

## Introducción y Objetivos

En la actualidad el empleo de los aceites de pescado está teniendo una gran importancia debido a su alto contenido en ácidos grasos  $\omega$ -3, sustancias que juegan un papel fundamental como componentes de las membranas celulares en el cerebro, la retina y otros órganos, siendo necesarios para su buen funcionamiento [1]. Ello ha llevado al interés en su incorporación a formulaciones sólidas y semisólidas, cuyos elevados contenidos en DHA y EPA ( $\omega$ -3) resultarían adecuadas como nutracéuticos o adyuvantes terapéuticos. Sin embargo, el desarrollo de éstas se enfrenta a la problemática relacionada con su estabilidad, que conlleva su oxidación y la producción de productos altamente volátiles [2] de característico mal olor y sabor.

El objetivo de este trabajo se centra en evaluar la utilidad de la adición de ciclodextrinas en los sistemas semi-sólidos que contienen aceite de pescado, para modular su estabilidad y características reológicas [3].

## Materiales y Métodos

### Materiales

El aceite de pescado rico en  $\omega$ -3 como fase orgánica (O), ha sido proporcionado por la empresa Biomega S.L, se almacenó en nevera a una temperatura de 5°C. Como fase acuosa se emplearon disoluciones de ciclodextrinas alfa (CD $\alpha$ ) y beta (CD $\beta$ ), maltodextrina (MD) y alginato 155 (Alg<sub>-155</sub>).

### Métodos

- Diseño experimental balanceado para 5 variables (Software DataForm<sup>®</sup> v3.1, Intelligensys Ltd, UK).
- Variabes o inputs cantidad de: O, CD $\alpha$ , CD $\beta$ , MD y Alg<sub>-155</sub>.
- Preparación de 18 sistemas semi-sólidos.
- Modelización de la base de datos mediante FormRules<sup>®</sup> v4.03.
- Caracterización de las propiedades organolépticas y reológicas mediante el empleo de PT&GC-MS y Texturómetro TA TX plus.

### Preparación sistemas semi-sólidos



1) Fase Acuosa (W):  
Disolución CD (agitación 300rpm 45s)  
Adición dispersión de Alg<sub>-155</sub> y/o MD de concentración adecuada.

2) Fase Oleosa (O):  
Se incorpora a W la proporción necesaria  
Elevando la velocidad hasta 1300rpm durante 1,5 min adicionales.

Homogenizador

### Caracterización de las propiedades organolépticas



PT&GC-MS

### Caracterización de las propiedades texturométricas



Texturómetro TA TX plus

Cuantificación de volátiles: 1-penten-3-ona, hexanal, octanal, y heptanal, olores característicos a rancio, plástico e incluso olor a quemado.

Patrón Interno: 2-heptanona.

Parámetros de análisis: tiempo de purga, 20 min, T<sup>º</sup> muestra, 60°C y el flujo de la purga, 40 mL/min. El horno para el análisis GS-MS está programado con un gradiente de temperatura de 35°C a 200°C y una rampa de 10°C/min durante 30 min.

Evaluación de la dureza, adhesión y cohesión de las formulaciones semi-sólidas.

Se registraron las curvas de tres ciclos a una velocidad de 1mm/s con una distancia de penetración de 5mm aplicando una fuerza de activación de 0.02N.

Tabla 1. Composición de las formulaciones estudiadas, para un volumen total O+W de 50ml.

Muestras	O (ml)	Cd $\alpha$ (g)	CD $\beta$ (g)	Alg <sub>-155</sub> (mg)	MD (mg)
1	25.00	-	10.50	25	300
2	37.50	9.00	9.00	19	225
3	12.50	3.00	-	13	150
4	25.00	9.00	9.00	25	300
5	37.50	10.50	-	19	225
6	12.50	-	3.00	13	150
7	37.50	-	3.00	13	300
8	12.50	9.00	9.00	25	225
9	25.00	10.50	-	19	150
10	37.50	3.00	-	19	150
11	25.00	5.25	5.25	13	300
12	12.50	-	18.00	25	225
13	37.50	-	3.00	13	150
14	25.00	10.50	-	25	300
15	12.50	9.00	9.00	19	225
16	12.50	3.00	-	13	300
17	25.00	-	18.00	25	225
18	37.50	5.25	5.25	19	150

## Resultados y discusión

Tabla 2. Inputs que explican la variabilidad de los diferentes parámetros evaluados y valores indicativos de predictabilidad (R<sup>2</sup>) y significación (ANOVA) de los modelos. La variables con mayor efecto están en **negrita**.

Output	Submodelos	Inputs de FormRules	R <sup>2</sup>	f calculado	Grados de libertad	f crítico para p<0.05
1-penten-3-ona	Submodelo 1	<b>O (%)</b> ×CD $\alpha$ (%)	94.67	4.85	11 y 3	8.76
	Submodelo 2	Alg <sub>-155</sub> (%)				
Hexanal	Submodelo 1	<b>O (%)</b> ×Alg <sub>-155</sub> (%)	75.32	4.36	7 y 10	3.13
	Submodelo 2	CD $\alpha$ (%)				
Heptanal	Submodelo 1	<b>O (%)</b> ×Alg <sub>-155</sub> (%)	82.41	4.16	9 y 8	3.39
Octanal	Submodelo 1	<b>O (%)</b> ×Alg <sub>-155</sub> (%)×CD $\beta$ (%)	98.67	9.28	8 y 1	238.90
Dureza	Submodelo 1	<b>O (%)</b> ×CD $\alpha$ (%)	91.60	19.99	6 y 11	3.09
	Submodelo 2	CD $\beta$ (%)				
Adhesión	Submodelo 1	<b>CD<math>\beta</math>(%)</b> ×MD (%)	95.48	11.52	11 y 6	4.03
	Submodelo 2	<b>O (%)</b> ×CD $\alpha$ (%)				
Cohesión	Submodelo 1	<b>O (%)</b> ×CD $\alpha$ (%)	87.42	12.74	6 y 11	3.09

- FormRules<sup>®</sup> modelizó satisfactoriamente los outputs estudiados en función de la composición de los sistemas. La predictibilidad de los modelos fue siempre elevada (>75%) .
- La mayoría de los modelos muestran f críticas inferiores a las f calculadas, lo que es indicativo de que son estadísticamente significativos.
- El análisis de las reglas SI ...ENTONCES obtenidas por FormRules<sup>®</sup> permiten afirmar que:
  - ✓ La concentración de los compuestos volátiles que se desprenden de las formulaciones es modulable con su composición.
  - ✓ La adición de CD $\alpha$  modula la concentración de 1-penten-3-ona y de hexanal y la de CD $\beta$  modula la concentración de octanal. La diferencia de tamaño molecular entre estos productos indica que la incorporación de los ácidos grasos en las CDs se produce de formas diferentes, pero ambas CD protegen de la degradación.
  - ✓ La incorporación de alginato Alg<sub>-155</sub> reduce la cesión de compuestos volátiles por la formulación.
  - ✓ A las concentraciones utilizadas en el estudio, la adición de MD no altera la eliminación de compuestos volátiles.
  - ✓ Las propiedades texturométricas de las formulaciones están condicionadas por la composición; por la relación fase oleosa/fase acuosa y, en particular por los porcentajes de CDs y MD empleados que condicionan la dureza, la adhesión y la cohesión de los sistemas semi-sólidos.

## Conclusiones

- Se ha desarrollado la metodología analítica necesaria para determinar distintos compuestos volátiles indicativos de degradación y mal olor, a partir de formulaciones que incluyen aceites de pescado en su composición.
- Las herramientas de Inteligencia Artificial han permitido modelizar los compuestos volátiles de las formulaciones en función de la composición de los sistemas y han demostrado el papel de las CD y el Alg<sub>-155</sub> en la reducción de la aparición de los compuestos volátiles.
- Estas herramientas permiten delimitar el espacio de conocimiento para elaborar sistemas semi-sólidos que incorporen aceite de pescado rico en  $\omega$ -3 con propiedades organolépticas mejoradas.
- El empleo de CDs presenta perspectivas prometedoras para mejorar la estabilidad y modular las propiedades mecánicas de estos sistemas semi-sólidos.

## Agradecimientos

Este trabajo está financiado por el POCTEP programa Interreg España-Portugal (0302\_CVMAR\_I\_1\_P) UE, (FEDER).

## Referencias

- W. E. Connor, *Am. J. Clin. Nutr.*, 71(1), 171S-175S, 2000.
- G. Venkateswarlu, M. B. Let, A. S Meyer, C. Jacobsen, *J. Agric. Food Chem.*, 52(2), 311-317, 2004.
- D. Duchêne, A. Bochot, S. C.Yu, C. Pépin, *Int. J. Pharm.* 266(1-2), 85-90, 2003.