

Proceso de obtención de emulsión alimentaria baja en grasa

Sector Tecnológico

La presente invención se relaciona con el sector de la Ingeniería de Alimentos, específicamente con el diseño de procesos y productos biotecnológicos con aplicaciones alimentarias y el desarrollo de emulsiones alimentaria baja en grasa.

La presente invención corresponde al desarrollo de un proceso de obtención de un aderezo bajo en grasa y sin preservativos, con una estabilidad superior.

Estado del Arte Previo

Según la Organización Mundial de la Salud (OMS) el 40% de los adultos en el mundo sufren de sobrepeso y obesidad. Por otra parte, en Colombia, según un estudio realizado por The Lancet, los hombres mayores de 20 años presentan entre el 10 y 15 % de probabilidad de sufrir de obesidad, mientras que las mujeres mayores de 20 años presentan entre el 20 y 30 % de probabilidad. En la actualidad la necesidad de formular nuevos productos con reducción del contenido graso y de alta estabilidad, es un problema en la técnica.

La aplicación de tecnologías como ultrasonido y rotor-stator para producir nano y micro emulsiones puede permitir la modificación de características de los alimentos como por ejemplo la textura, los atributos sensoriales y la estabilidad durante la vida útil. En efecto, la aplicación de tecnologías que permitan obtener emulsiones a nivel nano permite mejorar la solubilidad en agua, la estabilidad térmica y la biodisponibilidad de los compuestos funcionales. Es por esto que el desarrollo de productos con aplicación de estas tecnologías puede contribuir a minimizar efectos no deseables en nutrición. En los últimos años, los aderezos para ensaladas con bajo contenido en grasa han recibido mayor atención por parte de la industria alimentaria debido a un mayor consumo de ensaladas como una opción de comida saludable. Lo que representa un reto para la industria alimentaria en cuanto a mejoras en productos como por ejemplo aderezos para ensaladas con bajo contenido lipídico a base de ingredientes naturales que están siendo aceptados por los consumidores.

La patente **US4650690A** describe un proceso de obtención de una emulsión alimentaria baja en grasa en dos pasos: mediante la obtención de una pre emulsión, y obtención de la emulsión. Para la obtención de la pre-emulsión, la patente describe un proceso en Ultra Turrax durante 5 minutos. En primer lugar, se agrega agua, sacarosa, sal y vinagre durante 3 minutos, y posteriormente se añade aceite de soya y un emulsificante como yema de huevo por un tiempo de 2 minutos. La emulsión de aceite en agua se obtiene homogeneizando la pre-emulsión en un tiempo de 3 minutos en un Rotor Stator, dando como producto final una emulsión similar a la mayonesa, con un contenido de grasa entre el 10-80%p/p, y con un pH entre 2-6.5. Otros desarrollos describen procesos similares en dos etapas, haciendo uso de un Ultra Turrax y un Rotor-Stator. Es el caso del artículo de Lesvo y colaboradores titulado ***Drop size in concentrated emulsions, obtained by rotor-stator homogenization***, el cual utiliza variaciones en las condiciones para alcanzar un producto similar.

Otras publicaciones han hecho esfuerzos por integrar la tecnología de ultrasonido en el proceso de obtención de emulsiones alimentarias bajas en grasa. La patente **US2015327566**, por ejemplo, describe un proceso en el cual la pre emulsión se obtiene mediante rotor-stator o mediante ultrasonido, y la emulsión se obtiene mediante homogenización de alta presión a 600 bar, durante 16 min. Por otro lado, el artículo de Kobayasi y colaboradores, titulado ***Effects of Operational Conditions on Preparation of Oil in Water Emulsion using Ultrasound***, describe un proceso en uno o dos pasos completamente mediante ultra sonido a determinada frecuencia y tiempo. A pesar de estos avances, los desarrollos descritos en el estado del arte previo no integran las tecnologías de Ultra Turrax, rotor-stator y ultrasonido en un solo proceso. Adicionalmente, dichos procesos discuten solo parcialmente el efecto en las características de estabilidad de las emulsiones como el potencial electrostático (Z), el tamaño de partícula, y el pH.

Descripción de la Invención

La presente invención se refiere a un proceso de obtención de emulsión alimentaria baja en grasa que comprende una etapa de homogenización primaria mediante ultra turrax, y un paso de emulsificación mediante ultrasonido o rotor-stator. La selección de las materias primas y de sus proporciones se determina mediante una relación matemática determinada. La aplicación del ultrasonido o del rotor-stator se realiza en función de las características organolépticas de la

emulsión. Este proceso permite obtener una emulsión estable a través del tiempo (aún con una baja proporción de aceite de hasta 20%p/p). La estabilidad de la emulsión está dada por sus parámetros de potencial electrostático (Z), tamaño de partícula, y pH, entre otros.

Descripción de las figuras

Figura 1. Viscosidad aparente con velocidad de deformación de 100 (1/s) para emulsiones más estables obtenidas en ultraturrax.

Figura 2. Viscosidad aparente con velocidad de deformación de 100 (1/s) para emulsiones más estables obtenidas en rotor-stator

Figura 3. Viscosidad aparente con velocidad de deformación de 100 (1/s) para emulsiones más estables obtenidas en ultrasonido

Figura 4. Gráfico de araña para los descriptores de Color, Apariencia, Aroma y Sabor

Descripción detallada

Proceso de obtención de emulsión alimentaria baja en grasa que comprende una etapa de selección de las materias primas, una de homogenización primaria mediante ultra turrax, y un paso de emulsificación mediante ultrasonido o rotor-stator.

Selección de las materias primas, en la cual se escoge la fuente de lecitina, el tipo de aceite vegetal, el tipo de vinagre y un condimento en la formulación mediante la siguiente ecuación, en donde FMO representa la formulación de un modelo óptimo, y FD la formulación diseñada:

$$\text{Formulación} = \text{ABS} \left[\left(FMO_{\% \text{aceite}_p} - FD_{\% \text{aceite}_p} \right) - \left(FMO_{\% \text{lecitina}_p} - FD_{\% \text{lecitina}_p} \right) - \left(FMO_{\% \text{condimento}_p} - FD_{\% \text{condimento}_p} \right) - \left(FMO_{\% \text{vinagre}_p} - FD_{\% \text{vinagre}_p} \right) \right]$$

Particularmente, el proceso incluye una etapa de elaboración de la pre-emulsión mediante ultra turrax, a una velocidad de alrededor de 9500 rpm, en donde se obtiene una primera mezcla de la fase acuosa y oleosa. En primer lugar, se agrega agua destilada, la fuente de lecitina y vinagre, y se mezcla durante hasta 2 min. En segundo lugar, se agregar el condimento y se mezcla hasta 3 min.

En tercer lugar, se agrega aceite y se mezcla hasta 5 min. Esto permite generar una mayor estabilidad de las emulsiones mediante la estabilización del tamaño de la partícula, y de esta forma también se logra adelgazar la emulsión.

En el mismo aspecto particular, la pre-emulsión obtenida se emulsifica mediante rotor-stator o ultrasonido, de acuerdo a los siguientes parámetros: emulsificación por rotor-stator con una velocidad de alrededor de 26000 rpm durante hasta 5 min, o de acuerdo al volumen a emulsificar; emulsificación por ultrasonido a una frecuencia de alrededor de 20 KHz durante 5 min. Dicha etapa permite obtener una emulsión estable por sus parámetros físicos, los cuales incluyen entre otros: potencial Z entre 45-55mV, tamaño de partícula entre 600-1200nm, y pH entre 3-4.

El potencial Z indica la diferencia de potencial entre el medio de dispersión y la capa estacionaria de un fluido unido a una gota dispersa, su valor está relacionado con la estabilidad de emulsiones. Emulsiones con alto potencial Z están eléctricamente estabilizadas mientras que con bajo potencial Z tienden a coalescer o flocular. Entre más fuerte sea la película interfacial, menor será la tasa de deterioro del potencial Z y la estabilidad de la emulsión será mayor. El potencial Z de la muestra determina si las partículas dentro de un líquido tienden a flocular.

Algunas de las propiedades más importantes de las emulsiones alimentarias están determinadas por el tamaño de partícula, estas propiedades están representadas en la vida útil, apariencia, textura y sabor. Si todas las gotas de la emulsión tienen el mismo tamaño se dice que es una emulsión monodispersa, pero si por el contrario hay diferentes tamaños de gota se dice que es una emulsión polidispersa. Así el tamaño de gota es un factor determinante de propiedades de la emulsión que afecta fuertemente a la reología, estabilidad, textura, y apariencia. La estabilidad también está relacionada por el tipo y cantidad de tensoactivo en la formulación de la emulsión teniendo en cuenta que son más favorables los agentes tensoactivos con cinética de adsorción rápidos logrando la reducción interfacial y la estabilización de las gotas formadas.

Por su parte el efecto de pH en las emulsiones se debe a las diferentes interacciones electrostáticas que se tienen al variar el pH y la forma en que afecta a la estructura modifica las interacciones en la emulsión afectando su estabilidad

Modalidades preferidas

En el aspecto preferido, la etapa de elaboración de la pre-emulsión se lleva a cabo en un Ultra Turrax T25 S1, con vástago modelo S25KV-25F a una velocidad de 9500 rpm durante 10 minutos o dependiendo del volumen de la preparación.

En el mismo aspecto preferido, la pre-emulsión obtenida se emulsifica mediante rotor-stator (IKA, Magic Lab) o ultrasonido (Qsonica Q700 Sonicator, 700W RMS), de acuerdo a los siguientes parámetros: emulsificación por rotor-stator con una velocidad de alrededor de 26000 rpm durante 5 min, o de acuerdo al volumen a emulsificar; emulsificación por ultrasonido a una frecuencia de 20 KHz durante hasta 5 min.

Más específicamente, en el caso de la emulsión obtenida por ultrasonido, la sonda de ultrasonido se ubicó a dentro de una caja reductora de sonido cuyas paredes interiores están forradas con espuma acústica resistente al agua. Se utiliza una punta de 25.4 mm con aleación de titanio y un diámetro y geometría cilíndrica; la sonda se ubica 10 mm por debajo de la superficie de la emulsión, y se emplea una amplitud de 42 μm en proceso continuo.

En este mismo aspecto preferido, el aceite utilizado es un aceite vegetal de cualquier tipo, como aceite de girasol o aceite de oliva; la fuente de lecitina puede ser lecitina en polvo, lecitina líquida, yema de huevo pasteurizada, o yema de huevo extraída manualmente; el condimento es mostaza líquida o en harina; y el vinagre es vinagre blanco.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos ilustran con mayor detalle la invención, sin restringir el concepto inventivo, las aplicaciones y el alcance del proceso definido.

Diseño experimental y medición de variables de respuesta de las pruebas realizadas

Se realizó un diseño experimental usando el programa Design Expert con el modelo de mezclas, dónde se definió un factor fijo de 60 % (p/p) que corresponde al agua destilada y el 40 % (p/p) a una composición variable entre cuatro componentes: aceite (15-20% p/p), yema de huevo (0-5% p/p), mostaza inglesa (0-5% p/p) y vinagre (10-25% p/p). Las variables de respuesta se midieron

por triplicado en cada muestra y fueron: potencial Z; tamaño de gota; dispersión de las partículas, pH, reología (viscosidad), tiempo de separación de fases y evaluación sensorial. Los datos fueron analizados determinando diferencias significativas a través de ANOVA con una $p < 0.05$. Las muestras fueron codificadas al azar con el fin de generar mayor aleatoriedad para la selección de las mejores emulsiones para la evaluación sensorial.

Se evaluó el potencial Z de las emulsiones como parámetro de estabilidad. La evaluación se realizó en equipo Malvern zetasizer Nano-Zs. Se realizó una dilución 1:100 (p/p) en agua desionizada ultra pura de tipo I, con una resistencia de 18.2 M Ω -cm. Con el mismo equipo y metodología se midió el tamaño de partícula de las emulsiones.

Para el análisis cualitativo de las emulsiones se utilizó un microscopio Nikon eclipse Ni-U con objetivo de 40X. Se realizó una dilución 1:10 utilizando agua destilada y con una agitación muy lenta de la muestra, 20 μ l de la muestra fueron ubicados en un portaobjetos y se cubrió con un cubreobjetos antes del análisis, cinco fotos fueron capturadas de cada muestra (cuatro esquinas y centro).

Se realizó la medición de los valores de pH sobre 50 ml de emulsión ubicadas en los tubos falcon, la medición de pH se realizó en el equipo pH/mV Meter, UltraBASIC.

En la viscosidad de las emulsiones se empleó el uso de un reómetro Anton Paar MCR 502 conectado a un peltier para el control de la temperatura. El comportamiento de las emulsiones fue evaluado a 20°C mediante el uso de platos paralelos (diámetro de 50 mm) y una distancia de separación de 0.5 mm, el exceso de la muestra fue retirado con una micro pipeta. El intervalo de velocidad de cizalla evaluado fue de 0.01 (1/s) a 100 (1/s).

En cada proceso de emulsificación la separación de fases fue evaluada durante cada día hasta completar 7 días para ultra turrax y 28 días para rotor-stator y ultrasonido en emulsiones depositadas en tubos falcon de plástico con volumen de 50 ml haciendo una marca visible al observar separación de fases. Las emulsiones fueron almacenadas a temperatura ambiente. Al finalizar el tiempo de evaluación se realizó la captura de imágenes. Las imágenes fueron analizadas por medio del programa ImageJ. Los resultados que se muestran corresponden a las emulsiones que menor separación de fases presentaron durante la evaluación con ultra turrax y las emulsiones que no presentaron separación en rotor-stator y ultrasonido, teniendo en cuenta que una emulsión inestable se refiere al sistema en el que la fase de aceite se ha separado después de 3h de reposo a temperatura ambiente.

La evaluación sensorial se realizó después de haber realizado la optimización del modelo de mezclas, para las tres tecnologías y así obtener la mejor formulación en cuanto al parámetro de estabilidad representada por la separación de las fases de cada tecnología. Luego se obtuvo el promedio de tres formulaciones optimizadas (una por cada tecnología) con el fin de obtener la misma formulación en el día 0 para ultra turrax, rotor-stator y ultrasonido para realizar la evaluación sensorial bajo las mismas condiciones. Esta formulación se denominó base para vinagreta sin adición de otros componentes. Esta evaluación se realizó con un panel no entrenado de 30 personas de la Universidad de La Sabana entre 17 a 32 años (rango de edad de estudiantes de los programas de gastronomía e ingeniería y profesores de gastronomía). Las muestras fueron servidas en vasos de plástico transparente con 10 ml de muestra a temperatura ambiente, cada panelista recibió 3 muestras marcadas con un número aleatorio de 3 cifras; se utilizó agua y galletas de soda como pasante. Se empleó una escala hedónica de siete puntos en los que las puntuaciones de 1 y 7 correspondieron a las calificaciones más bajas y más altas respectivamente. Se evaluó la diferencia significativa mediante el análisis de varianza de un factor (ANOVA) con $P < 0.05$ para cada uno de los descriptores, (1) Color (Blanco a amarillo pálido), (2) Apariencia (Uniforme), (3) Aroma (Vinagre), (4) Aroma (grasa), (5) Sabor (Vinagre), (6) Sabor (Grasa). Se evaluó la diferencia significativa entre las muestras para cada descriptor.

Resultados obtenidos de las pruebas realizadas

Se realizaron 20 pre emulsiones utilizando ultra turrax y 20 emulsiones utilizando rotor-stator y ultrasonido. Las evaluaciones se realizaron en el tiempo 0 y 7 días para ultra turrax y 0, 7, 15, 21 y 28 días para rotor-stator y ultrasonido. Los resultados permitieron obtener una correlación entre las cantidades de los ingredientes y la estabilidad de las emulsiones obtenidas. Esto permitió posteriormente optimizar la relación matemática para encontrar la formulación final.

El índice de polidispersidad (PDI, por sus siglas en inglés) es una medición adimensional utilizada para determinar la calidad de la distribución del tamaño de gota de la emulsión con un intervalo entre 0 y 1; donde valores alrededor de 0.08 indican la monodispersidad de las gotas mientras que, valores por encima de 0.7 indican un amplio rango de distribución de tamaño de gota. Las emulsiones obtenidas fueron polidispersas.

El tamaño de partícula fue menor en las emulsiones obtenidas con ultrasonido evaluadas hasta 28 días de almacenamiento a temperatura ambiente. A pesar de que el rotor-stator también usa energía

mecánica, la velocidad del rotor y la viscosidad de la fase dispersa no permiten la disminución significativa del tamaño de partícula. En cuanto a ultrasonido, el tamaño de partícula disminuye debido al efecto de cavitación que se transmite por medio de ondas que comprimen y extienden la estructura molecular del medio (emulsión) por el cual pasan. Como las burbujas crecen rápidamente y colapsan, las ondas de choque a presión producen niveles extremos de turbulencia muy localizada y altas fuerzas de cizalla, realizando una implosión con alta velocidad que causan la ruptura de las gotas de la fase líquida inmiscible y se forma la emulsión con pequeños tamaños de partícula. Sin embargo, la estabilidad de las emulsiones obtenidas por ambos métodos estuvo dentro de los rangos aceptables comercialmente.

La importancia de las propiedades reológicas en aderezos está relacionada con la calidad, atributos sensoriales, vida útil, y la microestructura. Se han realizado diferentes pruebas reológicas para entender la organización estructural interna y las interacciones de los componentes dentro de las emulsiones, un ejemplo de esto son las pruebas de flujo en estado estacionario, la cual proporciona información acerca de la fuerza de las interacciones entre las gotas dentro de la emulsión.

Con el fin de conocer el comportamiento de flujo de las emulsiones se realizó un diagrama de velocidad de deformación versus esfuerzo cortante el cual sugiere que las emulsiones realizadas se comportan como un fluido newtoniano. En los fluidos newtonianos la velocidad de deformación es directamente proporcional al esfuerzo de corte. Este comportamiento puede ser causado por la fase acuosa de la emulsión ya que se encuentra entre el 70 y 85 % (p/p) de la emulsión de acuerdo a la formulación, teniendo en cuenta que todas las emulsiones contienen el 60 % (p/p) de agua destilada y entre el 10 y 25 % de vinagre (p/p). Los datos muestran una correlación más cercana a 1 en las emulsiones obtenidas con rotor-stator con mínimas diferencias respecto a las otras tecnologías, esto posiblemente debido al efecto de las fuerzas de cizalla causadas rotor-stator. Este comportamiento Newtoniano también se encuentra relacionado a los bajos valores de pH obtenido. Teniendo en cuenta que las emulsiones obtenidas tuvieron un comportamiento característico de los fluidos newtonianos, la viscosidad es constante e independiente de la rapidez de. Se graficó la viscosidad aparente de las emulsiones más estables de cada tecnología en el tiempo 0 y final de evaluación (Ultraturrax en el día 0 y 7, rotor- stator y ultrasonido en el día 0 y 28), los resultados se muestran en las Figuras 1, 2 y 3. (Ver Figuras 1, 2 y 3).

Se observa en las tecnologías de ultraturrax y rotor-stator un aumento en la viscosidad durante el tiempo, mientras que en las emulsiones con ultrasonido se obtuvieron los valores más bajos de viscosidad en el tiempo, esto debido posiblemente al esfuerzo de cizalla en estas tecnologías que a diferencia de ultrasonido es diferente y puede desnaturalizar las proteínas por lo que se presenta una posible gelificación. Es así como la menor la menor variación en la viscosidad aparente se observó en las emulsiones obtenidas por ultrasonido (menor tamaño de partícula).

Se realizó la optimización del modelo por medio del programa estadístico Design Expert, después de haber realizado las 20 formulaciones para cada una de las tecnologías en el día 0 y día 7, bajo el criterio de mayor valor de potencial Z (relacionado con la estabilidad de las emulsiones) y menor separación de fases en el día 7. El programa arrojó posibles soluciones consecuentes respecto a lo anteriormente mencionado sobre el efecto de la yema de huevo y la mostaza en la estabilidad de las emulsiones con deseabilidad muy cercana a 1. La Tabla 1 muestran las formulaciones seleccionadas por su deseabilidad cercana a 1 como se mencionó anteriormente.

Tecnología	Potencial Z (mV) Esperado	Potencial Z (mV) obtenido	Error del modelo (%)	Separación (cm) Esperada	Separación (cm) Obtenida	Error del modelo (%)
Ultraturrax	49.38	55.3	10.7	1.52	1.65	8.0
Rotor-stator	52.54	49.27	6.2	2.55E-06	0	-
Ultrasonido	55.03	52.285	5.0	0.41	0	-

Tabla 1. Resultados de valores esperados para potencial Z (mV) y separación (cm) en el día 7

Para seleccionar la formulación que se empleó para realizar la optimización y verificar el modelo de mezclas, se realizó la diferencia entre las formulaciones del modelo óptimo y la formulación de las emulsiones más estables por tecnología, como lo muestra la ecuación de diseño de la formulación, con el fin de garantizar que la emulsión seleccionada como óptima fuera similar a la emulsión más estable obtenida por cada tecnología.

Posterior a estos resultados se realizó un promedio de las tres formulaciones óptimas según el diseño experimental en el día 0 para cada tecnología con el fin de realizar la evaluación sensorial. Los resultados de la evaluación sensorial presentaron diferencias significativas ($P < 0.05$) en los descriptores de color, apariencia, aroma (vinagre), sabor (vinagre) y sabor (grasa), donde la tecnología que mayor valoración obtuvo en la escala hedónica fue rotor-stator. Las diferencias significativas encontradas en color y apariencia se presentaron en las muestras elaboradas con

ultraturrax, debido a que en estas pre-emulsiones se presenta un tamaño de gota mayor que favorece la coalescencia y por ende la separación entre las fases. La menor valoración (potenciación del sabor vinagre) en la escala hedónica para el descriptor sabor (vinagre) fue obtenida en el tratamiento con ultrasonido.

En la Gráfica 4 se evidencia que la emulsión elaborada por ultraturrax obtuvo la valoración más baja en los descriptores de color, apariencia y sabor (grasa). La emulsión elaborada con la tecnología de rotor-stator obtuvo los valores más altos en los descriptores de color, apariencia, aroma (Vinagre), sabor (Vinagre) y sabor (grasa). (Ver Figura 4.)

Teniendo en cuenta la respuesta de los panelistas se encontró que la preferencia por la emulsión elaborada con la tecnología de rotor-stator fue del 43%, seguido por ultraturrax con el 37%, y finalmente ultrasonido con el 20%, lo cual representa que posiblemente en cuanto a características sensoriales la mejor tecnología para realizar emulsiones como aderezos para ensaladas podría ser el rotor-stator. Finalmente, la percepción sensorial inicial de un producto alimenticio, como la apariencia, textura y aroma depende de las propiedades iniciales de la emulsión; sin embargo, el comportamiento de la emulsión dentro de la boca también juega un papel importante en su percepción sensorial debido a cambios en su composición y estructura provocado por la masticación, la dilución con la saliva y el revestimiento de la superficie.