



UNIVERSIDAD NACIONAL DE CÓRDOBA

**ESTUDIO DE LA INCORPORACIÓN DE ACEITE DE
CHÍA (*Salvia hispanica* L.) MICROENCAPSULADO EN
PASTAS SECAS**

Autora: Córdova Salazar, Karina Liseth

Tesis para optar al Grado Académico de:

Magister en Ciencia y Tecnología de Alimentos

Córdoba, 2018

ESTUDIO DE LA INCORPORACIÓN DE ACEITE DE CHÍA (*Salvia hispanica* L.) MICROENCAPSULADO EN PASTAS SECAS

Universidad Nacional de Córdoba
Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos Córdoba
(ICYTAC-CONICET)



Directora: Dra. Marcela L. Martínez

Co-Director : Dr. Agustín González

Tribunal Examinador de Tesis

- Dra. María Verónica Nolan
- Dra. Natalia Cervilla
- Dr. Omar Barrionuevo (Evaluador Externo).

DEDICATORIA

El presente trabajo dedico, a Dios por darme la suficiente fuerza y sabiduría para concluir mis metas planteadas.

A mis padres por su gran amor y por inculcar en mí principios y valores, que con su sabiduría y esfuerzo influyeron en mi madurez para culminar mis objetivos propuestos.

A mis hermanos por el apoyo y motivación que me brindaron para seguir y no dejarme caer en las adversidades que me da la vida.

A mis amigos por las alegrías y recuerdos que compartimos en el transcurso de esta meta tan anhelada.

A la familia Varela por su apoyo emocional, regalándome sonrisas, entusiasmo y por acompañándome hasta el final de esta etapa.

AGRADECIMIENTOS

A mis padres por todo su apoyo tanto económico como emocional porque he aprendido que ellos son mi fortaleza y mi debilidad, por todos los consejos y ánimos que lograron sacar adelante este gran desafío.

A la Dra. Marcela Martínez por haber dirigido en la realización de esta tesis y sobre todo por enseñarme y responder a todas mis preguntas. Gracias también por su acompañamiento que me hizo conocer la gran ingeniera, profesora, mujer, amiga, madre, esposa que es.

Al Dr. Agustín González que con su amabilidad y paciencia me acompañó en la dirección de la tesis, por su ayuda permanente en la realización de los largos ensayos que daba apertura para conocer a una gran persona y buen profesional.

Quiero dar las gracias a la Dra. Mariela Bustos por trabajar conmigo, ofrecerme su tiempo y su gran ayuda.

A la Ing. Gabriela Bordón por su tiempo y colaboración.

Quiero agradecer al Dr. Pablo Ribotta, que me aceptase en su grupo de investigación que siempre con su gentileza y atención me hicieron sentir cómoda para llegar a todas las instalaciones.

Al Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos Córdoba (ICYTAC-CONICET), Instituto Superior de Investigación, Desarrollo y Servicios en Alimentos (ISIDSA - UNC) y al Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos (ICTA – FCEFyN – UNC) por el apoyo económico y por haberme permitido desarrollar el trabajo de investigación en sus instalaciones.

TABLA DE CONTENIDO

DEDICATORIA	III
AGRADECIMIENTOS	IV
RESUMEN.....	IX
ABSTRACT	XI
LISTA DE ABREVIATURAS	XIII
ÍNDICE DE TABLAS.....	XVI
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XVII

CAPÍTULO I

I. INTRODUCCIÓN	1
I.1. ALIMENTOS FUNCIONALES	1
I.1.1. EL PAPEL DE LOS ÁCIDOS GRASOS POLIINSATURADOS EN LA SALUD	2
I.1.2. SEMILLA DE CHÍA COMO FUENTE DE OMEGA-3	5
I.1.3. OXIDACIÓN DE LOS ÁCIDOS GRASOS POLIINSATURADOS OMEGA -3	6
I.2. GENERALIDADES DE LA MICROENCAPSULACIÓN	7
I.2.1. TIPOS DE MICROCÁPSULAS.....	9
I.2.2. ESTRUCTURAS DE LAS MICROCÁPSULAS	10
I.2.3. TÉCNICAS DE MICROENCAPSULACIÓN.....	11
I.2.3.1. Secado por aspersión o atomización (spray drying)	13
I.2.3.2. Secado por liofilización.....	14
I.2.3.3. Impregnación con solvente supercrítico.....	15
I.2.4. MATERIALES ENCAPSULANTES	17
I.3. GENERALIDADES DE LAS PASTAS SECAS	18
I.3.1. MATERIAS PRIMAS	20
I.3.1.1. Harinas para pastas.....	20
I.3.1.2. Agua	21

I.3.1.3. Sal.....	22
I.3.1.4. Componentes adicionales.....	22
I.3.2. PROCESOS TECNOLÓGICOS DE LAS PASTAS SECAS.....	22
I.3.2.1. Mezclado.....	23
I.3.2.2. Extrusión o laminación.....	23
I.3.2.3. El secado.....	24
I.3.3. LAS PASTAS COMO ALIMENTO NUTRICIONAL.....	24
I.4. FACTORES QUE INFLUYEN EN LA VIDA ÚTIL DE LOS ALIMENTOS.....	25
I.5. HIPÓTESIS:.....	27
I.6. OBJETIVOS.....	27
I.6.1. GENERAL:.....	27
I.6.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS:.....	27

CAPÍTULO II

II. MATERIALES Y MÉTODOS.....	28
II.1. MATERIALES.....	28
II.2. PREPARACIÓN DE LAS MICROCÁPSULAS.....	28
II.2.1. PREPARACIÓN DE LAS EMULSIONES.....	28
II.2.2. SECADO POR ASPERSIÓN.....	29
II.2.3. SECADO POR LIOFILIZACIÓN.....	30
II.2.4. IMPREGNACIÓN CON CO ₂ SUPER CRÍTICO.....	30
II.2.5. CARACTERIZACIÓN DE LAS MICROCÁPSULAS OBTENIDAS.....	31
II.2.5.1. Determinación de aceite superficial o libre (AS).....	31
II.2.5.2. Determinación de aceite total (AT).....	31
II.2.5.3. Eficiencia de encapsulación (EE%).....	32
II.2.5.4. Eficiencia de retención (ER%).....	32
II.2.6. ESTABILIDAD OXIDATIVA DE LAS MC.....	32
Determinación del valor de hidroperóxido (HPV).....	32
II.3. PREPARACIÓN DE PASTAS SECAS.....	33

II.3.1.	FORMULACIÓN DE LAS PASTAS FORTIFICADAS	34
II.3.2.	PARÁMETROS FÍSICOS A EVALUAR	35
II.3.2.1.	Textura de la pasta seca.....	35
II.3.2.2.	Microestructura de la pasta cruda (seca) y cocida	35
II.3.3.	PARÁMETROS TECNOLÓGICOS DE LAS PASTAS:	36
II.3.3.1.	Tiempo óptimo de cocción TOC.....	36
II.3.3.2.	Absorción de agua.....	37
II.3.3.3.	Índice de hinchamiento	37
II.3.3.4.	Residuo de cocción	38
II.3.4.	PARÁMETROS FÍSICO – QUÍMICOS.....	38
II.3.4.1.	Contenido de humedad.....	38
II.3.4.2.	Calidad química del aceite	39
II.3.5.	DIGESTIBILIDAD	39
II.3.6.	ESTIMACIÓN DE LA VIDA ÚTIL DEL PRODUCTO.....	39
II.4.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	40

CAPÍTULO III

III.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	41
III.1.	PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS MICROCÁPSULAS	41
III.1.1.	ESTABILIDAD OXIDATIVA DE LAS MC.....	44
III.2.	ESTUDIO DE LOS PARÁMETROS QUE DEFINEN LA CALIDAD DE LAS PASTAS	45
III.2.1.	PARÁMETROS TECNOLÓGICOS DE LAS PASTAS EVALUADAS	45
III.2.2.	PARÁMETROS FÍSICOS EVALUADOS	48
III.2.2.1.	Textura de la pasta seca.....	48
III.2.2.2.	Microestructura de la pasta cruda (seca) y cocida.....	50
III.2.3.	PARÁMETROS FÍSICO – QUÍMICOS.....	53
III.2.3.1.	Contenido de humedad.....	53
III.2.3.2.	Calidad química del aceite.....	54

III.2.4. DIGESTIBILIDAD	55
III.2.5. ESTIMACIÓN DE LA VIDA ÚTIL DEL PRODUCTO	56

CAPÍTULO IV

IV. CONCLUSIONES	58
------------------------	----

CAPÍTULO V

V. BIBLIOGRAFÍA.....	60
----------------------	----

RESUMEN

Con el fin de elaborar pastas secas enriquecidas con omega-3 se prepararon microcápsulas (MC) de aceite de chía (*Salvia hispanica* L.) utilizando aislado de proteína de soja como material de pared. Las microcápsulas fueron obtenidas a través de tres tecnologías: mediante impregnación con CO₂ en estado supercrítico, secado por aspersión y liofilización. Las MC obtenidas mediante liofilización y secado por aspersión presentaron buena eficiencia de encapsulación y un contenido de humedad adecuado para polvos secos (3,86 %). Las MC liofilizadas se utilizaron como insumo en la formulación de las pastas secas, dado que presentaron el mejor rendimiento en sólidos y una calidad química del aceite aceptable.

Las pastas se formularon teniendo en cuenta la ingesta diaria de omega-3 recomendada por la Sociedad Internacional para el Estudio de los Ácidos Grasos y Lípidos (ISSFAL). Para tal fin se elaboró una pasta seca con la cantidad de microcápsulas necesarias para satisfacer, en una porción de 100 g de producto, el 100 % del valor de ingesta recomendado por día de omega-3 para un adulto sano, otra pasta con el agregado de la cantidad de aceite (en forma libre) incorporado en la formulación anterior y una muestra control (sin el agregado de microcápsulas ni de aceite en forma libre).

Los parámetros tecnológicos mostraron que el tiempo óptimo de cocción de las tres formulaciones fue de 6 min sin presentar diferencias estadísticamente significativas entre las muestras. Los valores de absorción de agua estuvieron comprendidos entre 137 y 168 g/100 g de pasta seca, siendo la pasta control la que absorbió mayor cantidad de agua. Respecto a los valores de residuo de cocción, estuvieron entre 5,28 y 5,60 g residuo/100 g pasta seca, no existiendo diferencias estadísticamente significativas entre las muestras. La firmeza de la pasta presentó una reducción progresiva a medida que se incrementó el contenido de aceite libre en la formulación.

Los resultados evidenciaron que, el proceso de elaboración y cocción afecta negativamente la calidad química del aceite cuando el mismo se encuentra libre en la matriz del alimento. El aceite libre en la pasta presentó la mayor producción de

compuestos de oxidación primaria (índice de peróxidos de 1,14 y 3,31 meq. de O₂/Kg de lípido, respectivamente).

El ensayo de digestibilidad evidenció que el 85,3 % del aceite originalmente contenido en la pasta se libera durante el proceso digestivo y se encuentra disponible para su absorción en el intestino.

Las imágenes obtenidas de las pastas (crudas y cocidas) a través de microscopía electrónica de barrido y confocal mostraron que el aceite contenido en las MC de las pastas crudas se encontró distribuido en la matriz en forma de gotas, y luego del proceso de cocción permaneció retenido y distribuido de manera uniforme y homogénea en la matriz de la pasta, diferenciándose de las pastas formuladas con el aceite libre que presentaron una distribución heterogénea y aglomerada del mismo, presentando luego del proceso de cocción una leve pérdida de aceite.

El ensayo de vida útil evidenció al día 90 de almacenamiento que las pastas formuladas con el aceite de chía microencapsulado y envasadas en atmósfera modificada presentaron la mejor estabilidad oxidativa (índice de peróxido de 2,26 meq. de O₂/kg de lípido).

Finalmente, los resultados demuestran que, la incorporación de aceite de chía, fuente de omega-3, mediante la tecnología de microencapsulación a un alimento tipo “pasta seca” resulta un medio eficaz para proteger al aceite de la oxidación. A su vez, las pastas cumplieron con los parámetros de calidad y de almacenamiento para poder ser consumidas.

Palabras Claves: aceite de chía (*Salvia hispanica* L.), pastas secas, microencapsulación, microcápsulas liofilizadas.

ABSTRACT

In order to prepare dry pastas enriched with omega-3, microcapsules (MCs) of chia oil (*Salvia hispanica* L.) were prepared using soy protein isolate as a wall material. The microcapsules were obtained through three technologies: by impregnation with CO₂ in supercritical state, spray drying and freeze-drying. The MCs obtained by freeze-drying and spray drying showed good encapsulation efficiency and an adequate moisture content for dry powders (3,86%). The freeze-drying MCs were used as an input in the formulation of the dry pastas, given that they presented the best performance in solids and an acceptable chemical quality of the oil.

The pastas were formulated taking into account the daily intake of omega-3 recommended by the International Society for the Study of Fatty Acids and Lipids (ISSFAL). For this purpose, a pasta was prepared with the amount of microcapsules necessary to satisfy, in a 100 g portion of product, 100% of the recommended intake value per day of omega-3 for a healthy adult, another pasta with the addition of the amount of oil (in free form) incorporated in the previous formulation and a control sample (without the addition of microcapsules or oil in free form).

The technological parameters showed that the optimal cooking time of the three formulations was 6 min without presenting statistically significant differences between the samples. The water absorption values were between 137 and 168 g/ 100 g of dry pasta, with the control pasta absorbing the greatest amount of water. Regarding the values of cooking residue, they were between 5,28 and 5,60 g residue / 100 g dry pasta, there being no statistically significant differences between the samples. The firmness of the pasta presented a progressive reduction as the content of free oil in the formulation increases.

The results showed that the preparation and cooking process negatively affects the chemical quality of the oil when it is free in the food matrix. The free oil in the pasta had the highest production of primary oxidation compounds (peroxide value of 1,14 and 3,31 meq. of O₂ / kg of lipid, respectively).

The digestibility test showed that 85,3% of the oil originally contained in the pasta is released during the digestive process and is available for absorption in the intestine.

The images obtained from the pastas (raw and cooked) through the confocal and scanning electron microscopy showed that the oil contained in the MCs of the raw pasta was found distributed in the matrix in the form of drops, and after the cooking process remained retained and distributed uniformly and homogeneously in the pasta matrix, differentiated from the pastas formulated with the free oil that presented a heterogeneous and agglomerated distribution thereof, presenting after the cooking process a slight loss of oil.

The shelf life test showed at day 90 of storage that the pastas formulated with the microencapsulated chia oil and packaged in modified atmosphere presented the best oxidative stability (peroxide index of 2,26 meq. of O₂/kg of lipid).

Finally, the results show that the incorporation of chia oil, a source of omega-3, through microencapsulation technology to a "dry pasta" type food is an effective means to protect the oil from oxidation. In turn, the pastas met the quality and storage parameters necessary to be consumed.

Key words: chia oil (*Salvia hispanica* L.), dry pasta, microencapsulation, freeze-drying microcapsules.

LISTA DE ABREVIATURAS

°C: grados centígrados

AA: absorción de agua

AC: aceite libre en la matriz de la pasta seca

AG: ácidos grasos

AGPI: ácidos grasos poliinsaturados

AGPICL: ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga

ALA: ácido α -linolénico

ANAVA: Análisis de la Varianza

AOCS: American Oil Chemists' Society

APS/ SPI: aislado de proteínas de soja

AS: aceite superficial o libre

AT: aceite total

bar/min: bares por minuto

bar: bares de presión

CAA: Código Alimentario Argentino

cm: centímetros

DHA: ácido docosahexanoico

ECV: enfermedades cardiovasculares

EE: Eficiencia de encapsulación

EPA: ácido eicosapentaenoico

ER: Eficiencia de retención

g: gramo

h: horas

HPV: valor del hidroperóxido

ICTA: Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos

IH: índice hinchamiento

INTA: Instituto Nacional de Tecnología Agropecuaria

IP: Índice de peróxidos

IPO: Organización Internacional de Pastas

ISSFAL: Sociedad Internacional para el Estudio de los Ácidos Grasos y Lípidos

Kg: kilogramo

L/h: litro por hora

FDA: Administración de Medicamentos y Alimentos de los Estados Unidos

LA: ácido linoleico

m: metros

m³/h: metros cúbicos por hora

mbar: milibares de presión

MC: microencapsulación/microcápsula

meq: miliequivalentes

mg/g de aceite: miligramo por gramo de aceite

min: minutos

mL: mililitro

mm/s: milímetros por segundo

MP: material de pared

OMS: Organización Mundial de la Salud

p/p: peso en peso

p/v: peso en volumen

RC: residuo de cocción

rpm: revoluciones por minuto

s: segundos

sc-CO₂: dióxido de carbono supercrítico

SSI: solvente supercrítico

T° amb: temperatura ambiente

TOC: tiempo óptimo de cocción

USDA: Departamento de Agricultura de Estados Unidos de América

v/v: volumen en volumen

VU: vida útil

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición de ácidos grasos, índice de acidez (IA), dienos (k232), trienos (k270), índice de estabilidad a la oxidación (OSI) a 100 °C y 20 L/h del aceite de chía extraído.....	41
Tabla 2. Contenido de humedad, porcentaje de sólidos recuperados (SR), eficiencia de retención (ER), aceite total (AT), eficiencia de encapsulación (EE) de las microcápsulas obtenidas.....	43
Tabla 3. Índice de peróxido del aceite de chía microencapsulado.....	45
Tabla 4. Parámetros tecnológicos de las pastas secas: absorción de agua (AA), índice de hinchamiento (IH) y residuos de cocción (RC).	46
Tabla 5. Valores de índice de peróxido (HPV) del aceite contenido en cada una de las 2 formulaciones de pastas secas enriquecidas antes y después de su cocción.	54

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema simplificado de la biosíntesis de AG de las familias n-9, n-6 y n-3.....	2
Figura 2. Estructura química de los ácidos grasos poliinsaturados omega-3.....	5
Figura 3. Formas geométricas e irregulares de microcápsulas. (A) Morfología de microcápsulas, (B) Morfología de micropartículas.	10
Figura 4. Morfología de microcápsula (A, B y C) versus microesfera (D y E).	11
Figura 5. Diagrama de un secador por aspersion (BUCHI 290).....	14
Figura 6. Esquema representativo del diagrama de presión-temperatura de fases sólido/líquido/gas.....	16
Figura 7. Pastas extruidas cortas (A), pastas extruidas largas (B) y pastas laminadas (C).....	20
Figura 8. Preparación de la emulsión utilizando el homogeneizador Ultraturrax	29
Figura 9. Secado por aspersion utilizando Mini Spray Dryer Büchi B-290	29
Figura 10. Liofilizador Rificor L-T8, Argentina.....	30
Figura 11. Esquema del proceso de impregnación con CO ₂ super crítico	31
Figura 12. Proceso de elaboración de pastas secas con <i>Monferrina DOLLY Pasta Extruder</i>	34
Figura 13. Perfil de fuerza en función del tiempo utilizado para la determinación de Firmeza.....	35
Figura 14. Pastas cocinadas al dente.....	36
Figura 15. Absorción de agua	37
Figura 16. Pastas después de su cocción y secadas en la estufa	37

Figura 17. Residuo de cocción.....	38
Figura 18. Aspecto macroscópico de las microcápsulas obtenidas por secad por atomización (A) y liofilización (B).....	42
Figura 19. Perfil de fuerza en función de la distancia recorrida por la sonda.....	48
Figura 20. Firmeza de las pastas secas de las diferentes formulaciones.....	49
Figura 21. Micrografías de microscopía electrónica de barrido (SEM) de las Pasta control, pasta con aceite, pasta con MC observando la matriz cruda y cocida.	50
Figura 22. Micrografías de las diferentes formulaciones de pastas secas: control, con aceite y con MC crudas y cocidas. Columna A: microscopía confocal con fluorescencia, Columna B: imagen del microscopio óptico superpuesta con la de fluorescencia y columna C: microscopio óptico.....	52
Figura 23. Porcentaje de humedad final de las diferentes formulaciones de pastas secas.	53
Figura 24. Vida útil de las pastas secas con y sin microcápsula envasadas en atmósfera modificada con Nitrógeno y con aire.	56

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

I.1. Alimentos Funcionales

Las Ciencias de la Alimentación, además de satisfacer las necesidades nutricionales, energéticas, de higiene y de seguridad alimentaria, se preocupan cada vez más por la salud y el medio ambiente. Además, ha ido creciendo el interés de los consumidores en conocer la relación entre su dieta y su salud (Mesa, Aguilera, Gutiérrez, Ramírez, & Gil, 2005). Es por esto que, nacen los denominados “Alimentos Funcionales”, alimentos que además de sus efectos nutritivos intrínsecos deben demostrar satisfactoriamente que ejercen un efecto beneficioso sobre una o más funciones específicas del organismo, de modo tal que resulte apropiado para mejorar el estado de salud y bienestar, reducir el riesgo de enfermedad, o ambas cosas. Los alimentos funcionales deben seguir siendo alimentos, y deben demostrar sus efectos en las cantidades en que normalmente se consumen en la dieta (Ashwell, 2004).

El principio de los alimentos funcionales se basa en que los nutrientes específicos y los componentes alimentarios contenidos en ellos afectan positivamente a las funciones selectivas (respuestas biológicas) del organismo. Como parte de estos componentes alimentarios se encuentran los ácidos grasos (AG) o lípidos, que se pueden clasificar según el número de insaturaciones presentes en la cadena hidrocarbonada en: saturados (SFA, *saturated fatty acid*), monoinsaturados (MUFA, *monounsaturated fatty acid*) y poliinsaturados (PUFAs, *polyunsaturated fatty acid*) en español AGPI (ácidos grasos poliinsaturados), estos últimos han recibido mayor atención por parte de la sociedad, ya que la esencialidad de estos nutrientes, junto a los efectos sobre distintos procesos fisiológicos y patológicos, lo han convertido en el centro de investigaciones encaminadas a identificar las propiedades relevantes de los AG y la necesidad de ingerir una dieta con un perfil lipídico adecuado para que el organismo pueda enfrentarse a distintas situaciones a lo largo de su vida (Mesa, Aguilera, Gutiérrez, Ramírez, & Gil, 2005).

I.1.1. El papel de los ácidos grasos poliinsaturados en la salud

Los ácidos grasos esenciales son aquellos que el organismo no es capaz de sintetizar, por lo que la única manera de obtenerlos es a partir de la dieta; adicionalmente, se considera esencial cuando su deficiencia da lugar a la aparición de enfermedades. Se trata de ácidos grasos poliinsaturados (AGPI) con todos los dobles enlaces en posición *cis*. Sin aporte externo a la dieta, los mamíferos sintetizan los AGs omega-9 (ácido oleico), introduciendo dobles enlaces en dirección al extremo carboxilo y alargan la cadena hidrocarbonada. Por el contrario, las plantas pueden introducir dobles enlaces tanto en dirección al extremo metilo como al carboxilo (Belitz & Grosch, 1997). Para producir los AG de las series omega-6 y omega-3 necesitamos precursores provenientes de la dieta que ya posean el doble enlace en el carbono omega-6 y omega-3, respectivamente. Los AGs de cadena más larga y más insaturados (AGPI-CL *ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga*) son sintetizados mediante sucesivas desaturaciones y elongaciones (Figura 1). A partir del ácido linoleico (LA), omega-6 esencial, se forma el ácido γ -linolénico (GLA, 18:3n6) y por alargamiento de la cadena el ácido araquidónico (AA, C20:4n6). A partir del ALA, omega-3esencial, se pueden sintetizar ácido eicosapentaenoico (EPA, C20:5n3) y docosahexanoico (DHA, C22:6n3) (Belitz & Grosch, 1997).

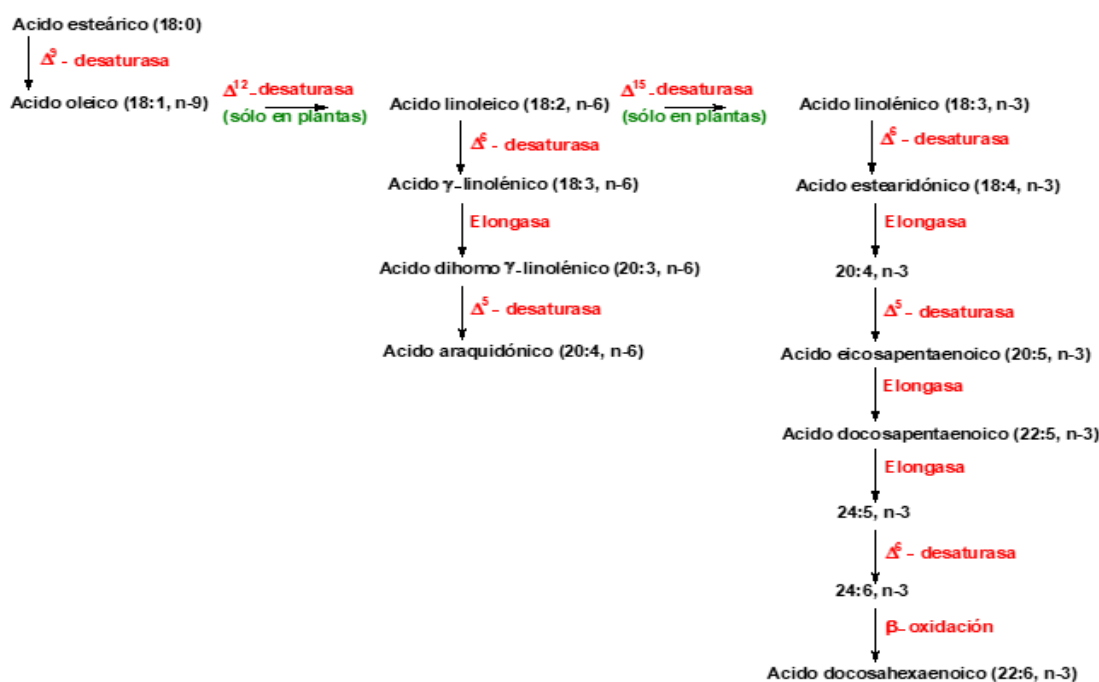


Figura 1. Esquema simplificado de la biosíntesis de AG de las familias n-9, n-6 y n-3.

Los animales, y entre ellos los seres humanos, pueden sintetizar sin dificultad los ácidos grasos saturados. Sin embargo, la desaturación, es decir la inserción de dobles enlaces en la estructura hidrocarbonada, sólo pueden realizarla entre los carbonos 9 y 10, mediante la actividad de la enzima Δ^9 estearoil-ACP desaturasa, la cual, como ya se mencionó, cataliza la transformación del ácido esteárico en oleico. Los animales carecen de las enzimas necesarias para introducir dobles enlaces entre los átomos de carbono 12-13, y 15-16 (Δ^{12} y Δ^{15} desaturasas, respectivamente). Esto significa que son incapaces de sintetizar los ácidos linoleico y linolénico (Valenzuela, Sanhueza, & Garrido, 1999) (Figura 1).

El balance entre los omega-6 y los omega-3 es importante ya que compiten por las mismas enzimas. Un desequilibrio en el balance altera el perfil de los eicosanoides, afectando de esta manera algunas funciones como la agregación plaquetaria, la actividad trombogénica, el tono vascular y procesos antiinflamatorios, antiinfecciosos e inmunoprotectores. Además, DHA, EPA y ALA compiten con AA para la posición sn-2 de los fosfolípidos de membrana (Arterburn, Hall, & Oken, 2006). El principal problema entre los omega-6 y los omega-3 es el desequilibrio dietético, a favor de los omega-6, que se da en muchos países. Algunas poblaciones tienen un equilibrio en la alimentación con relación a estos dos tipos de AGs, como la dieta cretense (auténtica dieta mediterránea) que tiene una relación omega-6/omega-3 de 1,5:1 o como la dieta japonesa que la tiene de 4:1. En contra posición, en Estados Unidos existe una relación omega-6/omega-3 de 16:1 y en el Reino Unido y Europa del norte una relación de 15:1 (Estruch, y otros, 2013).

Un consumo mayor de omega-6 respecto a los omega-3 puede disparar la producción de prostaglandinas y eicosanoides de carácter proinflamatorio, aumentando el riesgo de padecer enfermedades inflamatorias crónicas. Para tener una relación omega-6/omega-3 adecuada, se ha propuesto incorporar los omega-3 a los alimentos, aumentar el consumo de alimentos ricos en omega-3 y evitar el consumo de grasas saturadas y grasas trans, además de ingerir proporciones equilibradas del resto de nutrientes y favorecer una dieta Mediterránea (Estruch, y otros, 2013).

La carencia de AGs omega-3 en una dieta normal se ha relacionado con una amplia variedad de enfermedades, tales como trastornos cardiovasculares, procesos inflamatorios, infecciones virales, ciertos tipos de cáncer y trastornos autoinmunes (Astrup, y otros, 2011; Riediger, Othman, Suh, & Moghadasian, 2009). Por otra parte, el consumo de aceites con alto contenido en ácidos grasos omega-3 tiene efecto beneficioso en la prevención de enfermedades cardiovasculares (ECV) (Garg, Wood, Singh, & Moughan, 2006). El efecto cardio-protector de los AGs omega-3, especialmente los AGPI-CL, incluye efectos antiarrítmicos, antiinflamatorios e hipotrigliceridémicos, disminución de la presión sanguínea y función endotelial mejorada (Balk, y otros, 2006).

Estos efectos beneficiosos han atraído el interés de los científicos, médicos y consumidores hacia el aumento del consumo de AGs omega-3. Sin embargo, las dietas típicas occidentales se basan principalmente en ácidos grasos omega-6, derivados principalmente de aceites de cocina refinados (maíz, girasol, etc.) y que contienen bajos niveles de ácidos grasos omega-3 de cadena larga, usualmente de 100 a 190 mg / día para adultos. Este consumo es mucho menor que la ingesta diaria recomendada por la Sociedad Internacional para el Estudio de los Ácidos Grasos y Lípidos (ISSFAL) es de 1 g/ día de ácidos grasos omega-3 (ácido α -linolénico) (Hermida & Gallardo, 2015).

Los AGs omega-3 son AGPI con 18 - 22 átomos de carbono en su estructura que contienen más de un doble enlace, usualmente entre tres y seis, con el último entre el tercero y cuarto átomos de carbono del extremo de la molécula, opuesto al del grupo carboxilo. Los ácidos grasos omega-3 más relevantes son el ácido alfa-linolénico (ALA, C18: 3) y los conocidos como AGPI-CL, el ácido eicosapentaenoico (EPA, C20: 5) y ácido docosahexaenoico (DHA, C22: 6) (Figura 2).

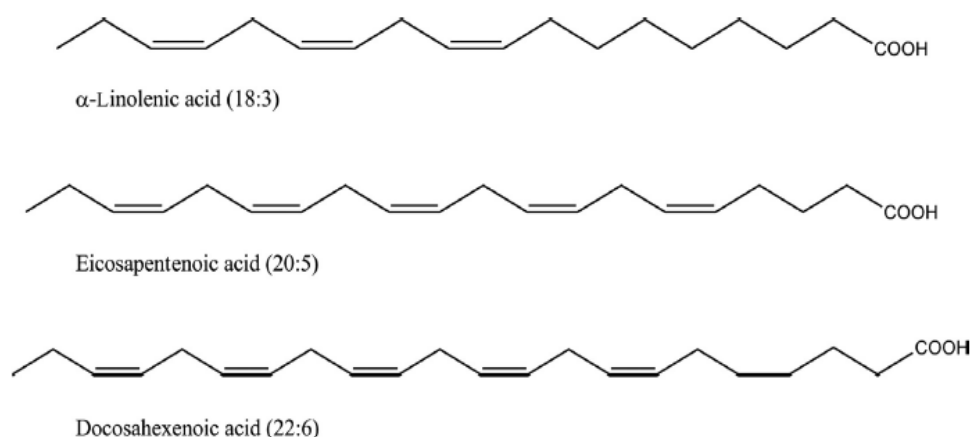


Figura 2. Estructura química de los ácidos grasos poliinsaturados omega 3

Fuente: *Food Applications of Microencapsulated Omega-3 Oils*, 2014

Existen diferentes fuentes de AGPI omega-3 y pueden ser de origen vegetal como: aceites de plantas (ALA) y algas (DHA y EPA), o fuentes de origen animal como: aceite de pescado (DHA y EPA).

Para aumentar el consumo de pescado en las dietas occidentales, sería necesaria una modificación importante de los hábitos alimenticios. La otra alternativa adecuada es añadir AGs omega-3 de otras fuentes a los productos alimenticios, lo que ha llevado al desarrollo de alimentos funcionales en los últimos años.

I.1.2. Semilla de Chía como fuente de omega-3

La producción mundial de chía es poco relevante frente a otras semillas, aunque en los últimos años ha ganado gran interés, particularmente por el valor nutricional de las semillas y la utilidad del aceite, en el área alimenticia o en otras aplicaciones industriales. Este último constituye, junto con el de lino (*Linum usitatissimum*), una de las fuentes vegetales con la mayor concentración conocida de ácido linolénico (C18:3, n-3) (Maestri, 2010). Este ácido graso representa, en promedio, el 60 % del total del aceite. Se encuentra acompañado por cantidades menores de ácido linoleico (15-21 %), porcentajes similares de palmítico y oleico (6-9 %) y pequeñas concentraciones de ácido esteárico (en general menores al 4 %) (Martínez & Maestri, 2015).

Las inusuales proporciones de AGPI presentes en el aceite le confieren un gran valor nutricional y terapéutico. En los últimos años, numerosas investigaciones han puesto de relieve los efectos beneficiosos que proporciona el consumo de aceite de chía, particularmente sobre el sistema cardiovascular (Dubois, y otros, 2007; Espada, y otros, 2007; Vuksan, y otros, 2007). Sin embargo, su elevado nivel de insaturación es responsable de la extremadamente baja estabilidad oxidativa del aceite principalmente cuando es expuesto a condiciones de alta temperatura, presencia de oxígeno y luz. Se trata de un aceite secante, con valores de índice de yodo mayores a 200, y tiempos de inducción (estabilidad oxidativa a 98 ° C, medida por el método Rancimat) que no superan las 3 h. (Martínez & Maestri, 2015).

La incorporación del aceite de chía en alimentos, como panes y pastas, puede verse limitada debido a su alta susceptibilidad de sufrir reacciones oxidativas que deterioran su calidad química y organoléptica. Por tal motivo resulta vital, utilizar tecnologías capaces de prevenir la oxidación del aceite y mantener sus características nutricionales intactas (González, y otros, 2016).

I.1.3. Oxidación de los ácidos grasos poliinsaturados omega -3

El principal desafío tecnológico para el desarrollo exitoso de los alimentos enriquecidos con omega-3 es la prevención de la oxidación de los lípidos. Un mayor contenido de ácidos grasos insaturados, principalmente linoleico y linolénico, resulta favorable desde el punto de vista nutricional, pero se traduce en aceites de menor estabilidad oxidativa y por lo tanto con una menor vida útil dada por un aumento de la rancidez con marcada disminución de su calidad química y organoléptica (Frankel, 2005; Martínez, y otros, 2011; Ixtaina, y otros, 2012; Martínez, y otros, 2013).

Algunas de las alternativas tecnológicas que mejoran la estabilidad de los lípidos y prolongan la vida útil de los alimentos que los contienen son la adición de antioxidantes. El agregado de antioxidantes sintéticos es un procedimiento tecnológico habitual en la industria alimentaria que, a la luz de las nuevas tendencias en alimentación, están siendo cada día más cuestionados.

La microencapsulación, por su parte, constituye una alternativa tecnológica muy importante para la incorporación de estos aceites en productos alimenticios. La utilización de esta tecnología puede prevenir la oxidación del aceite y mantener sus características nutricionales intactas (Ahn, y otros, 2008; Serfert, y otros, 2009; Calvo, y otros, 2011; Martínez, y otros, 2012).

I.2. Generalidades de la microencapsulación

La microencapsulación (MC) es una estrategia promisoría que consiste en el empaque de compuestos sólidos, líquidos o gaseosos (en forma finamente dividida) dentro de cápsulas, con tamaños que van de unos pocos nanómetros a unos pocos micrómetros, que puedan liberar su contenido a velocidades controladas y/o bajo condiciones específicas (Thies, 1996; Sobel, y otros, 2014).

Las técnicas de microencapsulación se basan en el empaquetamiento de un determinado compuesto (núcleo) dentro de un material de pared (MP), para formar una microcápsula, micropartícula o microesfera. El material de pared forma un recubrimiento protector o matriz alrededor del núcleo, aislándolo del ambiente que lo rodea disminuyendo así la transferencia de oxígeno y temperatura hacia el interior del núcleo. Este MP puede ser denominado agente encapsulante, cobertura, membrana, cáscara, material transportador, material de pared, fase externa; y también puede estar compuesto de uno o varios materiales en una sola o doble capa, siempre y cuando sea capaz de formar una barrera entre el ingrediente activo y sus alrededores. El material que se encuentra encapsulando es usualmente insoluble y no reactivo con el núcleo (Gibbs, Kermasha, Alli, & Mulligan, 1999).

El material a encapsular suele ser denominado de diversas maneras, tales como núcleo, ingrediente activo, fase interna, etc., y puede estar compuesto por uno o más ingredientes de interés. La retención del ingrediente activo dentro de la microcápsula está gobernada por su funcionalidad química, solubilidad, polaridad y volatilidad (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007).

La tecnología de encapsulación ha sido utilizada en la industria de los alimentos por más de 60 años como alternativa para proveer ingredientes y aumentar la

efectividad de muchos compuestos en la industria, mejorando u otorgando otras nuevas funcionalidades (Estevinho, y otros, 2013; Gharsallaoui, y otros, 2007). La protección de los AGPI ω -3 frente a la oxidación mediante la técnica de MC se basa en obtener un producto (microcápsulas) con un aspecto macroscópico en forma de polvo. Esto se consigue mediante el recubrimiento de pequeñas partículas de aceite rico en AGPI ω -3 con una matriz que tiene función de pared y que puede variar desde hidratos de carbono a fosfolípidos y proteínas o ser una combinación de estos componentes.

La aplicación de la MC en la industria se sustenta en las siguientes ventajas:

- Reducir la exposición del material central a factores externos, principalmente en aquellas sustancias sensibles al calor, la luz o la humedad y en caso de compuestos altamente reactivos que tienden a oxidarse fácilmente en presencia de oxígeno.
- Provocar o permitir la liberación controlada y de manera gradual de la sustancia recubierta, bajo condiciones específicas de humedad, pH, tensión del sistema, acción de enzimas, etc.
- Disminuir la volatilidad o velocidad de evaporación de la sustancia microencapsulada hacia el medio externo.
- Enmascarar el mal sabor o el mal olor de algunas sustancias usadas como aditivos en alimentos.
- Introducir en una matriz aquellas sustancias bioactivas de los alimentos para impedir que se pierdan y protegerlas de la reacción con otros compuestos.
- Separar componentes con el fin de que estos no reaccionen.
- Estabilizar principios activos inestables.
- Facilitar la manipulación de la sustancia que se microencapsulan, ya que mediante esta técnica se puede convertir un material líquido a estado sólido. Además, con ello se previene la agregación y en procesos de mezclado se asegura que la sustancia de interés se encuentre uniforme en la mezcla (Astray, Majuto, Rial, González, & Simal, 2009).

I.2.1. Tipos de microcápsulas

Existen diferentes tipos de microcápsulas y se clasifican según su estructura como: microcápsulas y microesferas (Figura 3), cuya estructura depende de las características fisicoquímicas del material activo, la composición de la pared, y la técnica usada de MC (Sobel, Versic, & Gaonkar, 2014).

- En el primer tipo, la microcápsula (Figura 3. A), el material activo se encuentra incluido en una especie de reservorio, que puede ser de naturaleza líquida o sólida, el cual se haya envuelto por una fina película del material de recubrimiento. Las microcápsulas se forman frecuentemente por medios químicos, en un tanque lleno de líquido o reactor tubular (Thies, 1996; Sobel, Versic, & Gaonkar, 2014).
- En el segundo tipo, la microesfera o micropartícula (Figura 3. B), el material activo se encuentra altamente disperso en la matriz polimérica. Se tiene una estructura en forma de espuma en donde el material activo se encuentra repartido en toda la microcápsula, mientras que la cubierta permanece intacta o puede estar en una estructura abierta en forma de red. Puede formarse mecánicamente a través de un proceso de atomización, cubriendo al ingrediente activo en una matriz. Este tipo de encapsulado se denomina encapsulación de matriz. Además, en estas técnicas puede que el material activo está disperso en la matriz que sirve como cubierta, tanto como esfera llena como en la conocida como encapsulación multicapa. Hay una variedad de estructuras asociadas con estas diferentes morfologías.

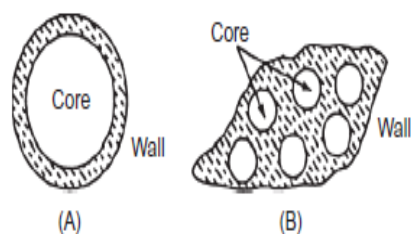


Figura 3. Formas geométricas e irregulares de microcápsulas. (A) Morfología de microcápsulas, (B) Morfología de micropartículas.

Fuente: *Factors and Mechanisms in Microencapsulation*, 2014.

I.2.2. Estructuras de las microcápsulas

El término microencapsulación ha sido interpretado ampliamente para incluir microcápsulas, micropartículas, nanocápsulas, etc. (Ré, 1998). En su mayoría son esferas pequeñas; sin embargo, su tamaño y forma dependen de los materiales y métodos utilizados (Estevinho, y otros, 2013; Gharsallaoui, y otros, 2007).

Según Vasisht (2014), la estructura más simple (Figura 4. A y B) es aquella que en el núcleo (esférico o no) contiene el ingrediente activo y éste es rodeado por el agente encapsulante que es una pared o membrana con espesor uniforme, denominada *partícula simple*. Asimismo, se pueden formar estructuras de multicapas donde un único núcleo es rodeado por múltiples paredes de diferente composición (Gibbs, Kermasha, Alli, & Mulligan, 1999) o bien una estructura con multinúcleos que contienen numerosos núcleos en el interior de una única pared (Figura 4. C). Por otro lado, se pueden formar estructuras tipo *matriz*, las cuales comprenden aquellas partículas en que el núcleo se encuentra disperso uniformemente como pequeñas gotitas a través de todo el agente encapsulante (Figura 4. D) y también puede que las pequeñas gotitas en una microesfera son tan pequeñas que el ingrediente activo puede ser inherentemente soluble en el polímero de la matriz (Figura 4. E).

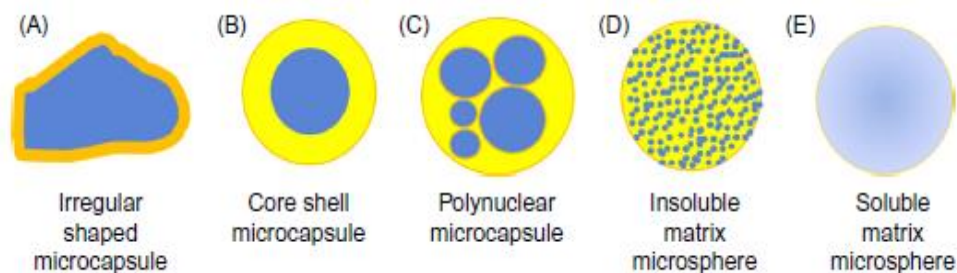


Figura 4. Morfología de microcápsula (A, B y C) versus microesfera (D y E).

Fuente: *Factors and Mechanisms in Microencapsulation*, 2014.

Según la aplicación específica del ingrediente activo se pueden modificar algunas propiedades de las microcápsulas, tales como composición, mecanismo de liberación, tamaño y forma, (Desai & Park, 2005). En efecto, estas pueden estar formuladas para que el núcleo sea liberado de una manera rápida o bien controlada (Ré, 1998). La velocidad de liberación del ingrediente contenido en el núcleo puede desencadenarse mediante agitación, disolución, difusión, calentamiento, acción de enzimas o pH (Ré, 1998; Nesterenko, Alric, Silvestre, & Durrieu, 2013 b).

I.2.3. Técnicas de microencapsulación

Existen muchas técnicas para la obtención de microcápsulas o para combinar el ingrediente activo y el material de pared. La selección de una u otra dependerá del material de membrana, del compuesto activo a encapsular y de la aplicación final, considerando su estabilidad química, física, concentración, tamaño y forma, mecanismo de liberación, degradabilidad, biocompatibilidad y costos de producción (Boh & Sumiga, 2008).

Una clasificación de los procesos de obtención de microcápsulas atendiendo a la naturaleza del proceso sería la siguiente: (Boh & Sumiga, 2008; Poshadri & Kuna, 2010).

- Procesos físicos: por goteo (*dropping*), secado por aspersion o atomización (*spray drying*), liofilización (*freezing*), secado por enfriado (*spray cooling*), lecho fluidizado, recubrimiento en bandeja y extrusión.

- Procesos fisicoquímicos: coacervación simple o compleja, atrapamiento por liposomas y gelificación iónica, microencapsulación asistida con CO₂ supercrítico.
- Procesos químicos: polimerización interfacial, polimerización in situ, polimerización radicalaria, inclusión molecular en ciclodextrinas, etc.

La MC puede lograrse a través de una gran variedad de tecnologías, pero la encapsulación de AGPI requiere métodos que pueden asegurar un alto porcentaje de encapsulación para maximizar la estabilidad del núcleo. El aceite libre es susceptible a sufrir deterioro (Drusch & Berg, 2008; Keogh, y otros, 2001; Kim, Chen, & Pearce, 2002). Además, propiedades tales como fluidez y redispersión están directamente asociadas con la cantidad de aceite libre sobre la superficie del polvo.

La MC de ácidos grasos omega-3 u otros compuestos bioactivos puede realizarse utilizando varios métodos. Existen técnicas para la producción de MC, como: secado por aspersión, secado por liofilización, impregnación con CO₂ supercrítico y otras.

Para la preparación de aceites encapsulados tanto por secado por aspersión como por secado por liofilización, es necesario anteriormente la preparación de la emulsión contenedora del material a encapsular y el material de pared.

Una emulsión es una dispersión coloidal de un líquido en otro inmisible con él; es un sistema termodinámicamente inestable, dicha inestabilidad se debe al aumento del área durante la emulsificación, que produce un incremento de la energía libre de Gibbs. Dada la diferente naturaleza de las fases orgánicas/oleosas y acuosas, son esperables diferencias significativas de densidad, que conduzcan a una separación de fases, que en la práctica supone la rotura de la emulsión y, por tanto, el fin de su vida útil. Esto será un problema serio si no se compensa la inestabilidad termodinámica de estos sistemas mediante lo que se denomina estabilidad cinética. Es decir, se debe controlar el tamaño medio de gota, la distribución espacial de las mismas y sus propiedades funcionales a lo largo del tiempo de vida útil para la aplicación prevista de la emulsión. Por tanto, una de las propiedades más importantes de una emulsión es su estabilidad (Muñoz, Alfaro, & Zapata, 2007) y su calidad en función del tamaño de

gota. Este último factor es el que determinará, entre otros, el tamaño de las microcápsulas formadas. Para la preparación de las emulsiones, por lo general se realiza una suspensión del MP en agua y posteriormente esta se emulsiona con el aceite a encapsular produciendo finas gotas del mismo mediante agitación energética con Ultraturrax y/o homogeneización por presión. Una vez obtenidas las emulsiones, donde el tamaño de gota influirá en el tamaño de las MC y en los porcentajes y eficiencia de encapsulación, se procede al secado de las mismas.

I.2.3.1. Secado por aspersión o atomización (*spray drying*)

El secado por aspersión es ampliamente usado en la industria de los alimentos debido a que es un método económico y efectivo para proteger componentes bioactivos termosensibles (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007).

El proceso de secado por aspersión involucra tres etapas: a) preparación de la suspensión; b) preparación de la dispersión o emulsión; y c) atomización. (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007). En este método el componente o sustancia a encapsular es rodeado por una matriz protectora, normalmente un polímero como goma acacia, maltodextrina, almidón, carbometilcelulosa, aislado de proteína de soja, y otros.

En el secado por aspersión las cuatro etapas son: el bombeo de la alimentación, el contacto con el aire de secado, la aspersión y la separación del producto seco del aire (Figura 5). Estas cuatro fases y sus parámetros operativos tienen gran impacto en la eficiencia de secado y las propiedades del producto final (Cal & Sollohub, 2010). La atomización del líquido y el tiempo de contacto con el aire caliente, son componentes importantes del secado por aspersión, los cuales determinan la tasa de secado y la intensidad de secado (Cal & Sollohub, 2010). En equipos de escala de laboratorio los parámetros operativos son: caudal de alimentación, caudal o presión de aire de atomización, temperatura de entrada de aire, temperatura de salida de aire y porcentaje de aspiración.

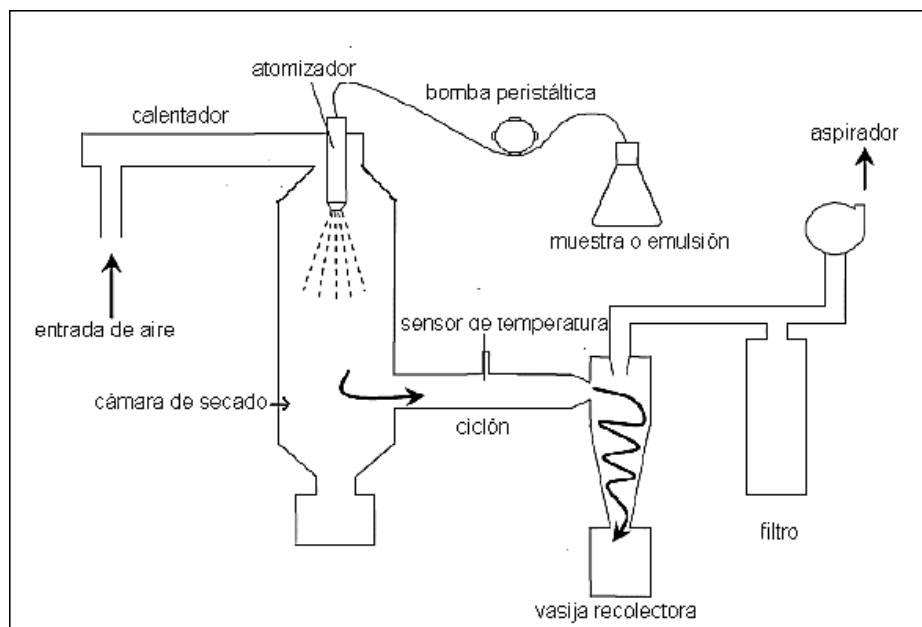


Figura 5. Diagrama de un secador por aspersión (BUCHI 290)

Fuente: *Buchi Labortechnik, Training papers spray-drying* Consultado 2017.
<http://www.buchi.com/Spray-Drying.69.0.html>

Las ventajas de este método son su capacidad de manejar materiales sensibles al calor, su disponibilidad de equipo y variedad, buena dispersión de partículas en medios acuosos. La desventaja de esta tecnología es las condiciones de alta temperatura necesarias para el secado (Kanawija, Pathania, & Singh, 1992).

I.2.3.2. Secado por liofilización

La liofilización (*Freeze drying -FD*) es una tecnología de secado que permite la encapsulación de materiales biológicos al reducir la velocidad de las reacciones químicas y la degradación por calor (Strasser, Neureiter, Geppl, Braun, & Danner, 2009). Siendo un proceso donde el hielo se sublima del material directamente a un gas, bajo vacío y con una pequeña cantidad de calor. El agua del producto pasa, por tanto, directamente de estado sólido a vapor sin pasar por el estado líquido, para lo cual se debe trabajar por debajo del punto triple del agua, 0.01°C y 4.5 mmHg .

Este método consiste en cinco etapas: a) preparación de la suspensión y emulsión, b) congelación: formación de cristales de hielo o mezclas eutécticas

utilizando temperaturas de -50 y -80 °C, c) desecación primaria: la sublimación es la eliminación del agua del seno del producto (cristales), d) desecación secundaria: evapora el agua ligada, y e) almacenamiento: permite conservar en forma de polvo durante tiempos prolongados.

La estabilidad del compuesto bioactivo durante la liofilización y durante su almacenamiento son las principales consideraciones para la optimización de los procesos de liofilización (Carpenter, Pikal, Chang, & Randolph, 1997). Las principales desventajas son el alto gasto energético y los largos períodos de tiempo para el proceso de secado (Heldman & Hartel, 1997).

Las variables de proceso más relevantes a controlar en esta tecnología de secado son: a) la velocidad de congelación controla el tamaño de los poros que se generan en la matriz encapsulada al definir la dimensión de los cristales de hielo en el material durante la etapa previa a la liofilización y b) la presión de cámara influencia la transferencia de calor, siendo un parámetro importante para el diseño del proceso de liofilización (Tang & Pikal, 2004). El secado primario se debe llevar a cabo a la presión adecuada para evitar el colapso, pero sin que sea tan baja para afectar considerablemente la tasa de sublimación del hielo.

1.2.3.3. Impregnación con solvente supercrítico

La aplicación de fluidos supercríticos como una alternativa a estos procesos convencionales de encapsulación ha sido un campo activo de investigación e innovación durante las últimas dos décadas (Cocero, Martín, & Mattea, 2009). La principal motivación para esto es la posibilidad de explotar las propiedades de los fluidos supercríticos, y en particular del dióxido de carbono supercrítico (sc-CO₂). El CO₂ es el fluido supercrítico más utilizado en los procesos de precipitación y encapsulación (Jung & Perrut, 2001). Las propiedades de los fluidos supercríticos se describen a menudo como intermedias entre las de un líquido y un gas. El punto crítico (Figura 6) es la presión y la temperatura a las cuales el gas y el líquido son indistinguibles, por encima de éste los fluidos presentan características de ambas fases, propiedades similares a las de los gases como su gran difusividad (capacidad de difundir a través de un medio), y otras que los asemejan más a los líquidos como su

alta densidad. Además, estas propiedades pueden ser modificadas fácilmente con cambios en la presión y la temperatura. En el caso del dióxido de carbono, la región supercrítica puede alcanzarse a temperaturas y presiones moderadas ($T_c = 304,2 \text{ K}$; $P_c = 7,38 \text{ MPa}$); con un peso molecular $44,01 \text{ g/mol}$ y una densidad crítica $0,469 \text{ g/cm}^3$. Por lo tanto, trabajando con sc- CO_2 es posible llevar a cabo el proceso a temperaturas cercanas a la temperatura ambiente, evitando la degradación de sustancias termolábiles (Bertucco & Vetter, 2001).

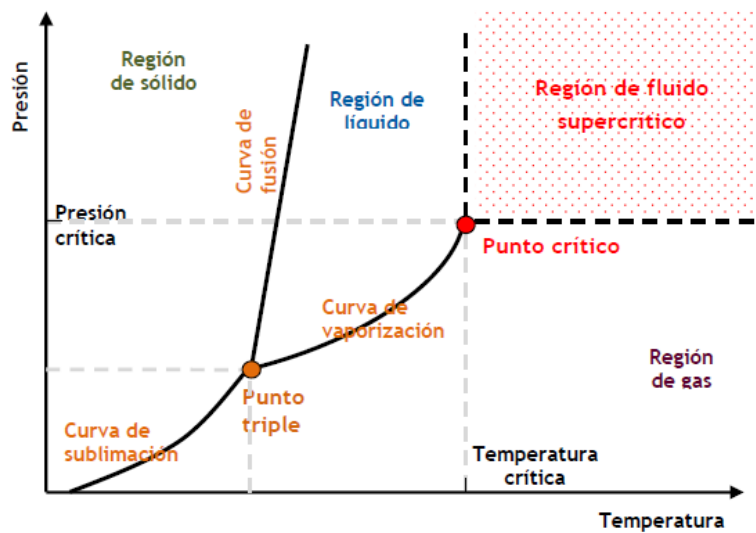


Figura 6. Esquema representativo del diagrama de presión-temperatura de fases sólido/líquido/gas.

Fuente: Tecnologías para la Industria Alimentaria Fluidos supercríticos, 2013

Sc- CO_2 también proporciona un medio inerte adecuado para procesar sustancias fácilmente oxidables. Además, el uso del fluido supercrítico elimina o reduce el uso de disolventes orgánicos tóxicos o contaminantes en el proceso. La separación del fluido supercrítico del producto puede realizarse fácilmente mediante una despresurización. Estos procesos se pueden clasificar de acuerdo con el papel del fluido supercrítico en el proceso: solvente, anti disolvente, co-disolvente o soluto, o incluso gas propulsor (Cocero, Martín, & Mattea, 2009).

Este proceso es considerado ecológico por las propiedades del sc- CO_2 , es decir, menor viscosidad y tensión superficial y mayor difusividad. A su vez se trata de un proceso en el cual se obtiene un producto más homogéneo en comparación con la

impregnación con disolventes líquidos siempre que la solubilidad del compuesto activo sea suficientemente alta en el sc-CO₂. El proceso de impregnación con solvente supercrítico (SSI) ha demostrado ser exitoso para una amplia variedad de sustancias (compuestos farmacéuticos activos, fragancias, tintes, aceites esenciales) (Rodríguez-Rojo, Martín, & Cocero, 2013). En este caso, la finalidad del fluido supercrítico es la de disolver el compuesto a encapsular, difundir al seno de la matriz (formada previamente por el MP por secado por aspersión) y ser eliminado mediante despresurización controlada dejando alojado en el interior de la matriz protectora el agente a encapsular.

I.2.4. Materiales encapsulantes

El material encapsulante forma un recubrimiento protector o matriz alrededor del núcleo, aislándolo del ambiente que lo rodea. Esta capa puede ser orgánica, inorgánica o ambas (Ghosh, 2006). Similar a los requerimientos de envasado de alimentos, el material de pared debe proporcionar una buena barrera al oxígeno y a la humedad. Los materiales de pared también deben ser compatibles con la matriz de alimentos y no deben tener efectos sobre el sabor, la textura o la vida útil del producto alimenticio (Astray, y otros, 2009).

Diversos materiales de pared han sido empleados siendo los polisacáridos los más utilizados (Davidov-Pardo, y otros, 2008). Por otro lado, el uso de proteínas vegetales como material de pared está siendo ampliamente desarrollado, en particular en los campos de nutrición, farmacéuticos y cosmética. Sus excelentes propiedades tensioactivas hacen que este material resulte muy adecuado para las técnicas de microencapsulamiento que requieren emulsiones preliminares tales como el secado por aspersión.

El aislado de proteínas de soja (APS) como materia prima ha mostrado ventajas debido a sus propiedades excepcionales de formar películas; a su vez, presenta buenas propiedades de barrera con el oxígeno, de aromas y lípidos bajo condiciones de humedad intermedias (Gennadios, y otros, 1993, Nesterenkoy otros, 2012). Este tipo de proteínas también produce películas más suaves, más transparentes y flexibles comparado con proteínas de otras fuentes vegetales (Guilbert, Gontard, & Cuq, 1995;

González & Alvarez, 2013). Las películas basadas en APS muestran aplicaciones potenciales importantes en las biociencias y la biotecnología.

Los APS tienen más del 90% de proteína en base seca y se obtienen tras tratamiento alcalino y precipitación ácida de la proteína, ajustando el pH del extracto al punto isoeléctrico de las mismas. Es un proceso costoso que elimina completamente los glúcidos no solubles y los antígenos.

La proteína de soja está compuesta en su mayor parte de globulinas (75% de las proteínas del grano), donde se encuentran la glicina (11S) y la β conglucina (7S). La glicina comprende 12 sub-unidades, su mayoría hidrofóbicas, es rica en azufre, y la β -conglucina (7S) es pobre en aminoácidos azufrados. Las concentraciones de ambas globulinas están relativamente en equilibrio (Daydé, 2000).

I.3. Generalidades de las pastas secas

Las pastas alimenticias son productos tradicionales, a base de cereales, de gran aceptación debido a sus cualidades nutricionales y sensoriales. Además, son un producto reconocido como un buen vehículo para incorporar ingredientes beneficiosos para la salud por ser productos de fácil elaboración, bajo costo, larga vida útil y rápida preparación. Desde el punto de vista nutricional las pastas son una fuente importante de carbohidratos complejos, moderada de proteínas y de algunas vitaminas (Martínez, 2010). Por ejemplo, una porción de 55 g de pastas secas contiene aproximadamente 210 calorías y presenta 75 por ciento de carbohidratos. Las directrices dietéticas publicadas por el Departamento de Agricultura de Estados Unidos de América (USDA) y por *Health Canada*, muestran que los productos a base de cereales, como lo son las pastas, deben ser una parte importante de una dieta saludable. Las pastas secas envasadas, si se conservan de manera adecuada, son consideradas un alimento prácticamente no perecedero. A su vez, se destacan por ser fáciles de cocinar, pudiéndose preparar una extensa variedad de platos a partir de las diferentes formas y tamaños disponibles (Marchylo & Dexter, 2001).

Según la Organización Internacional de Pastas (IPO), en el 2012 la producción mundial de pastas llegó a 13,6 millones de toneladas por año. Italia, elaboró más de

3,3 millones de toneladas, resultó el principal país productor (24,4%), seguido de Estados Unidos (2 millones toneladas) y Brasil (1,3 millones toneladas) con 14,7 % y 9,6 % respectivamente. Argentina presentó una producción de 324.437 toneladas, en su mayor parte correspondiente a pastas secas envasadas, ocupando el onceavo puesto del *ranking* mundial. De acuerdo al consumo interno anual *per cápita*, este promedia los 7,9 kg, posicionándole en treceavo país consumidor de pastas en el mundo, siendo Italia, por lejos, el mayor consumidor de pastas alimenticias con 26 kg *per cápita*, por año (IPO, 2012).

El Código Alimentario Argentino (CAA), **en el Artículo 706 - (Res. 866, 30.4.79)** denomina “Pastas alimenticias o Fideos”, a los productos no fermentados obtenidos por el empaste y amasado mecánico de: sémolas o semolín o harinas de trigo ricos en gluten o harinas de panificación o por sus mezclas, con agua potable, con o sin la adición de sustancias colorantes autorizadas a este fin, con o sin la adición de otros productos alimenticios de uso permitido para esta clase de productos. Se entienden por pastas secas a los productos mencionados anteriormente que se han sometido a un proceso de desecación con posterioridad a su moldeo y cuyo contenido en agua no debe ser superior al 14% en peso y su acidez no mayor de 0,45 % de ácido láctico/g de pasta.

Según el contenido de agua, las pastas también se clasifican en pastas secas y pastas frescas. Las primeras se caracterizan por haber sido sometidas a un proceso de secado con posterioridad a su moldeo y cuyo contenido de agua no debe ser superior a 12,5% en peso (si bien el CAA establece un máximo de 14% en peso, industrialmente se trabaja con un menor contenido de agua para alargar el tiempo de vida útil y retardar las reacciones de deterioro de carácter microbiológico y/o químico). En cambio, en las pastas frescas el contenido de agua no debe ser superior a 35% peso/peso, a excepción de los ñoquis en donde se admite hasta el 55% peso/peso (CAA, 2017). Además, se pueden encontrar pastas frescas elaboradas con diferentes rellenos en base a carnes, verduras, papas, quesos, ricota o sesos y que, de acuerdo a sus características, pueden denominarse cappellettis, ravioles, panzottis, sorrentinos, tortellettis y agnolottis entre otras.

Actualmente, existen múltiples formas básicas de las pastas alimenticias como espaguetis, lasagna, macarrones, y otros tipos de pastas cortas, que no han cambiado mucho a lo largo de los siglos. Del mismo modo, la pasta se sigue haciendo con los mismos ingredientes: sémola de trigo candeal, sémola de trigo pan o harina o una combinación de estos, agua e ingredientes opcionales tales como huevo, espinaca, tomate, morrones, hierbas y otros. Se pueden encontrar pastas con cientos de formas y tamaños diferentes, pudiendo clasificarlas según su tamaño: en pastas largas (*fetuccini*, *linguini*, etc.), y pastas cortas (fideos coditos, tirabuzón, moños, etc.), y según el tipo de proceso: pastas laminadas (fideos cinta) o extruidas (espaguetis) (Figura 7).

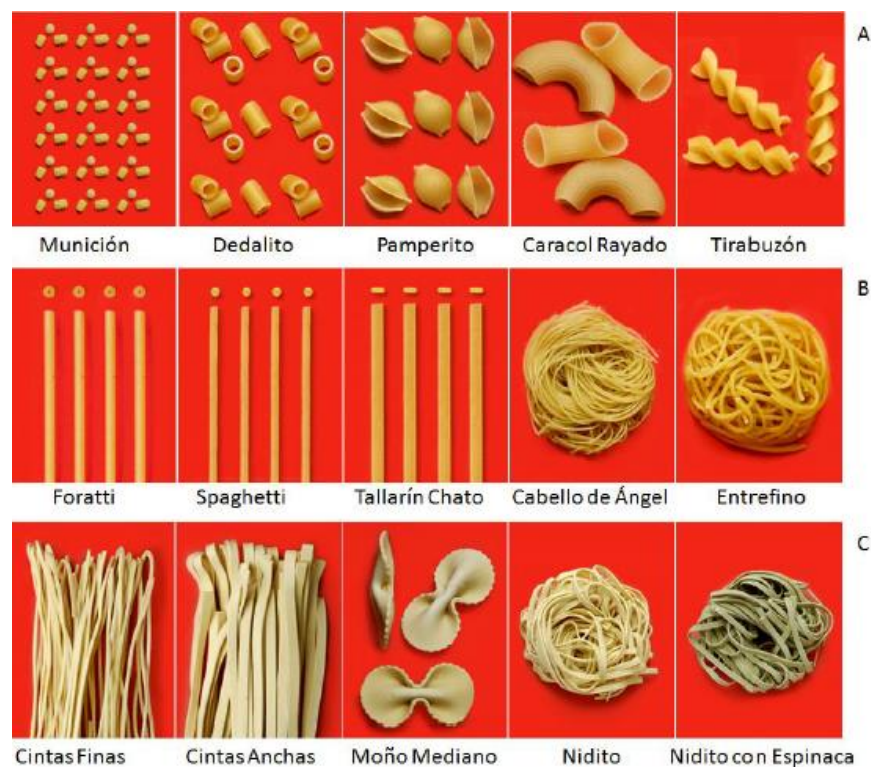


Figura 7. Pastas extruidas cortas (A), pastas extruidas largas (B) y pastas laminadas (C)
Fuente: (<http://www.pastaspolo.com.ar>)

I.3.1. Materias primas

I.3.1.1. Harinas para pastas

El ingrediente de elección por excelencia de la pasta es la sémola de trigo candeal, obtenida de la molienda de granos de trigo *durum* (*Triticum durum* Desf.). Esta es una especie que se utiliza en la elaboración de pastas de Alta Calidad o Pastas

Premium debido a que asegura que el producto obtenido presentará las propiedades tecnológicas y sensoriales adecuadas. El trigo duro otorga un óptimo balance entre tenacidad y extensibilidad, logrando formar una red fibrosa y elástica, que evita las deformaciones durante el secado de las pastas y también una mayor resistencia a la cocción, minimizando la pérdida de almidón y por ende el “pegado” de los productos. No obstante, la pasta también puede producirse utilizando harina de *Triticum aestivum* (Fuad & Prabhasankar, 2010), el tipo de grano más común en el mundo y el elegido para la panificación.

La pasta hecha con harina de trigo integral se lamina comúnmente mientras que la pasta de trigo duro se debe extrudir a través de troqueles que crean la forma deseada. Las diferencias entre ambos tipos de trigo y procesamiento dan como resultado dos productos fácilmente distinguibles en términos de apariencia y textura. Las propiedades de la masa determinarán la efectividad del procesamiento. Eso significa que la hidratación y el desarrollo del gluten deben ser apropiados en relación con las necesidades de la fase de secado, la forma del producto y su manejo durante todo el proceso productivo. Las variables durante el proceso de fabricación de pasta se definen en relación con la necesidad de no alterar o dañar las propiedades de cohesión, elasticidad y las características de la masa que definen la calidad de la pasta (Bustos, Pérez, & León, 2015).

I.3.1.2. Agua

El agua es la segunda materia prima más importante después de la harina para la elaboración de las pastas y tiene un efecto significativo sobre la calidad del producto final dado que, permite que se desarrollen los parámetros organolépticos, químicos y bacteriológicos. A su vez, proporciona el medio necesario para todas las reacciones fisicoquímicas y bioquímicas que subyacen a la transformación de las materias primas en producto terminado. Sin el agua las proteínas del gluten en la harina no pueden manifestar sus propiedades viscoelásticas.

Los ingredientes hidrosolubles son usualmente disueltos en el agua antes del amasado. El agua es añadida en el proceso de mezclado y amasado y su incorporación no debe de superar el 30 % de humedad ya que puede causar problemas en su

manipulación y extrusado o laminado debido a que imparte pegajosidad (Bustos, Pérez, & León, 2015).

I.3.1.3. Sal

La sal que se incorpora en la elaboración de pastas se encuentra usualmente entre 1-3 % en relación a la harina añadida en el proceso de mezclado y amasado. Esta materia prima mejora la resistencia de la masa, aunque una elevada cantidad de la misma provoca un excesivo número de enlaces iónicos, haciendo que la masa se vuelva más consistente y dura. Por otro lado, desde el punto de vista sensorial, la sal realza el sabor y mejora la textura de las pastas. Así, las pastas elaboradas con sal tienen tiempos de cocción más cortos, al aumentar la permeabilidad del agua durante la cocción y una textura más blanda y más elástica que las pastas sin sal (Martínez, 2010).

Este componente interviene en el desarrollo y almacenamiento ya que inhibe la actividad enzimática, el crecimiento de microorganismos, enlentece el proceso de decoloración oxidativo y el deterioro en ambientes con alta temperatura y humedad, extendiendo así la vida útil de las pastas frescas (Martínez, 2010).

I.3.1.4. Componentes adicionales

Los lípidos que se encuentran libres se asocian a las proteínas del gluten durante el desarrollo de la masa, mediante interacciones específicas y modifican las propiedades reológicas de la masa. En particular, los lípidos polares (especialmente los glicolípidos) pueden promover tanto interacciones hidrofóbicas como hidrofílicas entre el gluten y el almidón. Estas interacciones pueden mejorar la calidad de las pastas cocidas, favoreciendo la estabilidad tanto de la red de proteínas como del almidón (Martínez, 2010).

I.3.2. Procesos tecnológicos de las pastas secas

La correcta elección de las materias primas y de las variables del procesamiento son las únicas medidas que pueden tomarse para garantizar la obtención de una pasta, que cocida “al dente”, sea firme, elástica, no presente una superficie pegajosa y que la pérdida por cocción sea poca o ninguna (Brunnel, Pareyt, Brijs, & Delcour, 2010).

Etapas para la elaboración de una pasta seca:

I.3.2.1. Mezclado

La harina de trigo / sémola se mezclan con agua para asegurar la homogeneidad y la difusión, con la finalidad de lograr formar una masa. Durante la etapa de mezclado, se debe agregar una cantidad de agua comprendida entre 29% y 32%, dado que un menor contenido de agua no permite la correcta hidratación de las partículas de sémola, mientras que niveles más altos provocan dificultades en la etapa de extrusión. Debido a que el contenido de agua es insuficiente, la masa no se desarrolla completamente hasta que pasa a la etapa de laminado o extrusión. De modo que, al final de la mezcla, se debe obtener una textura granular (trozos de 2-3 cm de diámetro) de masa. La hidratación de la sémola / harina promueve la movilidad molecular de sus componentes antes del desarrollo de la masa, permitiendo modificaciones bioquímicas de las proteínas y sus interacciones. Como resultado, un nuevo conjunto de propiedades y enlaces cruzados que definen la funcionalidad del gluten comienzan a tener lugar en este punto. Otro aspecto a considerar en la elaboración de la pasta es que durante las etapas de mezclado y amasado se incorpora aire lo que produce un aumento de la oxidación de los carotenoides. La lipoxigenasa, por su parte, es una de las principales responsables de la oxidación de los ácidos grasos poliinsaturados (Bustos, Pérez, & León, 2015).

I.3.2.2. Extrusión o laminación

Luego, la masa es extruida o laminada. Durante la extrusión, la masa se mezcla y se amasa a presión muy alta a través de un molde para dar la forma final de la pasta. Debido al calor generado por la presión y la fricción, el proceso de extrusión debe ser extremadamente controlado. Durante esta etapa, las proteínas interactúan fuertemente y se forma una matriz reticulada (gluten) que será determinante en el rendimiento de cocción del producto final. La falta de trabajo o un exceso de energía térmica administrada a la masa podría dar como resultado una matriz proteica no desarrollada o dañarse por sobrecalentamiento (Petitot, y otros, 2009).

I.3.2.3. El secado

Finalmente, la pasta con un 30% de humedad, se seca hasta alcanzar un contenido de humedad final de aproximadamente 12,5%. El secado es una parte crucial del proceso para la producción de pasta de alta calidad. La humedad, el flujo de aire y la temperatura se controlan cuidadosamente a medida que la pasta pasa a través de varios secadores.

A nivel industrial el secado se lleva a cabo en dos etapas: a baja temperatura (LT) 40-50 °C y a temperatura de secado alta (HT) 60-90 °C hay que; tener claro las diferentes condiciones de secado ya que afectan la calidad de la pasta (Bustos, Pérez, & León, 2015).

I.3.3. Las pastas como alimento nutricional

La Organización Mundial de la Salud (OMS) y la FDA de Estados Unidos, han considerado a la pasta como un alimento apropiado para el agregado de nutrientes, siendo uno de los primeros alimentos para el cual la FDA permitió el enriquecimiento con vitaminas y hierro. Adicionalmente, en Argentina se rige la Ley 25.630, que establece la obligatoriedad de enriquecer la harina de trigo con hierro y vitaminas. Señala que la harina de trigo destinada al consumo que se comercialice en el mercado nacional, debe ser adicionada con hierro, ácido fólico, tiamina, riboflavina y niacina, con el objeto de prevenir las anemias y malformaciones del tubo neural, tales como anencefalia y la espina bífida.

Por otro lado, como ya se abordó anteriormente, una alimentación rica en AGPI, omega-3 y omega-6, disminuye el riesgo de padecer enfermedades cardiovasculares, cáncer y síndrome metabólico (Galli & Marangoni, 2006). En este sentido, las semillas de chía, con un 32 - 39% de aceite, constituyen la fuente vegetal más rica en ácidos grasos omega-3 (61 - 70%) (Martínez, y otros, 2012).

Teniendo en cuenta que, las pastas son reconocidas como un buen vehículo para incorporarles ingredientes beneficiosos para la salud (Martínez, 2010), se propone formular pastas ricas en ácidos grasos omega-3. Si bien es cierto que, el aceite de chía posee elevado contenido de AGPI omega-3, su incorporación en pastas secas, podría

verse limitada debido a su alta susceptibilidad de sufrir reacciones oxidativas que deterioran su calidad química y organoléptica. Por lo tanto, elaborar el producto propuesto representa un gran desafío dado que son alimentos que implican condiciones de procesamiento a alta temperatura y tiempos de almacenamiento relativamente largos. A su vez, presentan una gran superficie expuesta, lo que incrementa la exposición de los ácidos grasos a las condiciones ambientales, promoviendo su oxidación.

En este sentido, la incorporación de microcápsulas de aceite de chía a pastas secas constituye una alternativa novedosa para mejorar el valor nutricional de este tipo de productos.

I.4. Factores que influyen en la vida útil de los alimentos

La vida útil de un alimento se define como el tiempo finito después de su producción en condiciones controladas de almacenamiento, en las que tendrá una pérdida de sus propiedades sensoriales y fisicoquímicas, y sufrirá un cambio en su perfil microbiológico (Carrillo, 2013).

Entre los factores que pueden afectar la duración de la vida útil de un alimento de acuerdo a Carrillo (2013), se encuentran el estado de conservación y origen de la o las materias primas, la formulación del producto, el proceso aplicado, las condiciones higiénico-sanitarias del proceso y envasado. Los mismos serán mencionados a continuación con una breve descripción:

- a) La naturaleza de las *materias primas* es uno de los factores que más influencia tiene en la vida útil de un alimento. Estas pueden tener un alto contenido de proteínas, grasas o carbohidratos. Dependiendo del macronutriente que predomine, o de la combinación de estos en el alimento, será el tipo de reacciones que se lleven a cabo. La composición de las materias primas es determinante para las reacciones de deterioro que se llevarán a cabo en el producto. También pueden tener un alto contenido de humedad, o no ser de buena calidad. Por ejemplo, si el producto final contiene una alta proporción de lípidos, su principal causa de deterioro será la rancidez o bien si sus componentes mayoritarios son carbohidratos, el alimento

elaborado será susceptible al deterioro causado por hongos y/o levaduras. Asimismo, la combinación de los nutrientes en la materia prima dirigirá el tipo de reacciones que predominará en el producto terminado.

- b) *La formulación del producto*, es decir dependerá de los ingredientes y aditivos que contenga el producto final.
- c) El *envasado*, si se realiza asépticamente, tendrá una vida útil mayor que aquel que, se envasó y luego se sometió a un tratamiento térmico. El envasado puede favorecer condiciones de anaerobiosis o modificar la atmósfera entre el alimento y el material de empaque, de tal manera que en tales condiciones se pueda prolongar la vida útil del alimento.
- d) *El lugar donde se almacenen* los productos terminados, así como el tiempo en que estos se distribuyan puede acortar la vida útil de un alimento, si esto no se realiza en condiciones apropiadas.

I.5. HIPÓTESIS:

La metodología de microencapsulación posibilita la incorporación de aceites ricos en ácidos grasos poliinsaturados (omega-3 y omega-6) en productos alimenticios procesados como las pastas secas. La calidad y la estabilidad oxidativa del aceite incorporado se preserva a lo largo del proceso de elaboración y de almacenamiento del producto propuesto.

I.6. OBJETIVOS

I.6.1. GENERAL:

Evaluar la calidad tecnológica, química y la estabilidad de pastas secas fortificadas con ácidos grasos omega-3 mediante la adición de aceite de chía microencapsulado.

I.6.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Preparar microcápsulas de aceite de chía utilizando APS como MP mediante impregnación con CO₂ en estado supercrítico, secado por aspersion y liofilización.
- Comparar la calidad de las microcápsulas de aceite de chía obtenidas por los tres métodos mencionados anteriormente en cuanto a su capacidad de encapsulación y la calidad química de los aceites encapsulados.
- Evaluar el efecto de la incorporación del aceite de chía microencapsulado sobre aspectos tecnológicos de las pastas elaboradas.
- Analizar la calidad química y estabilidad del aceite microencapsulado durante el proceso de producción y almacenamiento de las pastas elaboradas.

CAPÍTULO II

MATERIALES Y MÉTODOS

II.1. Materiales

En este trabajo se utilizó harina de trigo “0000”, sal (NaCl), agua destilada, aislado de proteína de soja SPI SUPRO E (90% de contenido proteico en base seca) (Solae Company, Argentina); aceite de chía (ACh) obtenido a partir de las semillas prensadas en frío (Nutracéutica Sturla SRL, Argentina) según metodología propuesta por Martínez y otros (2012). Los solventes y reactivos utilizados fueron: hexano, benceno, cloroformo, ácido acético, hidróxido de sodio, ioduro de potasio, tiosulfato de sodio y almidón (grado analítico).

II.2. Preparación de las microcápsulas

II.2.1. Preparación de las emulsiones

Se preparó una emulsión utilizando proteínas de soja (SPI) en agua (8% p/v). Se utilizó una relación 2:1 entre la masa de SPI y aceite agregado (Ai). La dispersión de SPI se preparó en agua mediante agitación vigorosa y se dejó reposar 24 h en heladera para su completa hidratación. Para realizar la emulsión, se incorporó el aceite gota a gota sobre la dispersión de SPI mediante agitación mecánica utilizando un homogeneizador Ultraturrax T18 (IKA, China) durante 15 min a 18.000 rpm (Figura 8) evitando la incorporación de aire al sistema. Esta homogeneización se realizó en un baño de hielo, a fin de mantener la temperatura a 5 °C aproximadamente y así evitar la formación de puntos calientes producidos por la agitación (González A., Martínez, Paredes, León, & Ribotta, 2016).



Figura 8. Preparación de la emulsión utilizando el homogeneizador Ultraturrax

II.2.2. Secado por aspersión

Este proceso se realizó a escala de laboratorio en el equipo *Mini Spray Dryer Büchi B-290* (BÜCHI Labortechnik AG, Suiza) (Figura 9) con un atomizador de boquilla de doble fluido con un orificio de 0,5 mm. Las variables del proceso fueron las siguiente: temperatura del aire de entrada: 130 °C; temperatura del aire de salida: 80 ± 1 °C; caudal del aire de atomización: 538 L/h; bomba de alimentación: 10 % y aspirador: 100 % (38 m³/h) (González A., Martínez, Paredes, León, & Ribotta, 2016).



Figura 9. Secado por aspersión utilizando *Mini Spray Dryer Büchi B-290*

II.2.3. Secado por liofilización

La emulsión se colocó en recipientes de plástico y se congeló en un freezer a $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 12 h y luego se liofilizó a presiones menores a 0,1 mbar y $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 36 h, como se puede observar en la Figura 10, (Rificor L-T8, Argentina) (González A., Martínez, Paredes, León, & Ribotta, 2016).



Figura 10. Liofilizador Rificor L-T8, Argentina

II.2.4. Impregnación con CO_2 super crítico

Las muestras se realizaron en un equipo de impregnación funcionando en ciclo cerrado (Figura 11) con una única etapa de disolución y difusión. Se utilizó aproximadamente 5 g de sólido y 2,5 g de aceite como material para cada condición de trabajo. El proceso de impregnación se llevó a cabo bajo dos condiciones de presión (100 y 200 bar), de temperatura (40 y $80\text{ }^{\circ}\text{C}$), de despresurización (5 bar/min) y de 2 y 4 h de tratamiento. Las microcápsulas obtenidas se almacenaron bajo atmósfera de nitrógeno a $4\text{ }^{\circ}\text{C}$, para evitar la ocurrencia de posibles procesos de deterioro (Comin, 2012).

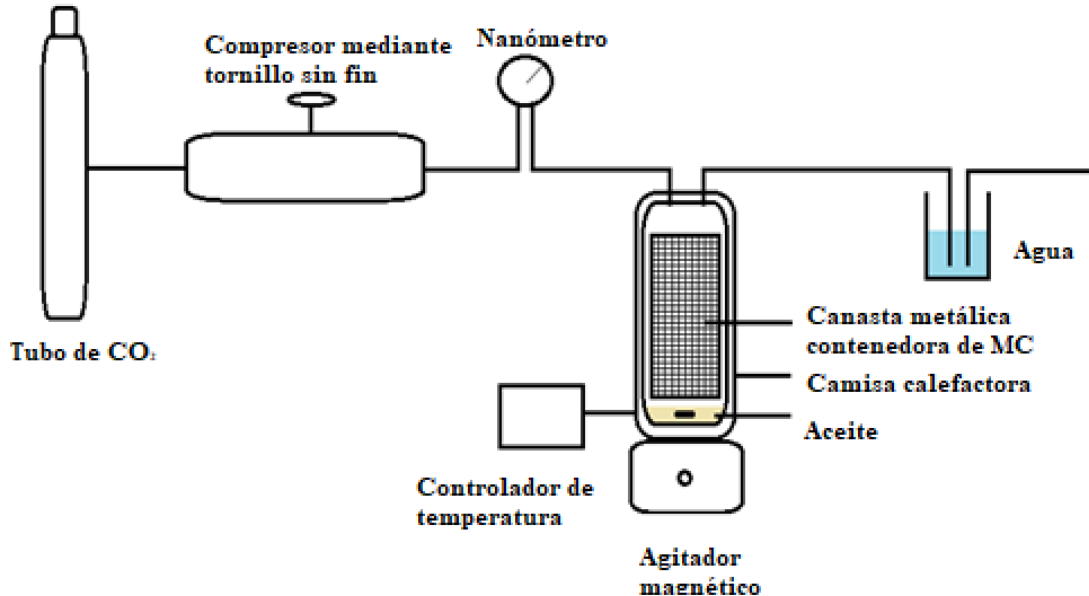


Figura 11. Esquema del proceso de impregnación con CO₂ super crítico

II.2.5. Caracterización de las microcápsulas obtenidas

II.2.5.1. Determinación de aceite superficial o libre (AS)

Se pesó $2,00 \pm 0,01$ g de cada muestra de microcápsulas, se colocó con 30 mL de éter de petróleo, se agitó durante 1 min y se filtró. Se realizó un segundo lavado del sólido filtrado con 10 mL de éter de petróleo. Se unificaron ambas fases orgánicas. Finalmente, se evaporó el solvente en un evaporador rotatorio (Buchi, Alemania) a 40 °C para recuperar el aceite extraído. El balón que contenía el aceite se colocó en estufa a 105 °C hasta que el sistema presentó un peso constante. De esta manera se determinó la cantidad de aceite mediante peso indirecto (González A., Martínez, Paredes, León, & Ribotta, 2016). Este ensayo se realizó por duplicado.

II.2.5.2. Determinación de aceite total (AT)

Se pesó $4,00 \pm 0,10$ g de cada muestra de microcápsulas. Se realizó una extracción en el equipo *Soxhlet* durante 24 h, utilizando como disolvente 200 mL n-hexano. Se evaporó el solvente en un evaporador rotatorio (Buchi, Alemania) a 40 °C

y el contenido de aceite extraído se cuantificó por pesada indirecta. Este ensayo se realizó por duplicado (González A., Martínez, Paredes, León, & Ribotta, 2016).

II.2.5.3. Eficiencia de encapsulación (EE%)

Se calculó en relación al aceite total contenido en las microcápsulas (AT) y el aceite superficial (AS) (Davidov-Pardo, y otros, 2008), mediante la siguiente ecuación:

$$EE = \left(\frac{AT - AS}{AT} \right) \times 100$$

II.2.5.4. Eficiencia de retención (ER%)

Es la relación entre el aceite total contenido en las microcápsulas (AT) y el aceite inicial agregado a la emulsión (Ai).

$$ER = \left(\frac{AT}{Ai} \right) \times 100$$

II.2.6. Estabilidad oxidativa de las MC

Se evaluaron parámetros de calidad química del aceite contenido en las microcápsulas preparadas a través de los métodos de secado por aspersión y liofilización dado que a través de la tecnología de impregnación no se obtuvo una distribución homogénea del aceite.

Determinación del valor de hidroperóxido (HPV)

Se determinó el índice de peróxidos del aceite microencapsulado de cada muestra según el procedimiento descrito por la *American Oil Chemists Society* (AOCS) con las modificaciones necesarias para emplear pequeñas cantidades de aceite (AOCS, 2009). Para esto, se extrajo el aceite encapsulado de cada muestra mediante extracción con hexano frío por 24 h, luego se filtró y se evaporó el solvente utilizando un evaporador rotatorio. Posteriormente, se pesó $0,200 \pm 0,010$ g de los aceites extraídos en frascos de 10 mL. Se agregó 3 mL de solución de ácido acético: cloroformo (3:2 %, v/v) con agitación vigorosamente. Se adicionó 0,5 mL de solución saturada de yoduro de potasio y se conservó en oscuridad durante 1 min.

Posteriormente, se agregó 3 mL de agua destilada, 0,5 mL de solución de almidón (1 %, p/v) y se tituló agitando continuamente, con solución 0,001N de Na₂SO₃, hasta la desaparición del color marrón. El cálculo del índice de peróxidos se realizó en base a la siguiente ecuación expresada en miliequivalentes de oxígeno/kg de aceite. Este ensayo se realizó por duplicado.

$$\text{HPV} = (S - B) \times N \times 1000 / w$$

S = mL de solución de tiosulfato de sodio consumidos por la muestra.

B = mL de solución de tiosulfato de sodio consumidos por el blanco.

N = normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

W = masa de aceite expresada en g.

II.3. Preparación de pastas secas

Se utilizaron como ingredientes principales 50 g de harina de trigo “0000”, 500 mg sal (NaCl) y agua. La pasta se amasó durante 20 min con agua (25 - 30% de humedad), a continuación, se llevó la masa a un proceso de extrusión cuya temperatura no superó los 45 - 50 ° C en el extrusor y los 40 - 45° C en el cabezal, la misma fue moldeada con cortes finos de 14 cm por 2 mm de espesor (Monferrina DOLLY Pasta Extruder) (Figura 12). Las pastas se secaron a diferentes temperaturas: el primer ciclo fue de 15 a 30 min a 30 °C con convección forzada de aire y el segundo ciclo fue a 45 °C durante 17,5 h bajo una atmósfera con 75 % de humedad relativa. Las muestras fueron almacenadas en recipientes plásticos herméticos a temperatura ambiente hasta su análisis (Bustos, Perez, & León, 2011).

Figura 12. Proceso de elaboración de pastas secas con *Monferrina DOLLY Pasta Extruder*

II.3.1. Formulación de las pastas fortificadas

Según la Sociedad Internacional para el Estudio de los Ácidos Grasos y Lípidos (ISSFAL) se recomienda una ingesta diaria de 1 g/ día de ácidos grasos omega-3 (ácido α -linolénico) (Hermida & Gallardo, 2015). Teniendo en cuenta: i) este valor de referencia; ii) el contenido de ácido graso omega-3 (ácido linolénico) en aceite de chía (0,6 mg/g de aceite) y iii) el contenido de aceite total en 1 g de microcápsulas (MC) obtenidas por liofilización (0,33 g), se prepararon las siguientes formulaciones de pastas secas:

- Dos formulaciones de pastas secas conteniendo la cantidad de MC necesarias para satisfacer, en una porción de 100 g de producto, el 100 % del valor de ingesta recomendado por día de omega-3 para un adulto sano.
- Dos formulaciones de pastas secas con el agregado de la cantidad de aceite contenido (en forma libre) más la cantidad de aislado de proteína de soja de las MC incorporadas en las dos formulaciones anteriores.
- Formulación de pasta seca control sin el agregado de MC ni de aceite.

Las 5 preparaciones se llevaron a cabo por duplicado.

II.3.3.2. Absorción de agua

Se pesó 4 g de pasta seca antes y después de su cocción (Figura 15). La ganancia de peso se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación expresada en gramos sobre 100 g de pasta seca (Tudoricâ, Kuri, & Brennan, 2002).

$$\text{Absorción de agua} = \left(\frac{\text{Peso de pasta cocida} - \text{peso de pasta cruda}}{\text{peso de pasta cruda}} \right) \times 100$$



Figura 15. Absorción de agua

II.3.3.3. Índice de hinchamiento

Se determinó el peso de la pasta antes y después de su cocción, luego se llevó a una estufa a 100 °C durante 24 h registrando su peso seco (Figura 16) y el índice se calculó según la siguiente ecuación (Tudoricâ, Kuri, & Brennan, 2002)

$$IH = \left(\frac{\text{Peso pasta cocida} - \text{Peso pasta cocida seca}}{\text{Peso pasta cocida seca}} \right)$$

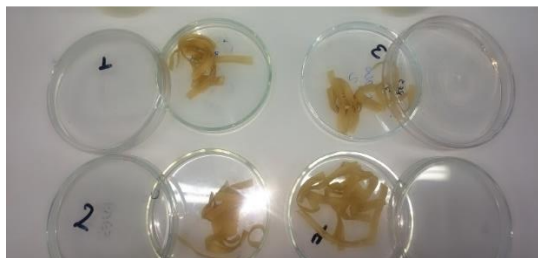


Figura 16. Pastas después de su cocción y secadas en la estufa

II.3.3.4. Residuo de cocción

Se determinó acorde al método 16-50 *Cooking Loss* (AACC, 1995). Se cocinó 4 g de muestra hasta su TOC en 200 mL de agua destilada en ebullición. Transcurrido este tiempo, los fideos se retiraron del beaker, dejando el agua de cocción en el mismo (Figura 17). Una vez que alcanzó la temperatura ambiente ($T^{\circ}\text{amb}$), se agitó levemente con el objetivo de homogenizar el residuo en el seno del líquido. La cantidad de residuo se determinó mediante evaporación del agua de cocción en estufa a 100 °C hasta alcanzar peso constante. El resultado se expresó en g sobre cada 100 g de pasta seca.

$$RC = \left(\frac{\text{Residuo}}{\text{Peso pasta cruda}} \right) \times 100$$

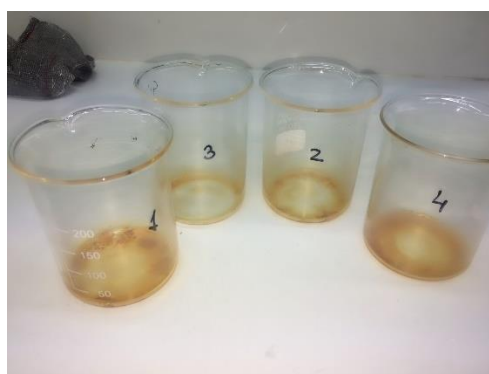


Figura 17. Residuo de cocción

Todos los ensayos de los parámetros tecnológicos se realizaron por duplicado de cada una de las réplicas de cada formulación.

II.3.4. Parámetros Físico – Químicos

Los ensayos de determinación de contenido de humedad y calidad química del aceite, se llevaron a cabo por duplicado.

II.3.4.1. Contenido de humedad

El contenido de humedad se determinó con una balanza analítica (OHAUS MB45, USA) la cual calienta a 120 °C 2 g de muestra hasta peso constante. El

porcentaje de humedad es informado en base al peso seco respecto al peso inicial. (González A., Martínez, Paredes, León, & Ribotta, 2016).

II.3.4.2. Calidad química del aceite

Se determinó el índice de peróxidos del aceite microencapsulado y libre incorporado a la pasta según la metodología descrita en el apartado II.2.6.

II.3.5. Digestibilidad

Para estudiar la cantidad de aceite de chía disponible para ser absorbido en tracto intestinal luego de la ingesta de las pastas enriquecidas con aceite de chía, se realizó un estudio de digestibilidad in-vitro utilizando un fluido gástrico e intestinal simulado en referencia al procedimiento reportado anteriormente con algunas modificaciones (Goyal, y otros, 2015). Se colocó 50 g de pasta cocida en un erlenmeyer con 50 mL de fluido gástrico simulado preparado según la farmacopea (Farmacopea, 2000) (el cual contiene 0,2 g de NaCl, 0,5 g de pepsina y llevado a pH 1,2 con solución de HCl). La mezcla se dejó reposar bajo agitación a 37 °C por 2 h. Luego, se ajustó el pH a 6,8 con una solución de NaOH y se agregó 50 mL de solución intestinal simulada (preparada a partir de 0,85 g de fosfato monobásico de potasio, 1,2 g de pancreatina, 50 mL de agua, llevada a pH 6,8 con NaOH. Esta mezcla también se dejó en reposo por 2 h a 37 °C.

Para determinar la cantidad de aceite disponible luego de la digestión (%AO), los componentes lipídicos fueron extraídos con 30 mL de n-hexano. Luego, el solvente fue evaporado en un evaporador rotatorio y el aceite obtenido fue pesado (wf) y comparado con la cantidad inicial contenida en la pasta (wi). Luego, el % AO fue calculado utilizando la siguiente fórmula:

$$\%AO = (wf/ wi \times 100)$$

II.3.6. Estimación de la vida útil del producto

Se determinó el período aptitud de las pastas secas elaboradas. Para esto, las pastas MC y AC fueron almacenadas en bolsas (OPP trilaminado 20-20 con cristal externo y metalizado): a) con atmósfera modificada (nitrógeno) y b) sin atmósfera

modificada (aire). Estas bolsas fueron colocadas a temperatura ambiente durante 90 días. Se tomaron muestras cada 30 días y se evaluó el índice de peróxidos (HPV).

II.4. Análisis estadístico

Se utilizó programa INFOSTAT versión 2011 profesional (Facultad de Ciencias Agropecuarias, Universidad Nacional de Córdoba, Argentina) como base informática. Para cada uno de los parámetros físicos y químicos estudiados, se realizó análisis de la varianza (ANAVA), considerando a cada uno de ellos y a las distintas formulaciones ensayadas como fuentes de variabilidad. En aquellos casos donde se observaron diferencias estadísticamente significativas ($p \leq 0,05$), se utilizó un test a posteriori de comparaciones múltiples de LSD Fisher.

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

III.1. Preparación y caracterización de las microcápsulas

Se obtuvo aceite de chía por prensado en frío de semillas previamente acondicionadas según la metodología reportada por Martínez y otros (2015). Se estudió la calidad química del aceite extraído presentando valores óptimos de composición de ácidos grasos, índice de acidez, dienos, trienos e índice de estabilidad a la oxidación a 100 °C y 20 L/h, los cuales se muestran en la Tabla 1. Estas propiedades fueron determinadas según metodologías descriptas por la (AOCS, 2009).

Tabla 1. Composición de ácidos grasos, índice de acidez (IA), dienos (k232), trienos (k270), índice de estabilidad a la oxidación (OSI) a 100 °C y 20 L/h del aceite de chía extraído.

Composición de ácidos grasos (%)	
Ácido palmítico (16:0)	70,255 ± 0,36
Ácido palmitoleico (16:1)	0,39 ± 0
Ácido esteárico (18:0)	32,7 ± 0,084
Ácido oleico (18:1)	74,62 ± 0,39
Ácido linoleico (18:2)	197,135 ± 0,62
Ácido linolénico (18:3)	607,22 ± 2,27
Ácido araquidónico (20:0)	3,78 ± 0,24
Ácido eicosanoico (20:1)	13,91 ± 3,5
Parámetros de calidad	
IA (mg KOH/g aceite)	1,94 ± 0,01
K232	1,99 ± 0,10
K270	0,460 ± 0,005
OSI (h)	2,57 ± 0,11

Una vez obtenido el aceite de chía, se lo microencapsuló utilizando APS como material de pared mediante secado por atomización, liofilización e impregnación con CO₂ supercrítico. Las microcápsulas de aceite de chía obtenidas a través del proceso de secado por atomización presentaron, en términos macroscópicos, la consistencia de un polvo fino, suelto y con un tono amarillento, diferenciándose del obtenido por liofilización, el cual evidenció una morfología escamosa y compacta (Figura 18). Estos resultados estuvieron en concordancia con los publicados por González y otros (2016).

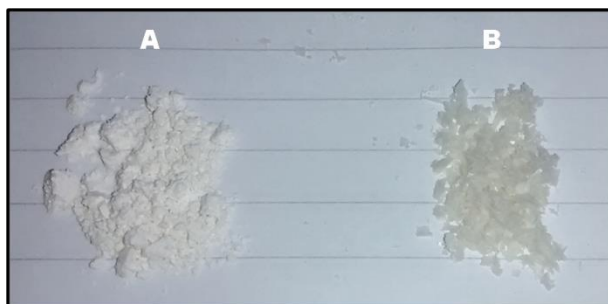


Figura 18. Aspecto macroscópico de las microcápsulas obtenidas por secado por atomización (A) y liofilización (B).

Respecto a los resultados obtenidos a través de la tecnología de impregnación, se observó aceite remanente en la base del equipo, lo que significa que no se alcanzó una distribución homogénea del aceite en el sólido e infiriendo que los porcentajes de retención sería bajos. Las microcápsulas que se encontraban próximas al aceite se humedecieron y se apelmazaron perdiendo la estructura de polvo fino; las que se encontraban más lejos conservaban su consistencia de polvo fino presentando aceite en su estructura. Almeida y otros (2013) y Varona y otros (2011), informaron que el proceso de impregnación no afecta la morfología de las partículas.

En la Tabla 2 se presenta el contenido de humedad determinado para cada una de las microcápsulas obtenidas. Los valores estuvieron comprendidos entre 3,42 y 3,86 %, no existiendo diferencias estadísticamente significativas entre las microcápsulas obtenidas a través de los tres procesos estudiados. Resulta importante resaltar que dichos valores de humedad se encuentran próximos a la especificación de humedad mínima de polvo secado en la industria alimentaria que establece un rango entre 3 y 4 g/100 g (Klaypradit & Huang, 2008).

Tabla 2. Contenido de humedad, porcentaje de sólidos recuperados (SR), eficiencia de retención (ER), aceite total (AT), eficiencia de encapsulación (EE) de las microcápsulas obtenidas.

MC obtenidas por:	Contenido de humedad (%)	SR (%)	ER (%)	AT (g/g sólidos)	EE (%)
Impregnación con sc-CO₂ *	3,78	79,0 ± 8,0 b	36,4 ± 0,0 a	0,15 ± 0,1 a	54,1 ± 18,1 a
Secado por Atomización	3,42	50,4 ± 5,7 a	88,2 ± 6,1 b	0,30 ± 0,0 b	38,0 ± 8,6 a
Secado por Liofilización	3,86	97,9 ± 1,8 c	95,6 ± 0,9 c	0,34 ± 0,0 b	55,1 ± 3,9 a

*Media de cuatro muestras. Para cada columna, valores promedio ± DS (n=2) seguidos de letras idénticas no difieren significativamente entre sí ($p \geq 0,05$)

En el presente trabajo, se observaron diferencias estadísticamente significativas entre los procesos de secado respecto a la cantidad de sólidos recuperados siendo liofilización la tecnología a través de la cual se obtuvo el 97,9 % de SR. El proceso de secado por atomización presentó mucha pérdida de sólidos debido a la adherencia de los mismos en la cámara de secado. A su vez, en la tecnología por impregnación se observó una deficiencia en la difusión del aceite a través del sólido debido a que una parte del mismo permaneció en la base de la cámara de impregnación. Respecto a la eficiencia de retención (ER %), también se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los procesos de secado. El proceso de liofilización presentó un porcentaje de ER significativamente superior (95%) comparado con los procesos de atomización y de impregnación con sc-CO₂, 88y 36 %, respectivamente.

En concordancia con González y otros (2016), los resultados de aceite total (AT) revelaron que el material de pared seleccionado resulta un agente de retención efectivo (relación de material de pared: aceite de 2:1) cuando las microcápsulas se forman con aceite en su interior, durante los procesos de congelación, sublimación y deshidratación por aspersion, ya que los valores de AT fueron similares a la cantidad de aceite añadido inicialmente (aprox. 0,33 g/g sólidos), a diferencia del proceso de impregnación con sc-CO₂ con 0,15g/g sólidos donde el aceite es el que debe migrar al interior de la matriz de APS (Tabla 2).

La eficiencia de encapsulación (EE%) determina la cantidad de aceite que se encuentra encapsulado respecto del que se encuentra en el exterior de las microcápsulas. Este componente depende de numerosos factores, como la naturaleza del material a ser encapsulado, composición del material de pared, distribución del tamaño de gota en la emulsión y las condiciones de secado (González, y otros, 2016). En este contexto, los resultados de este estudio determinaron que las microcápsulas obtenidas a través del proceso de liofilización presentaron una eficiencia de encapsulación del 55 % (Tabla 2). Sin embargo, no existieron diferencias estadísticamente significativas comparado con las eficiencias obtenidos mediante la tecnología de impregnación y atomización (54 y 38% respectivamente).

III.1.1. Estabilidad oxidativa de las MC

La Tabla 3 permite visualizar los valores de índice de peróxidos (HPV) del aceite control y del aceite microencapsulado mediante secado por atomización y liofilización. Se decidió no determinar la estabilidad oxidativa de las muestras obtenidas por impregnación debido a la gran heterogeneidad en la distribución de aceite en las muestras. Todas las microcápsulas obtenidas presentaron valores de HPV $\leq 10,0$ meq O₂/kg aceite (límite máximo establecido por el Código Alimentario Argentino (2017) para aceites vegetales). El Codex, por su parte, es más general y determina para aceites vírgenes prensados en frío un máximo también de 15 meq O₂/Kg; mientras que para otras grasas y aceites de 10 meq O₂/Kg. A su vez este valor es considerado el límite de aceptabilidad para aceites vegetales que contienen ácido linolénico como principal ácido graso (Frankel, 2005). Sin embargo, los valores de HPV se incrementan luego del proceso de microencapsulado, evidenciando un efecto del mismo sobre la estabilidad oxidativa del aceite.

Las MC liofilizadas presentaron un ligero incremento en el valor de HPV (0,42 meq O₂/kg aceite) respecto al aceite control (0,37 meq O₂/kg de aceite). Sin embargo, las MC obtenidas mediante secado por aspersion mostraron un valor de HPV de 1,59 meq O₂/kg aceite, significativamente superior al aceite control. Probablemente, la temperatura de secado (130 °C) haya inducido a la generación de compuestos de oxidación primaria.

Tabla 3. Índice de peróxido del aceite de chía microencapsulado.

Muestra	HPV meq O₂/kg aceite
Aceite de chía	0,37 ± 0,03 a
MC S. liofilización	0,42 ± 0,02 a
MC S. atomización	1,59 ± 0,01 b

Para cada columna, valores promedio ± DS (n=2) seguidos de letras idénticas no difieren significativamente entre sí ($p \geq 0,05$).

Los resultados obtenidos en el presente trabajo se encuentran en concordancia con los informados por González y otros (2016). A su vez, estos autores demostraron que los aceites microencapsulados presentaron mayor estabilidad bajo condiciones de almacenamiento en tiempos prolongados que sus homólogos sin encapsular. Estos resultados evidencian que la proteína de soja protege de manera efectiva al aceite de chía de la degradación oxidativa.

Luego de analizar las propiedades físico-químicas y la estabilidad oxidativa del aceite de las microcápsulas obtenidas mediante los tres procesos de microencapsulación estudiados; se seleccionó el método de secado por liofilización para producir microcápsulas con la finalidad de elaborar las pastas secas enriquecidas con ácidos grasos omega-3. Esta decisión se tomó en base a la mayor cantidad de sólidos recuperados, mayor eficiencia de retención y mayor cantidad de aceite total y el menor valor de HPV de las microcápsulas obtenidas por este método respecto de los restantes.

III.2. Estudio de los parámetros que definen la calidad de las pastas

III.2.1. Parámetros tecnológicos de las pastas evaluadas

El comportamiento de las pastas durante y después de la cocción son los parámetros de calidad de mayor importancia para los consumidores y en la industria. La Tabla 4 muestra los tiempos óptimos de cocción (TOC) de las muestras, los valores de residuo de cocción (RC), de absorción de agua (AA) y el índice hinchamiento (IH) obtenidos para las 3 pastas elaboradas.

Tabla 4. Parámetros tecnológicos de las pastas secas: absorción de agua (AA), índice de hinchamiento (IH) y residuos de cocción (RC).

	AA % p/p¹	IH (g de agua / g de pasta seca)	RC % p/p¹
Pasta con MC	141,40 ± 6,20 a	1,74 ± 0,10 a	5,46 ± 0,10 a
Pasta con aceite	137,15 ± 5,30 a	1,79 ± 0,10 a	5,60 ± 0,10 a
Pasta control	167,58 ± 8,90 b	2,12 ± 0,10 b	5,28 ± 0,20 a

¹cantidad en g/100 g de pasta seca. Para cada columna, valores promedio ± DS (n=2) seguidos de letras idénticas no difieren significativamente entre sí (p ≥ 0,05).

Tiempo óptimo de cocción (TOC)

El TOC para obtener un producto al dente de las 3 formulaciones fue de 6 min sin presentar diferencias estadísticamente significativas entre las muestras. Los resultados demuestran que la incorporación de las MC y del aceite en forma libre no modificó el tiempo necesario para obtener una pasta “al dente”.

Absorción de agua (AA)

Los valores de AA medidos estuvieron comprendidos entre 137 y 167 g/100 g de pasta seca (Tabla 4), presentando diferencias significativas entre la pasta control que absorbió mayor cantidad de agua (167,58 % p/p) que las pastas formuladas con MC y AC. En general la AA se entiende como la interacción del almidón con el agua; este parámetro sirve para indicar la cantidad de agua absorbida por los gránulos de almidón de la pasta sometida a un tratamiento térmico, incluso a temperatura ambiente, y la capacidad integral de la estructura de almidón (Silva, Sagis, Linden, & Scholten, 2013). Un valor adecuado de absorción de agua de un espagueti debe ser tres veces mayor al de su peso seco (Dick & Youngs, 1988), con lo cual la absorción de agua que presentaron las muestras estudiadas fue apropiada. Los menores valores de AA para las pastas con MC y AC puede deberse a la presencia de la proteína de soja dado que podrían ser las responsables de controlar principalmente la distribución del agua inmovilizando una porción de la misma, generando una reducción de su disponibilidad para la gelatinización del almidón durante la cocción (Sozer, 2009). Además, respecto a la pasta con aceite, es conocido el efecto de reducción de absorción de agua en pastas con mayor cantidad de aceite libre ya que forman complejos con la amilosa; cuando el ácido graso contiene más de 16 átomos de carbono reducen la velocidad de

hinchamiento de los gránulos y aumentan su temperatura de gelatinización (Badui D., 2006).

Índice de hinchamiento (IH)

El valor más alto de IH correspondió a las pastas control con 2,12 g de agua / g de pasta seca, indicando que estas absorben una mayor cantidad de agua durante la cocción por ende presentan un mayor IH, diferenciándose significativamente de las pastas MC y las pastas con aceite libre con 1,74 y 1,79 g de agua / g de pasta seca, respectivamente. Estos valores bajos podrían deberse a la presencia de la red de proteínas constituyente de las pastas que limita el hinchamiento del almidón y su lixiviación posterior. Como la pasta es un sistema de humedad limitado y la desnaturalización de las proteínas comienza aproximadamente a la misma temperatura que la gelatinización del almidón, durante la cocción existe una fuerte competencia por el agua entre el almidón y las proteínas, las cuales requirieren la misma para coagular y formar una red, al mismo tiempo que el almidón, al absorberla, se hincha, gelatiniza y tiende a solubilizarse (Martínez, 2010). Este efecto produce una disminución de la disponibilidad del agua para hinchar el almidón reflejándose en un menor IH.

Residuo de cocción (RC)

Las diferentes muestras presentaron valores de residuo de cocción comprendidos entre 5,28 a 5,60 g residuo /100 g pasta seca, sin encontrar diferencias significativas entre sí. Este parámetro hace referencia a los sólidos que se difunden desde la estructura de la pasta al agua de cocción y es usado comúnmente como indicador de la calidad de la pasta cocida, tanto por los consumidores como por las industrias (Tudoricâ, Kuri, & Brennan, 2002). En las pastas de sémola de trigo candeal consideradas de buena calidad, los valores de pérdida por cocción deben ser próximos a un 7 % y no deben superar el 8% (Dick & Youngs, 1988), pero desde luego, tanto las materias primas usadas, como el proceso de elaboración y el método de secado al que fueron sometidas las pastas pueden afectar cuantitativamente este parámetro. De modo que, para las muestras evaluadas, todos los residuos de cocción podrían considerarse aceptables.

III.2.2. Parámetros físicos evaluados

III.2.2.1. Textura de la pasta seca

La textura de la pasta seca cruda se evaluó en términos de fracturabilidad, la cual indica la tendencia de un material a la fractura cuando se aplica una fuerza. Para este estudio se utilizó un ensayo de compresión destructivo como se ve en la Figura 19, que muestra el perfil de fuerza en función del tiempo. A partir de estos resultados se estimó la firmeza como el pico de fuerza máxima de la curva. Todos los valores fueron normalizados por el área de contacto entre la sonda y la muestra.

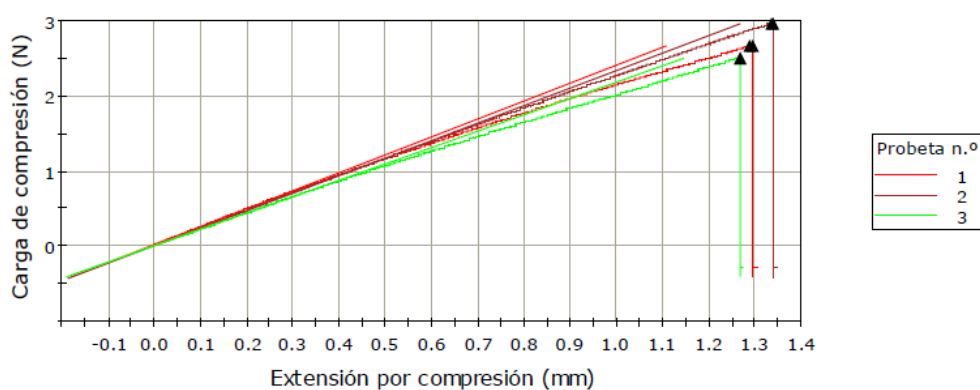


Figura 19. Perfil de fuerza en función de la distancia recorrida por la sonda.

Las características de textura de las pastas resultan esenciales en la determinación de la aceptación final por parte de los consumidores. Los resultados de firmeza de la pasta se presentan en la Figura 20 indicando que a mayor fuerza medida, menor fracturabilidad.

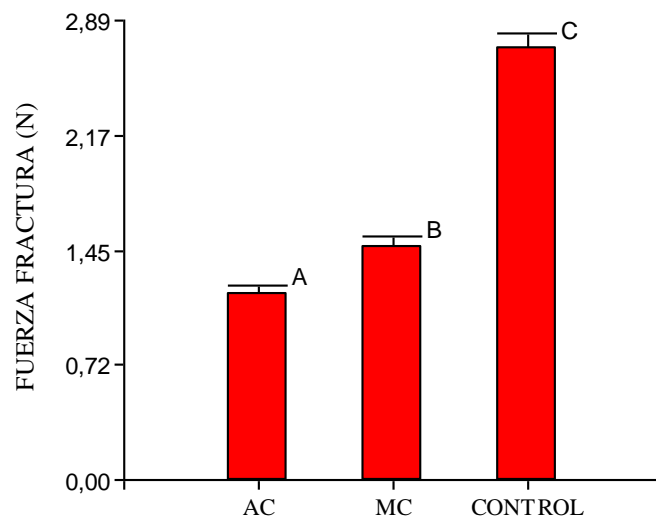


Figura 20. Firmeza de las pastas secas de las diferentes formulaciones. Valores seguidos de la misma letra dentro del mismo tiempo de cocción no presentan diferencias significativas ($p \leq 0,05$).

El análisis estadístico mostró que los valores obtenidos fueron significativamente diferentes (ANOVA, $P < 0,05$) entre las formulaciones de pasta estudiada. La pasta control presentó la mayor fuerza de fracturabilidad ($2,71 \pm 0,23$ N), seguida de la pasta con MC ($1,46 \pm 0,19$ N) y la pasta AC ($1,17 \pm 0,19$ N). La tendencia general observada es una reducción progresiva de la firmeza de la pasta a medida que se incrementa la proporción de lípidos en forma libre. La reducción en la firmeza de la pasta se puede asociar con el efecto que genera la adhesión de los lípidos a la matriz de almidón y proteína dentro de la microestructura de la pasta.

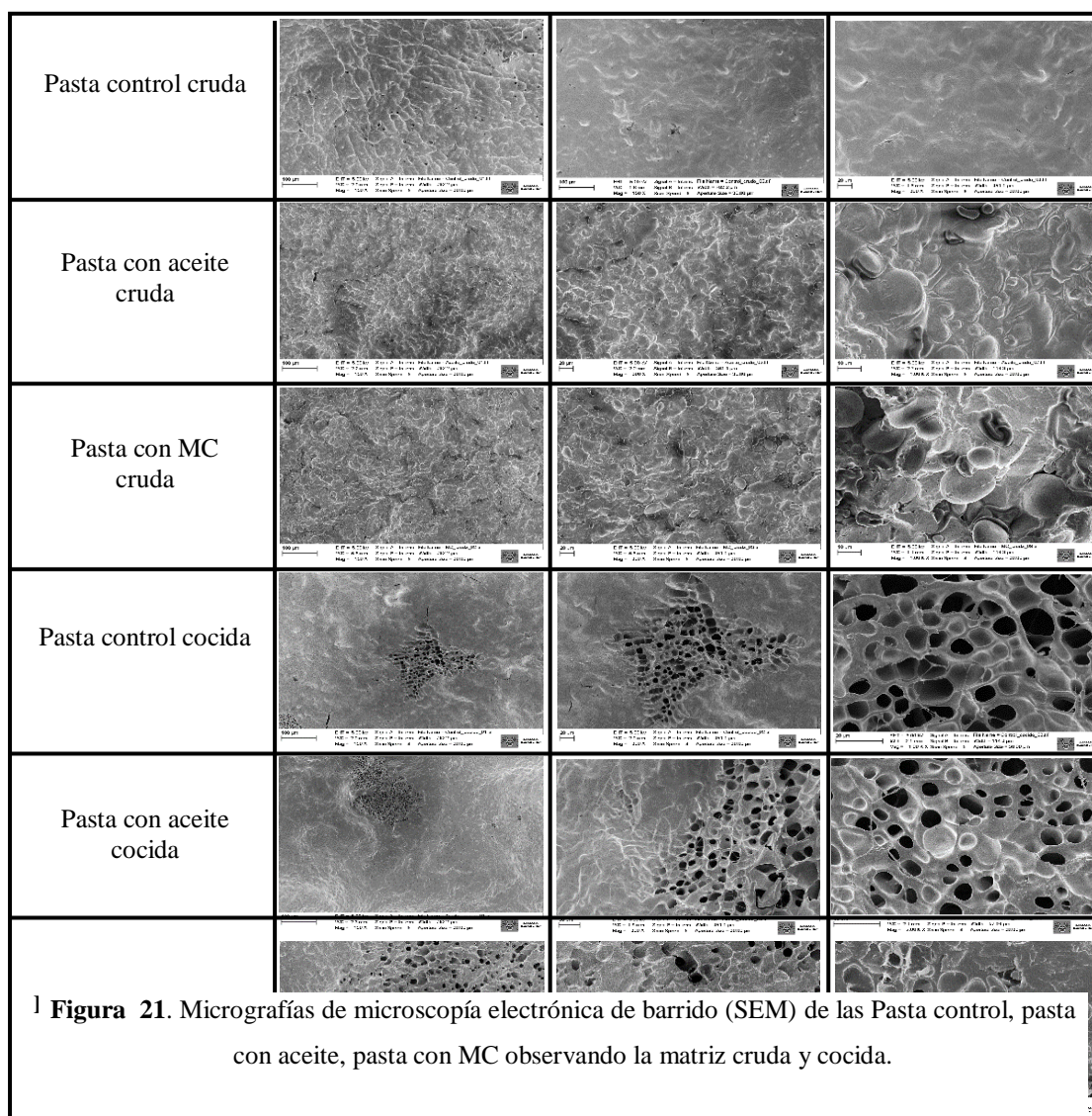
Tudoricá, Kuri, & Brennan (2002), demostraron que la adición de fibra parece interferir con la estructura de la pasta, posiblemente alterando la continuidad de la matriz proteína-almidón, disminuyendo así la firmeza de la pasta en comparación con el control. Estos resultados son similares a los obtenidos por Edwards y sus col (2003), quienes informaron que la fortificación de pasta con proteína de soja altera su estructura, lo que resulta en una reducción moderada de la firmeza de la pasta y en un aumento en las pérdidas por cocción; esto podría deberse a que la desnaturalización de las proteínas de soja expone sus grupos hidrofóbicos, anteriormente ocultos y le dan a sus proteínas la habilidad de formar puentes entre los lípidos y las interfaces acuosas del mismo modo que lo hacen los glicolípidos.

III.2.2.2. Microestructura de la pasta cruda (seca) y cocida

Microscopía electrónica de barrido

Para evaluar cualitativamente la matriz de la pasta seca tanto cruda como cocida se utilizó microscopía electrónica de barrido (SEM). En la Figura 21 se puede observar en filas las imágenes de cada formulación de las pastas en estudio.

En las pasta cruda se pueden ver gránulos de almidón tipo A y B de tamaños 10 a 20 μm y 3 a 5 μm , respectivamente, sin encontrar diferencias muy marcadas entre



las 3 pastas preparadas. En las pastas con MC, no se pueden distinguir visiblemente la presencia de éstas, debido a que su forma y tamaño coinciden con la de los gránulos tipo B, sin embargo, se puede llegar a apreciar mayor cantidad de estas formaciones,

algunas con forma no esférica, que se podría atribuir a la presencia de MC. Para mayor seguridad y con el fin de poder diferenciar las MC de los gránulos de almidón tipo B, se procedió hacer microscopía confocal con fluorescencia para poder observar el aceite teñido con rojo nilo, el cual es un colorante fluorescente específico para teñir grasas.

En las pastas cocidas, tampoco puede observarse una clara diferencia entre las muestras pero sí respecto de las pastas crudas observándose superficies más “suaves” en algunos sectores donde la presencia de gránulos de almidón es menos notoria por encontrarse hinchados. A su vez, y a diferencia de las pastas crudas, en las pastas cocidas se observan áreas “cavernosas” o “porosas” que parecen ser sectores puntuales donde se ha producido el desprendimiento de gránulos de almidón durante su cocción.

Microscopía confocal de fluorescencia

A partir de un análisis de imágenes (Figura 22) se identificó la distribución del aceite en la matriz de la pasta seca, ya sea formulado con microcápsulas o no.

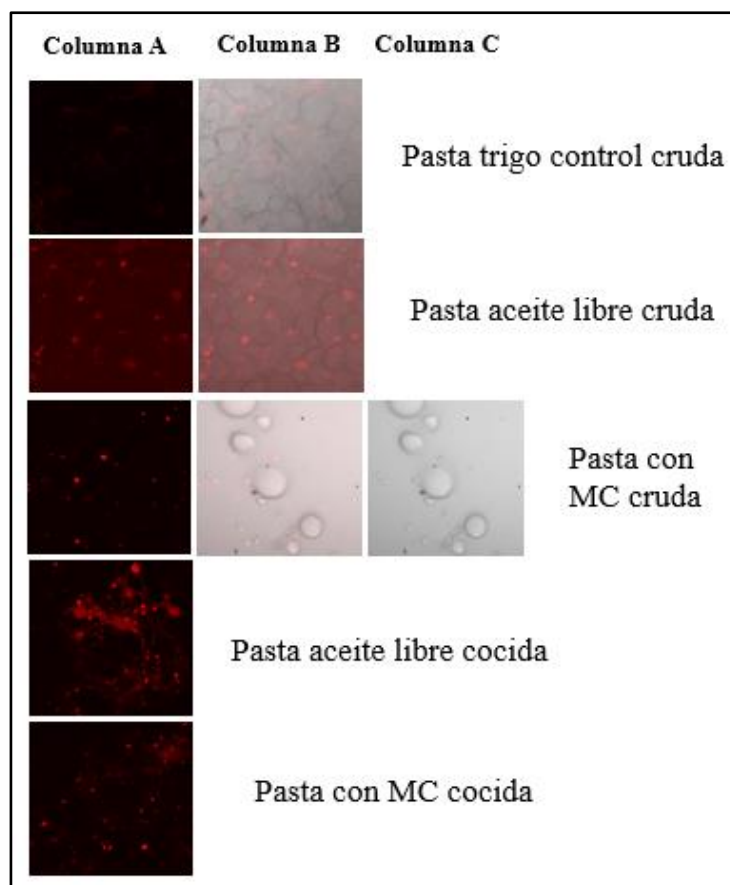


Figura 22. Micrografías de las diferentes formulaciones de pastas secas: control, con aceite y con MC crudas y cocidas. Columna A: microscopía confocal con fluorescencia, Columna B: imagen del microscopio óptico superpuesta con la de fluorescencia y columna C: microscopio óptico.

En las pastas control (sin aceite) se observa claramente la presencia de pequeñas cantidades de componentes lipídicos (procedentes de la harina de trigo) distribuidos uniformemente en la matriz en lugares donde no se observa la presencia de gránulos de almidón. En el caso de la pasta cruda que se le incorporó el aceite sin encapsular, se observa una distribución no homogénea de la fase lipídica formando estructuras amorfas de importante tamaño; mientras que en la pasta cocida se puede observar una distribución menos homogénea del aceite. En las pastas crudas con MC el aceite se encuentra distribuido en la matriz en forma de pequeñas gotas siendo estas MC visibles aún sin teñir con rojo nilo (microscopía óptica); en las pastas cocidas con MC se observa la presencia del aceite retenido y distribuido de manera uniforme y homogénea en la matriz de la pasta, con un pequeña cantidad de aceite no contenida en MC sino libre. Esta porción de aceite quizás fue liberada de las MC durante la cocción.

Resultados similares observaron Gallardo y sus colaboradores (2013) en su estudio, donde el pan fortificado con linaza presentó una distribución homogénea de las MC en su matriz pero el contenido de aceite se redujo significativamente después de la cocción.

III.2.3. Parámetros Físico – Químicos

III.2.3.1. Contenido de humedad

La importancia de la humedad en las pastas secas comerciales está directamente relacionada con la estabilidad del producto en góndola. Si bien el Código Alimentario Argentino (Art.720, CAA, 2009/10a) establece un máximo de 14% de humedad, ese valor no asegura la inocuidad microbiológica del producto, de modo que en la industria de las pastas se trabaja con valores inferiores a 12 a 12,5%.

Es importante mencionar que, durante la mezcla de las diferentes formulaciones, la hidratación se mantuvo entre 29% y 32% para evitar dificultades en la extrusión. Obteniendo al final de la mezcla una textura granular (trozos de 2-3 mm de diámetro) de masa. Posteriormente, la masa pasó por los procesos de extrusión y secado para poder analizar el contenido de humedad de las pastas estudiadas en el presente trabajo.

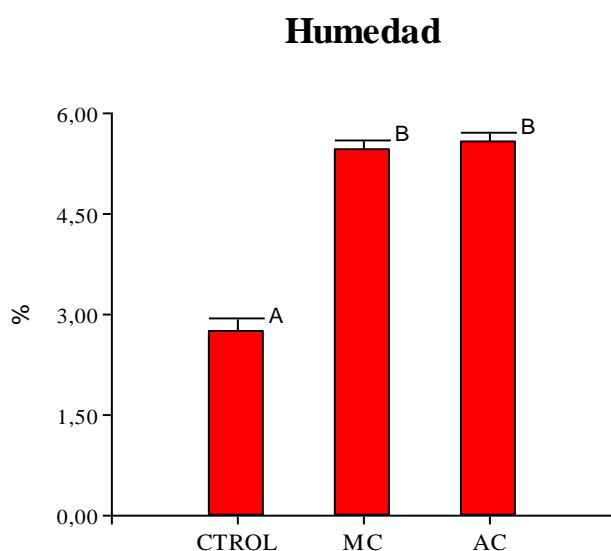


Figura 23. Porcentaje de humedad final de las diferentes formulaciones de pastas secas. Valores seguidos de la misma letra no presentan diferencias significativas ($p \leq 0,05$).

En la Figura 23 se puede observar que la pasta control fue la que presentó el menor porcentaje de humedad (2,73 %), diferenciándose significativamente de las pastas MC y AC que reflejaron valores de 5,45 % y 5,55 %, respectivamente. Según el estudio de Bustos, Pérez, & Leon (2015), una pasta seca de buena calidad no debe de pasar el 12 % de humedad, con lo cual se corroboró que la humedad de las pastas obtenidas está dentro de los lineamientos de calidad.

III.2.3.2. Calidad química del aceite

La oxidación de lípidos tal como se describió en el Capítulo I, es uno de los procesos de deterioro más importantes para la industria alimentaria, ya que imparte sabores y aromas indeseables, compromete la calidad nutricional de los productos que los contienen y conduce a la producción de compuestos tóxicos, limitando su vida útil. Esto es relevante cuando los sustratos lipídicos se componen de ácidos grasos insaturados o poliinsaturados sensibles a la oxidación. Para estudiar este efecto, se determinaron los HPV de las pastas en estado crudo y cocido.

Tabla 5. Valores de índice de peróxido (HPV) del aceite contenido en cada una de las 2 formulaciones de pastas secas enriquecidas antes y después de su cocción.

Formulación	IP	
	Pasta Cruda	Pasta Cocida
Pasta con MC	0,48 ± 0,1 ^{aa}	0,68 ± 0,02 ^{aa}
Pasta con aceite libre	1,14 ± 0,1 ^{bb}	3,31 ± 0,3 ^{cc}

Para cada columna, valores promedio ± DS (n=4) seguidos de letras idénticas no difieren significativamente entre sí (p ≥ 0,05).

En la Tabla 5 se puede observar detenidamente que las pastas secas crudas con MC presentaron un HPV de 0,48 meq O₂/kg de aceite, cuyo valor es mucho menor al obtenido en las pastas con aceite no encapsulado (1,14 meq O₂/kg aceite), evidenciando el efecto protector de las microcápsulas durante el proceso de elaboración del producto, principalmente, extrusión y secado, durante los cuales se podría inducir al deterioro del aceite de chía. Verardo y otros (2009), evaluaron la oxidación lipídica en spaguetti enriquecido con AGP n-3 MC (origen marino), y

obtuvieron valores de HPV de 8,5 y 5,8 meq O₂ / kg de aceite en spaghetti control y spaghetti enriquecido respectivamente.

Luego de la cocción de las pastas se demuestra que efectivamente la microcápsula ejerce un fuerte efecto protector sobre el aceite de chía viéndose este efecto aún más marcado aún luego de la cocción de las pastas. Esta cocción afecta negativamente la calidad química del aceite cuando el mismo se encuentra libre en la matriz del alimento y en mucha menor medida cuando el aceite se encuentra encapsulado. Los mayores valores de HPV se obtienen en las pastas AC (3,31 meq O₂/kg aceite); mientras que las pastas con MC presentaron valores significativamente más bajos (0,68 meq O₂/kg aceite).

Los valores de HPV obtenidos para las diferentes formulaciones de pastas secas antes y después de su cocción, se encuentran entre 0,48 y 3,31 meq O₂/kg aceite. Estos valores se encuentran dentro del límite inferior comparado con los índices de diferentes aceites que establece el CAA. Aunque el CAA no especifica la descripción de aceite de chía, los valores del rango expuesto de IP en este trabajo están muy por debajo de los máximos de todos los aceites, lo que indica que es apto para su consumo en relación a su nivel de oxidación.

III.2.4. Digestibilidad

Una vez que se estudió la calidad tecnológica de las pastas y la estabilidad oxidativa de los aceites contenidos en ellas, se midió la digestibilidad de las pastas para determinar la cantidad de aceite disponible para ser absorbido por el organismo luego de la digestión gastro-intestinal. Para esto, las pastas se trataron con fluidos gástricos e intestinales simulados a 37 °C. Los aceites liberados fueron extraídos y cuantificados gravimétricamente. A partir de este procedimiento, se determinó que el $85,35 \pm 0,10$ y $56,57 \pm 0,20$ % del aceite originalmente contenido en las pastas AC y MC, respectivamente se liberaría y estaría disponible para su absorción en el intestino después de su paso por el tracto gastrointestinal. La menor cantidad de aceite disponible procedente de las pastas MC podría deberse a que la matriz de la microcápsula dificulte la liberación del mismo.

III.2.5. Estimación de la vida útil del producto

La Figura 24 muestra la evolución del HPV vs el tiempo de almacenamiento para las pastas MC y AC envasadas en atmósfera modificada (N₂) y sin modificar (aire).

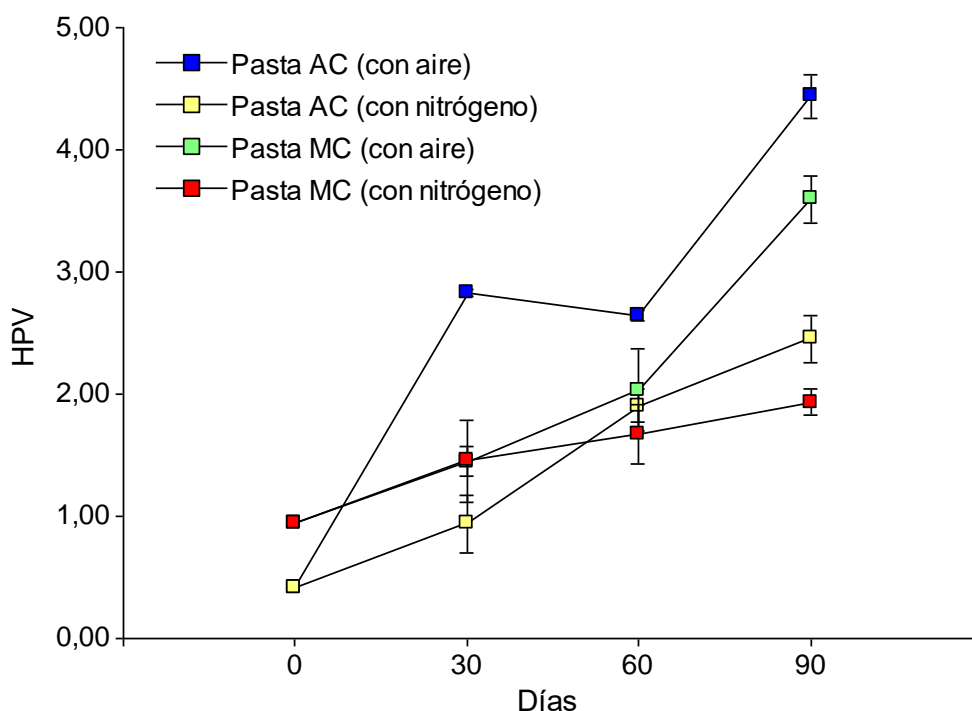


Figura 24. Vida útil de las pastas secas con y sin microcápsulas envasadas en atmósfera modificada con Nitrógeno y con aire.

Las pastas MC envasadas en atmósfera modificada presentaron la mayor estabilidad oxidativa, presentando un valor de HPV al día 90 de $1,94 \pm 0,11$ meq O₂/kg aceite. Las pastas AC envasadas sin atmósfera modificada presentaron la menor estabilidad oxidativa ($4,44 \pm 0,18$ meq O₂/kg aceite al día 90). Por otro lado, el gráfico demuestra que la atmósfera modificada ejerce un efecto protector adicional sobre la matriz lipídica potenciando el efecto protector del material de pared de las MC. Un estudio publicado por Verardo y otros (2009), demuestran que la oxidación de lípidos en espagueti fortificados con AGPI-CL n-3 se ve afectada por las condiciones de almacenamiento más que por la integración de lípidos al producto. En este estudio, el almacenamiento afectó marcadamente la vida útil donde el HPV en spaghetti

enriquecidos aumentó de 7,1 a 43,4 meq O₂ / kg de aceite bajo exposición a la luz durante 12 meses.

CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES

En el presente trabajo de tesis se logró microencapsular aceite de chía utilizando aislado de proteína de soja como material de pared mediante los métodos de liofilización, secado por atomización e impregnación. Las microcápsulas formadas fueron caracterizadas en función de su estabilidad oxidativa encontrándose que los aceites microencapsulados mediante el método de liofilización se destacaron con valores de índice de peróxidos bajos (0,42 meq O₂/kg aceite)

Se logró desarrollar pastas secas enriquecidas con aceite de chía (fuente de omega-3) que cumplen con los parámetros de calidad tecnológicos, físicos y químicos, definidos para las pastas secas comerciales. Además, estas pastas presentaron porcentajes de humedad menores al 12% cumpliendo con los parámetros establecidos en la industria.

Las pastas AC presentaron una mayor liberación del aceite en condiciones gastrointestinales simuladas respecto a las pastas con MC, esto podría deberse a que la matriz de la microcápsula dificulta la liberación del mismo.

Se pudo demostrar el efecto protector que ejerce las microcápsulas (menores valores de HPV) sobre el aceite de chía, siendo este efecto aún más marcado luego de la cocción de las pastas. Se observó que el proceso de cocción afecta negativamente la calidad química del aceite y este hecho se intensifica cuando el aceite se encuentra libre en la matriz del alimento.

Las pastas MC envasadas en atmósfera modificada presentaron la mayor estabilidad oxidativa. La atmósfera modificada ejerce un efecto protector adicional sobre la matriz lipídica potenciando el efecto protector del material de pared de las MC.

Los resultados demuestran que, la incorporación de aceite de chía, fuente de omega-3, microencapsulado a un alimento tipo “pasta seca” resulta un medio eficaz para proteger al aceite de la potencial oxidación producto de las condiciones de

procesamiento y almacenamiento del alimento. A su vez, las pastas cumplieron con los parámetros de calidad tecnológica definida para las pastas comerciales.

BIBLIOGRAFÍA

- Ahn, J., Kim, Y., Seo, E., Choi, Y., & Kim, H. (2008). Antioxidant effect of natural plant extracts on the microencapsulated high oleic sunflower oil. *Journal of Food Engineering*, 84, 327–334.
- Almeida, A., Rodríguez-Rojo, S., Serra, A., Vila-Real, H., & Simplicio, A. (2013). Microencapsulation of oregano essential oil in starch-based materials using supercritical fluid technology. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 20, 140-145.
- AOCS. (2009). Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society. (5, Ed.) *AOCS Press, Champaign, IL, USA*(15).
- Arterburn, L. M., Hall, E., & Oken, H. (2006). Distribution, Interconversion, and Dose Response of n-3 Fatty Acids in Humans. *Am J Clin Nutr*, 83, 1467S-1476S.
- Ashwell, M. (2004). Conceptos Sobre los Alimentos Funcionales. *International Life Sciences Institute*.
- Astray, G., Majuto, J., Rial, R., González, C., & Simal, J. (2009). A review on the use of cyclodextrins in foods. *Food Hydrocolloids* 23(7), 1631-1640.
- Astrup, A., Dyerberg, J., Elwood, P., Hermansen, K., Hu, F., Jakobsen, M., . . . Willett, W. C. (2011). The role of reducing intakes of saturated fat in the prevention of cardiovascular disease: where does the evidence stand in 2010? *The American Journal of Clinical Nutrition*(93(4)), 684-684.
- Badui D., S. (2006). *Química de los alimentos*. México: Pearson Educación de México.
- Balk, E., Lichtenstein, A., Chung, M., Kupelnick, B., Chew, P., & Lau, J. (2006). Effects of omega-3 fatty acids on serum markers of cardiovascular disease risk: a systematic review. *Atherosclerosis*, 189, 19-30.
- Belitz, H. D., & Grosch, W. (1997). *Química de los alimentos. Segunda edición*. Editorial Acibia, S.A.

- Bertucco, A., & Vetter, G. (2001). High Pressure Process Technology: Fundamentals and Applications. *Industrial Chemistry Library*, 9.
- Boh, B., & Sumiga, B. (2008). Microencapsulation technology and its applications in building construction materials. *RMZ- Materials and Geoenvironment*, 55(3), 329-344.
- Brennan, C. S., Kuri, V., & Tudorica, C. M. (2004). Inulin-enriched pasta: effects on effects on textural properties and starch degradation. *Food Chemistry*, 86, 189-193.
- Brunnel, C., Pareyt, B., Brijs, K., & Delcour, J. (2010). The impact of the protein network on the pasting and cooking properties of dry pasta products. *Food Chemistry*, 120, 371–378.
- Bustos, M. C., Perez, G. T., & León, A. E. (2011). Sensory and nutritional attributes of fibre-enriched pasta. *LWT - Food Science and Technology*, 44, 1429-1434. doi:10.1016/j.lwt.2011.02.002
- Bustos, M. C., Pérez, G. T., & León, A. E. (2015). Structure and quality of pasta enriched with functional 1 ingredients. *Royal Society of Chemistry Advances*, 5(39), 30780-30792.
- Cal, K., & Sollohub, K. (2010). Spray drying technique. I: Hardware and process parameters. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 99(2), 575-586.
- Calvo, P., Castaño, Á., Hernández, M., & González, D. (2011). Effects of microcapsule constitution on the quality of microencapsulated walnut oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 113, 1273–1280.
- Carrillo, M. L. (2013). Lifetime food. *Revista Iberoamericana de las Ciencias Biológicas y Agropecuarias*, 2(3).
- Charm, S. (2007). Food Engineering applied to accommodate Food Regulations, quality and testing. *Ciencia e Ingeniería en Alimentos*, 16, 5-8.

- Choi, S., Kim, K., Hanna, M., Weller, C., & Kerr, W. (2003). Molecular dynamics of soy-protein isolate films plasticized by water and glycerol. *Journal of Food Science*, 68, , 2516-2522.
- Cocero, M., Martín, Á., & Mattea, F. (2009). Encapsulation and co-precipitation processes with supercritical fluids: Fundamentals and applications. *Journal of Supercritical Fluids*, 47, 546-555.
- Código Alimentario de Argentina (CAA). (2017). *Código Alimentario de Argentina. Capítulo IX. Artículos 643 al 766 - Alimentos Farináceos - Cereales, Harinas y Derivados.*
- Comin, L. T. (2012). *The Journal of Supercritical Fluids*, 61 , 221-228.
- Davidov-Pardo, G., Rocchia, P., Salgado, D., León, A., & Pedroza-Islas, R. (2008). Utilization of different wall materials to microencapsulate fish oil. Evaluation of its behavior in bread products. *American Journal of Food Technology*, 3, 384–393.
- Daydé, J. (2000). Mejoramiento Varietal de la Soja para la Valorización de sus Proteínas en Alimentación Humana. *Aceites y Grasas*, 391-395.
- Desai, K., & Park, J. (2005). Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. *Drying Technology*, 23(7), 1361–1394.
- Dick, J., & Youngs, V. (1988). Evaluation of durum wheat, semolina and pasta in the United States. En G. Fabriani, & C. Lintas, *Durum Wheat Chemistry and Technology*. (Vol. 60, págs. 237-248).
- Domínguez, L., & Parzanese, M. (2013). *Tecnologías para la Industria Alimentaria Fluidos supercríticos*. Obtenido de Alimentos Argentinos: http://www.alimentosargentinos.gob.ar/contenido/sectores/tecnologia/Ficha_01_Fluidos.
- Drusch, S., & Berg, S. (2008). Extractable oil in microcapsules prepared by spray-drying: localisation, determination and impact on oxidative stability. *Food Chem.* 109, 17-24.

- Dubois, V., Breton, S., Linder, M., & Fanni, J. (2007). Fatty acid profiles of 80 vegetable oils with regard to their nutritional potential. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 109, 710–732.
- Edwards, N., Mulvaney, S., Scanlon, M., & Dexter, J. (2003). Role of gluten and its components in determining durum semolina dough viscoelastic properties. *Cereal Chemistry*, 80, 755–763.
- Espada, C., Berra, M., Martínez, M., A., E., & Pasqualini, M. (2007). Effect of Chia oil (*Salvia Hispanica*) rich in omega-3 fatty acids on the eicosanoid release, apoptosis and T-lymphocyte tumor infiltration in a murine mammary gland adenocarcinoma. *Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids*, 77, 21-28.
- Estevinho, B., Rocha, F., Santos, L., & Alves, A. (2013). Microencapsulation with chitosan by spray drying for industry applications - A review. *Trends in Food Science and Technology*, 31(2), 138–155.
- Estruch, R., Ros, E., Salas-Salvadó, J., Covas, M. I., Corella, D., Arós, F., . . . otros, y. (2013). Primary Prevention of Cardiovascular Disease with a Mediterranean Diet. *N Engl J Med*, 368, 1279-1290.
- Frankel, E. N. (2005). *Lipid Oxidation*. Ed. The Oily Press, Bridgewater, UK.
- Fuad, T., & Prabhasankar, P. (2010). Role of ingredients in pasta product quality: a review on recent developments. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 50(8), 787-98.
- Gallardo, G., Guida, L., Martinez, V., López, M., Bernhardt, D., Blasco, R., . . . Hermida, L. (2013). Microencapsulation of linseed oil by spray drying for functional. *Food Research International*, 52, 473–482.
- Galli, C., & Marangoni, F. (2006). N-3 fatty acids in the Mediterranean diet. *Prostaglandins Leukot. Essent. Fat. Acids* 75, 129–133.

- Garg, M. L., Wood, L. G., Singh, H., & Moughan, P. J. (2006). Means of delivering recommended levels of long chain n-3 polyunsaturated fatty acids in human diets. *Journal of Food Science*, 71(5), R66-R71.
- Gennadios, A., Weller, C. L., & Testin, R. (1993). Temperature effect of oxygen permeability of edible protein-based films. *Journal of Food Science*, 58, 212-214.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40(9), 1107–1121.
- Ghosh, S. (2006). Functional coatings by polymer microencapsulation, wiley-VCH. *Weinheim*.
- Gibbs, B., Kermasha, S., Alli, I., & Mulligan, C. (1999). Encapsulation in the food industry: A review. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*(50), 213-224. doi:0963-7486 /99/030213-12
- González, A., & Alvarez, C. (2013). Soy protein e Poly (lactic acid) bilayer films as biodegradable material for active food packaging. *Food Hydrocolloids*, 33, 289-296.
- González, A., Martínez, M. L., Paredes, A. J., León, A. E., & Ribotta, P. D. (2016). Study of the preparation process and variation of wall components in chia (*Salvia hispanica* L.) oil microencapsulation. *Powder Technology* 301, 868–875.
- González, A., Martínez, M., Paredes, A., Ribotta, P., & León, A. (2014). Utilización de proteínas de soja como material de pared para la obtención de aceite de chía microencapsulado. *V Congreso Internacional de Ciencia y Tecnología de los Alimentos, Córdoba, Argentina*, 94-105.
- Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M., Tomar, S., Arora, S., Sabikhi, L., & Singh, A. (2015). Development and physico-chemical characterization of

microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. *Powder Technology*, 286, 527-537.

Guilbert, S., Gontard, N., & Cuq, B. (1995). Technology and applications of edible protective films. *Packaging Technology and Science*, 8, 339-346.

Heldman, D., & Hartel, R. (1997). Principles of food processing.

Hermida, L., & Gallardo, G. (2015). Food Applications of Microencapsulated Omega-3 Oils. Microencapsulation and Microspheres for Food Applications. *Elsevier Inc.*, 3, 271–300. doi:10.1016/B978-0-12-800350-3.00018-2

Ixtaina, V. Y., Nolasco, S. M., & Tomás, S. M. (2012). Oxidative Stability of Chia (*Salvia hispanica* L.) Seed Oil: Effect of Antioxidants and Storage conditions. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 89, 1077-1090.

Jung, J., & Perrut, M. (2001). Particle design using supercritical fluids: Literature and patent survey. *Journal of Supercritical Fluids*, 20(3), 179-219.

Kanawija, S., Pathania, V., & Singh, S. (1992). Microencapsulation of enzymes, microorganisms and flavours and their applications in foods. *Indian Dairyman* 44, 280–287.

Keogh, M., O'Kennedy, B., Kelly, J., Auty, M. A., Kelly, P. M., Fureby, A., & Haahr, A. (2001). Stability to Oxidation of Spray-Dried Fish Oil Powder Microencapsulated Using Milk Ingredients. *J. Food Sci.* 66, 66, 217-224. doi:10.1111/j.1365-2621.2001.tb11320.x

Kim, E., Chen, X., & Pearce, D. (2002). Surface characterization of four industrial spray-dried dairy powders in relation to chemical composition, structure and wetting property. *Colloids Surf. B Biointerfaces.*, 26.

Klaypradit, W., & Huang, Y. (2008). Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer, LWT. *Food Sci. Technol*, 41, 1133–1139.

Kolanowski, W., Jaworska, D., & Weißbrodt, J. (2007). Importance of instrumental and sensory analysis in the assessment of oxidative deterioration of omega-3

- long-chain polyunsaturated fatty acid-rich foods. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87, 181-191.
- Maestri, D. (2010). Non-traditional oily crops from arid and semiarid regions. En M. Tomás, *Advances in Fats and Oils Research* (págs. 99-133).
- Marchylo, A. B., & Dexter, J. E. (2001). Pasta production. . *Cereals processing technology*, 109–130.
- Martínez. (2010). Tesis: Utilización de pastas como alimentos funcionales. *Departamento de Ciencias Biológicas, Facultad de Ciencias Exactas - Universidad Nacional de La Plata*.
- Martínez, M. L., Marín, M. A., Gili, R. D., Penci, M. C., & Ribotta, P. D. (2017). Effect of defatted almond flour on cooking, chemical and sensorial properties of gluten-free fresh pasta. *International Journal of Food Science and Technology* 2017, 1-8.
- Martínez, M. L., Penci, M. C., Marin, M., Ribotta, P., & Maestri, D. (2013). Screw press extraction of almond (*Prunus dulcis*(miller) D.A. Webb): Oil recovery and oxidative stability. *Journal of Food Engineering*, 119, 40-45.
- Martínez, M., & Maestri, D. (2015). *Aceites vegetales no tradicionales. Guía para la producción y evaluación de la calidad* (Vol. 1). Buenos Aires, Argentina : Editorial Brujas .
- Martínez, M., Curti, M., Rocchia, P., Llabot, J., Penci, M., Bodoira, R., & Ribotta, P. (2015). Oxidative stability of walnut (*Juglans regia* L.) and chia (*Salvia hispanica* L.). *Powder Technology*, 270, 271-277.
- Martínez, M., Marin, M., Salgado, C., Revol, J., Penci, M., & Ribotta, P. (2012). Chia (*Salvia hispanica* L.) oil extraction: Study of processing parameters. *LWT - Food Science and Technology*, 47, 78-82.
- Martínez, M., Rocchia, P., Llabot, M. P., Marin, M., Ribotta, P., & Maestri, D. (2012). Effect of Rosemary Extract on Walnut Oil (*Juglans Regia* L.) oxidative

- Stability Microencapsulated by Spray Drying. (E. L. A, P. R, B. N, & P. G. Córdoba., Edits.) *IV Congreso Internacional Ciencia y Tecnología de los Alimentos: libro de trabajos completos: microbiología, nutrición, educación*, 178-185.
- Mesa, M. D., Aguilera, C. M., Gutiérrez, J., Ramírez, M., & Gil, H. A. (2005). Lípidos como alimentos funcionales. En O. A. Juárez M, *Alimentos Funcionales* (págs. 215-279). Madrid: Fundación Española para la Ciencia y la Tecnología.
- Muñoz, J., Alfaro, M., & Zapata, I. (2007). Avances en la formulación de emulsiones. *Grasas y Aceites*, 58(1), 64-73.
- Nesterenko, A., Alric, I., Silvestre, F., & Durrieu, V. (2013). Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. *Industrial Crops and Products*, 42,, 469–479.
- Nesterenko, Alric, F., Silvestre, V., & Durrieu, V. (2012). Influence of soy protein's structural modifications on their microencapsulation properties: α -tocopherol microparticle preparation. *Food Research International*, 48, 387–396.
- Organización Internacional de Pastas (IPO). (2012). Obtenido de <http://www.internationalpasta.org/index.aspx?idsub=151>
- Petitot, M., Brossard, C., Barron, C., Larré, C., Morel, M. H., & Micard, V. (2009). Modification of pasta structure induced by high drying temperatures. Effects on the in vitro digestibility of protein and starch fractions and the potential allergenicity of protein hydrolysates. *Food Chemistry*, 116(2), 401–412.
- Poshadri, A., & Kuna, A. (2010). Microencapsulation technology: a review. *J.Res. ANGRAU*, 38(1), 86-102.
- Ré, M. I. (1998). Microencapsulation by Spray Drying. . *Drying Technology: An International Journal*, 16(6), 1195–1236.

- Riediger, N., Othman, R., Suh, M., & Moghadasian, M. (2009). A systemic review of the roles of n-3 fatty acids in health and disease. *Journal of the American Dietetic Association*(109), 668-679.
- Rodríguez-Rojo, S., Martín, A., & Cocero, M. J. (2013). Encapsulation methods with supercritical carbon dioxide: Basis and applications. *Vikas Mittal*, 391-424.
- Serfert, Y., Drusch, S., & Schwarz, K. (2009). Chemical stabilisation of oils rich in long-chain polyunsaturated fatty acids during homogenisation, microencapsulation and storage. *Food Chemistry*, *113*, 1106–1112.
- Silva, E., Sagis, L., Linden, E. v., & Scholten, E. (2013). Effect of matrix and particle type on rheological, textural and structural properties of broccoli pasta and noodles. *Journal of Food Engineering*, *119*, 94-103.
- Simopoulos, A. P. (2002). The importance of the ratio of omega-6/omega-3 essential fatty acids. *Biomed. Pharmacother.*, *56*, 365–379.
- Sobel, R., Versic, R., & Gaonkar, A. G. (2014). Introduction to Microencapsulation and Controlled Delivery in Foods. En N. V. A.G. Gaonkar, *Microencapsulation in the Food Industry*. (págs. 3-12). USA. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-404568-2.00001-7>
- Sozer, N. (2009). Rheological properties of rice pasta dough supplemented. *Food Hydrocoll*, *23*, 849-855.
- Strasser, S., Neureiter, M., Geppl, M., Braun, R., & Danner, H. (2009). Influence of lyophilization, fluidized bed drying, addition of protectants, and storage on the viability of lactic acid bacteria. *J App Microbiol*, *107*, 167-177.
- Tang, X., & Pikal, M. (2004). Design of Freeze-Drying Processes for Pharmaceuticals: Practical Advice. *Pharmaceutical Research*, *21*(2), 191-200.
- Thies, C. (1996). A survey of microencapsulation processes. *Microencapsulation: Methods and Industrial Applications.*, 1-19.

- Tudoricâ, C. M., Kuri, V., & Brennan, C. (2002). Nutritional and physicochemical characteristics of dietary fiber enriched pasta. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 347-356.
- Valenzuela, A., Sanhueza, J., & Garrido, A. (1999). Ácidos Grasos Poliinsaturados de Cadena Larga n-3: cuándo y por qué es necesaria la suplementación con estos ácidos grasos. *Grasas y Aceites*, 35, 294-299.
- Varona, S., Rodríguez-Rojo, S., Martín, Á., Cocero, M. J., & Duarte, C. M. (2011). Supercritical impregnation of lavandin (*Lavandula hybrida*) essential oil in modified starch. *Journal of Supercritical Fluids*, 58, 313–319.
- Vasisht, N. (2014). Factors and Mechanisms in Microencapsulation. En N. V. A.G. Gaonkar, *Microencapsulation in the Food Industry*. (págs. 15-24). doi:<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-404568-2.00002-9>
- Verardo, V., Ferioli, F., Riciputi, Y., Lafelice, G., Marconi, E., & Caboni, M. F. (2009). Evaluation of lipid oxidation in spaghetti pasta enriched with long chain n-3 polyunsaturated fatty acids under different storage conditions. *Food Chemistry*, 114, 472–477.
- Vuksan, V., Whitham, D., Sievenpiper, J. L., Jenkins, A. L., Rogovik, A. L., Bazinet, R. P., . . . Hanna, A. (2007). Supplementation of conventional therapy with the novel grain Salba (*Salvia hispanica* L.) improves major and emerging cardiovascular risk factors in type 2 diabetes: results of a randomized controlled trial. *Diabetes Care*, 30, 2804-2810.