# CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO REOLÓGICO Y DE TEXTURA DE EMULSIONES POR FLOCULACIÓN

Carmen Olivia Salazar-Pérez<sup>a</sup>, Hugo Espinosa-Andrews<sup>a</sup>, Norma Morales-Hernández<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> Tecnología Alimentaria, Centro de Investigación y Asistencia en Tecnología y Diseño del Estado de Jalisco A.C, Camino Arenero 1227, El Bajío del Arenal, Zapopan, Jalisco, C.P. 45019, México. <a href="mailto:nmorales@ciatej.mx">nmorales@ciatej.mx</a>\*

#### Resumen

En este trabajo se desarrollaron sistemas a partir de una emulsión floculada entre proteína de soya (PS) y goma arábiga (GA); a tres diferentes relaciones de GA:PS (R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub>). Las emulsiones se realizaron a una φ=0.1 para ser sometidas a tratamiento térmico. Posteriormente se evaluó el módulo elástico (G') y viscoso (G''), la textura (fuerza de gel) y sinéresis de las emulsiones floculadas. El tratamiento térmico en las emulsiones floculadas favoreció la formación de geles débiles esto se observó en el barrido de frecuencia de los módulos G' y G'' realizados a las emulsiones, atribuyéndose a la formación de estructuras del tipo covalentes entre la proteína de soya y la goma arábiga.

#### Introducción

Los sistemas a partir de emulsiones floculadas tienen gran potencial al usarse en el área de productos alimenticios, ya que las partículas de estos sistemas con características deseadas pueden ser utilizadas para dar textura, viscosidad, como espesantes y estabilizantes [1]. Las emulsiones son sistemas termodinámicamente inestables del tipo aceite en agua (O/W) o agua en aceite (W/O), estas tienden a separarse en las fases que las componen por diferentes mecanismos de inestabilidad como lo son: el cremado, floculación, inversión de fases, la maduración de Ostwald y finalmente hasta llegar a la coalescencia [2]. La floculación es un tipo de inestabilidad que se presenta en las emulsiones por la agregación de gotas sin que ocurra la coalescencia, cada gota mantiene su integridad y permanecen como entidades separadas [3]. Cabe mencionar que la presencia de algún tipo de inestabilidad es indeseada y es por ello que durante la formación de la emulsión son añadidos surfactantes o polímeros hidrofóbicos que mejoren dicha estabilidad del sistema [4].

Algunos biopolímeros como la goma arábiga compuesta por una mezcla de carbohidratos y proteínas destacan por ser buen emulsionante, otros biopolímeros como las proteínas de soya le confiere mejores propiedades emulsionantes que la goma arábiga y entre ambos favorecen la formación de emulsiones por interacciones electrostáticas entre ellos mejorando así las propiedades funcionales de estos sistemas coloidales.

La aplicación de un tratamiento térmico sobre estas emulsiones promueve el desdoblamiento de la proteína lo que favorece el entrecruzamiento con el otro biopolímero, formando estructuras del tipo covalentes entre ambos biopolímeros [5]. El comportamiento reológico del módulo de almacenamiento (G') y del módulo viscoso (G'') de estos sistemas gelificados proporciona información sobre el grado de estructuración presente en ellos; prediciendo así el tipo de gel formado (débil o fuerte) en estos sistemas.

La reología de estas emulsiones geladas se ve afectada por el tipo de gotas de emulsión presentes (rellenas activas o inactivas) y por la interacción de estas con la matriz del gel particularmente con la naturaleza, concentración y tipo de emulsificante. Cuando las gotas presentes en una emulsión a base de proteínas son del tipo activo, estas conducen al refuerzo de la matriz del gel resultando en un aumento de la rigidez del mismo; y cuando se recubren las gotas de emulsión con otro biopolímero actúan como gotas del tipo inactivo debido a que la interacción con la matriz del gel es débil, lo que conlleva a una disminución del módulo elástico en la emulsión gelada [6].

Algunas propiedades que se evalúan en geles son la textura (fuerza de gel), el comportamiento reológico y la capacidad de retención de agua expresada como sinéresis; y en este sentido el estudio de la formación de redes (gel) por las proteínas y sus propiedades macroscópicas bajo deformación es esencial para comprender las propiedades de ruptura (percepción oral) y por consiguiente sus propiedades de textura [7]. En el presente trabajo se formaron sistemas a partir de una emulsión floculada entre proteína de soya y goma arábiga, las cuales fueron sometidas a tratamiento térmico para favorecer la formación de una estructura tipo gel.

## Metodología

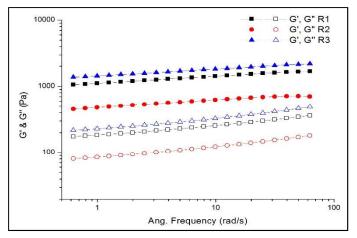
PS y GA se adquirieron grado alimenticio y el aceite vegetal en un supermercado local. La emulsión (O/W) se realizó a una relación 1:2 (PS:Aceite) se homogenizó en un equipo tipo gaulin 15MR - 8TA A 5600 psi. La emulsión floculada se realizó para cada relación y a una φ= 0.1, estas se sometieron a tratamiento térmico de acuerdo a Puppo y col. (2003) a 90°C por 30 min, posteriormente se sometieron a baño de hielo por 10 min y se almacenaron a 4 °C previo a los análisis. Se evaluaron los módulos de almacenamiento y de pérdida (G' y G'') en un reómetro de estrés controlado AR 1000 con geometría de platos paralelos (40 mm diámetro, 1.0 mm GAP) bajo el método reportado por Li y col. (2012). Se aplicó un rango de deformación de 0.1 a 300 a una frecuencia de 1 Hz para evaluar la región lineal viscoelástica. Posteriormente, se aplicó un barrido de frecuencia entre 0.1 y 100 rad/s. La textura fue evaluada por el método reportado por Qin y col. (2016) bajo las siguientes condiciones: se utilizó una sonda de 0.5 mm de diámetro, a una velocidad de penetración de 5 mm/s. La sinéresis se midió bajo el método reportado por Banerjee y col. (2011), se centrifugaron los geles en tubos graduados de 50 mL a 5000 rpm por 10 min y posteriormente se separó el sobrenadante registrando el peso del tubo, se calculó la sinéresis en porcentaje con la siguiente formula:

% Sineresis = 
$$\frac{m_1-m_2}{m_1}$$
 x 100

Donde  $m_1$  corresponde al peso inicial del tubo más la muestra y  $m_2$  es el peso final de la muestra después de retirar el sobrenadante.

#### Resultados

La evaluación de los módulos reológicos G' y G'' de los sistemas gelificados, mostraron un comportamiento elástico; ya que la dependencia de los módulos a la frecuencia presentó comportamientos de geles débiles como se observa en la Fig. 1.



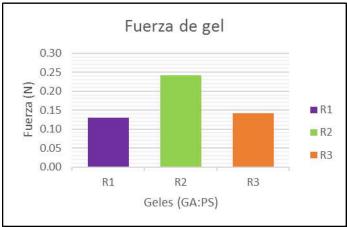


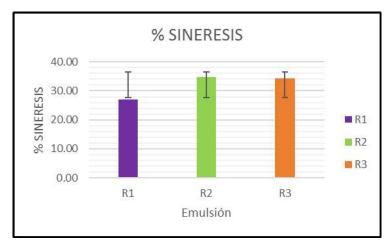
Figura 1.- Comportamiento de los módulos G' y G'' en los geles  $R_1$ ,  $R_2 y R_3$ 

Figura 2.- Fuerza de gel de los sistemas gelificados  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$ 

En la Fig. 1 se aprecia un incremento progresivo de G' y G'' a través del incremento en la frecuencia en todas las muestras evaluadas, siendo esto en un rango de 0.1 a 100 rad/s. Además, se observó que la emulsión formada en R<sub>3</sub> fue la que presentó el valor más alto para el módulo elástico (G'), mientras que la emulsión R<sub>2</sub> fue la que tuvo el menor valor para G'.

Por otra parte, la dependencia de los módulos al incremento en la frecuencia refleja la naturaleza del entrecruzado presente en la red del gel formado en las emulsiones; Liu y col. (2014) reportaron comportamientos similares en emulsiones geladas a partir de proteína de soya a diferentes concentraciones. Observando que a mayor concentración de proteína (rango de 0.5 a 4%) se forman geles más duros y el entrecruzado de los geles cambia gradualmente de enlaces no covalentes (enlaces físicos) a enlaces covalentes (enlaces químicos).

Graca y col. (2016) evaluaron los cambios reológicos de emulsiones O/W estabilizadas por mezclas de proteínas vegetales y animales inducidos por procesamiento térmico, con un contenido total de 9g/100g variando el contenido de ambas fuentes de proteína se sometieron a rampas de calentamiento/enfriamiento en un reómetro con rangos de temperatura de 20 a 90°C y viceversa. Las mezclas de emulsiones con menor contenido de proteína vegetal mostraron un incremento en los valores de G' y G"; indicando que un mayor contenido de proteína animal en la mezcla indujo a la formación de geles más fuertes. Las muestras evaluadas en este trabajo, se comportaron de manera similar a lo reportado por Graca y col. (2016) asumiendo que una mayor presencia de goma arábiga (R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub>) en la emulsión proteica, generó una disminución de ambos módulos reológicos.



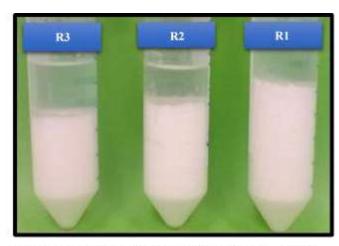


Figura. 3.- Porcentaje de sinéresis presentado por las emulsiones  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$ .

Figura 4.- Emulsiones floculadas a relaciones R1, R2 y R3

En la fuerza de gel, el sistema gelificado  $R_2$  fue el que presentó mayor fuerza de gel  $(0.24 \text{ N} \pm 0.005)$  a diferencia de  $R_1$  y  $R_3$  con valores de  $0.13\pm0.006$  N y  $0.14\pm0.005$  N, respectivamente, como se observa en la Fig. 2, indicando que el gel  $R_2$  presentó una estructura interna más estable en comparación con los otros geles (Puppo y col. 2008). En un estudio realizado por Hou y col. (2016) se reportó las fuerzas de fractura de geles emulsionados a partir de pectina de betabel dulce (SBP), de aislado proteico de soya (SPI) y la mezcla de ambos biopolímeros (SBP/SPI) sometidos a homogenización y sin homogenización.

La formación de los geles a partir de la emulsión homogenizada presentó enlaces más fuertes entre las gotas de aceite y la matriz del gel debido a que estos tienen mayor área interfacial, de esta manera más biopolímero puede ser absorbido en su superficie. Este comportamiento es similar a lo encontrado en este trabajo, ya que la homogenización mejora la estructura interna de los geles por los cambios estructurales que suceden durante el tratamiento térmico; generando así una mejora en cuanto a la fuerza de fractura de las emulsiones.

Para la sinéresis el gel R<sub>1</sub> presentó el menor valor (27%) mientras que los geles R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> presentaron valores similares (34.7 y 34.3%), como se aprecia en la Fig. 3 esto puede atribuirse a la estructura interna de los diferentes geles. Donde el gel a la relación R<sub>1</sub> presenta quizás una estructura más compacta al igual que el gel a la relación R<sub>3</sub>, esto se puede correlacionar con los resultados presentados en el reograma (Fig. 1) y con lo reportado por Liu y col. (2014). Ya que se aprecia que ambos geles a esas relaciones (R<sub>1</sub> y R<sub>3</sub>) presentan los valores más altos en cuanto al módulo elástico, indicando una mejor estructura y por consiguiente una mayor retención de agua dentro de la red del gel formado.

En la Fig. 4 se observa la floculación presentada por las diferentes emulsiones formadas por proteína de soya y goma arábiga a las relaciones R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub>, antes de someterlas a tratamiento térmico. Se aprecia la separación de fases del sistema, observando en el fondo los floculos formados por la interacción de

los biopolímeros. De manera similar otros autores han trabajado con emulsiones floculadas, evaluando los comportamientos reológicos y de textura además de los análisis fisicoquímicos y de microestructura con la finalidad de obtener sistemas que puedan ser utilizados como ingredientes funcionales en la industria alimentaria (Hou y col. 2016, Dickinson y col. 1999, Jones y col. 2009, Qin y col. 2016, Banerjee y col. 2011).

### **Conclusiones**

Los sistemas formados a partir de emulsiones floculadas sometidas a tratamiento térmico mostraron un comportamiento viscoelástico de tipo gel débil que se forman cuando la proteína de soya en emulsión con el aceite y la goma arábiga sufren cambios por el tratamiento térmico generando así una red tridimensional, obteniendo estructuras con aplicaciones en productos del tipo gel.

## Agradecimientos

Agradecemos al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología de México (CONACyT) por el financiamiento de este estudio a través del proyecto CB-2015-01-258118 SEP – CONACyT.

#### Referencias

- 1. Jones, O. G. Decker, E. A. McClements, D. J., "Formation of biopolymer particles by thermal treatment of blactoglobulin-pectin complexes", *Food Hydrocolloids*, Vol. 23, p. 1312-1321, 2009.
- 2. McClements, D., J. "Emulsification and Encapsulation", *Handbook of Industrial Water Soluble Polymers*, p. 98-133, 2007.
- 3. Tadros, T. F., "Emulsion Formation, Stability, and Rheology", Emulsion Formation and Stability, *Wiley VCH*, p. 1 75, 2013.
- 4. Reger, M., Tomoko, S., Heinz, H. "Boosting the stability of protein emulsions by the synergistic use of proteins and clays", *Colloid Polymer Science*, Vol. 290, p. 631-640, 2012.
- 5. Graca, C., Raymundo, A., Sousa, I., "Rheology changes in oil-in-water emulsions stabilized by a complex system of animal and vegetable proteins induced by thermal processing", *LWT Food Science and Technology*, vol, 74, p. 263-270, 2016.
- 6. Hou, J. J., Guo, J., Wang, J. M., Yang, X. Q., "E soy protein/sugar beet pectin mixed emulsion gels", Society of Chemical Industry.
- 7. Urbonaite, V., de Jongh, H., H., van der Linden, E., Pouvreau, L. "Origin of water loss from soy protein gels", *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Vol. 62, p. 7550-7558, 2014.
- 8. Li, F., Kong, X., Zhang, C., Hua, Y., "Gelatin behavior and rheological properties of acid-induced soy protein-stabilized emulsion gels", *Food Hydrocolloids*, p. 347-355, 2012.
- 9. Qin, X., Luo, S., Cai, J., Zhao, Y., Zheng, Z., "Transglutaminase-induced gelation properties of soy protein isolate and wheat gluten mixtures with high intensity ultrasonic pretreatment", *Ultrasonics Sonochemistry*, p. 990-997, 2016.
- 10. Banerjee, S. y Bhattacharya, S., "Compressive textural attributes, opacity and syneresis of gels prepared from gellan, agar and their mixtures", *Journal of Food Engineering*, Vol. 102, p. 287-292, 2011.
- 11. Puppo, M. C., Beaumal, V., Chapleau, N., "Physicochemical and rheological properties of soybean protein emulsions processed with a combined temperatura/high-pressure treatment", *Food Hydrocolloids*, Vol. 22, p. 1079-1089, 2008.
- 12. Puppo, M., C., Sorgentini, D., A., Añón, M., C., "Rheological Properties of Emulsions Containing Modified Soy Protein Isolate", *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 80, p. 605-611.
- 13. Liu, F., y Tang, C., H., "Emulsifying properties of soy protein nanoparticles: influence of the protein concentration and/or emulsification process", *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Vol. 62, p. 2644-2654, 2014.

ffect of inte