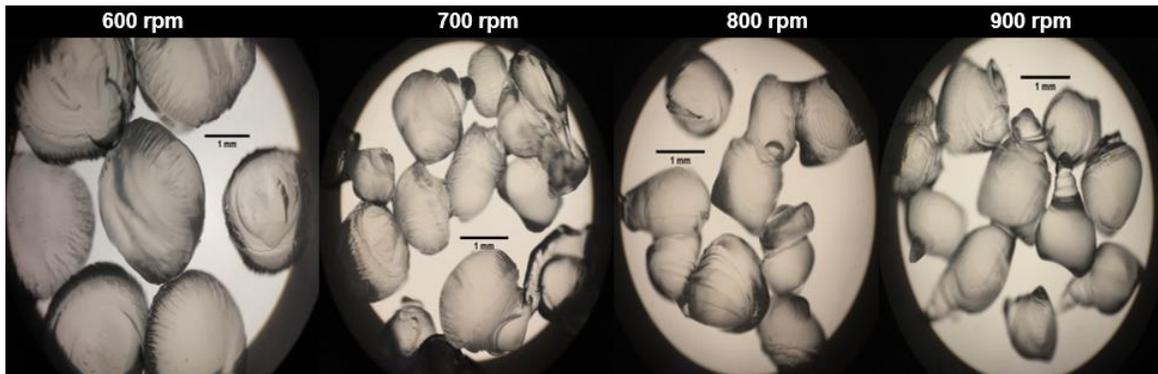


Figura 6. Partículas de pectina al 5% producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.

Resistencia mecánica a la deformación. Las velocidades de rotación usadas en la producción de partículas por “Jet cutting” influyeron ($P > 0.05$) en la resistencia mecánica de las partículas. La mayor fuerza para la deformación de las partículas en cada hidrocoloide se observó a velocidad de rotación más baja (600 rpm) (Cuadro 4). Con base en los resultados obtenidos se establece que entre mayor es la velocidad de rotación menor es la fuerza que se ocupa para deformar una partícula. Esto confirma lo establecido por Prube *et al.* (2002) que la velocidad de rotación del “Jet cutter” afecta las características físicas de las partículas. Además, estos resultados permiten afirmar que la resistencia mecánica a la deformación de las partículas depende de la velocidad de rotación en la técnica de “Jet cutting”. Sin embargo, Nieto *et al.* (2013) atribuye las características de resistencia a la rotura y rigidez del gel a la estructura y concentración del hidrocoloide en solución. La industria alimentaria no especifica si lo más utilizado son partículas más resistentes, ya que, dependerá del agente bioactivo a encapsular y cuál será la matriz alimenticia donde se aplicará.

Cuadro 4. Resistencia mecánica de las partículas de hidrocoloides producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación.

Velocidad de rotación (rpm)	Alginato de sodio al 2% (N)	Alginato al 2 % más almidón al 1% (N)	Pectina al 5% (N)
600	$0.30^a \pm 0.06$	$0.15^a \pm 0.02$	$0.69^a \pm 0.12$
700	$0.22^b \pm 0.04$	$0.11^b \pm 0.02$	$0.53^b \pm 0.06$
800	$0.16^c \pm 0.04$	$0.09^c \pm 0.03$	$0.40^c \pm 0.06$
900	$0.11^d \pm 0.02$	$0.06^d \pm 0.01$	$0.35^d \pm 0.08$

^{abcd} Letras diferentes en cada columna indican una diferencia significativa ($P < 0.05$) para cada columna.

rpm: revoluciones por minuto.

N: Newton (fuerza).

Influencia del tiempo de endurecimiento en el tamaño y la resistencia mecánica de las partículas producidas por “Jet cutting”. El tiempo de endurecimiento (15 y 30 min) de las partículas de los diferentes hidrocoloideos estudiados no afectó ($P>0.05$) el tamaño de ninguna partícula (Cuadro 5). Estos resultados contradicen a los presentados por Smrdel *et al.* (2008) quienes afirman que las partículas de alginato de sodio son más pequeñas entre mayor es el tiempo de endurecimiento en 1, 3, 5, 10, 20 y 30 min. Las partículas de pectina fueron iguales ($P>0.05$) entre ambos tiempos utilizados. Sin embargo, Junior *et al.* (2015) menciona que el tiempo de endurecimiento para formar partículas de pectina se encuentra establecido en 30 min, lo cual no fue comprobado en este estudio, ya que partículas con 15 o 30 min fueron del mismo tamaño.

La resistencia mecánica de las partículas de alginato de sodio al 2%, alginato al 1% más almidón al 2% y la pectina al 5% no fue afectada ($P>0.05$) por los tiempos de endurecimiento evaluados (Cuadro 5). Sin embargo, según Pedroza-Islas (2002) un hidrocoloide forma un gel instantáneo en gelificación iónica y los iones se siguen difundiendo con el hidrocoloide, logrando que el gel se endurezca con el tiempo. Este estudio contradice los resultados obtenidos ya que los tiempos de 15 y 30 min obtuvieron la misma fuerza para destruir la partícula.

Cuadro 5. Tamaño y resistencia mecánica de las partículas de alginato, alginato más almidón y pectina producidas por el método “Jet cutting” a diferentes velocidades de rotación a 15 y 30 min de endurecimiento.

Hidrocoloide	Tamaño (mm)		Resistencia mecánica (N)	
	15 min	30 min	15 min	30 min
Alginato de sodio al 2%	1.27 ^a ±0.18	1.27 ^a ±0.14	0.21 ^A ±0.08	0.20 ^A ±0.08
Alginato al 1% más almidón al 2%	1.47 ^a ±0.16	1.38 ^a ±0.11	0.11 ^A ±0.03	0.11 ^A ±0.03
Pectina al 5%	1.46 ^a ±0.23	1.3 ^a ±0.29	0.51 ^A ±0.13	0.49 ^A ±0.16

^{abc} Letras diferentes en cada columna indican una diferencia significativa ($P<0.05$) para cada fila en el tamaño de partícula.

^{ABC} Letras diferentes indican una diferencia significativa ($P<0.05$) para cada fila en resistencia mecánica.

mm: milímetros

N: Newton (fuerza).

Por lo tanto, el tamaño y resistencia mecánica de las partículas se atribuye a lo mencionado por Lotfipour *et al.* (2012) quienes determinaron que el tiempo de endurecimiento dependerá de la interacción del calcio con el guluronato y galacturonato en alginato y pectina respectivamente. Los resultados obtenidos permiten establecer que el tamaño y resistencia mecánica de las partículas estuvieron asociados a las características físicas y químicas del hidrocoloide y no al tiempo que estuvo sumergida la partícula en la solución de CaCl_2 .

Morfología. Las partículas de alginato de sodio presentaron una forma esférica similar a un huevo bajo un microscopio óptico con un lente de 4X, lo cual fue observado por Mishra (2015). A pesar de que la velocidad de rotación del “Jet cutter” fue diferente, la forma de las partículas no varió según se puede observar en la (Figura 7). Además, se identificó que la partícula más pequeña fue producida a mayor velocidad de rotación (Cuadro 3).

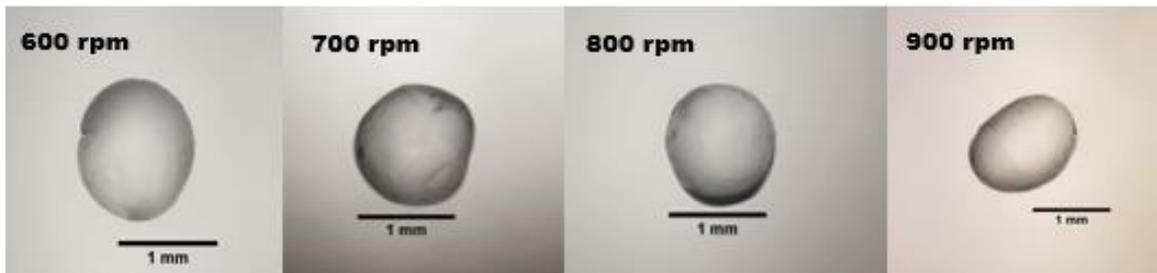


Figura 7. Partículas de alginato de sodio (2%) producidas por el “Jet cutter”.

Amorós (2013) afirma que las partículas producidas por alginato más almidón son esféricas, ligeramente ovaladas o con forma de granos de arroz, lo cual fue comprobado por este estudio (Figura 8). Además, la forma de las partículas fue irregular, de color blanquecino, no homogéneo y se observó la presencia de una especie de cola en las partículas atribuyéndose esto a la presencia del almidón en la solución.

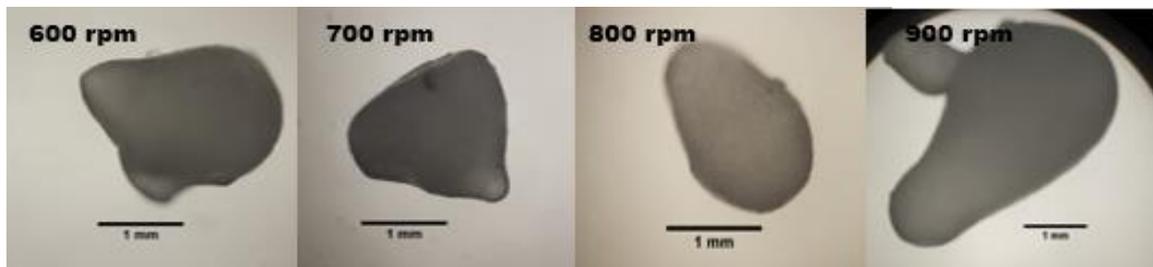


Figura 8. Partículas de alginato de sodio (1%) más almidón (2%) producidas por el “Jet cutter”.

Las partículas de pectina fueron descritas por Rawle (2011) como de baja esfericidad redonda, lo cual fue comprobado en este estudio (Figura 9). Además, se observó un comportamiento no homogéneo en la morfología de las partículas en todas las velocidades (Figura 9).

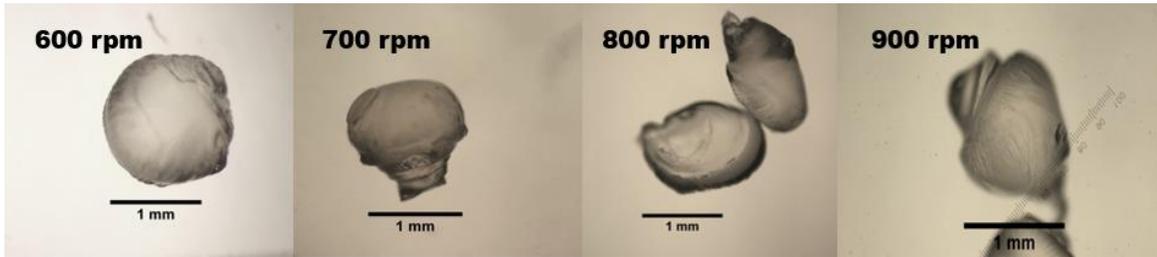


Figura 9. Partículas de pectina (5%) producidas por el “Jet cutter”.

La forma de las partículas de alginato de sodio, alginato más almidón y pectina fue diferente entre sí, lo cual concuerda con la afirmación de Nussinovitch (2010) que la forma de las partículas depende del contenido y composición del hidrocóide.

4. CONCLUSIONES

- El método de “Jet cutting” produce partículas menores a 2 mm.
- A mayor velocidad de rotación del “Jet cutter” menor el tamaño de partículas de alginato de sodio al 2%, mientras que este parámetro no influyó en las demás partículas estudiadas.
- La resistencia mecánica de las partículas de todos los hidrocoloides estudiados disminuyó a mayor fue la velocidad de rotación del “Jet cutter”.
- El tiempo de endurecimiento de 15 y 30 min no influyó en el tamaño ni en la resistencia mecánica de los hidrocoloides.
- La producción de partículas por “Jet cutting” está asociada a las propiedades fisicoquímicas de las soluciones de los hidrocoloides, especialmente a la viscosidad del hidrocoloide en solución.

5. RECOMENDACIONES

- Realizar un estudio analizando el rango óptimo de viscosidad que permita producir partículas a través del método “Jet cutting”.
- Desarrollar una matriz encapsulante de alginato de sodio con un agente bioactivo utilizando el “Jet cutter” y aplicarlas en diferentes tipos de alimentos.
- Elaborar un estudio que permita establecer la capacidad de retención de un agente bioactivo en relación a la velocidad de rotación del “Jet cutter”.
- Analizar el comportamiento de las partículas en diferentes matrices alimenticias, identificando cuales son las características deseables que el consumidor demanda.

6. LITERATURA CITADA

Amorós D. 2013. Efecto del almidón en la viabilidad gastrointestinal de *Lactobacillus acidophilus* en Biosoportos de alginato/almidón. Tesis. España: Universidad de Oviedo, Biotecnología Alimentaria (en línea). [Consultado 2017 may 30]. <http://digibuo.uniovi.es/dspace/handle/10651/19091>.

Burgain J, Gaiani C, Linder M, Scher J. 2011. Encapsulation of probiotic living cells: From laboratory scale to industrial applications. France: Nancy Universite (en línea). [Consultado 2017 jul 2]. https://www.researchgate.net/publication/227958505_Encapsulation_of_probiotic_living_cells_From_laboratory_scale_to_industrial_applications.

Célis F. 2014. Partículas de alginato e pectina produzidas por gelificação iônica e recobertas com proteínas [Tesis]. Campinas, Sao Paulo, Brasil: Universidade Estadual de Campinas (en línea). [Consultado 2017 may 10]. http://repositorio.unicamp.br/bitstream/REPOSIP/255968/1/Souza%2C%20Flavia%20Noeli%20de%20_M.pdf.

Chan ES, Lee BB, Ravindra P, Poncelet D. 2009. Prediction models for shape and size of ca-alginate macrobeads produced through extrusion-dripping method. *J Colloid Interface Sci.* [Consultado 2017 jun 7]. 338(1):63–72. eng. doi:10.1016/j.jcis.2009.05.027.

Davarci F, Turan D, Ozcelik B. 2016. The Influence of solution viscosities and surface tension on calcium-alginate: Microbead formation using dripping technique. Istanbul, Turkey: Istanbul Technical University, Faculty of Chemical and Metallurgical Engineering.

Etchepare M, Barin JS, Cichoski AJ, Jacob-Lopes E, Wagner R, Fries L M, Menezes CR. 2015. Microencapsulation of probiotics using sodium alginate. *Cienc. Rural* (en línea). [Consultado 2017 jun 21]. 45(7):1319–1326. doi:10.1590/0103-8478cr20140938.

García-Ceja A, López-Malo A. 2012. Biopolímeros utilizados en la encapsulación. TSIA (en línea). [Consultado 2017 jul 5]. [http://www.udlap.mx/wp/tsia/files/No6-Vol-1/TSIA-6\(1\)-Garcia-Ceja-et-al-2012.pdf](http://www.udlap.mx/wp/tsia/files/No6-Vol-1/TSIA-6(1)-Garcia-Ceja-et-al-2012.pdf).

Garibay MG, Ramírez RQ, Canales ALM. 1993. Biotecnología alimentaria: Biopolímeros (en línea). Limusa. ISBN: 9789681845223. <https://books.google.hn/books?id=2ctdvBnTa18C>.

Gaudio P, Colombo P, Colombo G, Russo P, Sonvico F. 2005. Mechanisms of formation and disintegration of alginate beads obtained by prilling. Italia: University of Parma, Department of Pharmacy (en línea). [Consultado 2017 jul 12]. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378517305004394>.

Haeberle S, Naegele L, Burger R, Stetten F, Zengerle R y Ducree J. 2008. Alginate bead fabrication and encapsulation of living cells under centrifugally induced artificial gravity conditions. Alemania: University of Freiburg, Institute for Micromachining and Information Technology (en línea). [Consultado 2017 jun 9]. <http://www.dcu.ie/~ducreeje/Reprints/Haeberle07enc.pdf>.

Hernández-Torres CJ, Ventura-Sobrevilla IA, Belmares-Cerda JM, Contreras-Esquivel RE, Michelena Álvarez G, Martínez-Hernández JL. 2016. La microencapsulación de bioactivos para su aplicación en la industria. Redalyc (en línea). [Consultado 2017 2 jun]. 50(1):12–19. <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223148420003>.

Junior M, Queiroz M, Kimura L AI. 2015. Microencapsulação de corante natural por gelificação iônica: Ajuste de metodologia de obtenção das micropartículas e aplicação em balas à base de pectina. 9º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica; Biblioteca central Universidad Estadual do Campinas. Brazil.

Lotfipour F, Mirzaeei S, Maghsoodi M. 2012. Evaluation of the effect of CaCl₂ and alginate concentrations and hardening time on the characteristics of *Lactobacillus acidophilus* loaded alginate beads using response surface analysis. Adv Pharm Bull. [Consultado 2017 jun 2]. 2(1):71–78. eng. doi:10.5681/apb.2012.010.

Lupo B, Maestro A, Gutiérrez J, Gonzáles C. 2015. Characterization of alginate beads with encapsulated cocoa extract to prepare functional food: Comparison of two gelation mechanisms. Elsevier (en línea). [Consultado 2017 may 2]. 49:25–34. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0268005X15000843>.

Mishra M. 2015. Handbook of Encapsulation and Controlled Release (en línea). [Consultado 20 May 2017]. ISBN: 9781482232349. <https://books.google.hk/books?id=pY7wCgAAQBAJ>.

Nedovic V, Kalusevic A, Manojlovic V, Petrovic T. 2013. Encapsulation Systems in the Food Industry [Revista científica]. Belgrade, Serbia: University of Belgrade.

Nieto I, Santacruz I, Moreno R. 2013. Consolidación de materiales cerámicos por gelificación de polisacáridos. España: Universidad de Málaga, Instituto de Cerámica y Vidrio (en línea). [Consultado 2017 jun 2]. Vol.34 pp. 2-27. http://www.academia.edu/23110204/CONSOLIDACION_DE_MATERIALES_CERAMICOS_POR_GELIFICACION_DE_POLISACARIDOS.

Nussinovitch A. 2010. Polymer Macro- and Micro-Gel Beads: Fundamentals and Applications. Israel: Springer (en línea). [Consultado 2017 jul 2]. 10 vol. ISBN: 9781441966179.

Ozkan G, Bilek S. 2014. Microencapsulation of natural food colourants. *Science PC*. 3:145–156 (en línea). [Consultado 2017 jul 2]. Disponible en <http://www.sciencepublishinggroup.com/j/ijnfs>. doi:10.11648/j.ijnfs.20140303.13.

Paulo B, Ramos F, Prata A. 2017. An investigation of operational parameters of combined dripping and jet cutter on the size of Ca-Alginate beads. Campinas, Sao Paulo, Brasil: Universidade Estadual de Campinas, Departamento de Ingenieria en Alimentos.

Pedroza-Islas R. 2002. Alimentos Microencapsulados: Particularidades de los procesos para la microencapsulación de alimentos para larvas de especies Acuícolas. México: Universidad Iberoamericana. Departamento de Ingenierías (en línea). [Consultado 2017 jul 2]. http://www.uanl.mx/utillerias/nutricion_acuicola/VI/archivos/A26.pdf.

Prube U, Dalluhn J, Breford J and Vorlop K. 2000. Production of spherical beads by JetCutting. Alemania: Chemical Engineer Technology (en línea). [Consultado 2017 jul 4]. [http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/1521-4125\(200012\)23:12%3C1105:AID-CEAT1105%3E3.0.CO;2-V/full](http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/1521-4125(200012)23:12%3C1105:AID-CEAT1105%3E3.0.CO;2-V/full).

Prube U, Fox B, Kirchhoff M, Bruske F, Breford J, Vorlop KD. 1998. New process (Jet Cutting Method) for the production of spherical Beads from highly viscous polymer solutions. [Consultado 2017 jul 3]. *Chem. Eng. Technol*; 21(1):29–33. doi:10.1002/(SICI)1521-4125(199801)21:1<29:AID-CEAT29>3.0.CO;2-Y.

Prube U, Wittlich P, Vorlop K, Jahnz U, Breford J. 2002. Bead production with JetCutting and rotating disk/nozzle technologies. Alemania: Federal Agricultural Research Centre, Institute of Technology and Biosystems Engineering. [Consultado 2017 jul 3]. http://literatur.thuenen.de/digbib_extern/zi029522.pdf.

Rawle A. 2011. Principios básicos del análisis del tamaño de partícula. *IESMAT*. 1–9 (en línea). [Consultado 2017 jul 2]. <http://www.iesmat.com/iesmat/upload/file/Malvern/Productos-MAL/DIF-Principios%20basicos%20Analisis%20Tam.%20Particula.pdf>.

Sandoval-Castilla O, Lobato-Caballeros C, García-Galindo H, Alvares-Ramirez J, Vernon-Carte E. 2009. Textural properties of alginate–pectin beads and survivability of entrapped Lb. casein in simulated gastrointestinal conditions and in yoghurt. Distrito Federal, México: Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Departamento de Biotecnología (en línea). [Consultado 2017 jul 1]. https://www.researchgate.net/publication/223206593_Textural_properties_of_alginate-pectin_beads_and_survivability_of_entrapped_Lb_Casein_in_simulated_gastrointestinal_conditions_and_in_yoghurt.

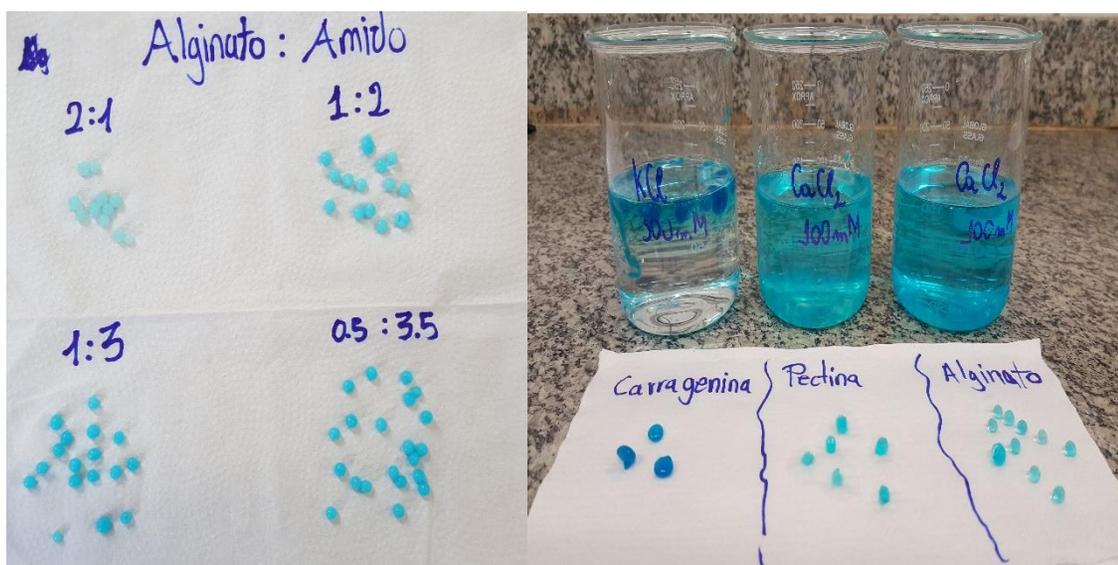
Smrđel P, Bogataj M, Aleš M. 2008. The influence of selected parameters on the size and shape of alginate beads prepared by ionotropic gelatination (en línea). Vienna, Austria. [Consultado 2017 jun 20]. Disponible en <https://www.researchgate.net/publication/228479282>.

Whelehan M. 2011. Microencapsulation by dripping and jet break up (en línea). [Consultado 2017 jun 15]. Bioencapsulation Innovations; Pag 4–10. http://bioencapsulation.net/2012_Archamps.

Yanniotis S, Stoforos N, Taoukis P. 2013. Advances in food process engineering research and applications: Encapsulation Systems in the Food Industry. New york: Springer. 32 vol. ISBN: 978-1-4614-7905-5.

7. ANEXOS

Anexo 1. Pruebas preliminares producción de partículas por el método “Dripping”, utilizando una pipeta Pasteur.



Anexo 2. Equipo para producir partículas por el método “Dripping”.



Anexo 4. Equipo para producir partículas por el método “Jet cutting.”



Anexo 3. “Jet cutter” de 6.2 cm con 48 segmentos.

