

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**COMPARACIÓN DE HIDROCOLOIDES EN EL
PROCESO DE MICROENCASULAMIENTO DE
ACEITE DE AJONJOLÍ**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO
QUÍMICO**

PRESENTA

RODOLFO MISAEL MENDOZA OROZCO

MODALIDAD: TESIS

DIRIGIDO POR:

DR. CESAR PÉREZ ALONSO

ENERO 2020



ÍNDICE

PORTADA	1
LISTA DE TABLAS	4
LISTA DE FIGURAS	5
RESUMEN	6
1. INTRODUCCIÓN	7
2. ANTECEDENTES	10
2.1. HIDROCOLOIDES	10
2.2. ACEITE DE AJONJOLÍ.....	12
2.3. MICROENCAPSULACIÓN	15
2.3.1. <i>Métodos Físicos</i>	17
2.3.1.1 <i>Secado por Aspersión</i>	17
2.3.1.2 <i>Liofilización</i>	21
2.3.1.3 <i>Técnicas basadas en fluidos supercríticos</i>	22
2.3.1.4 <i>Evaporación de Solventes</i>	25
2.3.2 <i>Métodos Fisicoquímicos</i>	26
2.3.2.1 <i>Técnicas basadas en fluidos supercríticos</i>	26
2.3.2.2 <i>Liposomas</i>	27
2.3.2.3 <i>Gelación iónica</i>	28
2.3.3 <i>Métodos Químicos</i>	29
2.3.3.1 <i>Polimerización Interfacial</i>	29
2.3.3.2 <i>Formación de complejos de inclusión molecular</i>	30
2.4 AGENTES ENCAPSULANTES.....	31
2.5 ESTABILIDAD DE SISTEMAS MICROENCAPSULANTES	33
2.6 SELECCIÓN DE AGENTES ENCAPSULANTES	34
2.7 GOMA ARÁBIGA	35
2.8 TAMARINDO	36
3 JUSTIFICACIÓN	38
4 HIPOTESIS	40
5 OBJETIVOS	41
5.1. OBJETIVO GENERAL.....	41
5.2. OBJETIVOS PARTICULARES	41
6. MATERIALES Y MÉTODOS	42
6.1 MATERIALES	42
6.2 MÉTODOS.....	42
6.2.1 <i>Extracción del mucílago de tamarindo</i>	42
6.2.2 <i>Obtención de mucílago en polvo mediante secado por aspersión</i>	42
6.2.3 <i>Extracción del aceite de ajonjolí</i>	44
6.2.4 <i>Formulación de emulsiones sencillas O/W</i>	44
6.2.5 <i>Obtención de microcápsulas mediante la técnica de secado por aspersión</i>	
45	

6.2.6	<i>Propiedades físicas de las microcápsulas</i>	45
6.2.6.1	<i>Contenido de humedad</i>	45
6.2.6.2	<i>Ángulo de reposo</i>	45
6.2.6.3	<i>Densidad aparente y empacada</i>	46
6.2.6.4	<i>Índice de compresibilidad (índice de Carr)</i>	46
6.2.6.5	<i>Radio de Hausner</i>	46
6.2.6.6	<i>Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas</i>	47
6.2.7	<i>Eficiencia de encapsulamiento</i>	47
6.2.7.1	<i>Contenido de aceite superficial</i>	47
6.2.7.2	<i>Contenido de aceite total</i>	47
6.2.7.3	<i>Eficiencia de encapsulamiento</i>	48
6.2.8	<i>Medición de Oxidación lipídica del aceite microencapsulado por índice de peróxido</i>	48
7	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	50
7.1.	<i>Extracción del mucílago (líquido) y obtención del mucílago en polvo mediante secado por aspersión</i>	50
7.2.	<i>Formulación de emulsiones sencillas O/W</i>	51
7.3.	<i>Propiedades físicas de las microcápsulas</i>	53
7.3.1.	<i>Contenido de humedad</i>	53
7.3.2.	<i>Ángulo de reposo</i>	54
7.3.3.	<i>Densidad aparente y empacada</i>	54
7.3.4.	<i>Propiedades de flujo</i>	56
7.4.	<i>Eficiencia de encapsulamiento</i>	57
7.4.1.	<i>Contenido de aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento</i>	57
7.5.	<i>Medición de Oxidación lipídica por índice de peróxido</i>	58
8.	CONCLUSIONES	62
9.	LITERATURA CITADA	64
	BIBLIOGRAFÍA	64

LISTA DE TABLAS

TABLA 1. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE 100 G DE SEMILLA DE AJONJOLÍ.	13
TABLA 2. COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS EN EL ACEITE DE AJONJOLÍ.	14
TABLA 3. VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE DIVERSOS MATERIALES ENCAPSULANTES (YE,2018)	33
TABLA 4. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO (PHILLIPS & WILLIAMS, 2009, KHOUNVILAY & SITTIKIJYOTHIN, 2012).....	37
TABLA 5. CONTENIDO DE HUMEDAD (% P/P) DE LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS COLOIDALES.	53
TABLA 6. ANGULO DE REPOSO EN FUNCIÓN DE LA ALTURA Y RADIO EN LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS	54
TABLA 7. DENSIDAD APARENTE Y EMPACADA DE LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS.....	55
TABLA 8. ÍNDICE DE COMPRESIBILIDAD DE CARR Y RADIO DE HAUSNER DE LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS	56
TABLA 9. CONTENIDO DE ACEITE SUPERFICIAL, ACEITE TOTAL Y EFICIENCIA DE ENCAPSULAMIENTO DE AMBOS SISTEMAS.	58
TABLA 10. PERFILES DE OXIDACIÓN @35°C	60

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. CLASIFICACIÓN DE HIDROCOLOIDES.....	11
FIGURA 2. BENEFICIOS DEL USO DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (FAO,2012)	14
FIGURA 3. TÉCNICAS DE MICROENCAPSULACIÓN	16
FIGURA 4. DIAGRAMA DE SECADO POR ASPERSIÓN. (OSKAN ET AL., 2019)	20
FIGURA 5. DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE LOS PROCESOS BASADOS EN FLUIDOS SUPERCRÍTICOS (A)RESS (B)SAS (C)PGSS (OSKAN ET AL 2019)	24
FIGURA 6. FORMACIÓN DE MICROCÁPSULAS POR POLIMERIZACIÓN INTERFACIAL. (OSKAN ET AL 2019)	29
FIGURA 7. EQUIPO DE SECADO POR ASPERSIÓN (FACULTAD QUÍMICA, UNIDAD CERRILLO. UAEMÉX).....	43
FIGURA 8. SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO EN AGUA.....	50
FIGURA 9. MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO OBTENIDA A TRAVÉS DEL SECADO POR ASPERSIÓN.....	51
FIGURA 10. COMPARACIÓN DE EMULSIONES (RELACIÓN O/W 1:2) DE MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO Y GOMA ARÁBIGA	52
FIGURA 11. COMPARACIÓN DE MICROCÁPSULAS DE MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO Y GOMA ARÁBIGA.....	52
FIGURA 12. VALORES DE PERÓXIDOS PARA LOS SISTEMAS DE MUCÍLAGO DE TAMARINDO (M1), GOMA ARÁBIGA (M2) Y ACEITE DE AJONJOLÍ @ 35°C	59

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue la evaluación y comparación de dos hidrocoloides en el microencapsulamiento de aceite de ajonjolí por el método de secado por aspersión; estos agentes encapsulantes fueron el mucílago de tamarindo (M1) y la goma arábiga (M2), empleando una relación de material encapsulado con respecto al agente encapsulante de 1:2 (Co: WA) para ambos sistemas. El contenido de humedad para el sistema M1 presentó un valor de 2.74% en base seca y para el sistema M2 fue de 3.76%. La eficiencia de encapsulamiento para las microcápsulas del sistema M1 fue de 80.96%, y en las microcápsulas del sistema M2 se presentó un valor de 82.53%, con una semejanza notable. Con respecto al análisis de oxidación del aceite a granel y encapsulado por los hidrocoloides, en la medición de peróxidos, se observó que ambos sistemas microencapsulados presentaron una estabilidad de oxidación considerablemente mayor al aceite de ajonjolí a granel (como se observa en la figura 12, en donde el aceite a granel alcanza el máximo valor establecido por CODEX Alimentarius en la primera semana), y presentado un patrón de oxidación similar en ambos sistemas encapsulantes, con valores máximos de peróxidos para el caso del sistema M1 de 4.975 mEq/ kg aceite y para el sistema M2 de 9.162 mEq/ kg aceite, los cuales se encuentran por debajo del límite establecido por la comisión CODEX Alimentarius (<10 mEq/ kg aceite), para el consumo humano. Por lo tanto, los resultados obtenidos llevan a concluir que el mucílago de la semilla de tamarindo es una opción viable para brindarle protección al aceite de ajonjolí fungiendo como agente encapsulante, ya que resultó competitivo con respecto a la goma arábiga presentando valores muy parecidos entre ambos sistemas (M1 y M2) tanto en las propiedades físicas, como en la retención del aceite y en la oxidación del aceite encapsulado.

1. INTRODUCCIÓN

Hoy en día, el estilo de vida moderno ha llevado a los consumidores a seguir nuevas tendencias para el desarrollo de nuevos productos, promoviendo notablemente el incremento en el consumo de alimentos sustentables y ecológicos. Es así que, la industria alimentaria contemporánea busca el desarrollo de nuevos productos que generen un impacto ambiental y social, haciendo un uso sabio de los recursos con los que cuenta, centrándose en la sostenibilidad, ya que en el futuro la alimentación se basará en los beneficios nutricionales que los alimentos aporten a los consumidores, buscando componentes que permitan el desarrollo de alimentos funcionales capaces de nutrir y brindar la energía necesaria a cada individuo de acuerdo a las actividades que este último realice y a su economía.

Por lo anterior ha aumentado el uso de componentes bioactivos en la actualidad dado sus grandes beneficios a la salud. Los compuestos bioactivos, son compuestos con actividad biológica que le brinden o le aportan de alguna manera al ser humano un beneficio en su salud, entre ellos están los aceites poliinsaturados como el de ajonjolí. Mientras que los hidrocoloides son biomateriales compuestos de carbohidratos y proteínas y su función es conformar sistemas coloidales donde se incorporen los compuestos bioactivos para producir o procesar un producto alimentario en este caso.

Así mismo, por su capacidad de ser empleados de diversas formas, se usan comúnmente como fibras dietéticas, espesantes, agentes gelificantes, emulsionantes, estabilizadores, sustitutos de grasa, agentes clarificantes, agentes floculantes, agentes opacantes y agentes de batido. Además, los hidrocoloides tienen aplicaciones en las áreas de películas comestibles, sabores encapsulantes e inhibición de la cristalización. Algunos de los hidrocoloides más empleados en la industria alimentaria son las gomas y los mucílagos.

Las gomas son un amplio grupo de biopolímeros de cadenas largas que se caracterizan por su propiedad de formar dispersiones viscosas y/o geles cuando se mezclan con agua. Estos materiales se pueden obtener a partir de exudados de árboles o arbustos, extractos de plantas o algas, harinas de semillas, limos gomosos procedentes de procesos fermentativos y de muchos otros productos naturales.

En el caso de la goma arábiga, esta se ha usado desde hace tiempo en la industria alimenticia. Esta se extrae de la familia de árboles de las acacias que exudan la goma de sus cortezas, posteriormente es recogida en forma de lágrimas y se pulveriza para su comercialización. Entre los diversos usos alimentarios que tiene, destaca por su cualidad como espesante, gelificante o solidificante.

Los mucílagos extraídos de diferentes semillas son fuentes de hidrocoloides naturales con un bajo costo que ofrecen una ingesta baja en calorías convirtiéndolo en un producto ideal para el desarrollo / mejora de productos para la salud con propiedades benéficas para el consumo humano, lo que los convierte en una opción potencial para la aplicación en los alimentos.

El mucílago de tamarindo se extrae de la semilla del mismo fruto, el cual contiene desde un 65% a un 72% en peso de mucílago. Es un material que presenta un alto contenido de proteína en comparación a otros mucílagos como el de nopal o la semilla de chía. Previo a este trabajo se han hecho estudios físico-químicos, termodinámicos y propiedades funcionales, que sugieren que este material tiene un gran potencial como un nuevo agente encapsulante funcional y a bajo costo para la industria alimenticia.

El proceso de encapsulamiento permite encapsular nutrientes para reducir la degradación u oxidación de los alimentos, en especial aceites, y protegerlos de condiciones ambientales adversas (luz, humedad). Los aceites más empleados en

la industria alimenticia son aquellos con un gran contenido de *omega-6*, como es el caso del aceite de ajonjolí, el cual tiene un contenido promedio de 47% ácido oleico y 39% ácido linoleico, teniendo grandes beneficios para la salud, pero con una inestabilidad química de los ácidos grasos insaturados dentro de la semilla hacia el oxígeno, luz, humedad y calor. Una de las técnicas que se han empleado en la actualidad para el encapsulamiento de estos aceites, es a través del secado por aspersión, el cual es un método económico y efectivo en la protección de los materiales, este proceso genera microcápsulas que se adicionan a los alimentos.

Por lo anterior, el objetivo de este trabajo fue realizar una comparación entre un material utilizado comúnmente en la industria como lo es la goma Arábica, y una alternativa que ha crecido en los últimos años como lo es el mucílago extraído de la semilla de tamarindo como agentes encapsulantes en el proceso de microencapsulación mediante secado por aspersión del aceite de ajonjolí.

2. ANTECEDENTES

2.1. Hidrocoloides

Los hidrocoloides abundan en la naturaleza como componentes funcionales de tejidos vegetales y animales, pero sólo un número limitado son de importancia comercial. Actualmente, se encuentran diversos hidrocoloides en el mercado, incluyendo los provenientes de derivados de plantas y algas, un ejemplo de ellos son los provenientes de las semillas, las cuales pueden ser empleadas para diversas funciones fisicoquímicas, mecánicas y sensoriales en fármacos y alimentos (Cervantes-Martínez et al., 2014).

Los hidrocoloides son polímeros de cadena larga y alto peso molecular que se caracterizan por su propiedad de formar dispersiones viscosas y/o geles cuando se mezclan con agua (Farahnaky et al., 2013). La presencia de un gran número de grupos hidroxilo en su estructura incrementa notablemente su afinidad por las moléculas de agua, haciéndolos compuestos hidrófilos que exhiben las propiedades de un coloide, razón por la cual son llamados hidrocoloides (Saha & Bhattacharya, 2010).

La utilidad e importancia de los hidrocoloides se fundamentan en sus propiedades funcionales: la estabilización, el espesamiento y la gelificación. Estas propiedades son originadas principalmente por las interacciones de los polisacáridos con el agua, actuando de dos formas distintas: como espesantes por la retención de agua o como gelificantes por la construcción de una red tridimensional macroscópica de cadenas interconectadas, dentro de la cual se liga un sistema acuoso (Li & Nie, 2016). Debido a esto poseen una amplia gama de aplicaciones en la industria como modificadores de texturas, estabilizadores, espesantes, emulsificantes, revestimientos, agentes encapsulantes, controladores en procesos de cristalización y bioadhesivos (Koocheki et al., 2013; Behrouzian et al., 2013).

Una manera común de clasificar a los hidrocoloides es (Glicksman, 1982; Nussinovitch y Hirashima, 2014):



Figura 1. Clasificación de Hidrocoloides

Proteínas: Los hidrocoloides constituyen una clase estructuralmente heterogénea de polisacáridos total o parcialmente solubles, donde algunas proteínas son la excepción ya que se incluyen como fuentes de hidrocoloides. Un ejemplo, es la gelatina que presenta capacidad hidrofílica y polidispersidad excelente (Dickinson, 2009). Las moléculas de las proteínas se adsorben en la superficie de las gotas de aceite presentes en la emulsión, formando así una capa protectora alrededor de ellas reduciendo la tensión superficial (Mc Clements, 2004).

Gomas: El término “goma” se refiere a los hidrocoloides de polisacárido, que no forman parte de la pared celular, sino que son exudados o delgados. Tienen una gran variedad de composiciones y propiedades reológicas que los polímeros sintéticos no pueden imitar fácilmente. Estas propiedades pueden ser una ventaja para varias aplicaciones, por ejemplo, la preparación de soluciones con un alto contenido en sólidos y baja viscosidad, así como su bajo costo, bajo riesgo de efectos secundarios, biocompatibilidad, procesamiento ecológico y disponibilidad local (Ribeiro et al 2016).

La goma arábica se usa comúnmente como estabilizador en la industria alimentaria. Es un polielectrolito débil que transporta grupos carboxilo y puede usarse como fuente de fibra dietética. En un estudio similar, se descubrió que la goma arábica reduce la viscosidad máxima y el poder de hinchamiento, lo que lleva a un retraso de la retrogradación (Singh, 2016).

Mucílagos: Los mucílagos son hidrocoloides, de bajo costo, fácil acceso, no tóxicos, ecológicos y no contaminantes durante la producción y aplicación, ya que son capaces de unir e inmovilizar una gran cantidad de agua. El mucílago disperso en agua tiene la capacidad de formar soluciones viscosas, con alta estabilidad térmica y química, propiedades comestibles, biodegradables, no cancerígenas, biocompatibles y no tóxicas (Alpizar-Reyes et al 2017).

El mucílago de la semilla de tamarindo contiene altas cantidades de aminoácidos esenciales, como isoleucina, leucina, lisina, metionina, fenilalanina y valina, lo que hace que el mucílago sea asequible como aditivo alimentario (Alpizar-Reyes et al 2017).

2.2. Aceite de ajonjolí

El ajonjolí (*Sesamum indicum* L.) es el cultivo de semillas oleaginosas más antiguo conocido por los humanos, se ha cultivado en Asia y África desde hace 2000 años. El aceite de ajonjolí se ha utilizado como ingrediente natural en ensaladas y también como aceite de condimento para preparar alimentos (Fuentes-Ortega et al., 2017).

Las semillas de ajonjolí poseen dentro de sus componentes principales proteínas, ácidos grasos (omegas), fibra, agua, lípidos totales y vitaminas y minerales lo que lo hace una semilla altamente nutritiva; además de ser una muy buena fuente de energía ya que aporta cinco veces su peso en calorías. A continuación, se

presenta la cantidad de cada componente en 100 gramos de semilla de ajonjolí (Moreiras et al., 2013):

Tabla 1. Composición química de 100 g de semilla de ajonjolí.

<i>Componentes</i>	<i>Cantidad</i>	<i>Unidades</i>
Energía	614	Kcal
Proteínas	18.2	g
Lípidos totales	58	g
AG saturados	8.3	g
AG monoinsaturados	21.7	g
AG poliinsaturados	25.5	g
Fibra	7.9	g
Agua	15	g
<i>Vitaminas y minerales</i>	<i>Cantidad</i>	<i>Unidad</i>
Calcio	670	mg
Hierro	10.4	mg
Zinc	5.3	mg
Fósforo	720	mg
Vitamina A	1	mg
Vitamina E	2.53	mg
AG: Ácidos grasos		

Los principales compuestos del aceite de ajonjolí son los ácidos grasos insaturados (UFA), ~47% de ácido linoleico y ~37% de ácido oleico (Corso et al., 2010; Lee et al., 2012). Ambos ácidos grasos esenciales son importantes en la alimentación humana, ya que ofrecen beneficios para la salud. En los últimos años se ha informado que el consumo de aceite de ajonjolí influye en los perfiles de lípidos en la sangre, aumenta la función antiinflamatoria y exhibe actividad antimutagénica (Xu-Yan et al., 2012).

El aceite de ajonjolí al ser prensado en frío posee un color amarillo pálido, contiene una acidez libre baja y tiene entre 0.2% a 0.65% oleico, dependiendo de la calidad de la semilla. Contiene una sustancia fenólica que es un potente antioxidante natural el que en conjunto a las pequeñas proporciones de tocoferoles que contiene, hacen que el aceite tenga cierto grado de resistencia a la

rancidez oxidativa, aunque esto no garantiza una vida de anaquel muy prolongada (Sánchez-Potes, 2004).

En la tabla 2 se muestra la composición de ácidos grasos presentes en el aceite de ajonjolí pudiendo observar un alto contenido del ácido graso esencial *omega-6* (Tiwari, Tiwari, & Toliwal, 2014).

Tabla 2. Composición de ácidos grasos en el aceite de ajonjolí.

<i>Nombre del ácido graso</i>	<i>Porcentaje (%)</i>
Palmítico (C _{16:0})	12.83
Estéarico (C _{18:0})	4.90
Oleico (C _{18:1})	37.83
Linoleico (C _{18:2})	42.36
Linolénico (C _{18:3})	2.08

El aceite de ajonjolí es empleado en la industria cosmetológica, alimenticia y farmacéutica. Puede ser utilizado para consumo en diferentes platillos, se utiliza en cremas para tratamientos médicos y como antiinflamatorio natural. Algunos de los beneficios del consumo de este producto:

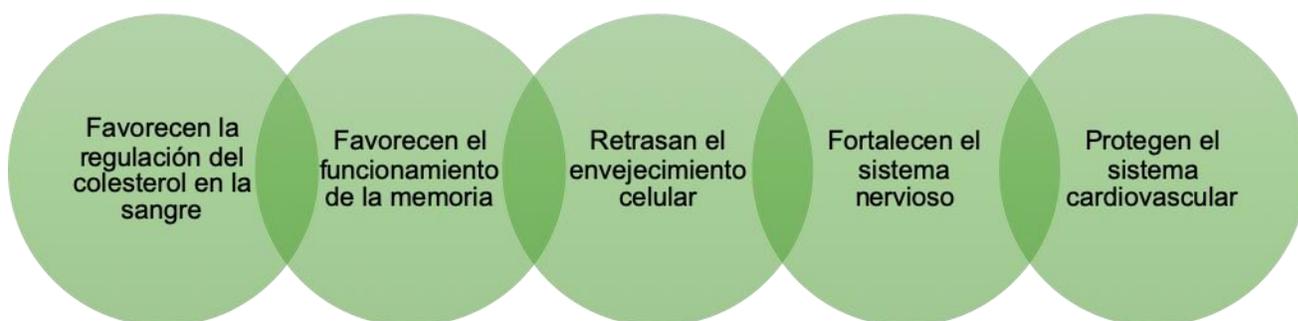


Figura 2. Beneficios del uso del Aceite de Ajonjolí (FAO,2012)

Los ácidos grasos esenciales insaturados en el aceite de sésamo son químicamente inestables en presencia de oxígeno, luz, humedad y calor. La estabilidad del aceite de sésamo se puede mejorar a través del proceso de microencapsulación (Fuentes-Ortega et al., 2017).

Los aceites se encapsulan por varias razones, como la conversión de líquido a sólido para facilitar su manipulación, transporte o incorporación a otros componentes. Otras razones incluyen el enmascaramiento del sabor / olor, la protección contra la evaporación u oxidación y las aplicaciones de liberación controlada. En el pasado se ha informado sobre la encapsulación de muchos aceites diferentes para nutrición, terapéutica, saborizantes o aromas, con ejemplos que incluyen aceite de pescado, alfa-tocoferol, aceite de germen de trigo, aceite de onagra, aceite de limón y aceite de citronela (Chan et al., 2011).

2.3. Microencapsulación

Uno de los principales problemas asociados con los aceites ricos en ácidos grasos poliinsaturados (PUFA) es su alta susceptibilidad al deterioro oxidativo y la consiguiente producción de sabor indeseable. Por lo tanto, existe la necesidad de proteger estos aceites para hacerlos más estables durante la manipulación, el procesamiento y el almacenamiento (Carneiro, 2013).

El proceso de microencapsulación consiste en recubrir de manera uniforme los ingredientes funcionales con materiales de grado alimentario y biodegradable para separar la fase interna y la matriz circundante. La separación se utiliza para mejorar la nutrición, enmascarar sabores desagradables, facilitar el almacenamiento y extender la vida útil sin influencia adversa en sus propiedades físicas, químicas o funcionales (Ye, 2018).

Existen diversos factores por lo cual es conveniente el uso de la microencapsulación, de las cuales las razones más destacadas son: el control de

la velocidad de emisión del material encapsulado bajo condiciones deseadas, otorgar una protección al producto de factores ambientales (temperatura, radiación ultravioleta, humedad y de productos tóxicos), recubrir las propiedades no deseadas del componente activo (olor, sabor o propiedades químicas) (Gharsallaoui et al., 2007). Las técnicas de microencapsulación se clasifican en tres grupos (Tyagi et al., 2011):



Figura 3. Técnicas de Microencapsulación

El método que se empleara para el encapsulamiento se determinara de acuerdo a la función del tamaño de partícula requerida, las propiedades fisicoquímicas del agente encapsulante y la sustancia a encapsular, el mecanismo de liberación y los costos se selecciona el método que se adecue mejor a dichas necesidades (Ré, 2008).

En la microcápsula, al contenido interior se le denomina núcleo, fase interna o agente activo, a la capa exterior se le llama material portador, matriz, coraza o agente encapsulante (Dziezak, 1988). Las microcápsulas son generalmente partículas de tamaño que van de 1 a 1000 μm . La estructura de las microcápsulas se puede clasificar en carcasa mono-núcleo, carcasa multi-núcleo y tipo de matriz en la que el material del núcleo se dispersa como pequeñas gotas dentro del material de la matriz (Ye, 2018).

Las dos etapas principales en la microencapsulación son el emulsionamiento del material a encapsular utilizando como agentes encapsulantes diferentes biopolímeros (Shaikh, Bhosale, & Singhal, 2004) y la segunda etapa es el secado, formándose una capa protectora lo suficientemente densa y a la vez fina para evitar mecanismos difusivos al y del interior de la microcápsula, siendo el secado por aspersion el método dominante en el mercado de microencapsulación de saborizantes (Ré, 1998).

A continuación, se describirán algunos de los métodos que se utilizan para el encapsulamiento:

2.3.1. Métodos Físicos

2.3.1.1 Secado por Aspersion

La microencapsulación por secado por aspersion se usa ampliamente en la industria alimentaria para la preparación de aditivos en polvo, como aceites esenciales y sabores, para protegerlos de factores que pueden causar su deterioro. Implica la emulsificación de un material, generalmente un lípido, con una solución densa de material de pared como proteínas, almidones, gomas y maltodextrinas, solo o en mezclas, seguido de la atomización y el secado de la emulsión (Gharsallaoui et al., 2007).

El secado por aspersion es un proceso económico y flexible, fácilmente adaptable a diversos equipos ofreciendo partículas de buena calidad. A diferencia de otros métodos de encapsulamiento este presenta unos costos de producción más bajos, aunque una de las limitaciones del secado por aspersion es el número limitado de materiales encapsulantes con características deseables para la aplicación de este método (Madene, Jacquot, & Desobry, 2006; Carneiro et al., 2013).

El término secado se refiere a la eliminación de humedad (eliminar o reducir el contenido de agua) en una sustancia. Al disminuir el contenido de agua, el secado por aspersión es utilizado para evitar la degradación biológica, mejorar la estabilidad microbiológica de los productos, reducir gastos de almacenamiento o transporte al ocupar menos espacio y obtener un producto con características necesarias para las funciones deseadas (Gharsallaoui et al., 2007).

El proceso de secado consta de tres etapas (Ozkan et al., 2019):

1) Homogeneización del líquido de alimentación por un atomizador:

Mediante el uso de atomizadores neumáticos, boquillas de presión, discos giratorios, boquillas e fluido y boquillas sónicas se atomiza el líquido en pequeñas gotas con el fin de maximizar el intercambio de calor entre la superficie líquida y el aire seco con el fin de optimizar el calor y la transferencia de masa.

2) Secado de la solución de alimentación por un vehículo de gas caliente para lograr la evaporación del solvente:

Durante la atomización es cuando se da el contacto del líquido con la corriente caliente iniciando la etapa de secado, existen dos tipos de contacto: contracorriente y flujo en paralelo. Como resultado de un gradiente de temperatura la transferencia de calor se lleva a cabo del aire al líquido atomizado, mientras que la transferencia de agua es llevada a cabo en dirección contraria debido a la diferencia de la presión de vapor (Gutiérrez et al., 1998).

Principalmente se pueden identificar tres etapas las cuales tienen duraciones diferentes en función de dos variables: la naturaleza del producto y la temperatura de entrada del aire. Estas 3 etapas son:

- a) Contacto del gas con el líquido, donde la transferencia de calor eleva la temperatura de las gotas hasta llegar a un valor estable o constante.
- b) La velocidad de difusión de agua de la gota, que por lo general es igual a la tasa de evaporación superficial.
- c) Cuando el contenido de agua alcanza un valor crítico, se forma en la superficie de la gota una costra seca ocasionando que la velocidad de secado disminuya rápidamente con la progresión del secado y este empieza a ser dependiente de la tasa de difusión de agua a través de dicha costra seca.

3) Recolección de partículas secas por ciclones o un filtro.

Para llevar a cabo dicha separación se sitúa al final de la cámara por aspersión un ciclón, las partículas más densas se recuperan al final de la cámara de secado, mientras que las más finas son mandadas al ciclón para ser separadas por el aire húmedo.

En resumen, el líquido de alimentación, incluye un material de núcleo y pared, puede ser una solución, una emulsión o una suspensión. Este líquido se inyecta en el recipiente de secado a través de una boquilla o un atomizador para obtener pequeñas gotas seguidas de la evaporación del disolvente (Fatnassi et al., 2013), luego, estas partículas secas se eliminan del gas de secado en un colector por un ciclón o filtro (Schoubben, 2010) (Fig. 3). Las características de los polvos secados por aspersión están relacionadas con los factores de procesamiento del secado por aspersión, incluida la temperatura de secado, el flujo de aire de secado, el flujo de alimentación, la velocidad del atomizador, el tipo de agente portador y la concentración del agente portador.

La distribución del tamaño de las partículas obtenidas por este método es en general menor a 100 μm , lo cual depende de las condiciones del proceso (presión, temperatura, flujo) (Velázquez-Gutiérrez et al., 2015).

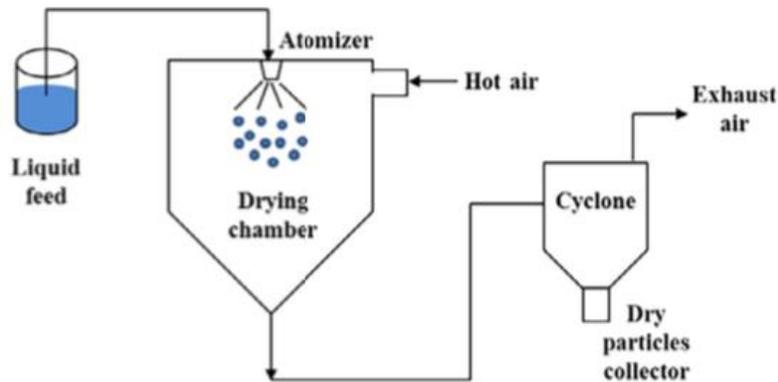


Figura 4. Diagrama de Secado por Aspersión. (Oskan et al., 2019)

Al disminuir el contenido de agua, el secado por aspersión se utiliza para garantizar la estabilidad microbiológica de los productos, retardar la degradación biológica, reducir gastos de almacenamiento y transporte, y obtener un producto con características específicas, como la solubilidad instantánea (Gharsallaoui et al., 2007).

Esta tecnología es aplicable para una amplia gama de ingredientes alimentarios, incluidos sabores, colores, vitaminas, minerales, grasas y aceites para prolongar la estabilidad de la vida útil frente a las condiciones ambientales (Ozkan et al., 2019).

El secado por aspersión ofrece la ventaja de un secado rápido para los productos sensibles al calor, un tamaño y densidad de partícula controlable dentro ciertos límites y costos de operación bajos. El secado por aspersión es la técnica más utilizada en la industria alimentaria, debido a que ofrece ingredientes con bajos contenidos de humedad y estables (Shofinita & Langrish, 2014; Escalona-García et al., 2016). Además, es un proceso económico y flexible, adaptable a diversos procesos ofreciendo partículas de buena calidad. Los costos de producción

asociados a esta técnica son más bajos que aquellos asociados a otras técnicas de secado (Carneiro et al., 2013).

2.3.1.2 Liofilización

La liofilización es un proceso de varias etapas que consiste en congelación, sublimación (secado primario), desorción (secado secundario) y finalmente etapas de almacenamiento, lo que resulta en un material seco (Laokuldilok & Kanha, 2015). La composición y la estructura del material de la pared tienen un profundo impacto en la protección y la liberación controlada del material del núcleo (Young, Sarda & Rosenberg, 1993).

La ventaja más importante de la liofilización es que es un proceso simple que se lleva a cabo a baja temperatura de funcionamiento y la ausencia de aire da como resultado productos prolongados y de calidad superior al evitar el deterioro causado por la oxidación o modificación química (Anwar & Kunz, 2011). La liofilización es la técnica más adecuada para la deshidratación de casi todas las sustancias sensibles al calor, como aceites naturales, colores, aromas, medicamentos y componentes solubles en agua (Desai & Park, 2005).

Sin embargo, la técnica de liofilización tiene algunos inconvenientes, como un largo tiempo de proceso (más de 20 h), altos costos de capital y operativos en comparación con otros. La estructura porosa de los polvos liofilizados debido a la sublimación del hielo durante el proceso también es una de las principales limitaciones (Anandharamakrishnan, Rielly & Stapley, 2010). Debido al hecho de que los polvos liofilizados deben triturarse o convertirse en polvos finos después del secado, se pueden encontrar problemas relacionados con la falta de control sobre el tamaño de partícula. Además, el material activo dentro de la matriz de la cápsula está expuesto a la atmósfera desde los poros en la superficie de la partícula (Baldwin, Hagenmaier & Bai, 2011). Como resultado, los factores más

críticos para determinar el uso de esta técnica además de su costo son la naturaleza del material a encapsular, así como su estructura porosa.

2.3.1.3 Técnicas basadas en fluidos supercríticos

Un fluido supercrítico es un disolvente a una temperatura y presiones superiores a su punto crítico (T_c , P_c) en el que posee propiedades entre los líquidos, como la densidad y el alto poder de solvatación, y los gases, como la baja viscosidad, las altas difusividades, así como altas tasas de transferencia de masa. Se podrían establecer numerosos compuestos en condiciones supercríticas, incluyendo dióxido de carbono, agua, propano, nitrógeno, etc. (Gouin, 2004). Entre estos, el dióxido de carbono (CO_2) es el fluido supercrítico más utilizado debido a sus condiciones críticas moderadas ($T_c = 31.1 \text{ }^\circ\text{C}$, $P_c = 7.38 \text{ MPa}$). Por lo tanto, es posible evitar cualquier alteración en las propiedades de las sustancias termolábiles en el caso de varias aplicaciones, como la micronización, encapsulación, extracción (Santos & Meireles, 2010).

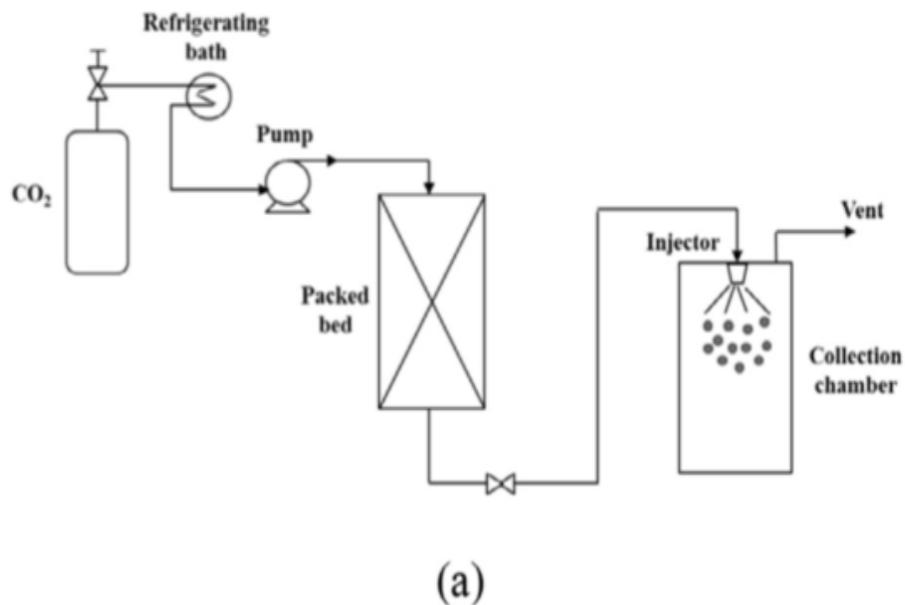
Los procesos basados en fluidos supercríticos generalmente se clasifican en tres categorías, con respecto al papel del fluido supercrítico (Munin & Edwards-Lévy, 2011):

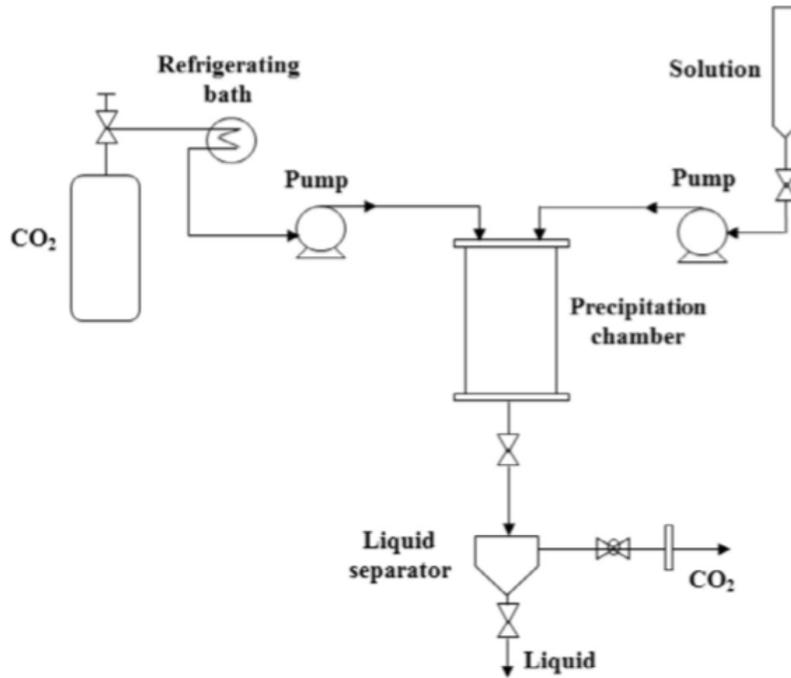
- Como solvente: expansión rápida de soluciones supercríticas (RESS) y procesos derivados.
- Como un antisolvente: precipitación supercrítica antisolvente (SAS) y procesos derivados.
- Como soluto: Partículas de soluciones saturadas de gas (PGSS) y procesos derivados.

En el proceso RESS, los solutos que incluyen el compuesto activo y el polímero se disuelven en un fluido supercrítico seguido de la expansión de la solución usando

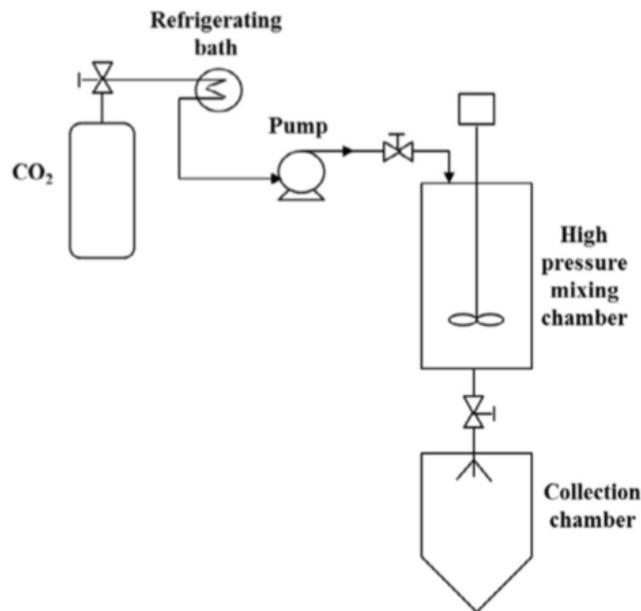
una boquilla pequeña en una región de presión más baja (Fig. 4a). Esto resulta con la precipitación de solutos debido a la dramática disminución en el poder disolvente de los fluidos supercríticos (Debenedetti, Tom, Sang-Do & Gio-Bin, 1993; Ozkan et al., 2019). El proceso SAS se basa en poner en contacto un fluido supercrítico, que actúa como un antidisolvente, con una solución que incluye solvente orgánico y solutos de interés mediante la inyección en una cámara presurizada a través de una boquilla (Sosa et al., 2011) (Fig. 4b).

En contacto con la solución, el fluido supercrítico disminuye la solubilidad de los solutos en las partículas atomizadas, lo que conduce a su sobresaturación, nucleación y formación de nanopartículas o micropartículas. Luego, el solvente orgánico se elimina de las partículas bajo un flujo continuo de fluido supercrítico (Visentin et al., 2012; Ozkan et al., 2019). El PGSS es un proceso que incluye la saturación de un soluto con un fluido supercrítico, seguido de la expansión a través de una boquilla de atomización de esta solución saturada de gas que causa la formación de partículas sólidas debido al efecto de enfriamiento producido por la liberación del fluido supercrítico. (Mattea et al., 2009; Ozkan et al., 2019) (Fig. 4c)





(b)



(c)

Figura 5. Diagrama Esquemático de los Procesos basados en Fluidos Supercríticos (a)RESS (b)SAS (c)PGSS (Oskan et al 2019)

Las técnicas asistidas por fluidos supercríticos se han convertido en una alternativa eficiente para superar algunas de las desventajas de los procesos convencionales: control deficiente del tamaño de partícula y la morfología, degradación y pérdida de actividad biológica de compuestos termo sensibles, baja eficiencia de encapsulación y bajo rendimiento de precipitación (Santos & Meireles, 2010).

Por otro lado, el único factor limitante de las técnicas supercríticas está relacionado con la selección del proceso supercrítico basado en la solubilidad del material activo a encapsular y la matriz polimérica en el fluido supercrítico (Bahrami & Ranjbarian, 2007).

2.3.1.4 Evaporación de Solventes

La Evaporación de Solventes se define como la eliminación del disolvente de una emulsión que consiste en un disolvente orgánico volátil polimérico en agua (Poncelet, 2006). Esta técnica se basa en cuatro pasos principales:

- 1) Disolución del polímero como recubrimiento y compuesto activo en un solvente orgánico para formar una suspensión, una emulsión o una solución.
- 2) Emulsificación de la fase orgánica (fase dispersa) en una fase acuosa (fase continua) mediante agitación, mezcla estática, extrusión o goteo
- 3) Eliminación de solventes por evaporación o extracción líquida
- 4) Recuperación de partículas por filtración o centrifugación y secado de las microesferas (Hwisa et al., 2013).

La técnica de evaporación de solventes se puede clasificar como evaporación de solventes (emulsificación- evaporación), y extracción de solventes (extracción de emulsificación).

El método de evaporación del solvente ha llamado la atención, debido a sus características que incluyen el uso de condiciones suaves, facilidad de uso y aumento de escala, menor solvente residual y ningún cambio en la actividad de los compuestos bioactivos (Hwisa et al., 2013).

2.3.2 Métodos Fisicoquímicos

2.3.2.1 Técnicas basadas en fluidos supercríticos

La técnica de coacervación se puede definir como un fenómeno coloidal que involucra la separación de fase líquido - líquido de un solo polímero, o una mezcla de dos polímeros con carga opuesta en solución acuosa desencadenada por interacciones electrostáticas, enlaces de hidrógeno, interacciones hidrofóbicas, interacciones atractivas inducidas por polarización, así como químicos o agentes reticuladores enzimáticos que incluyen glutaraldehído o transglutaminasa. El poder de la interacción entre los biopolímeros depende de varios factores, como el tipo de biopolímero (masa molar, flexibilidad y carga), pH, fuerza iónica, concentración y la relación de los biopolímeros (Turgeon, Schmidt & Sanchez, 2007; Ozkan et al., 2019).

La coacervación puede dividirse en simple o complejo, dependiendo el número de polímeros empleados. En la coacervación simple se emplea un solo tipo de polímero con la adición de un agente hidrofílico fuerte a la solución coloidal, en el caso de la coacervación compleja esta se produce al mezclar dos o más polímeros (Ozkan et al., 2019).

Algunas de las ventajas de emplear la técnica de coacervación son su alta capacidad de carga, uso de bajas temperaturas, pérdidas por evaporación reducidas y reducción de la degradación térmica (Taneja & Singh, 2012). Sin embargo, para garantizar que el método sea eficiente se recomienda que el material a encapsular (material activo) debe ser compatible con el polímero encapsulante o bien ser escasamente insoluble en el medio de coacervación, generando altos costos en el proceso de aislamiento de la partícula y que la técnica sea compleja (Madene, Jacquot & Desobry, 2006; Gouin, 2004; Ozkan et al., 2019).

2.3.2.2 Liposomas

Los liposomas son vesículas que consisten en bicapas únicas o múltiples compuestas principalmente de fosfolípidos que tienen grupos de cabeza hidrofílica y cola hidrofóbica. El tamaño y la estructura de los liposomas dependen de la composición, el método de preparación y las condiciones ambientales (Reza-Mozafari et al., 2008).

La microencapsulación por liposomas ha sido investigada para la administración de medicamentos, cosméticos, productos farmacéuticos e industria alimentaria (Reza-Mozafari et al., 2008). Con respecto a las aplicaciones alimentarias, tiene un gran potencial inherente para encapsular aromatizantes, aceites esenciales, aminoácidos, vitaminas, minerales, colorantes, enzimas, microorganismos, antioxidantes, agentes antimicrobianos, conservantes y ácidos grasos omega-3 (Reza-Mozafari et al., 2008; Ozkan et al., 2019).

Como sistema de encapsulación, las propiedades estructurales de los liposomas surgen de su capacidad de atrapar moléculas hidrofílicas, lipofílicas y anfífilas. Otras propiedades únicas de los liposomas son su alta biodisponibilidad, biocompatibilidad, biodegradabilidad y alta permeabilidad de la membrana celular

(Da Silva Malheiros, Daroit & Brandelli, 2010; Slingerland, Guchelaar & Gelderblom, 2012).

Las principales limitaciones en la encapsulación de liposomas son la ampliación del proceso a niveles de costo aceptables, una pobre estabilidad física y química, una amplia gama de distribuciones de tamaño de partículas, oxidación de lípidos y la necesidad de pasos complejos de post-tratamiento. En resumen, aunque este método proporciona una alta biodisponibilidad del compuesto bioactivo, se debe considerar su baja estabilidad física y química durante su aplicación (Ozkan et al., 2019).

2.3.2.3 Gelación iónica

La gelación iónica es una de las técnicas de microencapsulación basada en la capacidad de reticular polielectrolitos en presencia de iones multivalentes. Se utilizan principalmente alginatos como componente de membrana y la combinación de iones divalentes como el calcio para inducir la gelación. El comportamiento del alginato se ve afectado por la temperatura, el pH, la presencia de proteínas y los niveles de azúcares. La gelación iónica se puede aplicar por dos métodos, la extrusión o emulsificación/ gelación. (Cubero, Montferre, & Villalta, 2002; Lupo et al., 2015; Ozkan et al., 2019).

La extrusión es el método más común para fabricar partículas de gel esféricas mediante el goteo de una solución de polímero acuoso a través de una aguja de jeringa o una boquilla en un baño de gelación que contiene CaCl_2 . El método de emulsión/ gelación implica la producción de una emulsión que incluye un componente activo hidrófobo en una solución de polímero, luego gotea en la solución de calcio (Paques et al., 2014).

La técnica de gelación para el encapsulamiento puede llevarse a cabo de manera externa o interna. En la gelación externa, los iones Ca^{2+} se difunden desde una fuente externa hacia la solución de polímero. (Davarci et al., 2017). En el caso de

la gelación interna, la sal de calcio, incluida la solución líquida, se agrega gota a gota a la solución de polímero, lo que resulta en la producción de cápsulas de alginato de calcio de núcleo acuoso (Funami et al., 2009).

La encapsulación a través del método de gelificación protege al núcleo de condiciones poco favorables para el producto como lo son el pH, temperatura, disolventes orgánicos o alguna contaminación (Ko, Koo, & Park, 2008).

2.3.3 Métodos Químicos

2.3.3.1 Polimerización Interfacial

La formación de paredes en esta técnica se caracteriza por la polimerización, en la cual los monómeros hidrofílicos y lipofílicos interactúan en una emulsión de aceite y agua y reaccionan para formar una membrana polimérica en la superficie de la gota o partícula. (Yeo et al., 2001; Oskan et al., 2019) (Fig. 5). La técnica de polimerización interfacial puede ser empleada en el proceso de microencapsulamiento ya que no requiere catalizadores y puede emplearse a bajas temperaturas (Ichiura, Morikawa, & Fujiwara, 2005).

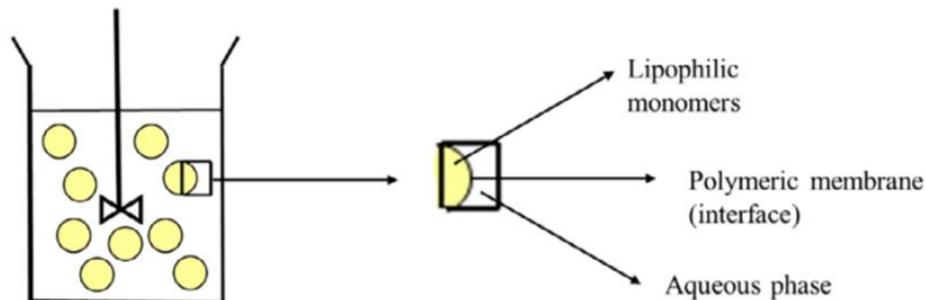


Figura 6. Formación de microcápsulas por polimerización interfacial. (Oskan et al 2019)

Se puede optimizar el rendimiento y calidad de la membrana polimérica controlando los parámetros de proceso (temperatura, concentraciones del monómero, tiempo de reacción y la velocidad de mezcla). Principalmente se han

desarrollado cuatro tipos de polímeros para producir microcápsulas por polimerización interfacial: Poliamidas, poliuretanos, poliureas y poliésteres (Mathiowitz, 1999; Perignon et al., 2015).

Dentro de las ventajas potenciales de emplear la técnica de polimerización interfacial se encuentra la posibilidad de controlar el tamaño de la capsula y el grosor de la membrana, alta carga de compuesto activo, estabilidad de la membrana. Es un proceso de bajo costo, fácil de escalar, simple y confiable (Perignon et al., 2015).

Por otro lado, las desventajas que se encuentran son la dificultad de producir una buena interfase aceite- agua, en la cual las proteínas o enzimas son propensas a la inactivación, alterando su actividad biológica durante la reacción de polimerización; así mismo como la falta de control sobre las características de la polimerización. Además, requiere pasos de lavado para eliminar monómeros, subproductos, solventes orgánicos y tensoactivos, lo que lleva a la pérdida de sustancias activas solubles en agua, así como a daños a los activos lábiles ácidos por medio de la formación de subproductos de HCl que resulta en un cambio en el pH, incluyendo el rendimiento y la calidad de la membrana del polímero (Yeo et al., 2001). Finalmente, las condiciones iniciales para las formulaciones (pH alto, monómeros tóxicos, solventes y productos de reacción) delimitan las aplicaciones en la microencapsulación de compuestos activos (Perignon et al., 2015).

2.3.3.2 Formación de complejos de inclusión molecular

La técnica de inclusión molecular, como su nombre lo indica, sucede a nivel molecular y consiste en atrapar el compuesto huésped (activo) por un huésped (polímero) a través de fuerzas fisicoquímicas, como enlaces de hidrógeno, fuerzas de van der Waals o interacciones hidrofóbicas (Marques, 2010). Estos complejos se forman a través de una reacción que tiene lugar solo en presencia de agua (Desai & Park, 2005).

Las moléculas "huésped" más comunes son las ciclodextrinas (CD), que están compuestas por una parte externa hidrofílica y una parte interna hidrofóbica. La molécula huésped en carácter apolar puede quedar atrapada en la cavidad interna apolar por medio de interacciones hidrofóbicas (Pagington, 1986).

Las ventajas del uso de esta técnica de encapsulamiento además de la protección de los ingredientes activos contra la oxidación, el calor y las descomposiciones inducidas por la luz, puede prolongar la vida útil de los productos mediante el control de la liberación de sustancias activas, mejorar la velocidad de disolución y la biodisponibilidad de compuestos invitados (Li y McGuffin, 2007).

Los complejos de inclusión también se han utilizado para la encapsulación de moléculas orgánicas volátiles, para enmascarar olores o sabores o para preservar aromas (Ezhilarasi et al., 2013). La eficiencia de la inclusión molecular podría controlarse mediante los parámetros del proceso, como la compatibilidad geométrica entre los compuestos, la estructura, la carga y la polaridad del huésped y la cavidad del huésped, así como el disolvente y la temperatura de inclusión (Astray et al., 2009).

2.4 Agentes encapsulantes

Las microcápsulas están compuestas por dos elementos, la porción activa denominada como núcleo y el material encapsulante que envuelve al núcleo denominado como agente encapsulante, la cual puede variar en su espesor o número de capas, el material utilizado para la constitución el agente encapsulante puede ser de origen natural o sintético (Madene, 2006).

Para que el material del núcleo sea activo y útil, se deben considerar muchos factores, incluida la estructura molecular (peso molecular y carga eléctrica), estado físico (punto de ebullición y fusión), estructura biológica (actividad antimicrobiana y bioactividad), solubilidad y actividad superficial, propiedades ópticas y estabilidad

química (oxidación e hidrólisis). Los materiales ideales de encapsulamiento deben ser biocompatibles, biodegradables, no tóxicos y de bajo costo (Ye, 2018).

Existe una amplia variedad de agentes encapsulantes que pueden ser usados para proteger ingredientes alimenticios con la formación de microcápsulas por secado por aspersion (Gharsallaoui et al., 2007).

- **Carbohidratos:** Almidón y derivados, maltodextrinas, jarabes de maíz, ciclodextrinas, carboximetilcelulosa y derivados.
- **Gomas:** arábica, mezquite, alginato de sodio.
- **Lípidos:** ceras, parafinas, grasas, monoglicéridos, diglicéridos, aceites, cera de abejas.
- **Proteínas:** gelatina, proteína de soya, caseinatos, suero de leche.
- **Celulosas:** carboximetil celulosa, metilcelulosa, etilcelulosa, nitrocelulosa, acetilcelulosa.
- **Mucílagos:** de nopal, de pitahaya, de cactus, de linaza, de tamarindo

Tabla 3. Ventajas y desventajas de diversos materiales encapsulantes (Ye,2018)

Materiales Encapsulantes	Materiales Organicos			Materiales Inorganicos
	Biopolimeros	Polimeros Sinteticos	Hibridos	
Ventajas	Abundantes, biodegradables y biocompatibles	Propiedades fáciles de ajustar	Se pueden obtener las funcionalidades deseadas. Bajo costo en comparación a los polímeros sinteticos	Mayor estabilidad química y mecánica
Desventajas	Calidad inestable, varia de lote a lote	Baja biocompatibilidad y biodegradabilidad	Separación de fases o redistribución de plastificantes debido a la baja entropía de los sistemas mixtos.	Microestructura de las microcápsulas difícil de ajustar; procesamiento a alta temperatura; la biocompatibilidad debe ajustarse cuidadosamente
Ejemplos	Gomas, mucilagos	Poly (L-lactide-co-glycolide)	Mezcla de alginato-montmorillonita	Silicio poroso

El propósito de un material de pared radica en otorgar una máxima protección al material activo contra condiciones ambientales (calor, luz humedad), esto sin afectar la liberación completa del disolvente, material activo u otros materiales utilizados durante el proceso de encapsulación o secado, todo esto tomando en cuenta que deben ser agentes económicos de grado alimenticio (Gharsallaoui et al., 2007).

2.5 Estabilidad de sistemas microencapsulantes

El objetivo final de la microencapsulación de ingredientes activos es liberar los componentes de manera que puedan ser digeridos y absorbidos eficientemente en el sistema digestivo humano (Ye, 2018).

La estabilidad es un criterio importante en la conservación de alimentos. Aquellos productos en equilibrio que coexisten en el estado físico determinado por la presión y temperatura de los alrededores. Sin embargo, la mayoría de los materiales biológicos están compuestos de un número de elementos que a menudo existen en un estado de no equilibrio termodinámico y permanecen amorfos. Tales materiales exhiben muchos cambios dependientes del tiempo que

no son típicos de los compuestos puros, y pueden afectar significativamente la vida útil de los alimentos (Roos & Drusch 2015).

El producto final pasa por cambios físicos, químicos y microbiológicos durante su almacenamiento y procesamiento, estos cambios principalmente se ven influenciados por su contenido de humedad, la actividad del agua (a_w) y la temperatura durante el almacenamiento (Brazel, 1999; King, 1995).

Se han desarrollado varios métodos para evaluar la calidad de las microcápsulas, basados en determinaciones analíticas (valoraciones ácidas, valoraciones de peróxidos, etc.), determinaciones físicas (viscosidad, punto de flama, etc.) o bien pruebas organolépticas (color, aroma, sabor) (Kowalski, 1991).

2.6 Selección de Agentes encapsulantes

Para la selección de un buen agente encapsulante es importante, ya que de ello depende la estabilidad de la emulsión, y la vida útil después del secado. La elección del material y el proceso de encapsulación se rige por tres criterios principales: la aplicación, la economía y la seguridad (Chan et al., 2011).

Se tiene desarrollado un método basado en la determinación de coeficientes de difusividad como parámetro para seleccionar materiales para la encapsulación de omega 3 (Báez-González et al., 2004). La difusividad es una propiedad de transporte que permite diseñar y optimizar el proceso de secado, así como cuantificar y dar un indicativo de que tan lento se lleva a cabo el proceso de secado (Zogzas, Maroulis, & Marinos-Kouris, 1994). Los agentes encapsulantes que se utilicen en la microencapsulación por secado por aspersion deben de tener una baja difusividad efectiva para proteger al material encapsulado durante la operación de secado (Ré, 1998).

Otro método para selección de materiales de barrera efectivos contra la oxidación del material a proteger es mediante la determinación de la energía de activación

del proceso de secado, a partir de la solución numérica de la ley de Fick, de las curvas de secado isotérmico obtenidas a distintas temperaturas. Esta energía representa la dificultad para que una mol de agua se difunda a través de la membrana polimérica (agente encapsulante); a mayor energía, mayor será la dificultad de que el agua sea difundida (Pérez-Alonso et al., 2003).

2.7 Goma Arábica

La goma arábica es un polisacárido natural de alto peso molecular (350kDa) constituido por una cadena de polisacárido (95%) y una pequeña fracción (1-2%) de proteína. Comercialmente se obtiene de la corteza de Acacia senegal y A. seyal, árbol nativo de la zona del Sahel, que bordea por el sur el desierto del Sahara en África y abarca una enorme extensión distribuida en varios países, esta situación le otorga a esta zona el control de los precios y la producción mundial (López-Franco et al., 2006).

Durante el 2018 en México, la goma arábica fue importada desde 16 países, destacándose Francia, Estados Unidos, Alemania y Sudán, se importaron 1,629 toneladas con un valor de ~USD 6 millones; en comparación a las 92 toneladas que se exportaron (principalmente a Brasil, Argentina, Guatemala y Estados Unidos) con un valor de ~USD 421 mil. Al escasear el producto los costos se elevan y, por tanto, debe buscarse alternativas que reduzcan la importación de la goma arábica (SIAVI, 2019).

La goma arábica es uno de los materiales de pared más comunes utilizados en la microencapsulación por secado por aspersion. Aunque presenta muchas características deseables para ser un buen agente de encapsulación (alta solubilidad, baja viscosidad y buenas propiedades emulsionantes), la oscilación en el suministro, así como el aumento de los precios, están llevando a cabo investigaciones para buscar materiales de pared alternativos que podría reemplazarlo o usarse en combinación con la goma (Carneiro et al, 2013). Es por

ello que en este estudio se buscó comparar a la goma arábica con un nuevo material de pared emergente como es el mucílago extraído de la semilla de tamarindo.

2.8 Tamarindo

El tamarindo (*Tamarindus indica* L.) es un árbol que puede alcanzar hasta 30 m de altura. Este árbol es mejor conocido por la pulpa de la vaina (aproximadamente 40%), que es rica en vitamina C, tartárico, málico, ácidos cítricos y azúcares. El tamarindo se ha plantado y cosechado ampliamente en Bangladesh, India, Myanmar, Malasia, Sri Lanka, Tailandia, Australia y varios países africanos, centroamericanos y sudamericanos (Saideswara & Mary, 2012).

En México, el cultivo de tamarindo se realiza en 12 entidades federativas de la República Mexicana, donde destacan los estados de Jalisco, Colima, Guerrero y Michoacán, siendo los principales productores dentro del mercado nacional. Durante el periodo de 2018, se cultivaron 51,271.96 Ton de tamarindo, siendo Jalisco el líder en producción nacional con el 44.69%, seguido de Colima con el 27.65% y en tercer lugar Guerrero con 15.12% de la producción total nacional, generando un valor de producción de 335.668 millones de pesos (SIACON, 2018).

La semilla de tamarindo es un subproducto de la industria de la pulpa de tamarindo, que contiene hasta un 72% en peso de polisacáridos (mucílago) (Khounvilay & Sittikijyothin, 2012), que se compone de β -(1,4)-D-glucano ramificado con cadenas α -(1,4)-d-xilopyranosa y enlaces (1,6) [β -D-galactopiranosil-(1,2)- α -D-xilopyranosil] a residuos de glucosa, conteniendo unidades de glucosa, xilosa y galactosa en una relación molecular en el orden 2.8:2.25:1.0 (Patel et al., 2008) con un peso molecular de 720-880 kDa (Khounvilay & Sittikijyothin, 2012). El mucílago de tamarindo tiene el beneficio adicional de emplear un recurso basado en plantas de un subproducto de la industria de la pulpa de tamarindo que aún no se ha explotado y que podría tener un impacto positivo en el desarrollo de las economías productoras (Alpizar-Reyes

et al, 2017). Este mucílago tiene algunas aplicaciones como modificador de texturas, estabilizador, emulsionante, recubrimiento, encapsulante, controlador en procesos de cristalización y bioadhesivos (Salehi & Kashaninejad, 2014).

Tabla 4. Composición química del mucílago de la semilla de tamarindo (Phillips & Williams, 2009, Khounvilay & Sittikijyothin, 2012)

Composición química del mucílago de la semilla de tamarindo	Composición porcentual (%)
Proteína	12.7 a 15.4%
Grasa	3 a 7.5%
Fibra cruda	7 a 8.4%
Carbohidratos	61 a 72.2%
Cenizas	2.45 a 3.3%

Un método eficiente y económico para lograr un mejor manejo e incrementar la vida útil del mucílago es el secado por aspersion, ofreciendo un producto en forma de polvo que asegure que cada grano forme una partícula individual ofreciendo ventajas, como una efectiva hidratación libre de grumos o aglomerados y un producto útil para la preparación de ingredientes secos (Escalona-García et al., 2016).

3 JUSTIFICACIÓN

En la actualidad, la industria alimenticia busca el desarrollo de productos (bebidas, dulces, snacks, capsulas, entre otros) que satisfagan las necesidades del consumidor actual, centrándose en aquellos que sean de bajo costo, de fácil producción, sustentables, que aporten beneficios nutrimentales a la salud del consumidor y que al mismo tiempo sean de origen natural, sacando el mayor rendimiento de las materias primas empleadas. Esta tendencia presentada por los consumidores hacia los ingredientes naturales ha aumentado el uso de los hidrocoloides cuya demanda ha crecido exponencialmente a través de los años, ya que cumplen perfectamente las funciones que la industria busca para satisfacer al mercado alimenticio (siendo algunos de los usos el dar forma y textura a los alimentos sin cambiar el sabor de los mismos) y que derivan de fuentes naturales como la corteza de los árboles, semillas, cascara de frutas y semillas. En México en los últimos años, ha aumentado radicalmente el empleo de los hidrocoloides, por su función como emulsionantes y estabilizantes, lo que los hace muy solicitados por los proveedores de materias primas.

Derivado de ello, los mucílagos de semillas los cuales son fuentes naturales de hidrocoloides toman importancia debido a los bajos aportes calóricos ideales para el desarrollo de alimentos dietéticos, lo que los convierte en una opción viable y potencial para su investigación dentro de la industria alimenticia y/o farmacéutica. Como es el caso del mucílago extraído de la semilla de tamarindo, el cual se ha estudiado en años recientes, y que en México actualmente el mercado de Tamarindo tuvo una producción durante 2018 de 51 mil toneladas al año de acuerdo con la Secretaria de Agricultura y Desarrollo Rural, además siendo la semilla un residuo de la producción.

Por otro lado, se tiene registro que el consumo de aceites que contienen nutrientes esenciales (como los ácidos grasos y las vitaminas) aportan múltiples beneficios a la salud de los consumidores, como es el caso del aceite de ajonjolí que posee un

alto aporte nutrimental, siendo rico en proteínas, en su valor energético y su alto contenido de ácido linoleico *Omega-6* (siendo una de las fuentes vegetales más ricas de este ácido graso esencial) el cual tiene una función crucial en el fortalecimiento del sistema nervioso, la protección del sistema cardiovascular, y que favorece a la regulación del colesterol en la sangre, entre otros beneficios. Sin embargo, la estructura insaturada del aceite de ajonjolí lo hace un material termolábil por lo que lo hace susceptible a la degradación al exponerse a factores ambientales como el calor, luz, la presencia de humedad y oxígeno, además de tener una vida de anaquel corta en comparación a otros productos (atún en aceite vegetal, cereales integrales, semillas de girasol) por lo que es importante protegerlo mediante una capa protectora de los agentes ambientales. Siendo una de estas formas la microencapsulación, disminuyendo la cantidad de aceite no encapsulado en la superficie de las partículas a través de agentes encapsulantes con alta actividad emulsificante y alta estabilidad, como es el caso de los hidrocoloides, en concreto las gomas y los mucílagos.

Por lo mencionado anteriormente, el objetivo de este estudio fue evaluar y realizar la comparación de dos hidrocoloides en el microencapsulamiento de aceite de ajonjolí mediante el secado por aspersión. Estos hidrocoloides son la goma arábica y el mucílago extraído de la semilla de tamarindo. El primero siendo un agente encapsulante empleado comúnmente como en la industria para crear películas y recubrimientos comestibles, y el segundo como un material emergente en la industria y que puede ser una alternativa dentro de la misma debido a su modo de obtención (ya que prácticamente es un residuo de una materia prima como lo es la pulpa de tamarindo), y las propiedades del tamarindo.

4 HIPOTESIS

El mucílago de la semilla de tamarindo presentará un mayor porcentaje de eficiencia de encapsulamiento y tendrá un mecanismo de degradación más lento del aceite de ajonjolí encapsulado mediante secado por aspersion, en comparación a la goma Arábica.

5 OBJETIVOS

5.1.OBJETIVO GENERAL

Comparar dos hidrocoloides (mucílago de la semilla de tamarindo y la goma arábica) como agentes encapsulantes en el proceso de microencapsulamiento de aceite de ajonjolí.

5.2.OBJETIVOS PARTICULARES

- Extraer el mucílago de la semilla de tamarindo haciendo uso de procesos de separacion convencionales libre de solventes y emisiones.
- Obtener el mucílago en forma de particulas finas mediante el uso de la técnica de secado por aspersión.
- Extraer el aceite de ajonjolí empleando procesos de separación mecánicos.
- Producir microcápsulas de aceite de ajonjolí haciendo uso del mucílago de la semilla de tamarindo y la goma arabigá como agentes encapsulantes mediante secado por aspersión.
- Determinar las propiedades fisicas de las microcápsulas en polvo del aceite de ajonjolí
- Determinar el aceite superficial y total de las microcápsulas en polvo del aceite de ajonjolí
- Evaluar la eficiencia de los hidrocoloides como agentes encapsulantes en la formacion de las microcápsulas.
- Realizar la medición de hidroperóxidos de los hidrocoloides para determinar su capacidad como agentes encapsulantes.

6. MATERIALES Y MÉTODOS

6.1 Materiales

El tamarindo fue adquirido en un centro comercial de la ciudad de Toluca, México. La semilla de ajonjolí fue adquirida en un mercado en el municipio de El Oro, Estado de México. Los reactivos utilizados fueron grado analítico, adquiridos en la compañía Sigma Aldrich S.A. de C.V., Toluca, Estado de México. El agua bidestilada fue proporcionada por la planta piloto de Ingeniería Química de la Unidad Cerrillo, de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma del Estado de México.

6.2 Métodos

6.2.1 Extracción del mucílago de tamarindo

Para la extracción del mucílago de tamarindo se utilizó el método propuesto por Khounvilay & Sittikijyothin (2012) con algunas modificaciones (Alpizar-Reyes et al., 2017). Del tamarindo se retiró toda la cascara y la pulpa, para así obtener solo la semilla. Esta se molió en un molino de martillos PULVEX 100 MINI 2HP (Ciudad de México, México). Se tomaron 90 g de semilla molida de tamarindo y se colocaron en 3500 mL de agua a 80°C. La mezcla resultante se dejó en agitación continua durante 60 min a 500 rpm. Se dejó reposar 24 h a condiciones ambientales (~20°C). La mezcla fue centrifugada en una centrifuga de alta velocidad marca Hermle Z323 K (Hermle, Alemania) durante 5 min a 300 rpm, posteriormente el sobrenadante se decantó para los estudios posteriores.

6.2.2 Obtención de mucílago en polvo mediante secado por aspersion

El mucílago extraído fue alimentado a un flujo de 40 mL/min por medio de un dosificador a un secador por aspersion Nichols/Niro a nivel planta piloto (Turbo Spray PLA, Nueva York, EUA), a una temperatura de entrada del aire de 135 ±

5°C, inyectando aire comprimido a 4 bar (Pérez-Alonso et al., 2008). El producto se almacena en un recipiente hermético.



Figura 7. Equipo de Secado por aspersión (Facultad Química, Unidad Cerrillo. UAEMéx).

6.2.3 Extracción del aceite de ajonjolí

Se empleó el método de prensado en frío para extraer el aceite de ajonjolí. Se colocaron aproximadamente 50 g de semilla dentro de un émbolo de 40 cm de largo por 10 cm de diámetro, y este a su vez se colocó en una prensa hidráulica Tamer (modelo PHT-20, Shanghái, China) ejerciendo una presión gradual sobre el pistón de $8.8 \times 10^8 \text{ N/m}^2$ a condiciones ambientales ($\sim 20^\circ\text{C}$).

El aceite extraído se recolectó en un frasco de vidrio color ámbar. El aceite se extrajo minutos antes de adicionarlo a las emulsiones con el fin de evitar alguna degradación.

6.2.4 Formulación de emulsiones sencillas O/W

Se formularon 2 tipos de emulsiones aceite en agua (O/W), la primera empleando como agente emulsificante al mucílago de tamarindo y al aceite de ajonjolí como material encapsulado, la segunda empleando como agente emulsificante a la Goma Arábica y al aceite de ajonjolí como material encapsulado. Usando una relación de agente encapsulante con respecto al material encapsulado 1:2, con una cantidad de sólidos totales en la emulsión de 7.5% en ambos casos.

El procedimiento consistió en la disolución en agua destilada del agente emulsificante (mucílago de tamarindo, y goma arábica) y su hidratación en un vaso de precipitado con agitación constante mediante un agitador magnético y a una temperatura de 40°C durante 1 h, seguido de la dispersión de la fase oleosa gota a gota en la fase acuosa y emulsionada mediante un homogeneizador Ultraturrax T50 basic (IKA-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) a una velocidad de 6400 rpm durante 10 min.

6.2.5 Obtención de microcápsulas mediante la técnica de secado por aspersión

Las emulsiones aceite en agua fueron alimentadas con un flujo de 40 mL/min por medio de un dosificador a un secador por aspersión Nichols/Niro a nivel planta piloto (Turbo Spray PLA, Nueva York, EUA) a una temperatura de entrada del aire de 135 ± 5 °C, una temperatura de salida de 80 ± 5 °C y alimentando aire comprimido a 4 bar (Alpizar-Reyes et al., 2017). El producto se almaceno en una bolsa hermética.

6.2.6 Propiedades físicas de las microcápsulas

6.2.6.1 Contenido de humedad

El contenido de humedad del mucílago de la semilla de tamarindo se determinó conforme al método estándar 925.10 de AOAC (2006). El contenido de humedad de las microcápsulas de mucílago de tamarindo fue determinado gravimétricamente mediante el secado en una estufa a 45°C durante 48 horas hasta que el peso fuera constante. Se utilizó un gramo de muestra y el resultado se expresó en porcentaje en base seca.

6.2.6.2 Ángulo de reposo

Para la determinación del ángulo de reposo se colocaron 10 g de microcápsulas en un embudo a una altura de 30 cm con respecto a una superficie de papel plana. El polvo se dejó fluir libremente hacia la superficie de papel. La altura del cono (H), que se formó después de que termino de fluir el polvo y el radio del cono (R) se midieron y se emplearon para calcular el ángulo de reposo con la siguiente ecuación (Bhusari et al., 2014):

$$\text{Ángulo de reposo } (\tan \theta) = \frac{H}{R} \quad (1)$$

6.2.6.3 Densidad aparente y empacada

Se determinaron las densidades empacadas y aparentes tomando el método de (Kalegowda et al., 2017) con algunas modificaciones. La densidad aparente se determinó transfiriendo 2 g de microcápsulas a un cilindro graduado y el volumen ocupado por las microcápsulas fue el volumen aparente. Para determinar la densidad empacada se midió golpeando mecánicamente el cilindro graduado que contenía las microcápsulas hasta que el volumen observado fuera constante. La densidad aparente y empacada se calcularon como la relación de la masa de las microcápsulas con el volumen aparente o empacado respectivamente.

6.2.6.4 Índice de compresibilidad (índice de Carr)

El índice de compresibilidad de las microcápsulas se determinó de acuerdo con el índice de compresibilidad de Carr (porcentaje) como se indica en la ecuación 2 (Kalegowda et al., 2017):

$$\left| \text{Compresibilidad (\%)} = \frac{\text{Densidad empacada} - \text{Densidad aparente}}{\text{Densidad empacada}} \times 100 \right. \quad (2)$$

6.2.6.5 Radio de Hausner

El radio de Hausner se determinó mediante el uso de la densidad empacada y la densidad aparente como se muestra en la ecuación 3 (Bhusari, Muzaffar, & Kumar, 2014):

$$\left| \text{Radio de Hausner} = \frac{\text{Densidad empacada}}{\text{Densidad aparente}} \right. \quad (3)$$

6.2.6.6 Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas

La distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas (d_{43}) se determinó con un Analizador de Tamaño de Partícula Malvern Mastersizer 3000 equipado con una unidad para polvos AERO S que opera con un software Mastersizer 3000 versión 3.63 (Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcestershire, Reino Unido). Se utilizó un índice de refracción de 1.39, un índice de adsorción de 0.1 y una presión de aire de 4 bar.

6.2.7 Eficiencia de encapsulamiento

6.2.7.1 Contenido de aceite superficial

El contenido de aceite superficial se determinó basándose en el método propuesto por (Menin et al., 2018), con algunas modificaciones. Se dispersó 2 g de microcápsulas en 20 mL de n-hexano, se mantuvo en agitación durante 2 min. La suspensión fue filtrada y el remanente se lavó tres veces con 5 mL de n-hexano. El polvo obtenido fue secado en una estufa a 45°C hasta que el peso de la masa fuera constante. El aceite superficial en las microcápsulas fue determinado calculando la diferencia de peso entre la masa inicial de las microcápsulas y la masa del polvo obtenido después del secado.

6.2.7.2 Contenido de aceite total

El contenido total de aceite fue medido de acuerdo con lo planteado por (Rodea-González et al., 2012), con algunas modificaciones. Se formó una suspensión mediante la dispersión de 3 g de microcápsulas en 180 mL de éter de petróleo. El aceite fue extraído mediante un equipo Soxhlet (VLPL-SER 148/6), con un tiempo de extracción de 6 h. Después de la extracción del aceite el polvo fue secado hasta que su masa fuera constante. El contenido total de aceite fue calculado

como la diferencia entre la masa inicial de microcápsulas y la masa del polvo obtenido después de la extracción con el Soxhlet.

6.2.7.3 Eficiencia de encapsulamiento

La eficiencia de encapsulamiento se calculó usando la ecuación 4:

$$EE (\%) = \frac{\text{Aceite total (g)} - \text{Aceite Superficial (g)}}{\text{Aceite total (g)}} \times 100 \quad (4)$$

6.2.8 Medición de Oxidación lipídica del aceite microencapsulado por índice de peróxido

Para la evaluación de la oxidación, se almacenaron microcápsulas y aceite sin encapsular a 35°C con actividad de agua de 0.318. Las microcápsulas y el aceite libre se esparcieron en bandejas de 3,5 cm de diámetro (área de superficie de 9,6 cm²) y se almacenaron en recipientes sellados para acelerar el proceso de oxidación. La oxidación de los lípidos se evaluó a través del índice de peróxido (PV) expresado como miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo de aceite (mEq / kg de aceite).

El aceite en las microcápsulas se extrajo de acuerdo con (Cortés-Camargo et al., 2017). Brevemente, se pesaron 0.5 g de microcápsulas y se disolvieron en 1 mL de agua destilada para obtener una emulsión. Una porción de 0.3 mL de la emulsión se mezcló con 1.5 mL de una solución de isooctano / isopropanol (3:2 v / v), seguido por una agitación en vortex tres veces durante 10 s. Luego se centrifugó por 10 minutos a 2000 rpm. Las fases se separaron y la fase superior (fase orgánica) se tomó para un análisis posterior.

El índice de peróxido correspondiente al aceite microencapsulado y libre se determinó por espectrofotometría. Se añadió una porción de 0.2 mL de la fase orgánica clara (o 0.2 mL en el caso de aceite libre) a 2.8 mL de una solución

metanol-butanol (2:1 v/v). Posteriormente, se añadieron 15 μL de una solución de tiocianato de amonio (3.94 M) y 15 μL de una solución clara de iones hierro Fe^{+2} y se agito en un vortex de 2 a 4 s.

La absorbancia de las muestras se leyó a 510 nm después de 20 min de tiempo de reacción (manteniendo las muestras en la oscuridad) usando un espectrofotómetro UV-Vis modelo Genesis 10 (Thermo Scientific, Waltham, MA), y las concentraciones de hidroperóxido se determinaron usando una curva estándar de hidroperóxido de cumeno 8 (Niu et al., 2016). Para estudios de oxidación de lípidos por peróxido, se analizaron al menos dos duplicados de cada muestra.

7 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

7.1. Extracción del mucílago (líquido) y obtención del mucílago en polvo mediante secado por aspersión

Después de obtener el mucílago en solución de la semilla de tamarindo empleando agua como solvente, esta solución presentó una tonalidad clara de color anaranjado (figura 7). Posteriormente al ser deshidratada la solución del mucílago a través del secado por aspersión, el polvo obtenido presentó una tonalidad más oscura respecto al estado líquido como podemos observar en la figura 8. Se obtuvieron dos tipos de mucílago de tamarindo, el recuperado en el frasco del equipo de secado tiene una presentación más fina, en comparación al que se obtuvo de las tuberías del mismo, el cual cuenta con tiene una forma laminada.



Figura 8. Solución de mucílago de la semilla de tamarindo en agua



Figura 9. Mucílago de la semilla de tamarindo obtenida a través del secado por aspersion

7.2. Formulación de emulsiones sencillas O/W

Las emulsiones se obtuvieron como resultado del procedimiento descrito en la sección de métodos. La emulsión O/W correspondiente al mucílago de la semilla de tamarindo (M1) presentó una tonalidad de color naranja, a diferencia de la emulsión O/W de goma arábica (M2), la cual presentó una tonalidad blanquecina. Ambas emulsiones pueden apreciarse como un fluido viscoso (figura 9). Después de pasar por el proceso de secado por aspersion, las microcápsulas de mucílago de la semilla de tamarindo mantienen el color naranja del mucílago, en el caso de las microcápsulas de goma arábica, estas son de color blanquecino (figura 10).



Figura 10. Comparación de emulsiones (relación O/W 1:2) de mucílago de la semilla de tamarindo y goma arábiga



Figura 11. Comparación de microcápsulas de mucílago de la semilla de tamarindo y goma arábiga

7.3. Propiedades físicas de las microcápsulas

7.3.1. Contenido de humedad

Se analizaron los contenidos de humedad para las microcápsulas de aceite de ajonjolí de ambos sistemas coloidales como se presenta en la tabla 4 con valores de 2.74% p/p para el caso del mucílago de tamarindo (M1), y 3.76% p/p en el sistema coloidal de Goma Arábica (M2). Para ambos sistemas se puede apreciar que los contenidos de humedad se encuentran dentro del intervalo de la especificación de humedad mínima para polvos secos dentro de la industria alimenticia que es entre 3 y 4 g / 100 g de agua (Huang, Sun, Xiao & Yang, 2012). Ambos sistemas de microcápsulas presentan un bajo contenido de humedad y están dentro del intervalo considerado seguro para evitar el crecimiento de microorganismos y del desarrollo de alteraciones del producto relacionadas con el contenido inicial de humedad.

Tabla 5. Contenido de humedad (% p/p) de las microcápsulas para ambos sistemas coloidales.

Sistema	Contenido de humedad (% p/p)
(M1) Mucílago de tamarindo	2.74 ± 6.28 E -4
(M2) Goma arábica	3.76 ± 6.31 E -4

7.3.2. Ángulo de reposo

El ángulo de reposo es un método de caracterización sencillo que permite entender el comportamiento de las microcápsulas al desplazarse dentro de un campo de flujo.

Los valores obtenidos para el ángulo de reposo, para el sistema M1 es de 38.44° y el sistema M2 24.83°; se tiene reportado que valores entre 36° y 40° indican una buena capacidad de fluir libremente (Alpizar-Reyes et al., 2019), por lo que analizando los valores obtenidos podemos inferir que los resultados descritos en la Tabla 5 están en concordancia con el comportamiento de flujo y no requieren de una fuerza adicional para fluir.

Tabla 6. Angulo de reposo en función de la altura y radio en las microcápsulas para ambos sistemas

Sistema	H (Altura del Cono) (cm)	R (Radio del cono) (cm)	Ángulo de reposo
(M1) Mucílago de tamarindo	3.22 ± 0.18	4.06 ± 0.20	38.44 ± 2.88
(M2) Goma arábica	2.26 ± 0.12	4.88 ± 0.14	24.83 ± 0.78

7.3.3. Densidad aparente y empacada

La densidad aparente es una propiedad importante en el embalaje y la buena reconstitución en las microcápsulas en su presentación de polvo. Esta propiedad depende del espacio interno que existe entre las partículas, o bien, de la porosidad que hay en el volumen aparente. Los valores obtenidos de densidad aparente estuvieron entre 0.19 y 0.26 g/mL para el sistema M1 y M2 respectivamente (Tabla 6). Estos valores están en sintonía con los valores comúnmente observados en polvos microencapsulados. Los bajos valores de densidad aparente en ambos

sistemas pueden atribuirse a la concentración de aceite de ajonjolí presente en las microcápsulas. Esta característica ayuda a obtener un mayor grado de ocupación del mucílago de la semilla de tamarindo y la goma arábica, como agente encapsulante o material de barrera. De hecho, se tiene registro que la naturaleza esponjosa de las microcápsulas se debe a la prevalencia del agente encapsulante (Chew, Tan, & Nyam, 2018).

La densidad empacada es un parámetro que afecta las variables de diseño (por ejemplo, transporte, envasado y comercialización de microcápsulas), que determina el peso y la cantidad de polvo que se puede colocar en un contenedor. Las microcápsulas del sistema M2 presenta una mayor densidad empacada a comparación del sistema M1. En ambos casos la cantidad de aceite encapsulado y la concentración es la misma en los dos sistemas, la diferencia la podemos encontrar en el agente encapsulante, en donde la goma arábica (M2) tiene una mayor densidad empacada que el mucílago de la semilla de tamarindo (M1).

La producción de microcápsulas mediante secado por aspersion con una alta densidad empacada requiere el uso de contenedores más pequeños, esto representa una ventaja durante el manejo del producto. De igual forma, una densidad aparente mayor representa una menor cantidad de aire presente en el polvo, lo que previene la degradación del producto durante su almacenamiento (Chew, Tan, & Nyam, 2018).

Tabla 7. Densidad aparente y empacada de las microcápsulas para ambos sistemas

Sistema	Densidad aparente (g/mL)	Densidad empacada (g/mL)
(M1) Mucílago de tamarindo	0.19 ± 6.50 E -3	0.21 ± 6.40 E -3
(M2) Goma arábica	0.26 ± 2.60 E -3	0.29 ± 5.50 E -3

7.3.4. Propiedades de flujo

El índice de Carr (índice de compresibilidad) y el radio de Hausner son los parámetros más comunes empleados para describir las propiedades de flujo de las microcápsulas. De acuerdo con lo reportado por Turchiuli et al. (2014), los valores del índice de compresibilidad de Carr entre 11 y 15% indican que el polvo tiene una buena capacidad de fluir, que es una característica de los polvos que fluyen libremente. Para las microcápsulas de los sistemas M1 y M2, los valores recabados de porcentaje de compresibilidad fueron de 8.46 y 8.33, respectivamente (Tabla 7), estos valores demuestran que son polvos que tienen la capacidad de fluir libremente, ya que son valores de compresibilidad menores a 15.

Otro parámetro útil para caracterizar la fluidez de las microcápsulas, es el radio de Hausner, que evalúa la cohesión del polvo. Los valores cercanos a 1.0 indican una buena capacidad de los polvos para fluir libremente, mientras que valores arriba de 1.60 denotan una mala fluidez. De esta manera, un radio de Hausner más alto indica que el polvo es más cohesivo y menor su capacidad de fluir libremente. En el caso de ambos sistemas, el valor correspondiente al radio de Hausner es de 1.09 para ambos sistemas (M1 y M2) (Tabla 7) lo que nos indica que tanto M1 y M2 tienen una buena capacidad de fluidez (Goyal et al., 2015).

Tabla 8. Índice de compresibilidad de Carr y radio de Hausner de las microcápsulas para ambos sistemas

Sistema	Índice de Compresibilidad de Carr	Radio de Hausner
(M1) Mucílago de tamarindo	8.46 ± 6.77 E -3	1.09 ± 8.12 E-3
(M2) Goma arábica	8.33 ± 1.11 E -2	1.09 ± 1.30 E-2

7.4. Eficiencia de encapsulamiento

7.4.1. Contenido de aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento

Los datos correspondientes al aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento para las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucílago de semilla de tamarindo y goma arábica, ambos como agentes encapsulantes, se encuentra en la tabla 8. En el caso del aceite superficial, el sistema M1 (17.52%) tuvo un valor ligeramente mayor al sistema M2 (16.75%). El aceite superficial es importante para proveer de una buena estabilidad al almacenar el material encapsulado. A mayor cantidad de agente encapsulante mayor será la protección de las gotas de aceite antes de pasar por el proceso de secado (Gharsallaoui et al., 2007).

Por otro lado, la eficiencia de encapsulamiento obtenida fue ligeramente menor para el caso del sistema M1 (80.96%) en comparación al sistema M2 (82.53%); por lo cual, el sistema de goma arábica (M2), es el sistema relativamente ideal dentro de esta comparativa (con respecto al sistema de mucílago de la semilla de tamarindo analizado), ya que cuenta con una eficiencia de encapsulamiento ligeramente mayor para el proceso de microencapsulación de aceite de ajonjolí, así mismo con una menor proporción de aceite superficial. Sin embargo, al ser el mucílago un hidrocoloide emergente dentro del proceso de microencapsulamiento, la comparativa con la goma arábica nos demuestra que puede ser una alternativa para la industria alimenticia mexicana.

Tabla 9. Contenido de aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento de ambos sistemas.

Sistema	Aceite superficial (%)	Aceite total (%)	Eficiencia de encapsulamiento (%)
(M1) Mucílago de tamarindo	17.52 ± 9.60 E -3	92.16 ± 2.32 E-2	80.96 ± 4.86 E-3
(M2) Goma arábica	16.75 ± 4.09 E -3	95.97 ± 1.02 E-2	82.53 ± 1.87 E-3

7.5. Medición de Oxidación lipídica por índice de peróxido

La estabilidad de oxidación del aceite de ajonjolí, empleando como material de pared al mucílago de la semilla de tamarindo (M1), y la goma arábica (M2) se muestran en la figura 11. Todas las muestras fueron almacenadas durante cinco semanas a 35°C con una actividad de agua de 0.318. Los resultados muestran que se formaron peróxidos en el aceite de ajonjolí libre y en el aceite encapsulado de ambos sistemas de microcápsulas M1 y M2. Para la temperatura analizada (35°C), la estabilidad del valor de peróxidos para ambos sistemas M1 y M2, fue considerablemente mayor en comparación al aceite libre, de la misma forma la estabilidad del sistema de mucílago de semilla de tamarindo (M1) fue ligeramente mayor en comparación al sistema de goma arábica (M2).

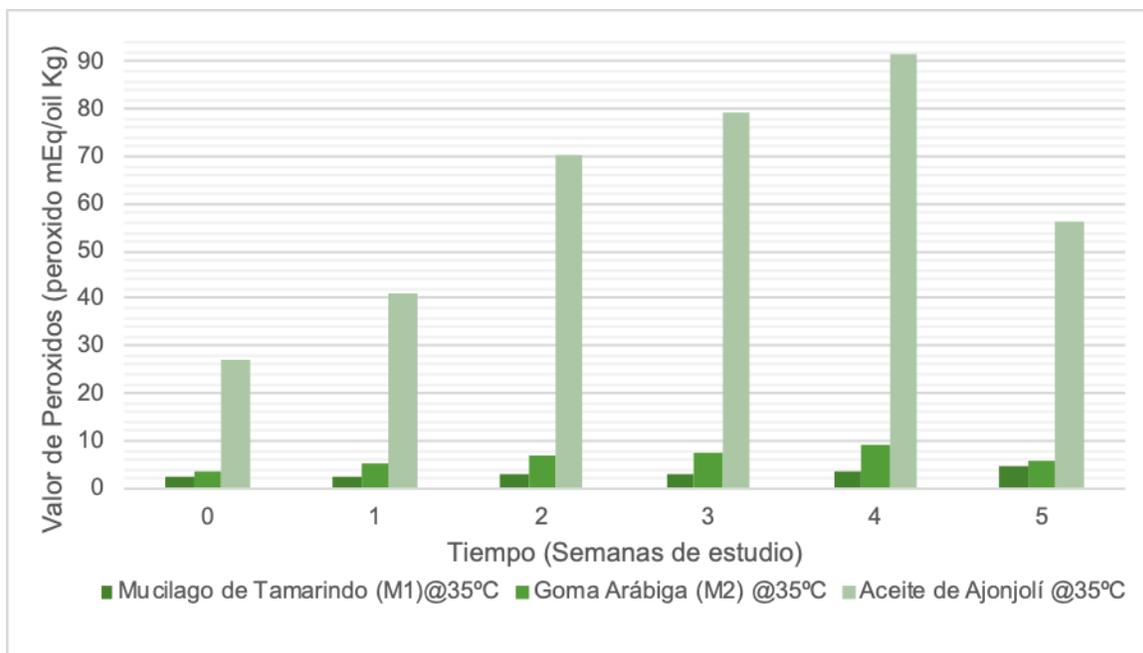


Figura 12. Valores de Peróxidos para los sistemas de Mucílago de Tamarindo (M1), Goma Arábica (M2) y Aceite de Ajonjolí @ 35°C

El valor de peróxido del aceite libre aumento rápidamente alcanzando un valor máximo en la cuarta semana de 91.393 mEq/ kg aceite. Por otro lado, tanto el sistema M1, como M2, siguieron un patrón de oxidación similar entre ellas, presentando valores más bajos, alcanzando niveles máximos para el caso del sistema M1 de 4.795 mEq/ kg aceite durante la quinta semana, y para el sistema M2 un valor máximo durante la cuarta semana de 9.162 mEq/ kg aceite (Tabla 8). (Tonon, Grosso & Hubinger, 2011) reportan que una mayor concentración de aceite en las microcápsulas conduce a una mayor oxidación de los lípidos debido a una menor eficiencia de encapsulación y un mayor aceite superficial. Dado que se empleó la misma concentración de aceite en ambos sistemas de microcápsulas, la diferencia la podemos encontrar en el tipo de material de pared empleado y comparando los resultados de eficiencia de encapsulamiento y aceite superficial para ambos sistemas, conseguimos explicar el porqué del comportamiento similar entre el mucílago de la semilla de tamarindo (M1) y la goma arábica (M2) en cuanto a la estabilidad del valor de peróxidos.

Tabla 10. Perfiles de Oxidación @35°C

Tiempo (Semana de Estudio)	Valor de Peróxidos (mEq/ kg aceite) @35°C		
	Mucílago de Tamarindo (M1)	Goma Arábica (M2)	Aceite de Ajonjolí
0	2.188 ± 0.01	3.404 ± 0.04	27.265 ± 0.07
1	2.582 ± 0.01	4.972 ± 1 E-3	41.315 ± 1.38
2	2.815 ± 0.01	6.716 ± 0.03	70.568 ± 0.20
3	3.167 ± 5 E-3	7.365 ± 0.02	79.433 ± 0.88
4	3.527 ± 1 E-3	9.163 ± 0.05	91.394 ± 0.13
5	4.796 ± 0.10	5.876 ± 6 E-3	56.236 ± 0.90

En el caso del aceite libre y el sistema de goma arábica (M2) que llegaron a un valor máximo antes de concluir las cinco semanas se puede explicar debido a que durante el transcurso de la semana cuatro y cinco, existieron reacciones secundarias formando productos oxidativos secundarios. Es importante mencionar que la formación de peróxidos se divide en tres fases: iniciación, propagación y descomposición o terminación. En la primera fase, se forman una molécula de agua y un radical de ácido graso libre debido a que las especies reactivas de oxígeno (por ejemplo, -OH y HOO•) se combinan con los lípidos insaturados. El radical de ácido graso libre reacciona fácilmente con el oxígeno para formar un radical de ácido graso peroxílico, que luego forma otro radical de ácido graso y peróxido lipídico. En la segunda fase, esta reacción es continua mediante la transferencia de radicales libres de un lípido insaturado al siguiente, a este proceso se le conoce como “auto oxidación”. En la tercera fase la reacción continúa hasta que las concentraciones de especies radicales son lo suficientemente altas, lo que hace que reaccionen consigo mismas para formar una especie no radical. Los productos oxidativos primarios (es decir, peróxidos e hidroperóxidos) son altamente reactivos y se descomponen o polimerizan

produciendo productos oxidativos intermedios y secundarios, como aldehídos, epoxi y cetonas. Estas reacciones oxidativas que involucran PUFA conducen a problemas sensoriales inaceptables para los consumidores, pérdida de valor nutricional y en ocasiones pueden causar trastornos de salud (Avramenko et al., 2016, Alpizar-Reyes et al., 2019). De acuerdo a Escalona-García et al. (2016) se observa un fenómeno similar en el aceite de la semilla de chía.

De acuerdo con la Comisión CODEX Alimentarius, se establece que el valor máximo de peróxidos de las microcápsulas para el consumo humano debe ser inferior de 10 mEq/ kg aceite (Stan, 1999). En el caso del aceite libre, este valor se alcanzó durante la primera semana de almacenamiento (27.264 mEq/ kg aceite), mientras que para el caso de las microcápsulas de mucílago de la semilla de tamarindo (M1) (4.795 mEq/ kg aceite, valor máximo durante la semana cinco) y goma arábiga (M2) (9.162 mEq/kg aceite, valor máximo durante la semana cuatro) los valores obtenidos no superaron el máximo establecido.

Estos resultados nos muestran que el mucílago de la semilla de Tamarindo proporcione una protección efectiva contra la oxidación durante el almacenamiento de aceite de ajonjolí, tomando en cuenta que esta protección de los aceites es una función fundamental de los materiales de pared. Ya que el sistema de pared está diseñado para proporcionar protección contra los fenómenos de transporte entre la parte interna de la microcápsula y el medio ambiente (Lehn et al., 2018).

8. CONCLUSIONES

De acuerdo con las propiedades físicas analizadas, las microcápsulas obtenidas tanto del sistema de mucílago de la semilla de tamarindo (M1), como el sistema de goma arábica (M2) presentaron la capacidad de fluir libremente sin la necesidad de promover su flujo añadiendo una fuerza adicional. Ambos sistemas presentaron valores similares de densidad empacada y aparente del polvo, teniendo valores ligeramente mayores las microcápsulas de goma arábica.

El aceite superficial fue ligeramente mayor para las microcápsulas de mucílago de la semilla de tamarindo (17.52%), en comparación con las microcápsulas de goma Arábica (16.75%).

Por otro lado, la eficiencia de encapsulamiento presento valores para el caso de la goma arábica M2 (82.53%) a diferencia de las microcápsulas de mucílago de la semilla de tamarindo (80.96%); por lo cual, el mucílago de la semilla de tamarindo resulta competitivo referente a este parámetro con respecto a la goma arábica.

En cuanto a los valores máximos de peróxidos obtenidos, tanto el sistema de mucílago de la semilla de tamarindo (M1), como la goma arábica (M2) cuentan con valores debajo del límite establecido (10 mEq/ kg aceite) para el consumo humano por parte de la Comisión CODEX Alimentarius, siendo los valores máximos de 4.975 mEq/ kg aceite y 9.162 mEq/ kg aceite, respectivamente.

Por lo tanto, el mucílago de la semilla de tamarindo presentó un comportamiento favorable como un nuevo material de pared para el encapsulamiento, corroborando su viabilidad para proteger los aceites susceptibles a la degradación.

En conclusión, ambos hidrocoloides poseen propiedades similares, lo que coloca al mucílago de la semilla de tamarindo en una posición competitiva dentro de la industria alimenticia, para ser empleado como un material emergente de

encapsulamiento y ser una opción viable para sustituir en un futuro un porcentaje gradualmente de la importación de goma arábica hacia México y ser empleado como un agente encapsulante alternativo a la goma arábica. Así mismo, para exportar el mucilago de semilla de tamarindo al resto del mundo.

9. LITERATURA CITADA

Bibliografía

Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramirez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017). Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid. *Journal of Food Engineering*, 209 (1), 68-75.

Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Romero-Romero, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramírez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017). Thermodynamic sorption properties and glass transition temperature of tamarind seed mucilage (*Tamarindus indica* L.). *Food and Bioproducts Processing*, 101 (1), 166-176.

Alpizar-Reyes, E., Roman-Guerrero, Rivera-Gallardo, R., Varela-Guerrero, V., Olivares-Cruz, J., & Pérez-Alonso, C. (2017). Rheological properties of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage obtained by spray-drying as a novel source of hydrocolloid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 107 (1), 817-824.

Alpizar-Reyes, E., (2019). Extracción, caracterización y evaluación del mucílago de la semilla de tamarindo como agente encapsulante del aceite de ajonjolí (*sesamum indicum* L.) (Tesis doctoral). Universidad Autónoma del Estado de México. Toluca, México.

Anandharamakrishnan, C., Rielly, C. D., & Stapley, A. G. (2010). Spray-freeze-drying of whey proteins at sub-atmospheric pressures. *Dairy Science & Technology*, 90(2-3), 321-334.

Anwar, S. H., & Kunz, B. (2011). The influence of drying methods on the stabilization of fish oil microcapsules: Comparison of spray granulation, spray drying, and freeze drying. *Journal of food Engineering*, 105(2), 367-378.

AOAC. (2006). *Official methods of analysis of AOAC International*. Washington, DC, USA: Association of Official Analytical Chemists.

Astray, G., Gonzalez-Barreiro, C., Mejuto, J., Rial-Otero, R., & Simal-Gándara, J. (2009). A review on the use of cyclodextrins in foods. *Food Hydrocolloids*, 23(7), 1631–1640.

Avramenko, N. A., Chang, C., Low, N. H., & Nickerson, M. T. (2016). Encapsulation of flaxseed oil within native and modified lentil protein-based microcapsules. *Food Research International*, 81, 17–24.

Báez-González, G., Pérez-Alonso, C., Beristain, I., Vernon-Carter, J., & Vizcarra-Mendoza. (2004). Effective moisture diffusivity in biopolymer drops by regular regime theory. *Food Hydrocolloids*, 18 (1), 325-333.

Bahrami, M., & Ranjbarian, S. (2007). Production of micro-and nano-composite particles by supercritical carbon dioxide. *Journal of Supercritical Fluids*, 40(2), 263–283.

Baldwin, E. A., Hagenmaier, R., & Bai, J. (2011). *Edible coatings and films to improve food quality*. CRC Press.

Behrouzian F., Razavi S., Karazhiyan H., 2013. The effect of pH, salts and sugars on the rheological properties of cress seed (*Lepidium sativum*) gum. *International Journal of Food Science and Technology*, 48, 2506-2513.

Bhusari, N., Muzaffar, K., & Kumar, P. (2014). Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technology*, 266 (1), 354-364.

Brazel, C. S. (1999). Microencapsulation: offering solutions for the food industry. *Cereal Foods World*, 44 (6), 388-390.

Carneiro, H., Tonon, R. V., Grosso, R. F., & Hubinger M. D. (2013). Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*, 115 (4), 443-451.

Cervantes-Martínez C., Medina-Torres L., Gonzáles-Laredo R., Calderas F., Sánchez-Olivares G., Herrera-Valencia E., 2014. Study of spray drying of the Aloe vera mucilage (*Aloe vera barbadensis* Miller) as a function of its rheological properties. *LWT - Food Science and Technology*, 55, 426-435.

Chan, E.S., (2011). Preparation of Ca-alginate beads containing high oil: Influence of process variables on encapsulation efficiency and bead properties. *Carbohydrate Polymers*, 84 (2011) 1267–1275

Chew, S. C., Tan, C. P., & Nyam, K. L. (2018). Microencapsulation of refined kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) seed oil by spray drying using β -cyclodextrin/gum arabic/sodium caseinate. *Journal of Food Engineering*, 237 (1), 78-85.

Cortés-Camargo, S., Cruz-Olivares, J., Barragán-Huerta, E., Dublán-García, O., Román-Guerrero, A., & Pérez-Alonso, C. (2017). Microencapsulation by spray drying of lemon essential oil: evaluation of mixtures of mesquite gum–nopal mucilage as new wall materials. *Journal of Microencapsulation*, 34 (4), 395-407.

Corso, M.P., Fagundes-Klen, M.R., Silva, E.A., Filho, L.C., Santos, J.N., L.S. Freitas, L.S. and Dariva, C. (2010). Extraction of sesame seed (*Sesamun indicum* L.) oil using compressed propane and supercritical carbon dioxide. *Journal of Supercritical Fluids* 52, 56-61.

Cubero, N., Montferre, r. A., & Villalta, J. (2002). *Aditivos Alimentarios*. Madrid, España: Mundi Prensa.

Da Silva Malheiros, P., Daroit, D. J., & Brandelli, A. (2010). Food applications of liposome- encapsulated antimicrobial peptides. *Trends in Food Science & Technology*, 21(6), 284–292.

Davarci, F., Turan, D., Ozcelik, B., & Poncelet, D. (2017). The influence of solution viscosities and surface tension on calcium-alginate microbead formation using drip-ping technique. *Food Hydrocolloids*, 62, 119–127.

Debenedetti, P. G., Tom, J. W., Sang-Do, Y., & Gio-Bin, L. (1993). Application of super- critical fluids for the production of sustained delivery devices. *Journal of Controlled Release*, 24(1–3), 27–44.

Desai, K., & Park, J.H. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23 (1), 1361-1391.

Dickinson E., 2009. Hydrocolloids as emulsifiers and emulsion stabilizers. *Food Hydrocolloids*, 23(6), 1473–1482.

Dziezak. (1988). Microencapsulation and ingredients. *Food Technology*, 2 (1), 136-151.

Escalona-García, A., Pedroza-Islas, R., Natividad, R., Rodríguez-Huezo, M. E., Carrillo-Navas, H., & Pérez-Alonso, C. (2016). Oxidation kinetics and thermodynamic analysis of chia oil microencapsulated in a whey protein concentrate-polysaccharide matrix. *Journal of Food Engineering*, 175 (1), 93-103.

Ezhilarasi, P., Karthik, P., Chhanwal, N., & Anandharamakrishnan, C. (2013). Nanoencapsulation techniques for food bioactive components: A review. *Food and Bioprocess Technology*, 6(3), 628–647.

FAO. (2012). Grasas y Ácidos Grasos en nutrición humana. *Food and nutrition paper*, 60-64.

Farahnaky A., Shanesazzadeh E., Mesbahi G., Majzoubi M., 2013. Effect of various salts and pH condition on rheological properties of *Salvia macrosiphon* hydrocolloid solutions. *Journal of Food Engineering*, 116, 782-788.

Fatnassi, M., Tourné-Péteilh, C., Peralta, P., Cacciaguerra, T., Dieudonné, P., Devoisselle, J.-M., & Alonso, B. (2013). Encapsulation of complementary model drugs in spray- dried nanostructured materials. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 68(2), 307–316.

Fuentes-Ortega T., Martínez-Vargas S.L., Cortés-Camargo S., Guadarrama-Lezama A.Y., Gallardo-Rivera R., Baeza-Jimenéz R., Pérez-Alonso C. (2017). Effects of the process variables of microencapsulation sesame oil (*sesamum indica* L.) by spray drying. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 16(2), 477-490.

Funami, T., Fang, Y., Noda, S., Ishihara, S., Nakauma, M., Draget, K. I., ... Phillips, G. O. (2009). Rheological properties of sodium alginate in an aqueous system during gelation in relation to supermolecular structures and Ca²⁺ binding. *Food Hydrocolloids*, 23(7), 1746–1755.

Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). Applications of spray drying in microencapsulation of food ingredients. *Food Research International*, 40 (9), 1107-1121.

Glicksman M., 1982. *Food Hydrocolloids*. New York: CRC Press, 1, 219.

Gouin. (2004). Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trend in Food Science & Technology*, 15 (1), 330-347.

Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M. K., Tomar, S. K., Arora, S., Sabikhi, L., & Singh, A. K. (2015). Development and physico-chemical characterization of

microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. *Powder Technology*, 286 (1), 527-537.

Gutiérrez, G., Osorio, G., Jiménez, A., & Pyle, L. (1998). An assessment of droplet-air contact and spray drying performance in bioprocess engineering. *Advances in Bioprocess Engineering*, 11 (1), 251-275.

Huang, G., Sun, Y., & Xiao, J. (2012). Complex coacervation of soybean protein isolate and chitosan. *Food Chemistry*, 135 (2), 534-539.

Hwisa, N., Katakam, P., Chandu, B., & Adiki, S. (2013). Solvent evaporation techniques as promising advancement in microencapsulation. *VRI Biological Medicinal Chemistry*, 1, 8–22.

Ichiura, H., Morikawa, M., & Fujiwara, K. (2005). Preparation of microcapsules that produce color in response to humidity for use in intelligent functional paper. *Journal of Materials Science*, 40(8), 1987–1991.

Kalegowda, P., Chauhan, A., Mysore, S., & Nanjaraj, U. (2017). *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) haw cladode mucilage: physico-chemical, rheological and functional behavior. *Carbohydrate Polymers*, 157 (1), 1057-1064.

Khounvilay, K., & Sittikijyothin, W. (2012). Rheological behaviour of tamarind seed gum in aqueous solutions. *Food Hydrocolloids*, 26 (2), 334-338.

King, A. K. (1995). *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*. American Chemical Society.

Ko, J., Koo, S., & Park, H. (2008). Effects of alginate microencapsulation on the fibrinolytic activity of fermented soybean paste. *Food Chemistry*, 111 (4), 921-924.

Koocheki A., Taherian A., Bostan A., 2013. Studies on the steady shear flow behavior and functional properties of *Lepidium perfoliatum* seed gum. *Food Research International*, 50, 446-456.

Kowalski. (1991). Thermal-oxidative decomposition of edible oils and fats, DSC studies. *Thermochimica Acta*, 184 (1), 49-57.

Laokuldilok, T., & Kanha, N. (2015). Effects of processing conditions on powder properties of black glutinous rice (*Oryza sativa* L.) bran anthocyanins produced by spray drying and freeze drying. *LWT-Food Science and Technology*, 64(1), 405–411.

Lee, E. and Choe, E. (2012). Changes in oxidation- derived off-flavor compounds of roasted sesame oil during accelerated storage in the dark. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology* 1, 89-93.

Lehn, D. N., Esquerdo, V. M., Dahlem Júnior, M. A., Dall’Agnol, W., dos Santos, A. C. F., de Souza, C. F. V., & de Almeida Pinto, L. A. (2018). Microencapsulation of different oils rich in unsaturated fatty acids using dairy industry waste. *Journal of Cleaner Production*, 196, 665– 673.

Li, M., & Nie, P. (2016). The functional and nutritional aspects of hydrocolloids in foods. *Food Hydrocolloids*, 53 (1), 46-61.

López-Franco, Y.L., Goycoolea, F.M., Valdez M., Calderon de la Barca, A.M. (2006). Goma de Mezquite: una Alternativa de Uso Industrial. *Interciencia: Revista de ciencia y tecnología de América*, 31(3), 183-189.

Lupo, B., Maestro, A., Gutiérrez, J. M., & González, C. (2015). Characterization of alginate beads with encapsulated cocoa extract to prepare functional food: Comparison of two gelation mechanisms. *Food Hydrocolloids*, 49, 25–34.

Madene, A., Jacquot, M. S., & Desobry, S. (2006). Flavour encapsulation and controlled release – a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 41 (1), 1-21.

Marques, H. M. C. (2010). A review on cyclodextrin encapsulation of essential oils and volatiles. *Flavour and Fragrance Journal*, 25(5), 313–326.

Mathiowitz, E. (1999). *Encyclopedia of controlled drug delivery*. Wiley.

Mattea, F., Martín, Á., & Cocero, M. J. (2009). Carotenoid processing with supercritical fluids. *Journal of Food Engineering*, 93(3), 255–265.

Mc Clements, D. J. (2004). Protein stabilized emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 9 (1), 305-313.

Menin, Zanoni, F., Vakarelova, M., Chignola, R., Donà, G., Rizzi, C., . . . Zoccatelli, G. (2018). Effects of microencapsulation by ionic gelation on the oxidative stability of flaxseed oil. *Food Chemistry*, 269 (1), 293-299.

Moreiras, O., Carbajal, A., Cabrera, L., & Cuadrado, C. (2013). *Tablas de Composición de Alimentos*. España: Pirámide. 16va Edición.

Munin, A., & Edwards-Lévy, F. (2011). Encapsulation of natural polyphenolic compounds; a review. *Pharmaceutics*, 3(4), 793–829.

Nayak, A.K., Pal, D., Santra, K., (2015). Screening of polysaccharides from tamarind, fenugreek and jackfruit seeds as pharmaceutical excipients. *International Journal of Biological Macromolecules*, 79, 756-760

Niu, F., Niu, D., Zhang, H., Chang, C., Gu, L., Su, Y., & Yang, Y. (2016). Ovalbumin/gum arabic- stabilized emulsion: Rheology, emulsion characteristics, and Raman spectroscopic study. *Food Hydrocolloids*, 52, 607–614.

Nussinovitch A., Hirashima M., 2014. *Cooking innovations: Using hydrocolloids for thickening, gelling, and emulsification*. Boca Raton: Taylor & Francis.

Ozkan, P., F., de Marco, I., Xiao, J., & Capanoglu, E. (2019). A review of microencapsulations methods for food antioxidants: principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, 272 (1), 494-506.

Pagington, J. (1986). Beta-cyclodextrin and its uses in the flavour industry. *Developments in food flavours*/edited by GG Birch and MG Lindley.

Paques, J. P., Sagis, L. M., van Rijn, C. J., & van der Linden, E. (2014). Nanospheres of alginate prepared through w/o emulsification and internal gelation with nano- particles of CaCO₃. *Food Hydrocolloids*, 40, 182–188.

Patel, T., Morris, G. A., Ebringerova, A., Vodenicarova, M., Velabny, V., & Ortega, A. (2008). Global conformation analysis of irradiated xyloglucans. *Carbohydrate Polymers*, 74 (4), 845-851.

Pérez-Alonso, C., Cruz Olivares, J., Barrera Pichardo, J., Rodríguez Huevo, M., Báez González, J., & Vernon Carter, E. (2008). DSC thermo-oxidative stability of red chilli oleoresin microencapsulated in blended biopolymer matrices. *Journal of Food Engineering*, 85 (4), 613-624.

Pérez-Alonso, C., González, B., Beristain, Carter, V., & Mendoza, V. (2003). Estimation of the activation of carbohydrate polymers blends as selection criteria for their use as wall material for spray-dried microcapsules. *Carbohydrate Polymers*, 53 (2), 197-203.

Perignon, C., Ongmayeb, G., Neufeld, R., Frere, Y., & Poncelet, D. (2015). Microencapsulation by interfacial polymerization: Membrane formation and structure. *Journal of Microencapsulation*, 32(1), 1–15.

Phillips G.O., Williams P.A., 2009. Handbook of hydrocolloids. Second ed. Woodhead Publishing Series, *Elsevier Science*. Pp 535-566.

Poncelet, D. (2006). Microencapsulation: Fundamentals, methods and applications. *Surface Chemistry in Biomedical and Environmental Science*, 23–34.

Ré. (1998). Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*, 16 (1), 1195-1236.

Ré. (2008). Microencapsulation by spray drying. *Drying technology*,37(5), 1195-1236.

Reza Mozafari, M., Johnson, C., Hatziantoniou, S., & Demetzos, C. (2008). Nanoliposomes and their applications in food nanotechnology. *Journal of Liposome Research*, 18(4), 309–327.

Ribeiro A.J., Lucena de Souza F.R., Bezerra J.M.N.A., Oliveira C., Nadvorny D., Soarez de La Roca M.F., Nunes L.C.C., Silva-Filho E.C., Veiga F., Soares Sobrinho J.J. (2016). Gums based delivery systems: Review on cashew gum and its derivatives. *Carbohydrate Polymers*, 147, 188–200.

Rodea-González, A., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Rodríguez-Huezo, M., Vernon-Carter, E., & Pérez-Alonso, C. (2012). Spray-dried encapsulation of chia essential oil (*Salvia hispanica* L.) in whey protein concentrate-polysaccharide matrices. *Journal of Food Engineering*, 111 (1), 102-109.

Roos Y.H., Drusch S., 2015. *Phase transitions in foods*. Second edition. Academic Press.

Saha D., Bhattacharya S., 2010. Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(6), 587–597.

Saideswara, R.Y., Mary, M.K., 2012. Tamarind. In: *Handbook of Herbs and Spices*. Elsevier, pp. 512-533.

Salehi F., Kashaninejad M., 2014. Effect of Different Drying Methods on Rheological and Textural Properties of Balangu Seed Gum. *Drying Technology*, 32(6), 720-727

Sánchez-Potes, A. (2004). *Cultivos Oleaginosos*. TRILLAS. Segunda Edición.

Santos, D. T., & Meireles, M. A. (2010). Carotenoid pigments encapsulation: Fundamentals, techniques and recent trends. *Open Chemical Engineering Journal*, 4(1), 42–50.

Shaikh, J., Bhosale, R., & Singhal, R. (2004). Microencapsulation of black pepper oleoresin. *Journal of Food Chemistry*, 94 (1), 105-110.

Schoubben, A., Blasi, P., Giovagnoli, S., Rossi, C., & Ricci, M. (2010). Development of a scalable procedure for fine calcium alginate particle preparation. *Chemical Engineering Journal*, 160(1), 363–369.

Shofinita, D., & Langrish, T. (2014). Spray drying of orange peel extracts: yield, total phenolic content, and economic evaluation. *Journal of Food Engineering*, 139 (1), 31-42.

SIACON. (2018). *Sistema de Información Agroalimentaria de Consulta*. México: Servicio de información agroalimentaria y pesquera (SIAP).

SIAVI. (2019) Sistema de Información Arancelaria Vía Internet. México: Secretaría de Economía (SE).

Singh A., Geveke D.J., Yadav M.P. (2016). Improvement of rheological, thermal and functional properties of tapioca starch by using gum arabic. *LWT - Food Science and Technology*, 80, 155-162

Slingerland, M., Guchelaar, H.-J., & Gelderblom, H. (2012). Liposomal drug formulations in cancer therapy: 15 years along the road. *Drug Discovery Today*, 17(3), 160–166.

Sosa, M., Rodríguez-Rojo, S., Mattea, F., Cismondi, M., & Cocero, M. (2011). Green tea encapsulation by means of high pressure antisolvent coprecipitation. *Journal of Supercritical Fluids*, 56(3), 304–311.

Stan, C. (1999). Codex Alimentarius Standart for Edible Fats and Oils, 2–7.

Taneja, A., & Singh, H. (2012). Challenges for the delivery of long-chain n-3 fatty acids in functional foods. *Annual Review of Food Science and Technology*, 3(1), 105-123.

Tyagi, V., Kaushik, S., Tyagi, S., & Akiyama, T. (2011). Development of phase change materials based microencapsulated technology for buildings: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(2), 1373–1391.

Tiwari, R., Tiwari, K., & Toliwal, S. (2014). Studies on thermal stability of palm – sesame oil blends during deep fat frying. *Journal of Scientific & Industrial Research*, 73 (1), 153-156.

Tonon, R. V., Grosso, C. R. F., & Hubinger, M. D. (2011). Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. *Food Research International*, 44(1), 282–289.

Turgeon, S., Schmidt, C., & Sanchez, C. (2007). Complex coacervation of proteins and anionic polysaccharides. *Current Opinion in Colloids and Interface Science*, 12, 196–205.

Turchiuli, Jimenez Munguia, M. T., Hernandez Sanchez, M., Cortes Ferre, H., & Dumoulin, E. (2014). Use of different supports for oil encapsulation in powder by spray drying. *Powder Technology*, 255 (1), 103-108.

Velázquez-Gutiérrez, Figueira, A., Rodríguez-Huezo, M., Román-Guerrero, A., Carrillo-Navas, H., & Pérez-Alonso, C. (2015). Sorption isotherms, thermodynamic properties and glass transition temperature of mucilage extracted from chia seeds (*Salvia hispanica* L.). *Carbohydrate Polymers*, 121 (1), 411-419.

Viebke, C., Al-Assaf, S., Phillips, G.O., (2014). Food hydrocolloids and health claims. *Bioact. Carbohydrates Dietetic Fibre*, 4 (2), 101-114.

Visentin, A., Rodríguez-Rojo, S., Navarrete, A., Maestri, D., & Cocero, M. J. (2012). Precipitation and encapsulation of rosemary antioxidants by supercritical antisolvent process. *Journal of food Engineering*, 109(1), 9–15.

Xu-Yan, D., Ping-Ping, L., Fang, W., Mu-lan, J., Ying-Zhong, Z., Guang-Ming, L., Hong, C. and Yuan-Di, Z. (2012). The impact of processing on the profile of volatile compounds in sesame oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 114, 277-286.

Ye, Q., Georges, N., Selomulya, C., (2018). Microencapsulation of active ingredients in functional foods: From research stage to commercial food products. *Trends in Food Science & Technology*, 78, 167–179

Yeo, Y., Baek, N., & Park, K. (2001). Microencapsulation methods for delivery of protein drugs. *Biotechnology and Bioprocess Engineering*, 6(4), 213–230.

Young, S., Sarda, X., & Rosenberg, M. (1993). Microencapsulating properties of whey proteins. 1. Microencapsulation of anhydrous milk fat. *Journal of Dairy Science*, 76(10), 2868–2877.

Zogzas, P., Maroulis, & Marinos-Kouris. (1994). Moisture diffusivity methods of experimental determination. *Drying Technology*, 12 (1), 483-515.