

## Calafate berry extracts encapsulated by spray-drying and stability assessment

## Encapsulados de calafate mediante secado por aspersion y evaluación de su estabilidad

M.E. Romero-Román<sup>1,3\*</sup>, M.D. Lopez<sup>1</sup>, C. García-Viguera<sup>2</sup>, P.S. Fernandez<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Producción Vegetal, Facultad de Agronomía, Universidad de Concepción. Chile.

<sup>2</sup>Laboratorio de Fitoquímica y Alimentos Saludables, Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos, CEBAS-CSIC, Campus Universitario de Espinardo, 25, 30100 Espinardo, Murcia. Spain.

<sup>3</sup>Departamento de Ingeniería Agronómica, ETSIA, Universidad Politécnica de Cartagena, Paseo Alfonso XIII, 48, 30203 Cartagena. Spain.

\*mariaeugeromero@udec.cl

### **Abstract**

The trend of functional foods consumption has remarked a huge interest for berry-type fruits due to its characteristics as high health-promoting and anti-inflammatory, anti-diabetic, and hypoglycaemic properties. Chile produces several berries and one of them is calafate (*Berberis microphylla* G. Forst). which has a high content of anthocyanins. Several studies have shown the potential of anthocyanins in preventive and curative treatments; however, their use is limited due to low stability under environmental conditions and / or interaction with other compounds. In that sense, the use of techniques such as encapsulation is an option. This work focuses on developing a formulation to get calafate microcapsules by using spray drying technique where 60 % recovery of bioactive compounds was obtained. The evaluation of anthocyanins degradation after storage at room temperature allow to keep the calafate anthocyanins (delphinidin-3-glucoside and petunidine-3-glucoside) stable at 45 % after 4 weeks at room temperature.

**Keywords:** microencapsulation; bioactive compounds; Chilean berry; degradation analysis.

### **Resumen**

La tendencia del consumo de alimentos funcionales ha puesto de manifiesto el interés por las frutas de tipo baya debido a sus características de alta promoción de la salud propiedades antiinflamatorias, antidiabéticas e hipoglucémicas. Chile produce varias bayas y una de ellas es el calafate (*Berberis microphylla* G. Forst) que posee un alto contenido de antocianinas. Varios estudios han demostrado el potencial de las antocianinas, sin embargo, su uso es limitado debido a la baja estabilidad en condiciones ambientales y/o la interacción con otros compuestos. En ese sentido, el uso de técnicas como la encapsulación es una opción. Este trabajo se centró en el desarrollo de una formulación para obtener microcápsulas de calafate mediante la técnica de secado por aspersion donde se obtuvo un 60 % de recuperación de compuestos bioactivos y tras la evaluación de la degradación de las antocianinas después del almacenamiento a temperatura ambiente se logró mantener estables en un 45 % las antocianinas mayoritarias (delphinidina-3-glucósido y petunidina-3-glucósido) de calafate durante 4 semanas.

**Palabras clave:** microencapsulación; compuestos bioactivos; baya chilena; análisis de degradación.

## 1. INTRODUCCIÓN

El calafate, *Berberis microphylla* G. Forst, es una baya rica en antocianinas, cuya distribución geográfica está determinada entre la Patagonia argentina y chilena. Es un arbusto que produce bayas con características y composición bioquímica similar a otras especies similares (1) pero con escasa o nula industrialización (2). Aunque los frutos y raíces de calafate han sido utilizadas por pueblos originarios para la alimentación y preparación de medicinas ancestrales, existe poca información, y a la vez pocos productos disponibles en el mercado en base a este fruto rico en antioxidantes.

Los frutos de calafate producen 18 antocianinas glucosiladas de delphinidina, petunidina, malvidina, peonidina y cianidina (3,4); sin embargo, estos compuestos son susceptibles de degradación cuando se exponen al calor, oxígeno y cambios de pH (5). La tecnología de encapsulación es una estrategia útil para proteger las antocianinas y evitar su degradación. El secado por aspersión (SD) es una de las técnicas más comunes utilizadas para encapsular antocianinas (6) en la industria alimentaria.

La encapsulación de antocianinas permite proteger estos compuestos del ambiente, extender su vida útil y ofrece la posibilidad de desarrollar nuevos alimentos funcionales con antocianinas más estables y efectivos dentro de la matriz (7), no obstante, dicha estabilidad debe ser evaluada bajo diferentes condiciones de almacenamiento. Este trabajo tuvo como objetivo estudiar y desarrollar microencapsulados a partir de extractos de frutos de calafate utilizando la técnica de secado por aspersión y evaluar su estabilidad en condiciones de almacenamiento a temperatura ambiente con el fin de proteger estos compuestos con potencial para fines de nutrición y salud.

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1 Materia prima y extracción

Los frutos de calafate (*Berberis microphylla* G. Forst) fueron colectados en la región de Aysén (sur de Chile) y se mantuvieron a -80 °C antes de los ensayos. La extracción polifenólica inicial se llevó a cabo utilizando agua: metanol: ácido fórmico (24:25:1), sonicación durante 1 h y 24 h de maceración a temperatura ambiente, una sonicación posterior de 1 h y filtración antes del análisis por cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC).

### 2.2 Secado por aspersión

Para la encapsulación de los extractos de calafate se utilizaron 3 dosis de maltodextrina (MD) (10, 20 y 30 %) Previo a la encapsulación los extractos de calafate (100 g) se mezclaron con etanol en proporción 1:6 y se agitaron durante 24 h, y se extrajo usando una bomba de vacío. La MD (según las dosis indicadas anteriormente), se preparó en agua destilada y se mantuvo en agitación constante durante 12 h, después, se añadió el extracto de calafate en proporción 1:1. El resultante se homogeneizó mientras ingresaba al mini secador B-290 (Buchi, Flawil, Suiza). El equipo se operó con temperatura del aire de entrada 120±2 °C (determinada en pruebas anteriores) con velocidad de alimentación y flujo de aire constantes (1 mL/min y 600 L/h respectivamente). Una vez definida la mejor dosis para proteger los compuestos de calafate, se realizó un ensayo para determinar la degradación de las antocianinas a temperatura ambiente durante 4 semanas.

### 2.3 Identificación y cuantificación de antocianinas

La determinación de las antocianinas de encapsulados de calafate (incluido el extracto control) se realizó por HPLC-DAD (HPLC Merck-Hitachi, Darmstadt, Alemania). La evaluación de la degradación se realizó mediante la comparación entre las antocianinas presentes en los

encapsulados a 1, 2, 7, 14, 21 y 28 d y lo reportado para el control previo a la encapsulación. Se usó malvidina 3-galactósido como estándar a 520 nm. Se realizaron 3 réplicas de cada muestra para posteriormente comparar los tratamientos mediante un análisis de varianza (ANOVA) con un nivel significativo de  $p \leq 0,05$ .

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La cantidad de antocianinas mostró diferencias significativas (Tabla 1) entre los tratamientos de variación del porcentaje de Maltodextrina-MD utilizada que además se refleja en el rendimiento y la recuperación de polvos encapsulados en estos ensayos.

El porcentaje de recuperación después del tratamiento de secado por aspersión fue del  $60 \pm 3$  %, lo que demuestra que el tratamiento fue eficiente. No obstante, se podría aún mejorar tal como se reporta en trabajos similares realizados con otra baya chilena (8). A pesar de que se conoce que el calafate posee 18 derivados de antocianidinas, después del proceso de encapsulación solo se evaluaron ocho de estas antocianinas. Se puede deducir que las antocianinas minoritarias se perdieron durante el tratamiento de extracción y/o secado por aspersión concordando con otros autores que atribuyen la disminución de polifenoles y antocianinas a la degradación / conversión debido a las altas temperaturas de entrada generadas en el proceso de secado por pulverización (9).

Considerando que la encapsulación mediante secado por pulverización es una tecnología de inmovilización, podemos afirmar que algunos compuestos probablemente quedan expuestos en la superficie de las micropartículas producto del proceso de secado, lo que provocaría la degradación de las mismas al contacto con el ambiente (6). No obstante, los porcentajes de delphinidina-3-glucósido y petunidina-3-glucósido (antocianinas mayoritarias en los encapsulados de calafate) se mantuvieron sobre el 45 % al final de la evaluación (4 semanas), lo que no sucedió con las malvidina que se mantuvieron casi constantes desde el día cero hasta el final del ensayo (Fig. 1).

### 4. CONCLUSIONES

El encapsulado mediante secado por aspersión es efectivo para conferir estabilidad a las antocianinas obtenidos a partir de extractos de calafate. No obstante, se necesitan ensayos adicionales para mejorar y optimizar estos resultados.

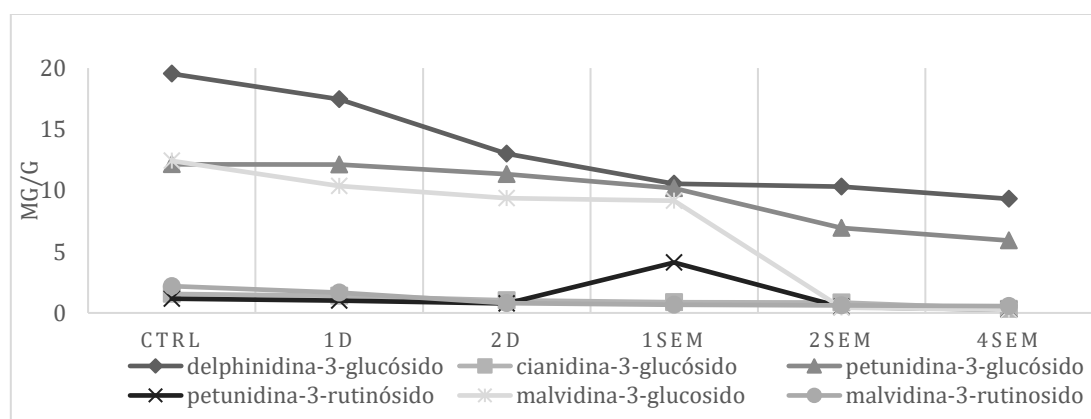
### 5. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido apoyado por FONDECYT proyecto 1160899 (CONICYT, Chile) y SENESCYT, Ecuador quien financia la beca de ME. Romero-Román. La Doctoranda hace un reconocimiento especial a M<sup>a</sup> Dolores López, Directora de Posgrado de Agronomía de la Universidad de Concepción (UdeC), Chile, por la gestión para la firma del Convenio ETSIA-UPCT con la UdeC que permite la realización de la Tesis Doctoral bajo el régimen de cotutela.

### 6. REFERENCIAS

1. Boeing JS, Barizão ÉO, e Silva BC, Montanher PF, de Cinque Almeida V, Visentainer JV. Evaluation of solvent effect on the extraction of phenolic compounds and antioxidant capacities from the berries: application of principal component analysis. Chem Cent J [Internet]. 2014 Aug 22 [cited 2017 Jul 2];8. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4158270/>
2. Lopez MD, Romero ME, Vera B. El calafate. Su industrialización abre nuevas perspectivas. Indualimentos [Internet]. 2018 abril;110. Available from: <http://www.indualimentos.cl/edic.html>

3. Ruiz A, Hermosín-Gutiérrez I, Mardones C, Vergara C, Herlitz E, Vega M, et al. Polyphenols and Antioxidant Activity of Calafate (*Berberis microphylla*) Fruits and Other Native Berries from Southern Chile. *J Agric Food Chem* [Internet]. 2010 May 26 [cited 2018 May 28];58(10):6081–9. Available from: <https://doi.org/10.1021/jf100173x>
4. Romero Román M, Noriega Vásquez F, Farías Villagra M, Belchi L, Jara Zapata P, Vera Flores B. Nuevas fuentes de antioxidantes naturales: caracterización de compuestos bioactivos en cinco frutos nativos de Chile. 2019;
5. Mahdavi SA, Jafari SM, Ghorbani M, Assadpoor E. Spray-drying microencapsulation of anthocyanins by natural biopolymers: A review. *Drying technology*. 2014;32(5):509–18.
6. Robert P, Fredes C. The Encapsulation of Anthocyanins from Berry-Type Fruits. *Trends in Foods. Molecules* [Internet]. 2015 Apr 3 [cited 2018 Apr 24];20(4):5875–88. Available from: <http://www.mdpi.com/1420-3049/20/4/5875>
7. Rodríguez R, Rojas G, Rodríguez S. Encapsulation of probiotics for food applications. *Biosalud* [Internet]. 2016 Dec [cited 2018 Apr 24];15(2):106–15. Available from: [http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_abstract&pid=S1657-95502016000200009&lng=en&nrm=iso&tlng=es](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S1657-95502016000200009&lng=en&nrm=iso&tlng=es)
8. Fredes C, Becerra C, Parada J, Robert P. The Microencapsulation of Maqui (*Aristotelia chilensis* (Mol.) Stuntz) Juice by Spray-Drying and Freeze-Drying Produces Powders with Similar Anthocyanin Stability and Bioaccessibility. *Molecules* [Internet]. 2018 May 20 [cited 2018 May 28];23(5):1227. Available from: <http://www.mdpi.com/1420-3049/23/5/1227>
9. Rezende YRRS, Nogueira JP, Narain N. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. *Food Chemistry* [Internet]. 2018 Jul 15 [cited 2018 May 28];254:281–91. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814618302516>



**Figura 1.** Degradación de antocianinas a partir de encapsulados de calafate mediante secado por aspersion a lo largo de 4 semanas a temperatura ambiente y expresados en mg/g. CTRL: control; D: día; SEM: semana.

**Tabla 1.** Antocianinas, rendimiento y recuperación de encapsulados de calafate mediante secado por aspersion con diferentes dosis de maltodextrina.

%MD	AT	Rendimiento	Recuperación
15-120	176,5±4 ab	38,9 b	59,3 b
20-120	184±12 a	36,1 b	60,1 b
30-120	172,8±2 ab	31,8 a	58,0 a
Control (extract)	301,24±3 b	-	-

% MD (porcentaje de maltodextrina); AT (antocianinas totales) expresado en mg cianidina / 100 g de muestra. Diferentes letras entre columnas indican diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ).