

EFFECTO DE LOS PARÁMETROS DE PROCESAMIENTO DE LA MICROFLUIDIZACIÓN SOBRE LAS PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS DE NANOEMULSIONES (GOMA ARÁBIGA-ACEITE DE LINAZA)

M.G. Michel Barba^a, R. Rodríguez Rodríguez, G. M. Guatemala Morales^a, E. Arriola Guevara^b, H. Espinosa Andrews^{a*}

^a Departamento de Tecnología Alimentaria, Centro de Investigación y Asistencia en Tecnología y Diseño del Estado de Jalisco A.C. Av. Normalistas 800, Colinas de la Normal, Guadalajara, Jalisco, 44270 México.

^b Departamento de Ingeniería Química, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Universidad de Guadalajara. Blvd. Marcelino García Barragán 1421, esq. Calzada Olímpica, Guadalajara, Jalisco, 44430 México.

Resumen

En este estudio se evaluó la influencia de los factores de microfluidización (presión y número de pasos) en las propiedades fisicoquímicas (tamaño de glóbulos y carga) de emulsiones simples de goma arábiga (GA) y aceite de linaza. Se formó una emulsión gruesa empleando un dispersor de alto corte obteniéndose una distribución bimodal. La emulsión gruesa fue pasada a través de una cámara de dispersión tipo Z de un microfluidizador de alta presión para obtener 9 diferentes emulsiones basadas en un diseño factorial 3^2 . En general el proceso de microfluidización generó emulsiones con distribución monomodal caracterizadas por tamaños de partícula entre 148 y 325 nm y potencial Z entre -29.2 y -44.9 mV. Los factores presión y número de pasos de homogeneización no mostraron efecto significativo en el tamaño de partícula ($p > 0.05$) a diferencia del potencial ζ ($p \leq 0.05$) en las emulsiones. Los resultados muestran que la microfluidización es un proceso efectivo para la producción de nanoemulsiones de aceite de linaza y GA.

Introducción

En el aceite de linaza más del 70% de la grasa es poliinsaturada: ácido alfa linolénico, (omega-3) y ácido linoléico (omega-6). Estos ácidos grasos son esenciales ya que los humanos no pueden sintetizarlos en el cuerpo [1]. Una forma de incluirlos en la dieta es mediante la formación de emulsiones.

Las emulsiones están constituidas por tres regiones: fase dispersa, fase continua e interfase. Todas las moléculas o ingredientes de la emulsión se distribuyen de acuerdo con su concentración y polaridad. En una emulsión muchas gotas pequeñas son dispersadas en una fase continua, la interfase tiene una gran energía libre, por lo que las emulsiones son sistemas termodinámicamente inestables. Sin embargo, es posible formar emulsiones que sean cinéticamente estables por un intervalo razonable de tiempo mediante la incorporación de emulsionantes; estos disminuyen la energía libre total del sistema al disminuir la tensión interfacial entre las dos fases [2]. La elección del emulsionante adecuado es muy importante. De esta manera, se impide la coalescencia de la fase dispersa en una fase macroscópica [3].

La goma arábiga, es un exudado de goma natural que se obtiene de los árboles de acacia en la región del África subsahariana. La goma arábiga es una arabinogalactosa compuesta por tres distintas fracciones con diferentes contenidos de proteína, es un polielectrolito con carga negativa y es muy utilizado en la industria debido a su alta solubilidad y baja viscosidad a altas concentraciones, así como sus propiedades emulsionantes y formadoras de barrera. [4].

La formación de emulsiones requiere de energía que puede ser obtenida por un medio mecánico (alta energía) o proveniente del potencial químico de los componentes (baja energía) [5]. Actualmente se ha centrado la atención en producir emulsiones con tamaños de glóbulos en la escala nanométrica, que se conocen como nanoemulsiones [6]. Las nanoemulsiones tienen diversas aplicaciones en el campo de la industria, tales como el cuidado personal y cosméticos, así como en atención médica, alimentos y agroquímicos [7].

La microfluidización es un medio mecánico de alta energía para la formación de emulsiones, este proceso implica pasar una emulsión gruesa a través de una cámara con un dispositivo de bombeo con alta presión. Se ha demostrado que para la producción de nanoemulsiones, la microfluidización a diferencia de la ultrasonificación provee emulsiones con distribuciones de tamaño más estrechos y monomodales [8]. Por ello, la microfluidización cada vez recibe más atención en tecnología de alimentos [9] y se utiliza en operaciones industriales ya que proporciona control sobre el tamaño de glóbulo y por su capacidad de producir emulsiones finas a partir de una gran variedad de materiales [10]. Sin embargo, existe poca información sobre el efecto de las condiciones de procesamiento para producir nanoemulsiones por microfluidización [11].

Las propiedades fisicoquímicas tales como el tamaño de partícula y potencial ζ son parámetros importantes en los sistemas de emulsiones, ya que permiten determinar y controlar las propiedades de estabilidad tales como coalescencia, floculación, cremado y estabilidad oxidativa [12].

El potencial ζ es una medida de la magnitud de la repulsión electrostática, carga o atracción entre las partículas, y es uno de los parámetros fundamentales que afectan la estabilidad de una emulsión. Su medición aporta información detallada sobre las causas de la dispersión, la agregación o floculación, y se puede aplicar para mejorar la formulación de dispersiones, emulsiones y suspensiones [13].

La estabilidad de una emulsión aumenta cuando el tamaño de gota disminuye y está demostrado por la ecuación de Stoke-Einstein la cual expresa que la velocidad de sedimentación depende del cuadrado del radio de la partícula [14].

El objetivo del presente estudio fue evaluar la influencia de parámetros de procesamiento de microfluidización (presión y número de pasos) sobre características de las emulsiones formadas (tamaño de glóbulos y potencial ζ) empleando aceite de linaza como material activo y goma arábiga como agente emulsificante.

Metodología

Materiales. Se adquirió aceite de linaza (O) y goma arábiga (GA) en lágrima (Natural Products de México, Yauatepec, Morelos, México).

Preparación de emulsiones. La GA se trituró, se disolvió y se filtró para formar una dispersión coloidal. Las muestras de emulsión se prepararon con 3% (p/p) de fase dispersa y relación [GA:O] igual a [2:1]. Se formó una emulsión gruesa donde se añadió el O gota a gota a la dispersión coloidal de GA empleando un dispersor de alto corte Silverson L5M-A (Silverson, Inglaterra) a 5000 rpm durante 10 minutos manteniendo la temperatura de la muestra a 20°C. Posteriormente, la emulsión gruesa fue homogeneizada en un

microfluidizador (Microfluidics, USA) en base al diseño experimental planteado. Cada muestra fue microfluidizada por triplicado, en todo el trabajo se utilizó agua desionizada y las mediciones fueron realizadas a 20°C.

Tamaño y distribución de partícula. El radio hidrodinámico de los glóbulos se determinó en el equipo Zetasizer Nanoseries ZS90 (Malvern Instruments, Worcestershire, UK) mediante la técnica de dispersión de luz dinámica, la cual mide el movimiento browniano de las partículas y lo relaciona con su tamaño.

Potencial ζ . El potencial ζ se calculó a partir de la movilidad electroforética de los glóbulos empleando un equipo de dispersión de luz Zetasizer Nanoseries ZS90.

Diseño experimental y análisis estadístico

Se realizó un diseño factorial 3^2 donde los factores de estudio fueron presión de homogeneización (10,000, 20,000 y 30,000 psi) y número de pasos (1, 3 y 5). Se utilizó Statgraphics Centurion XV Versión 15.2.06 para realizar el análisis de varianza de los datos obtenidos con un nivel de confianza del 95%.

Resultados

Las tablas 1 y 2 muestran los resultados del diseño de experimentos para las nanoemulsiones y el análisis de varianza ($p=0.05$), respectivamente.

Tabla 1. Emulsión [GA:O] [2:1] p/p.

Presión (psi)	Número de Pasos	Tamaño (nm)	Potencial Z (mV)
10,000	1	282.4±7.0	-40.5±4.4
	3	258.8±17.3	-39.2±4.0
	5	209.7±61.9	-39.7±5.8
20,000	1	231.3±88.5	-42.3±2.2
	3	262.6±41.1	-36.7±6.5
	5	260.5±65.3	-36.0±3.3
30,000	1	245.0±20.3	-36.6±5.8
	3	250.5±10.8	-34.2±1.4
	5	211.9±78.0	-30.8±1.6

Tabla 2. Valores de p del análisis de varianza

Variable de respuesta	Factor	Valor-p
Tamaño	Pasos	0.2869
	Presión	0.5421
Potencial Z	Pasos	0.0057
	Presión	0.0220

Tamaño de partícula

Las emulsiones gruesas manufacturadas por el sistema de dispersión de alto corte fueron caracterizadas por una distribución bimodal con un radio hidrodinámico de partícula promedio de $1.15\pm 0.20 \mu\text{m}$. Al procesar la emulsión gruesa en el microfluidizador, las partículas son sometidas a un esfuerzo cortante debido al contacto con las paredes del canal a alta velocidad. Además se produce una colisión cuando el flujo del producto a alta velocidad choca contra sí mismo. En general, el tamaño de partícula de las emulsiones microfluidizadas se redujo a escala nanométrica con una distribución monomodal (Fig. 1). Estos resultados muestran que la microfluidización es una tecnología adecuada para la producción nanoemulsiones de aceite de linaza.

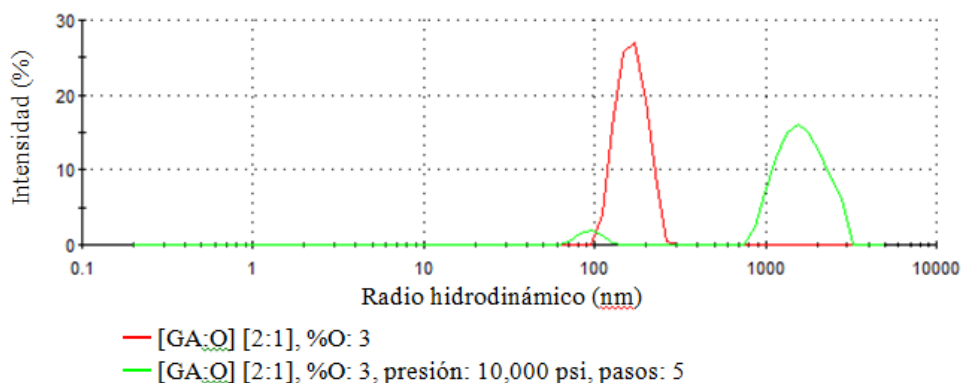


Fig. 1. Distribución de tamaño de una emulsión gruesa y una emulsión microfluidizada.

El tamaño de los glóbulos de la emulsión disminuyó con la presión y número de ciclos. Sin embargo, estos parámetros no tuvieron un efecto significativo sobre el tamaño de glóbulos ($p > 0.05$) (Fig. 2). De manera similar, Meleson *et al.* [15] definieron matemáticamente la “saturación del tamaño de glóbulo” en nanoemulsiones de aceite de silicona, que corresponde al límite cuando el cizallamiento de la emulsión a la misma presión no produce ninguna ruptura adicional en la distribución del tamaño.

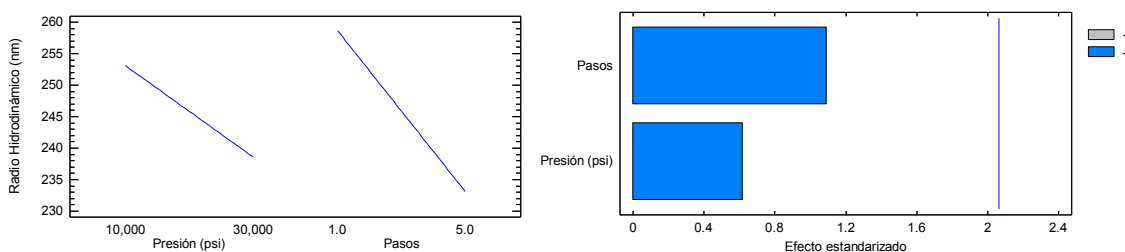


Fig. 2. Radio hidrodinámico de la emulsión primaria [GA:O] [2:1]. a) Efecto de la presión y número de pasos b) diagrama de Pareto para el tamaño de partícula.

Potencial ζ

En general, las partículas con potencial ζ fuera del rango de -30 mV a +30 mV se consideran estables, ya que la carga eléctrica de los glóbulos es lo suficientemente fuerte como para suponer que las fuerzas de repulsión entre los glóbulos son predominantes en la nanoemulsión [16]. La carga interfacial eléctrica promedio de los glóbulos de aceite de las emulsiones gruesas fue de -31.50 ± 0.70 mV. Después de pasar la emulsión gruesa mediante el sistema de microfluidización se observó un aumento en la carga eléctrica neta de los glóbulos de aceite de linaza, por lo tanto, mejoraron las propiedades de repulsión electrostática de entre los glóbulos de la emulsión (Fig. 3). Estos resultados coinciden con los obtenidos por Salvia *et al.* [11] en la formación de nanoemulsiones microfluidizadas de aceite esencial de hierba limón con algiánato.

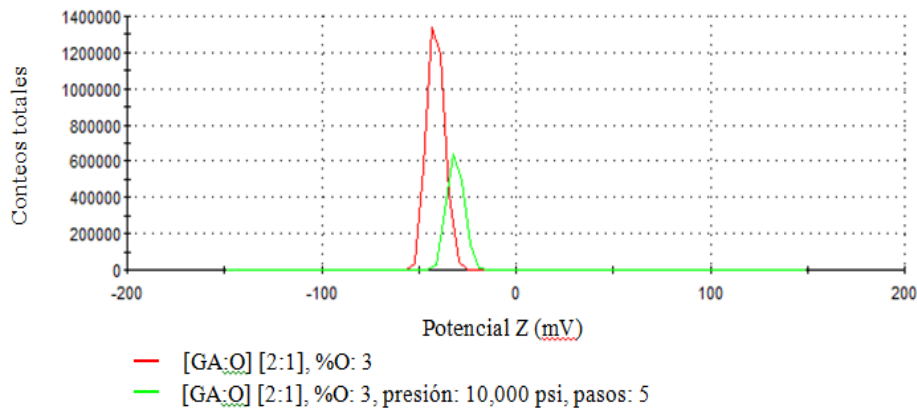


Fig. 3. Potencial Z y su distribución de una emulsión gruesa y una emulsión microfluidizada.

Los resultados muestran que la presión y el número de pasos tuvieron efecto significativo ($p \leq 0.05$) sobre el potencial ζ (Fig. 4).

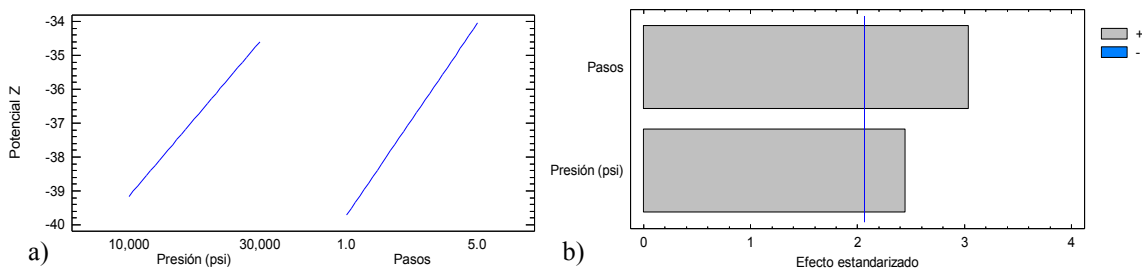


Fig. 4. Potencial ζ en la emulsión primaria [GA:O] [2:1]. a) Efecto de la presión y número de pasos b) diagrama de Pareto para el potencial ζ .

El número de pasos y la presión de homogeneización presentaron un efecto negativo sobre el potencial ζ . Esto podría atribuirse a una mala función del emulsionante, posiblemente debido a la desnaturalización de la proteína contenida en la GA durante la operación lo cual provoca la agregación de partículas [17] aunado a un aumento en el movimiento browniano, por lo tanto, mayor probabilidad de colisión y coalescencia. En estas condiciones, se presentan competencia entre dos procesos, ruptura y coalescencia de los glóbulos que afectan la distribución de tamaño [8].

Conclusiones

Las mediciones del potencial ζ proporcionaron información detallada de la magnitud de la repulsión electrostática entre los glóbulos de las emulsiones. Las observaciones del radio hidrodinámico confirmaron que la microfluidización es una tecnología adecuada para la producción nanoemulsiones con GA y aceite de linaza. Sin embargo, se necesita más información sobre el efecto de estos parámetros sobre otros sistemas de emulsiones.

Agradecimientos

Se agradece al Fondo de Ciencia Básica SEP-CONACyT por el financiamiento de este trabajo a través del convenio CB-2008-01/104109.

Referencias

1. Morris, D., *Una Recopilación sobre sus Efectos en la Salud y Nutrición* (4a Edición): p. 9-13, 2007.
2. Yáñez, J., *et al.*, "Aplicaciones Biotecnológicas de la Microencapsulación". *Avance y Perspectiva*. (21): p. 313-319, 2002.
3. Becher, P., "Emulsions: theory and practice" *American Chemical Society*, 2001.
4. Sandoval, E.A., "Coacervación compleja con mezclas de tres polisacáridos (Goma Arábica, goma de Mezquite, Quitosano) y su efecto en la estabilidad de emulsiones simples", *Universidad Autónoma Metropolitana*, 2008.
5. Silva, C., Livings, S., Sher, A., Niranjani, K., Espiga, A., Gumy, J. C. , "Formation and stability of nano-emulsions". *Advances in Colloid and Interface Science*. 109(1): p. 303-318, 2004.
6. Izquierdo, P., *et al.*, "Formation and Stability of Nano-Emulsions Prepared Using the Phase Inversion Temperature Method". *Langmuir*. 18(1): p. 26-30, 2001.
7. Mosavian, A., "Preparation and Application of Nano-Emulsion in the Last Decade (2000–2010)". *Journal of Dispersion Science and Technology*, 2011.
8. Mahdi Jafari, S., Y. He, and B. Bhandari, "Nano-Emulsion Production by Sonication and Microfluidization—A Comparison". *International Journal of Food Properties*. 9(3): p. 475-485, 2006.
9. Skurtys, O. and J.M. Aguilera, "Applications of Microfluidic Devices in Food Engineering". *Food Biophysics*. 3(1): p. 1-15, 2008.
10. Jafari, S., Y. He, and B. Bhandari, "Optimization of nano-emulsions production by microfluidization". *European Food Research and Technology*. 225(5-6): p. 733-741, 2007.
11. Salvia-Trujillo, L., *et al.*, "Effect of processing parameters on physicochemical characteristics of microfluidized lemongrass essential oil-alginate nanoemulsions". *Food Hydrocolloids*. 30(1): p. 401-407, 2013.
12. Rodríguez, R. *et al.*, "Propiedades físicoquímicas de emulsiones (o/w) multicapa de linaza" AMIDIQ, 2012.
13. Note, Z.N.s.t., *Zeta Potential an Introduction in 30 Minutes*.
14. Guglielmini, G., "Nanostructured novel carrier for topical application". *Clinics in Dermatology* 26(4), 2008.
15. Meleson, K., S. Graves, and T.G. Mason, "Formation of Concentrated Nanoemulsions by Extreme Shear". *Soft Materials*. 2(2-3): p. 109-123, 2004.
16. Heurtault, B., *et al.*, "Physico-chemical stability of colloidal lipid particles". *Biomaterials*. 24(23): p. 4283-4300, 2003.
17. Tang, C.-H. and F. Liu, "Cold, gel-like soy protein emulsions by microfluidization: Emulsion characteristics, rheological and microstructural properties, and gelling mechanism". *Food Hydrocolloids*. 30(1): p. 61-72, 2013.