



**Universidad Autónoma del Estado de México**

Facultad de Química

**“EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y  
EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA  
SEMILLA DE TAMARINDO COMO  
AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE  
DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)”**

**DOCTORADO EN CIENCIAS QUÍMICAS**

**Por:**

**ERIK ALPIZAR REYES**

**Dirigido por:**

**DR. CÉSAR PÉREZ ALONSO**

**DR. JULIÁN CRUZ OLIVARES**

**DR. VÍCTOR VARELA GUERRERO**



**Toluca, México, Agosto 2019**

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

## CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS .....	VII
ÍNDICE DE TABLAS .....	VIII
RESUMEN.....	2
ABSTRACT.....	6
INTRODUCCIÓN .....	9
ANTECEDENTES.....	12
HIDROCOLOIDES .....	12
• Proteínas.....	13
• Gomas.....	14
• Mucílagos.....	14
TAMARINDO .....	15
MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO .....	15
MICROENCAPSULACIÓN.....	17
TÉCNICAS FÍSICAS .....	18
SECADO POR ASPERSIÓN .....	18
LECHO FLUIDIZADO .....	19
TÉCNICAS QUÍMICAS.....	21
COACERVACIÓN.....	21
POLIMERIZACIÓN.....	22
ÁCIDOS GRASOS ESENCIALES.....	24
ACEITE DE AJONJOLÍ .....	24
JUSTIFICACIÓN.....	30
HIPÓTESIS .....	33
OBJETIVOS .....	35
Objetivo general:.....	35
Objetivos particulares:.....	35
MATERIALES Y MÉTODOS.....	38
MATERIALES.....	38
EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO DE TAMARINDO .....	38
OBTENCIÓN DE MUCÍLAGO EN POLVO MEDIANTE SECADO POR ASPERSIÓN ....	39

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

Rendimiento.....	39
PROPIEDADES FUNCIONALES DEL MUCÍLAGO.....	39
Análisis proximal.....	39
Solubilidad.....	40
Índice de hinchamiento y capacidad de retención de agua.....	40
Capacidad de retención de aceite.....	40
Capacidad (EA) y estabilidad emulsionante (ES).....	41
PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL MUCÍLAGO.....	42
Espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FT-IR).....	42
Caracterización térmica.....	42
Cristalinidad.....	42
Morfología por microscopia electrónica de barrido.....	42
REOLOGÍA DEL MUCÍLAGO.....	43
Evaluación de la dependencia de la temperatura y concentración.....	43
Propiedades de flujo a diferentes pH.....	44
Propiedades de flujo a diferentes concentraciones de sales.....	44
Propiedades de flujo a concentraciones de azúcar seleccionadas.....	44
EXTRACCIÓN DE ACEITE DE AJONJOLÍ.....	44
PREPARACIÓN DE EMULSIONES.....	45
MICROENCAPSULACIÓN DEL ACEITE DE AJONJOLÍ.....	46
PROPIEDADES FÍSICAS DE LAS MICROCÁPSULAS.....	46
Contenido de humedad.....	46
Distribución del tamaño de partícula.....	46
Ángulo de reposo.....	46
Densidad aparente y empacada.....	47
Índice de compresibilidad.....	47
Radio de Hausner.....	47
ANÁLISIS FISICOQUÍMICOS DE LAS MICROCÁPSULAS.....	47
Espectroscopia infrarroja.....	47
Análisis termogravimétrico.....	48
Difracción de rayos X.....	48
EFICIENCIA DE ENCAPSULAMIENTO.....	48
Contenido de aceite superficial.....	48
Contenido de aceite total.....	49
Eficiencia de encapsulamiento.....	49
CINÉTICA DE OXIDACIÓN DEL ACEITE POR VALOR PERÓXIDO.....	49
Acondicionamiento del aceite y de las microcápsulas.....	49
Valor de peróxidos.....	49
ANÁLISIS MORFOLÓGICO.....	50
RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	52
ARTICULO DE INVESTIGACIÓN 1.....	52
Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind ( <i>Tamarindus indica</i> L.)	

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (Sesamum indicum L.)*

seed mucilage powder as a novel hydrocolloid.....	52
ARTICULO DE INVESTIGACIÓN 2.....	85
Rheological properties of tamarind (Tamarindus indica L.) seed mucilage obtained by spray-drying as a novel source of hydrocolloid .....	85
ARTICULO ENVIADO.....	118
Microencapsulation of sesame seed oil by spray drying with tamarind seed mucilage .....	118
CONCLUSIONES .....	152
PRODUCTIVIDAD.....	155
PUBLICACIONES EN REVISTAS INDIZADAS.....	155
ARTICULO ENVIADO.....	155
PATENTE.....	155
REFERENCIAS.....	157

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

## **ÍNDICE DE FIGURAS**

Figura 1 Diagrama de un secador por aspersión convencional .....	18
Figura 2 Diagrama de un secador por lecho fluidizado convencional .....	20

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

## **ÍNDICE DE TABLAS**

Tabla 1 Composición química de la semilla de ajonjolí en 100g. ....	27
Tabla 2 Composición de ácidos grasos en el aceite de ajonjolí. ....	28



*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

# RESUMEN

## **RESUMEN**

El eje central del desarrollo de este trabajo consistió en estudiar, analizar, evaluar e introducir al mucílago de la semilla de tamarindo como biopolímero para ser considerado como un hidrocoloide capaz de producir diferentes sistemas coloidales tal como lo son dispersiones, emulsiones, espumas y microcápsulas. Con la finalidad de lograr el objetivo principal, en primera instancia mediante técnicas físicas se aisló el mucílago de la semilla de tamarindo, se secó por aspersion y se determinaron las propiedades funcionales, características fisicoquímicas y se realizó un estudio reológico del mucílago. Posteriormente, se evaluó como agente encapsulante en el proceso de microencapsulación de aceite de semilla de ajonjolí mediante secado por aspersion. Cabe resaltar que este es el primer trabajo que se encuentra en la literatura especializada en abordar esta temática. Por ende, este nuevo mucílago podría aplicarse potencialmente a las industrias de consumo humano como un hidrocoloide funcional, económico y ecológico.

Para lograr la extracción del mucílago a partir de semillas de tamarindo se implementó un método novedoso e innovador con los requerimientos de ser cero emisiones y libre de uso de solventes mediante procesos de separación convencionales. Una vez que se logró extraer el mucílago de las semillas, este se aisló y se obtuvo en forma de partículas finas mediante la técnica de secado por aspersion.

Se realizaron caracterizaciones funcionales (solubilidad, capacidad de retención de agua, capacidad de retención de aceite, índice de hinchamiento, capacidad y estabilidad emulsionante) a diferentes temperaturas (25, 45 y 65 °C) y pH's (2, 4, 6, 7 y 8) para el mucílago, observándose que la solubilidad, la capacidad de retención de agua y aceite se vieron favorecidas al momento de incrementar la temperatura (25, 45 y 65 °C). El índice de hinchamiento incremento de modo proporcional a la temperatura y el pH. La capacidad emulsionante aumentó y la estabilidad emulsionante disminuyó cuando se incrementó el peso del mucílago conforme a la relación volumen de mucílago / aceite en emulsión. Los análisis fisicoquímicos demostraron mediante termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido que el mucílago es completamente termoestable hasta 175 °C, temperatura a la cual se aprecia el indicio de una pérdida de masa significativa. Un estudio de infrarrojo permitió deducir cualitativamente que el mucílago se encuentra constituido básicamente por glucosa, xilosa y galactosa. La evaluación morfológica por difracción de rayos X indicó que el mucílago es un sólido de naturaleza

## *EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

amorfa, mientras que imágenes obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido sobre las superficies externas del mucílago mostraron partículas con geometrías semiesféricas constituidas por paredes continuas sin fisuras, grietas o interrupciones.

Con la finalidad de poseer un mapeo sólido del mucílago de la semilla de tamarindo y así poder establecer certeramente aplicaciones industriales como un hidrocoloide, se caracterizaron las propiedades reológicas de dispersiones acuosas del mucílago de las semillas de tamarindo evaluando el comportamiento de flujo a diferentes condiciones de operación, como son la concentración de mucílago (0.5, 1.0, 1.5 y 2.0 % p/p), temperatura (25, 30, 40 y 60 °C), pH (4, 7 y 10), tipo de sal (monovalente, NaCl, KCl y divalente, NaCl<sub>2</sub>, a 0.01, 0.02 y 0.03 M) y concentraciones de azúcares adicionados (0.0, 2.5, 5.0 y 10.0 % p/p). De acuerdo al comportamiento reológico de las dispersiones del mucílago, a todas las condiciones de análisis, el mucílago se comportó como un fluido no newtoniano de tipo pseudoplastico, el cual se adecuo al modelo de ley de potencia con coeficientes de determinación R<sup>2</sup> superiores a 0.93. El incremento de la temperatura en las dispersiones influyo positivamente logrando reducir la viscosidad e intensificar el índice de comportamiento del flujo, mientras que, al incrementar la concentración de mucílago en las dispersiones, se evidenció un efecto opuesto en ambas variables. El efecto de la temperatura fue más pronunciado a una concentración de mucílago del 2.0% p/p con una energía de activación de 20.25 kJ / mol. Se observó una clara dependencia de la viscosidad con el pH, ya que la viscosidad fue más pronunciada cuando el pH aumentó de las condiciones ácidas a las alcalinas. Se encontró que las propiedades reológicas del mucílago se vieron afectadas por la adición de azúcar y sales, debido a que la adición de iones (o sacarosa) disminuye la repulsión y permite la expansión de la molécula promoviendo una reducción significativa de la viscosidad. Estos resultados sugieren que el mucílago tiene aplicabilidad dentro de la producción de alimentos que requieren aditivos con capacidad espesante para brindar un mayor cuerpo y forma al producto final.

Mediante distintos análisis, el mucílago de tamarindo se evaluó como un nuevo material de pared para la microencapsulación de aceite de ajonjolí mediante el método de secado por aspersión, empleando relaciones de material encapsulado: material de pared de 1: 1 (M1) y 2: 1 (M2). La distribución del tamaño de partícula para las microcápsulas M1 mostró un diámetro de 1 a 50 µm en una distribución unimodal, mientras que M2 presentó una distribución bimodal con un rango de diámetros de 1 a 50 µm y 50 a 125 µm. Las microcápsulas M1 se mantuvieron estables a temperaturas menores de 227 °C,

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

y M2 a temperaturas menores que 178 °C. Las imágenes de rayos X mostraron que M1 y M2 exhibían un halo amorfo dominante. La eficiencia de encapsulación fue de 91.05 % para M1 y 81.22 % para M2. La formación de peróxido alcanzó valores a las seis semanas de 14.65 y 16.51 mEq / kg Aceite para M1 y M2, respectivamente en un lapso de almacenamiento de 8 semanas. En general, los resultados llevaron a la conclusión de que el mucílago de la semilla de tamarindo es un material viable para ofrecer altos porcentajes de eficiencia de microencapsulación, y tiene la capacidad de retardar mecanismos de oxidación del aceite de ajonjolí.

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

# ABSTRACT

## **ABSTRACT**

Tamarind seed mucilage was isolated, spray dried and functional properties, physicochemical characteristics and rheological study was made of this mucilage. Finally, it was applied as a wall material for sesame seed oil microencapsulation by spray drying.

Functional properties showed that the solubility, water holding capacity and oil holding capacity increased with temperature. The swelling index was determined at different temperatures (25, 45 and 65 °C) and pH (2, 4, 6, 7 and 8), increasing when these variables were increased. Emulsifying ability increased and emulsifying stability decreased when the weight of powder of tamarind seed mucilage/oil volume ratio was increased. Thermogravimetry showed that mucilage was thermostable until 175 °C when an appreciable mass loss began. The morphology of the external surfaces of tamarind seed mucilage showed continuous walls with no fissures, cracks or interruptions, semi spherical particles with a skin-like particle structure. Therefore, this novel mucilage could be potentially applied for human consumption industries as a functional, cheap and environmentally friendly hydrocolloid.

Tamarind seed mucilage (TSM) was extracted and obtained by spray drying. The power law model well described the rheological behavior of the TSM dispersions with determination coefficients  $R^2$  higher than 0.99. According to power law model, non-Newtonian shear thinning behavior was observed at all concentrations (0.5%, 1%, 1.5% and 2%) and temperatures (25, 30, 40, and 60 °C) studied. Increasing temperature decreased the viscosity and increased the flow behavior index, opposite effect was observed when increasing the concentration. The temperature effect was more pronounced at 2.0% TSM concentration with an activation energy of 20.25 kJ/mol. A clear dependence of viscosity on pH was observed, as pH increased from acidic to alkaline conditions, the viscosity increased. It was found that the rheological properties of TSM were affected by the sucrose and salts and their concentrations as well due to the addition of ions (or sucrose) decreases repulsion and allows molecule expansion promoting a significant reduction in viscosity. These results suggest that TMS could be applied in the production of foods that require additives with thickening capacity.

Tamarind seed mucilage (TSM) was evaluated as a novel wall material for sesame oil (SO) microencapsulation by spray drying method employing relations core:wall materials of 1:1 (M1) and 2:1 (M2). The particle size distribution for M1 microcapsules showed a diameter from 1 to 50  $\mu\text{m}$  in

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

a unimodal distribution, meanwhile, M2 presented a bimodal distribution with diameter ranged from 1 to 50 $\mu$ m and 50 to 125 $\mu$ m. M1 microcapsules were stable at temperatures smaller than 227 °C, and M2 at temperatures smaller than 178 °C. Microscopy images showed that M1 and M2 exhibited a dominant amorphous halo. Encapsulation efficiency was 91.05% for M1 and 81.22% for M2. Peroxide formation reached values at six weeks of 14.65 and 16.51 mEq/kgOil for M1 and M2 respectively. Overall, the results led to the conclusion that tamarind mucilage is a viable material for high microencapsulation efficiency, while offering protection against oxidation mechanisms of SO.

# INTRODUCCIÓN



## INTRODUCCIÓN

La concepción actual del concepto de alimento ha cambiado de manera considerable. La interpretación de la nutrición ahora no solo se limita a mantener la vida, suministrar energía o promover el crecimiento, sino que también se enfoca en la prevención de enfermedades y mejorar la salud física y mental. Tomando en consideración los últimos aspectos, los alimentos funcionales han acaparado la atención en cuanto al desarrollo de nuevos productos a nivel global, convirtiéndose en una de las megas tendencias científicas altamente aplicables a las nuevas políticas de la economía circular con mayor peso en la última década.

En general, los alimentos funcionales están estrechamente regulados, pero no están reconocidos por la ley en la mayoría de los países, por lo que no existe una definición legal. Existe una definición útil implementada por la “European Commission Concerted Action”, donde se indica que “un alimento puede considerarse como 'funcional' si demuestra satisfactoriamente que mejora una o más funciones específicas en el cuerpo, más allá de los efectos nutricionales adecuados de una manera que es relevante para mejorar el estado de salud y el bienestar y / o reducir el riesgo de enfermedad”. Con respecto a la supervisión legal, los alimentos funcionales están regulados por la Food and Drug Administration (FDA) en los EE. UU., pero no están específicamente definidos por la ley. La asociación “Food Standards” en Australia los define como alimentos novedosos y alimentos para fines médicos especiales. Japón regula y supervisa los alimentos funcionales, llamados "Alimentos con declaraciones de propiedades saludables", en virtud de un proceso de aprobación regulatorio específico. Según el Ministerio de Salud y Bienestar de Japón, se han considerado doce amplias categorías de ingredientes que promueven la salud humana: la fibra dietética; los oligosacáridos; los alcoholes provenientes de azúcares; los aminoácidos, péptidos y proteínas; **los hidrocoloides**; los alcoholes; los isoprenos y las vitaminas; las bacterias de ácido láctico; los minerales; **los ácidos grasos insaturados**; y otros, por ejemplo, fitoquímicos y antioxidantes (Ye et al., 2018a).

Los mucílagos extraídos de las 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 de salud con propiedades beneficiosas para el consumo humano, lo que los convierte en una opción potencial e innovadora para su aplicación en alimentos / industria farmacéutica.

## *EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

Se ha demostrado que la semilla del tamarindo puede llegar a contener hasta un 72% en peso de mucílago, el cual, a su vez y debido a sus características, puede ser considerado como un hidrocoloide útil en los procesos contemporáneos. El mucílago dispersado en agua tiene la capacidad de formar soluciones viscosas, con alta estabilidad térmica y química, comestibles, biodegradables, no cancerígenas, biocompatibles y no tóxicas. El mucílago de tamarindo contiene una gran cantidad de aminoácidos esenciales, como isoleucina, leucina, lisina, metionina, fenilalanina y valina, lo que hace que el mucílago sea asequible como aditivo alimentario. Adicionalmente, el mucílago de la semilla de tamarindo tiene el valor agregado de emplear un recurso basado en un subproducto de la industria de la pulpa de tamarindo, que aún no se ha explotado, y podría tener un impacto positivo en el desarrollo de las economías productoras, convirtiéndolo en un hidrocoloide que atienda los estatutos establecidos por la economía circular.

Sin embargo, no se dispone de información acerca de las propiedades funcionales, las características fisicoquímicas y propiedades reológicas del mucílago de la semilla de tamarindo, esta información es indispensable para establecer posibles aplicaciones industriales, tal como lo es la microencapsulación de aceites, por lo tanto, el objetivo del presente trabajo fue extraer y evaluar las propiedades funcionales, las características fisicoquímicas y las propiedades reológicas del mucílago de la semilla de tamarindo, para posteriormente aplicarse como un novedoso agente encapsulante del aceite de ajonjolí susceptible a procesos de degradación mediante la técnica de microencapsulación con secado por aspersión, y finalmente, las microcápsulas resultantes se caracterizaron mediante una evaluación de las propiedades físicas y de flujo, estabilidad térmica, composición de grupos funcionales, morfología, eficiencia de encapsulación y estabilidad oxidativa del aceite de ajonjolí microencapsulado.

# ANTECEDENTES

## **ANTECEDENTES**

### **HIDROCOLOIDES**

Investigaciones recientes han demostrado que la adición de hidrocoloides en productos de consumo humano trae consigo un sinnúmero de beneficios para la salud, los cuales incluyen la regulación del control de peso, un correcto funcionamiento del colon, la prevención de enfermedades cardiovasculares, el control de los índices glucémicos en sangre y la regulación de los niveles de insulina en diabetes de tipo 2 (Estevinho & Rocha, 2018). Aunado a esto se encuentra la preocupación y el paulatino incremento en el interés de los consumidores por la mejora en la calidad y estilo de vida en el entorno social, conllevando a un consumo creciente de productos de origen natural que ofrezcan propiedades funcionales, impulsando así un incremento exponencial en la demanda de hidrocoloides para la última década (Dick, Dal Magro, Rodrigues, Rios, & Flôres, 2019; Sayed Mohammad Ali Razavi, 2019).

De acuerdo al “Global Hydrocolloid Market Report, 2019”, el mercado de hidrocoloides representa un valor de 9.8 billones de dólares en 2018 y se proyecta que crezca a una tasa de interés anual del 5.3% a partir de 2019, para alcanzar un valor de 11.4 billones de dólares para 2023 (<https://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/hydrocolloid-market-1231.html>). Según el “Hydrocolloid Market Analysis, 2019” los países de Norte América dominaron el mercado en 2018, seguido de Europa. Las economías en desarrollo, incluidas Asia Pacífico, Oriente Medio y África, han experimentado un crecimiento significativo de la demanda en los próximos ocho años. Se espera que México, Brasil y Argentina experimenten un rápido crecimiento en el mercado de hidrocoloides. Estas tendencias se deben principalmente al aumento de los ingresos disponibles, al aumento de la urbanización y a la creciente demanda de productos alimenticios saludables. El aumento en la demanda de alimentos procesados con el aumento significativo en los productos alimenticios bajos en grasa ejercerá una influencia directa en el crecimiento del mercado regional del producto. Asia mostrará grandes ganancias debido al aumento de la producción de alimentos procesados y a la innovación en productos lácteos, panadería y confitería, aceites y productos cárnicos. Se espera que países como China, Malasia, Indonesia, India, Japón y Vietnam experimenten un alto crecimiento debido a un rápido aumento en el mercado de alimentos y bebidas (<https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/hydrocolloids-market>).

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 (Alpizar-Reyes et al., 2017). 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 (Li & Nie, 2016; Razavi, 2019).

Los hidrocoloides abundan en la naturaleza como componentes funcionales de tejidos vegetales y animales, pero sólo un número limitado son de importancia comercial. (Dick et al., 2019). 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 (Soukoulis et al., 2019; Yadav & Hicks, 2018).

La utilidad e importancia de los hidrocoloides se fundamentan en sus propiedades funcionales: la estabilización, el espesamiento y la gelificación (Katsuyoshi Nishinari et al., 2018; Seyed Mohammad Ali Razavi & Irani, 2019). 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 (Alizadeh Behbahani et al., 2017; Amaral et al., 2019; Ettelaie, Zengin, & Lishchuk, 2017; Yadav & Hicks, 2018). Una manera común de clasificar a los hidrocoloides es:

- **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 una excelente polidispersidad (Dickinson, 2006, 2018). Otras proteínas, tales como la proteína de suero de leche, tradicionalmente no se clasifican como hidrocoloides a pesar de que presentan agregación y comportamiento de gelificación muy similares a los de los polisacáridos por lo que algunos autores también clasifican a las proteínas de suero de leche

como hidrocoloides (Li & Nie, 2016; Seyed Mohammad Ali Razavi & Irani, 2019).

- **Gomas:** El término "goma" se utiliza para describir un grupo de polisacáridos de origen natural con diversas aplicaciones industriales debido a su capacidad, ya sea para formar geles, incrementar la viscosidad de soluciones o brindar estabilidad a sistemas de emulsiones (Ozkan, Franco, De Marco, Xiao, & Capanoglu, 2019). Las gomas provienen de varias fuentes de origen vegetal; por ejemplo, el endospermo de semillas de plantas (goma guar), exudados de plantas, árboles y arbustos (por ejemplo, tragacanto, goma arábiga, goma karaya, extractos de algas marinas (por ejemplo, agar), bacterias (por ejemplo, goma de xantana), y fuentes animales (quitina y sulfato de condroitina) (Chen et al., 2017; Pérez-Orozco, Sánchez-Herrera, & Ortiz-Basurto, 2019). Para la década en curso, y debido a la implementación de sistemas económicos y científicos basados en la economía circular, se ha presentado un creciente incremento en la extracción, obtención, uso y evaluación de otro tipo de hidrocoloides, estos son conocidos como **mucílagos**, los cuales han sido obtenidos principalmente de distintas fuentes vegetales (Amaral et al., 2019).
- **Mucílagos:** Poseen ventajas económicas y funcionales, ya que son de fácil acceso, bajo costo y buena funcionalidad (Alpizar-Reyes et al., 2017, 2018; Li & Nie, 2016). Los mucílagos son polisacáridos que constituyen una clase diversa de macromoléculas localizadas en altas concentraciones en distintas partes de las plantas, ya que forman parte de la célula y su pared celular. Debido a la alta concentración de grupos hidroxilo en los polisacáridos que los constituyen, los mucílagos generalmente tienen una alta capacidad de retención de agua ofreciendo un mecanismo para las plantas frente a los periodos de sequía (Chen et al., 2017).

Esta novedosa fuente de biopolímeros como hidrocoloides ha acaparado la atención en el sector científico e industrial debido a que los biopolímeros son obtenidos a base de plantas, las cuales son recursos vegetales renovables que se cultivan o cosechan de una manera sostenible, con la capacidad de proporcionar un suministro constante de materias primas. Sin embargo, las sustancias de origen vegetal también plantean varios retos potenciales, por ejemplo, en los casos que requieran procesos de síntesis en pequeñas cantidades o en los que son mezclas estructuralmente complejas que requieran un procesamiento en espacios distintos a los de la localización de las plantas, y si estas son de temporada. Esto puede resultar en un proceso de aislamiento y purificación lento y costoso. Entre los mucílagos más estudiados se encuentran el nopal, la pitahaya, el cactus, aloe vera, pimienta, okra,

linaza, chía (Archana et al., 2013; Dickinson, 2018; Ettelaie et al., 2017; Soukoulis et al., 2019). Previos estudios han encontrado que la semilla del tamarindo llega a contener hasta un 72% en peso de mucílago (Khounvilay & Sittikijyothin, 2012; Manchanda, Arora, & Manchanda, 2014), lo cual lo convierte en una opción muy viable para su estudio y posible aplicación como un hidrocoloide en la industria alimentaria.

## **TAMARINDO**

El tamarindo (*Tamarindus indica* L.), es un árbol que siempre está verde, que puede alcanzar hasta 30 metros de altura. Este árbol es más conocido por su parte más útil, que es la fruta en vaina y hay de 3 a 12 semillas en cada vaina constituyendo el 40% de la fruta entera la cual es rica en vitamina C, ácido tartárico, málico, cítrico y algunos azúcares (Peter, 2012; Saideswara & Mary, 2012). El tamarindo se encuentra presente en 4 continentes y es cultivado en 54 países; es nativo de 18 naciones y se encuentra naturalizado en 36. Entre las naciones que lo cultivan y explotan a nivel comercial destacan Bangladesh, India, Myanmar, Malaysia, Sri Lanka, Tailandia, Australia, y la gran mayoría de los países del continente Africano y Centro y Sudamérica (Saideswara & Mary, 2012). En México, el cultivo de tamarindo se realiza en 15 Estados de la República Mexicana. Los Estados que tienen una mayor participación por su presencia en el mercado del tamarindo a nivel nacional son: Colima, Guerrero, Jalisco y Oaxaca. El estado de Colima lidera la producción nacional con un 38%, seguido de Guerrero con 26%, y Jalisco con 13% de la producción nacional (SIAP, 2017).

## **MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO**

El mucílago de la semilla de tamarindo es un polisacárido natural que está compuesto de  $\beta$ -(1,4)-D-glucano ramificado con cadenas  $\alpha$ -(1,4)-d-xilopyranosa y enlaces (1,6) [ $\beta$ -D-galactopiranosil-(1,2)- $\alpha$ -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 (Freitas, Nicolai, Chassenieux, & Benyahia, 2016) con un peso molecular de 720-880 kDa (Sharma, Mondal, Mukesh, & Prasad, 2014) presentando un alto contenido de proteína con rangos de 12.77 a 15.40%, es rico en fibra y carbohidratos con contenidos de carbohidratos totales que van de 61.00 a 80.66% de carbohidratos totales, y bajo en grasas de 3.00 a 7.50% y 0.07 a 3.30% de cenizas (Alpizar-Reyes et al., 2017; Alpizar-Reyes et al., 2017b; Khounvilay & Sittikijyothin, 2012; Nishinari, Takemasa, Yamatoya, & Shirakawa, 2009). Las diferencias en la

## *EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

composición del mucílago de la semilla de tamarindo pueden atribuirse a la diferencia en el origen geográfico, la variedad y las condiciones de crecimiento.

El mucílago de la semilla de tamarindo contiene una gran cantidad de aminoácidos esenciales, como isoleucina, leucina, lisina, metionina, fenilalanina y valina (Panigrahi, Bland, Carlaw, & Science, 1989), lo que hace que incremente su valor agregado como aditivo en la industria alimentaria debido a su aporte nutricional.

Adicionalmente, el mucílago extraído de la semilla de tamarindo presenta la capacidad de conformar soluciones viscosas cuando se dispersa en agua, además de tener una alta estabilidad térmica y química, comestible, biodegradable, no-cancerígeno, biocompatible, mucoadhesivo y no tóxico (Goyal et al., 2015; Manchanda et al., 2014; Sharma et al., 2014; Singh, Malviya, & Sharma, 2011).

Sin embargo, la aplicación del mucílago de la semilla de tamarindo en algún sistema disperso para su uso como biopolímero dentro de la industria de los hidrocoloides, requiere bajas concentraciones para alcanzar los valores de viscosidad y / o capacidades emulsionantes deseados en la industria alimentaria. También se deben considerar otras propiedades como la temperatura de disolución y procesamiento, el tiempo de almacenamiento, las interacciones entre los diferentes componentes del sistema, y otros factores que promueven la agregación o la separación de fases con aumento o disminución de la viscosidad de los sistemas. Debido a las diferencias en la estructura y las condiciones extrínsecas dentro del sistema en emulsión, la estabilidad térmica, las propiedades texturales, reológicas y sensoriales de los sistemas dispersos que dependen del tipo, grado e interacciones de las proteínas, polisacáridos y otros componentes, es necesaria la aplicación de una tecnología que permita eliminar el agua presente en el medio disperso, y así obtener partículas sólidas en forma de microcápsulas, donde se pueda comprobar si el mucílago de la semilla de tamarindo pueda ser empleado como agente encapsulante en la formación de microcápsulas de aceites inestables debido a interacciones con el medio, que resulta ser la aplicación más explotada de los hidrocoloides dentro de la industria en general.

El método más eficiente y económico para la obtención de microcápsulas en forma de polvo es el secado por aspersión, ya que asegura que cada grano forme una partícula individual en forma de microcápsulas de distintos compuestos susceptibles a fenómenos de degradación, ofreciendo ventajas, como una efectiva hidratación libre de grumos o aglomerados y un producto útil para la preparación de ingredientes secos (Dickinson, 2018).



## **MICROENCAPSULACIÓN**

La adición de ingredientes activos como suplementos en alimentos y productos lácteos es un método comúnmente utilizado en la industria alimentaria para mejorar el valor nutricional. Muchos de los ingredientes se han investigado y fabricado para producir alimentos funcionales como, por ejemplo, **los ácidos grasos insaturados**, las bacterias probióticas, la vitamina **B**, el ácido linoleico conjugado y las proteínas lácteas, todos estos son inestables a factores del medio que los rodea como son la exposición al calor, ácido, oxígeno o luz del día (Ye, Georges, & Selomulya, 2018). Estos problemas conducen a desafíos tecnológicos y oportunidades de investigación que incluyen la identificación, la separación, la recuperación máxima y la preservación de los ingredientes activos. La microencapsulación es una solución tecnológica para optimizar la conservación de los ingredientes activos en las materias primas y en los alimentos durante el procesamiento y almacenamiento.

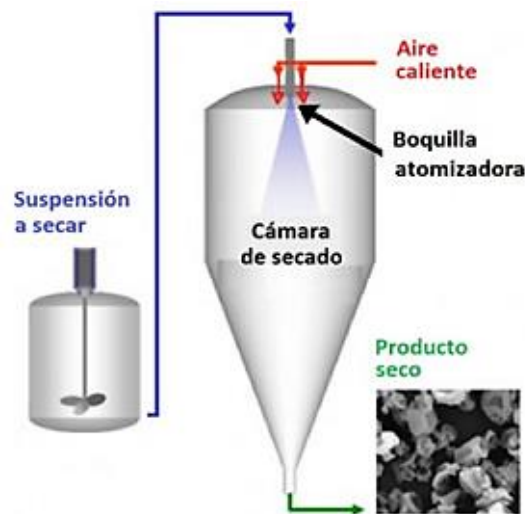
La microencapsulación de componentes funcionales es un proceso que consiste en el entrapamiento de componentes funcionales dentro de una o más clases de hidrocoloides como agentes encapsulantes para fabricar una cápsula, típicamente de unos pocos micrones de diámetro, denominados microcápsulas. El proceso de microencapsulación consiste en recubrir uniformemente los ingredientes funcionales con biopolímeros como hidrocoloides de grado alimentario y biodegradable para separar el contacto del ingrediente activo del medio circundante. El objetivo primordial de la microencapsulación de ingredientes activos es con la finalidad de mejorar el aporte nutricional, enmascarar sabores desagradables, facilitar el almacenamiento y extender la vida útil sin influir negativamente en sus propiedades físicas, químicas o funcionales. La microencapsulación se puede realizar a través de la tecnología del secado por aspersión (Li, Woo, Patel, & Selomulya, 2017), con el potencial de ajustar las propiedades coloidales y de la superficie del material de alimentación, y su comportamiento de liberación controlada.

Existen dos técnicas comunes que se han utilizado ampliamente para fabricar microcápsulas en la industria alimentaria son los métodos mecánicos, como, el secado por aspersión y el revestimiento de lecho fluidizado, y los métodos químicos, como, la polimerización y coacervación interfacial.

## TÉCNICAS FÍSICAS

### SECADO POR ASPERSIÓN

El secado por aspersión es la transformación de un fluido (solución, dispersión o pasta) en un material sólido, atomizándolo en forma de gotas minúsculas en un medio de secado caliente, dando como producto un polvo o pequeñas esferas. En el secado por aspersión el producto está expuesto al aire caliente durante tiempos cortos y la evaporación del líquido en la aspersión mantiene la temperatura del producto a un nivel bajo aún en presencia de gases muy calientes. El aire, que se alimenta a través de un filtro y un calentador, entra por la parte superior de la cámara de secado fluyendo hacia abajo en paralelo con las gotas que se están secando. A medida que caen las gotas atomizadas, se evapora la humedad en el gas caliente, dejando el material sólido en forma de partículas, las cuales son arrastradas por el gas hacia separadores de ciclón (Figura 1) (Ozkan et al., 2019; Saifullah et al., 2019).



*Figura 1 Diagrama de un secador por aspersión convencional*

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 (Ozkan et al., 2019; Shofinita & Langrish, 2014). 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 (Burnside, 2014; Carneiro, Tonon, Grosso, & Hubinger, 2013).

Los procesos de secado consisten en la transferencia simultánea de masa y calor, esto ocasiona cambios significativos en la estructura, composición física y química del material a secar, que dependen de los mecanismos de transporte aplicados. Por lo tanto, la microestructura y morfología de los alimentos, así como la calidad final del producto, están relacionadas con el método de secado y las condiciones aplicadas (Ozkan et al., 2019).

El secado por aspersión es una operación de proceso continuo que involucra diferentes etapas: atomización, mezclado de rocío y aire, evaporación y separación de productos, es la transformación de un fluido (solución, dispersión o pasta) en un material sólido, atomizándolo en forma de gotas minúsculas en un medio de secado caliente, dando como producto un polvo o pequeñas esferas. La distribución del tamaño de las partículas obtenidas por este método es en general menor a 100  $\mu\text{m}$ , lo cual depende de las condiciones del proceso (Escalona-García et al., 2016; Velázquez-Gutiérrez et al., 2015).

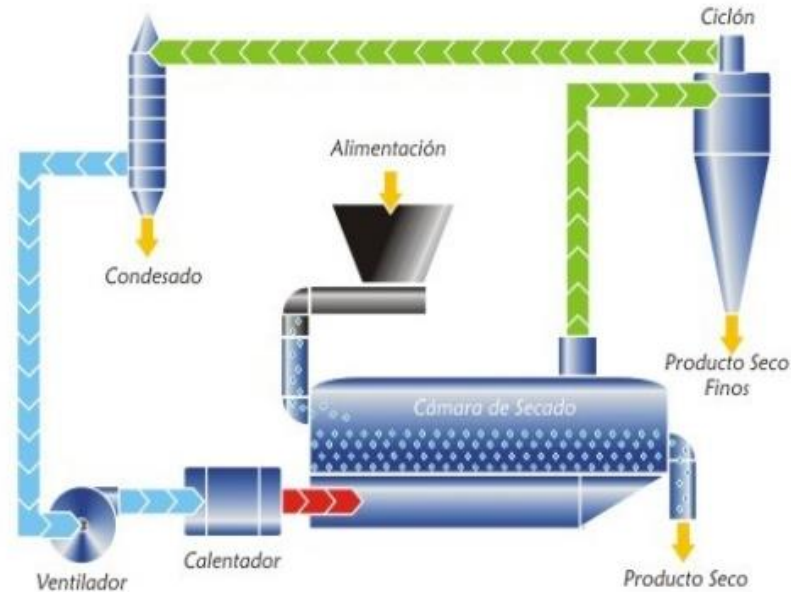
Al disminuir el contenido de agua, el secado por aspersión se utiliza para garantizar la estabilidad microbiológica de los ingredientes activos, retardar la degradación biológica, reducir gastos de almacenamiento y transporte, y obtener microcápsulas con características específicas, como la solubilidad instantánea (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007).

### **LECHO FLUIDIZADO**

El recubrimiento por lecho fluidizado es una técnica de encapsulación en la que se aplica un recubrimiento sobre partículas de polvo en proceso discontinuo o continuo. El recubrimiento por lecho fluidizado es un proceso mediante el cual se producen partículas recubiertas pulverizando un agente encapsulante sobre un lecho de polvo fluidizado.

En esta técnica mecánica, se suspenden partículas sólidas en aire a alta velocidad dentro de una cámara con temperatura y humedad controlada, donde el material pared es atomizado. La cantidad de partículas cubiertas depende de la longitud de la cámara y del tiempo de residencia dentro de ésta (Figura 2).

Las variables de proceso en el lecho fluido como la velocidad de circulación del sólido, la presión de atomización de la boquilla, la velocidad de alimentación del recubrimiento y la temperatura son importantes ya que tienen un impacto en la aglomeración y formación de película de las partículas, influyendo en la eficiencia del recubrimiento (Ray, Raychaudhuri, & Chakraborty, 2016).



*Figura 2 Diagrama de un secador por lecho fluidizado convencional*

En este proceso, los ingredientes se pueden mezclar, granular y secar en el mismo recipiente, situación que favorece variables operativas tales como la reducción en tiempos de manipulación y procesamiento del material en comparación con otros procesos microencapsulación mediante métodos mecánicos (Bakry et al., 2016).

La técnica es aplicable a capsulas con puntos de fusión bajos (como aceites vegetales hidrogenados, estearinas, ácidos grasos, emulsionantes, ceras) o coberturas solubles (como almidones, gomas y maltodextrinas). Para coberturas que presentan bajos puntos de fusión se usa aire frío para endurecer el acarreador, mientras que para las coberturas solubles se usa aire caliente para evaporar el disolvente. Los ingredientes con puntos de fusión bajos son liberados al incrementar la temperatura o por ruptura física, mientras que las coberturas solubles liberan su contenido al adicionar agua. Dentro de la gama de aplicaciones de esta tecnología, se encuentran alimentos fortificados y mezclas nutricionales como el ácido cítrico, láctico y sórbico; y el bicarbonato de sodio utilizado en productos de panificación (Saifullah et al., 2019).

## **TÉCNICAS QUÍMICAS**

### **COACERVACIÓN**

La coacervación, que es un fenómeno que ocurre en soluciones coloidales, se considera a menudo como el método original de encapsulación. Esta técnica fue el primer proceso de encapsulación estudiado y fue empleada inicialmente por Green & Scheicher para producir microcápsulas de colorante sensibles a la presión para la fabricación de papel de copiado sin carbón (Madene & Jacquot, 2006).

Esta técnica química consiste en un soluto polimérico separado en forma de pequeñas gotas líquidas, que constituye el coacervado. Durante la coacervación, la separación de fases es inducida por la adición lenta de un “no-solvente” sobre una solución del polímero formador de cubierta, conteniendo suspendido el material que va a encapsularse. Se entiende por “no-solvente” aquel disolvente que es miscible con el disolvente del polímero y en el cual el polímero es insoluble. A medida que se adiciona el no-solvente se provoca la insolubilización del polímero, el cual, a su vez se va depositando alrededor de las partículas presentes en suspensión. Al final del proceso, se añade un volumen elevado del no-solvente con la finalidad de endurecer las microcápsulas (Ozkan et al., 2019).

El proceso de coacervación se ha clasificado en coacervación simple y compleja.

En la coacervación simple, el polímero es salado por la acción de electrolitos, tales como sulfato de sodio, o se desolvata mediante la adición de un no disolvente miscible en agua, tal como etanol, o aumentando / disminuyendo la temperatura. Estas condiciones promueven las interacciones macromolécula-macromolécula. Permite fácilmente la producción de microcápsulas que contienen sustancias hidrófobas, como las de aceites marinos, vegetales y aceites esenciales. La coacervación simple ofrece ventajas importantes sobre la coacervación compleja con respecto a las operaciones flexibles y de ahorro de costos. Para inducir la separación de fases, la coacervación simple usa sales inorgánicas de bajo costo, mientras que la coacervación compleja es más sensible incluso a un pequeño cambio de pH. Además, la coacervación compleja usa hidrocoloides relativamente caros.

La coacervación compleja es un proceso en el que están implicados 2 o más polímeros con carga opuesta. El primer paso en la microencapsulación del aceite implica la emulsificación del aceite en una solución acuosa que contiene 2 polímeros diferentes (más comúnmente un polisacárido y una proteína), generalmente a una temperatura y pH superiores a la gelificación y al punto isoeléctrico de

la proteína. El segundo paso es la separación de la fase líquida de la fase rica en polímeros insolubles como resultado de la atracción electrostática entre polímeros cargados opuestamente causada por la disminución del pH de la solución por debajo del punto isoeléctrico de la proteína. El tercer paso consiste en la formación de la pared debido a la deposición de la fase rica en polímeros alrededor de las gotitas hidrófobas, seguido de un enfriamiento controlado por debajo de la temperatura de gelificación. En el último paso, el endurecimiento de la pared de las microcápsulas se logra mediante la adición de agentes de reticulación.

La técnica de coacervación compleja produce microcápsulas con bajo contenido de aceite superficial y mayor contenido de aceite y estabilidad, en comparación con las emulsiones secadas por aspersión. Las microcápsulas producidas por coacervación poseen excelentes características de liberación controlada y propiedades resistentes al calor. La principal ventaja de la coacervación compleja sobre otros métodos es que tiene una carga útil muy alta (hasta 99%). Además, este método es simple, escalable, de bajo costo, libre de solventes y reproducible para obtener aceites microencapsulados (Bakry et al., 2016).

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 (Madene & Jacquot, 2006).

A pesar de que esta técnica muestra ser superior en cuestiones de manejo de temperaturas bajas, reducción de pérdidas por evaporación y reducción de degradación térmica; sus altos costos en el proceso de aislación de la partícula y la complejidad de esta técnica hacen que se elijan otras alternativas para microencapsular (Ozkan et al., 2019).

## **POLIMERIZACIÓN**

En este proceso se produce la polimerización de un monómero en la interfaz de dos sustancias inmiscibles, formando una membrana, que dará lugar a la pared de las microcápsulas. Este proceso tiene lugar en tres pasos:

1. Dispersión de una solución acuosa de un reactante soluble en agua, en una fase orgánica para producir una emulsión agua en aceite.
2. Formación de una membrana polimérica en la superficie de las gotas de agua, iniciada por la adición de un complejo soluble en aceite a la emulsión anterior.

3. Separación de las microcápsulas de la fase orgánica y su transferencia en agua para dar una suspensión acuosa. La separación de las microcápsulas se puede llevar a cabo por centrifugación (Saifullah et al., 2019).

Las microcápsulas poseen varias propiedades funcionales que incluyen la eficiencia de encapsulación, el tamaño, la distribución del tamaño y la morfología durante la preparación, la estabilidad durante el almacenamiento y las características de liberación *in vitro* e *in vivo*. El control de las propiedades funcionales de las microcápsulas y los mecanismos de reticulación de los materiales de pared desempeñan un papel vital en la estabilidad y las características de liberación y, por lo tanto, han llamado mucho la atención. Las microcápsulas con propiedades adecuadas muestran el potencial para aumentar la viabilidad y la estabilidad de los ingredientes activos.

Para que el material encapsulado sea activo y útil, se deben considerar muchos factores, incluida la estructura molecular (peso molecular y carga eléctrica), el estado físico (punto de ebullición y fusión), la estructura biológica (actividad antimicrobiana y bioactividad), solubilidad y actividad superficial, propiedades ópticas y estabilidad química (oxidación e hidrólisis). Para la producción de ingredientes alimentarios, los materiales básicos típicos son líquidos y sólidos (Ye et al., 2018b).

La constante búsqueda de nuevos productos, activos y saludables promueve el desarrollo de nuevas técnicas y formulaciones. La aparición de alimentos funcionales, que utilizan compuestos naturales y activos, los cuales son capaces de propiciar beneficios fisiológicos y reducen el riesgo de enfermedades, ofrecen productos que van más allá de las funciones nutricionales básicas para mejorar la salud pública a través de la dieta diaria. Los compuestos con alto potencial para la industria alimentaria se han microencapsulado para estabilizarse y mejorar sus propiedades. Es de esperarse, el número de nuevos compuestos microencapsulados va exponencial incrementando de modo exponencial año con año.

Varios autores han descrito que la microencapsulación puede proteger el compuesto central, reducir su reactividad con factores externos, disminuir la velocidad de transferencia del núcleo al exterior y controlar la liberación del compuesto central, promover un manejo más fácil, enmascarar el sabor del núcleo y también diluir el núcleo (compuesto microencapsulado) en el producto final cuando es tóxico en grandes cantidades (Berta N Estevinho & Rocha, 2018; Gharsallaoui et al., 2007). Por lo tanto, la microencapsulación permite la utilización de algunos compuestos que de otra manera no serían plausible implementarse a nivel industrial, permite la formación de productos nuevos y activos, y también es una de las formas más importantes de liberación controlada de sustancias.

Adicionalmente, la microencapsulación se aplica a varios tipos de compuestos en la industria alimentaria, donde los ácidos grasos esenciales constituyen un ingrediente activo de alto interés científico, tecnológico e industrial en el desarrollo de microcápsulas, debido a la gran cantidad de propiedades que ofrecen al consumo humano y la demanda en el mercado de esta clase específica de aceites, sin embargo, son muy sensibles a las condiciones ambientales o de los procesos industriales. Los fenómenos de degradación oxidativa durante el proceso de almacenamiento de alimentos son muy comunes. Por lo tanto, la microencapsulación es importante para proteger y mantener la estabilidad de los ácidos grasos esenciales en las mejores condiciones para ser ingerido (Estevinho & Rocha, 2018; Estevinho, 2013).

## **ÁCIDOS GRASOS ESENCIALES**

Los ácidos grasos son moléculas formadas por una larga cadena hidrocarbonada de tipo lineal y con un número par de átomos de carbono. Los ácidos grasos saturados sólo tienen enlaces simples entre los átomos de carbono, son ejemplos de este tipo de ácidos el mirístico, el palmítico y el esteárico. Los ácidos grasos insaturados tienen uno o varios enlaces dobles en su cadena, algunos de ellos son: el ácido oleico, el linoleico y  $\alpha$ -linolénico (Chen et al., 2017).

Existe un grupo de ácidos grasos que se denominan ácidos grasos esenciales (AGE), los cuales no pueden ser producidos por el hombre y deben ser incorporados a través de la dieta, entre ellos se encuentran ácido araquidónico, los ácidos grasos Omega-3 (ácido  $\alpha$ -linolénico) y los ácidos grasos Omega-6 (ácido linoleico), los cuales son necesarios para la estructura y flexibilidad de las membranas celulares (Chen et al., 2017; McClements, 2016).

Los AGE como el Omega-3 y Omega-6 están presentes en varios procesos biológicos, tales como la agregación de las plaquetas en sangre y la contracción de los vasos sanguíneos, participan en el desarrollo del tejido nervioso. En los últimos años se ha despertado un gran interés por el uso de estos ácidos grasos esenciales debido a su origen natural y beneficios a la salud (Kaushik, Dowling, Barrow, & Adhikari, 2015).

## **ACEITE DE AJONJOLÍ**

La semilla de ajonjolí o semilla de sésamo (*Sesamum indicum* L.) constituye una de las semillas oleaginosas más importantes y antiguas del mundo (Abou-Gharbia, Shehata, & Shahidi, 2000). El



## EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)

género *sesamum* es un miembro de la familia *Pedaliaceae*, que contiene 16 géneros y 60 especies (Gharby et al., 2017a). La semilla de ajonjolí es una fuente rica de proteínas (Tabla 1), y adicionalmente es uno de los primeros cultivos procesados para la producción de petróleo (Abou-Gharbia et al., 2000).

Se ha cultivado durante siglos, especialmente en Asia y África, principalmente en Sudán, Etiopía y Nigeria (FAO, 2003). Aproximadamente el 70% de la producción mundial corresponde al continente asiático, mientras que África posee el 26% de la producción a nivel global de ajonjolí, con Sierra Leona, Sudán, Nigeria y Uganda como productores clave. América Latina ocupa el 4% de la producción mundial total (Abou-Gharbia et al., 2000; Gharby et al., 2017a).

El ajonjolí juega un papel importante en la nutrición humana, medicinal, farmacéutica, industrial y agrícola. Las semillas de ajonjolí poseen una amplia gama de aplicaciones culinarias en muchos productos de panadería y para la producción de aceite (crudo o tostado). El aceite de semilla de ajonjolí es muy rico en ácidos grasos poliinsaturados utilizados mayoritariamente en la producción de margarina y aceites de cocina.

El ajonjolí contiene cantidades significativas de ligninas sesamin y sesamelin. Estos compuestos ofrecen un efecto benéfico en la regulación de los niveles de lípidos séricos y la función hepática y le dan al aceite de semilla de ajonjolí una actividad antioxidante notable (Gharby et al., 2017a). Se ha demostrado que todas estas sustancias poseen un efecto reductor del colesterol en los humanos (Ogawa, Sasagawa, Murakami, & Yoshizumi, 1995) y previenen la hipertensión arterial y aumentan los suministros de vitaminas D y E en los animales (Yamashita, Nohara, Katayama, & Namiki, 1992). Las semillas de ajonjolí son una excelente fuente de cobre y calcio. También es rico en fósforo, hierro, magnesio, manganeso, zinc y vitamina B1 (Tabla 1).

Muchas propiedades medicinales y beneficios para la salud del ajonjolí pueden atribuirse a su leve efecto laxante, emoliente y demulcente (Ji, Liu, Shi, Wang, & Wang, 2019). Se ha encontrado que el aceite de semilla de ajonjolí inhibe el crecimiento del melanoma maligno in vitro y la proliferación de células de cáncer de colon humano (Gharby et al., 2017b). En los tejidos debajo de la piel, este aceite neutraliza los radicales de oxígeno. Penetra rápidamente en la piel y penetra en el torrente sanguíneo a través de los capilares. El aceite de semilla de ajonjolí es un protector UV natural útil. Se ha utilizado con éxito en el cabello de los niños para matar las infestaciones de piojos (Yi et al., 2019). El ajonjolí tiene actividades bactericidas e insecticidas (Tunde-Akintunde & Akintunde, 2004). La sémola tiene

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

propiedades insecticidas y se utiliza como coadyuvante en la formulación de una amplia gama de insecticidas industriales (Fukuda, Osawa, Namiki, & Ozaki, 1985).

La composición química del ajonjolí muestra que la semilla es una fuente importante de aceite (50–60%), proteína (18–25%), carbohidratos y cenizas (Tabla 1) (Gharby et al., 2017a; Ji et al., 2019). Se ha demostrado que la cantidad y la calidad del aceite contenido en la semilla dependen de factores ecológicos, genéticos y fisiológicos, como el clima, el tipo de suelo, los cultivos y la madurez de la planta respectivamente (Yi et al., 2019).

Las semillas de ajonjolí tienen un contenido promedio de 50% aceite y 25% de proteína; el aceite está compuesto aproximadamente por 47% ácido oleico y 39% ácido linoleico. Este aceite es utilizado en la industria alimenticia, manufactura de confites y en preparación de alimentos (Gharby et al., 2017a; Xu-Yan et al., 2012; Yi et al., 2019).

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

*Tabla 1 Composición química de la semilla de ajonjolí en 100g.*

<b>Componentes</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Unidades</b>
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
<b>Vitaminas y minerales</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Unidad</b>
Calcio	670	mg
Hierro	10.4	mg
Zinc	5.3	mg
Fósforo	720	mg
Vitamina A	1	mg
Vitamina E	2.53	mg

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% de ácido 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 (Tunde-Akintunde & Akintunde, 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 (Gharby et al., 2017a).

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

Nombre del ácido graso	Porcentaje (%)
Palmítico (C16:0)	12.83
Esteárico (C18:0)	4.90
Oleico (C18:1)	37.83
Linoleico (C18:2)	42.36
Linolénico (C18:3)	2.08

El ajonjolí es uno de los alimentos más consumidos en fresco o procesado. También es un componente importante de muchos productos de alimentos procesados gracias a su excelente sabor, color atractivo y altos niveles de muchos macro y micronutrientes. El aceite extraído de ajonjolí se utiliza principalmente como un aceite de condimento junto con aceites de cacahuete, cártamo, perilla y pimienta roja fragantes (Kim et al., 2002; Yoshida, 2015). El aceite de ajonjolí puede ser utilizado para consumo en diferentes platillos, se utiliza en cremas para tratamientos médicos y como antiinflamatorio natural; es decir que es usado en la industria cosmetológica, alimenticia y farmacéutica. Algunos de los beneficios del consumo de este producto (Fukuda et al., 1985; Yi et al., 2019):

- a) Fortalecen el sistema nervioso
- b) Favorecen la regulación del colesterol en la sangre
- c) Favorecen el funcionamiento de la memoria
- d) Retrasan el envejecimiento celular
- e) Protegen el sistema cardiovascular
- f) Entre otros

# JUSTIFICACIÓN

## JUSTIFICACIÓN

Hoy en día, nuestro país tiene una creciente necesidad de exportación de distintos productos con características específicas y de buena calidad que permitan competir en un mercado cada vez más globalizado, de ahí la importancia de vincular la investigación con el sector agrícola e industrial para el desarrollo de nuevas tecnologías que ofrezcan un mejor manejo y aprovechamiento de las materias primas producidas asegurando la sustentabilidad de los procesos. Aunado a esto, la industria alimentaria ha dado un giro radical en torno al tipo de alimentos que se producen, ya que el consumidor contemporáneo se declina por productos benéficos para la salud humana, de origen natural, bajo costo y con un aporte nutricional para mejorar la calidad y estilo de vida, lo que ha impactado positivamente en la demanda de hidrocoloides de origen natural.

El hecho de que los mucílagos de algunas semillas a partir de residuos alimentarios son fuentes de hidrocoloides totalmente naturales con aportes calóricos bajos ideales para el desarrollo de alimentos dietéticos, que permiten la recuperación, el reciclaje y la sostenibilidad, los convierte en una opción potencial de estudio para su posterior aplicación como agentes encapsulantes en la encapsulación.

Es bien sabido que la pulpa de tamarindo tiene como campo de aplicación a las bebidas, dulces, salsas, vinos y fármacos, dejando de lado el uso sostenible del mucílago obtenido a partir de las semillas de tamarindo, el cual presenta una alta estabilidad física y termodinámica al ser sometido al secado por aspersion y acondicionado a distintas condiciones de temperatura y actividad de agua, lo cual lo convierte en una opción muy viable para su caracterización y aplicación como un emulsionante y agente encapsulante dentro de la industria de la encapsulación de aceites.

Es ampliamente difundido que el consumo de aceites que contienen nutrimentos esenciales aporta múltiples beneficios a la salud del hombre, como es el caso del aceite de ajonjolí el cual posee la mayor fuente vegetal de ácido linoleico Omega-6. No obstante, su estructura insaturada lo hace un material termolábil susceptible a la degradación al exponerse a factores ambientales como la luz, calor, humedad y oxígeno, por lo que resulta necesario protegerlo mediante una membrana robusta, si se maneja en forma líquida (emulsiones), o bien, mediante una capa protectora, si se maneja en forma de sólidos (cápsulas), a través de la utilización de emulsionantes y agentes encapsulantes apropiados que posean una elevada actividad emulsionante y alta estabilidad para garantizar las mejores condiciones de encapsulación, por ello cobra vital importancia llevar a cabo una caracterización del mucílago de la

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

semilla de tamarindo y una evaluación de este como material de barrera y analizar su relación con el material encapsulado para finalmente evaluar la influencia de las propiedades emulsionantes y encapsulantes del mucílago en la encapsulación del aceite de ajonjolí.

# HIPÓTESIS



## **HIPÓTESIS**

El mucílago de la semilla de tamarindo será capaz de conformar emulsiones cinéticamente estables y retardar mecanismos de degradación del aceite de ajonjolí al ser utilizado como agente encapsulante

# OBJETIVOS

## **OBJETIVOS**

### **Objetivo general:**

Extraer, caracterizar y evaluar al mucílago de la semilla de tamarindo como agente encapsulante mediante el estudio de las propiedades encapsulantes en el proceso de microencapsulación del aceite de ajonjolí.

### **Objetivos particulares:**

- Extraer mucílago a partir de semillas de tamarindo empleando procesos de separación convencionales libres de solventes y emisiones.
- Aislar el mucílago en forma de partículas finas haciendo uso de la técnica de secado por aspersión.
- Evaluar la funcionalidad del mucílago mediante un estudio de solubilidad, capacidad de retención de agua, capacidad de retención de aceite, índice de hinchamiento, capacidad y estabilidad emulsionante.
- Caracterizar fisicoquímicamente al mucílago empleando técnicas como termogravimetría, calorimetría diferencial de barrido, infrarrojo, difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido.
- Analizar las propiedades reológicas del mucílago evaluando el comportamiento de flujo a diferentes condiciones de medios de trabajo, como la concentración de mucílago, temperatura, pH, tipo de sal y concentraciones de azúcares adicionados.
- Extraer aceite de ajonjolí con el uso de procesos de separación mecánicos.
- Formular y obtener microcápsulas de aceite de ajonjolí utilizando al mucílago de la semilla de tamarindo como un nuevo material de pared mediante secado por aspersión.
- Describir las propiedades físicas y el comportamiento de flujo de las microcápsulas en polvo del aceite de ajonjolí,
- Caracterizar estructural, térmica y morfológicamente a las microcápsulas formuladas.
- Evaluar la eficiencia del mucílago como agente encapsulante en la formación de microcápsulas.

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

- Determinar la capacidad del mucílago para retardar mecanismos de oxidación del aceite de ajonjolí mediante un estudio de formación de peróxidos a diferentes condiciones de temperatura y tiempo de almacenamiento.

# **MATERIALES Y MÉTODOS**

## **MATERIALES Y MÉTODOS**

### **MATERIALES**

- Las vainas secas de tamarindo se obtuvieron en un mercado local de la ciudad de Toluca, México. El contenido de humedad inicial de las semillas de tamarindo fue de aproximadamente  $\sim 2.5$  kg de agua / kg de peso.
- Las semillas de ajonjolí fueron compradas en un mercado local de la ciudad de Toluca, México.
- Los reactivos utilizados fueron de grado analítico, adquiridos en la compañía Sigma Aldrich S.A. de C.V., Toluca, Estado de México.
- Se utilizó agua bidestilada y desionizada conforme a los fines de estudio, en todas las pruebas experimentales.

### **EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO DE TAMARINDO**

Para la extracción del mucílago de tamarindo se tomará como base el método propuesto por Khounvilay y Sittikijyothin (2012). Se quitó manualmente la cáscara y se despulpo la semilla mecánicamente. El contenido de humedad inicial de la semilla fue de  $\sim 2.5$  kg agua/ kg sólido seco. Las semillas seleccionadas presentaron las siguientes características: Longitud =  $15.04 \pm 0.09$  mm, espesor =  $6.41 \pm 0.06$  mm, densidad =  $1.43$  g/cm<sup>3</sup>, esfericidad =  $0.74 \pm 0.04$  (Alpizar-Reyes et al., 2017).

Las semillas se molieron en un molino de martillos PULVEX 100 MINI 2HP (Ciudad de México, México), donde el polvo obtenido pasó por una malla 100. Se tomaron 20 g de semilla molida de tamarindo y se colocaron en 200 mL de agua bidestilada. La mezcla resultante se adicionó en 800 mL de agua a 80°C y se dejó en agitación continua durante 60 min con agitación magnética y se mantuvo a 80 °C. Posteriormente se dejó reposar 24 h a 20°C. La mezcla fue centrifugada con una centrifuga de alta velocidad marca Hermle Z323 K (Hermle, Alemania) durante 8 minutos a 524×g, y el sobrenadante se decantó para los estudios posteriores.

## **OBTENCIÓN DE MUCÍLAGO EN POLVO MEDIANTE SECADO POR ASPERSIÓN**

El mucílago extraído fue alimentado a 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  $135 \pm 5$  °C, inyectando aire comprimido a 4 bar (Alpizar-Reyes et al., 2017b)). El producto obtenido a la salida del secador se almacenó en un desecador con P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> con la finalidad de prevenir el incremento del contenido de humedad hasta utilizar el polvo en los diferentes estudios.

### **Rendimiento**

El porcentaje de rendimiento se calculó como el porcentaje de la cantidad de muestra de semilla de tamarindo seca utilizada antes del proceso de extracción y la cantidad de polvo de mucílago obtenida después de la extracción (ecuación 1)

$$\% \text{ rendimiento} = \frac{\text{peso de mucílago obtenido despues del secado}}{\text{peso de semilla empleada}} \times 100 \quad (1)$$

## **PROPIEDADES FUNCIONALES DEL MUCÍLAGO.**

### **Análisis proximal**

El contenido de grasas y cenizas del mucílago de la semilla de tamarindo se determinará usando los métodos estándar AOAC 920.85 y 923.03, respectivamente (AOAC, 2006). El contenido de proteína total del mucílago se estimará mediante el procedimiento de Kjeldahl (Nx6.25) como se describe en el método oficial AOAC 981.10 y finalmente se evaluará el contenido total de carbohidratos por diferencia.

## **Solubilidad**

Se llevaron a cabo disoluciones acuosas con el mucílago en polvo al 1% w/w a diferentes temperaturas (25, 45 y 65 °C), durante 30 min en agitación continua a 400 rpm en un caframo ((BDC6015, Canadá). Las soluciones se centrifugaron en una centrifuga Hermle Z323K (Hermle, Labortechnik, Alemania) durante 15 min a 524 x g. El sobrenadante se secó en un horno de convección a 100 ° C durante 12 h (López-Franco, Cervantes-Montaño, Martínez-Robinson, Lizardi-Mendoza, & Robles-Ozuna, 2013). La solubilidad (S) se calculó de acuerdo a la ecuación 2:

$$\% \text{ Solubilidad} = \frac{\text{Peso seco}}{\text{Peso de la muestra}} \times 100 \quad (2)$$

## **Índice de hinchamiento y capacidad de retención de agua**

El índice de hinchamiento (SI, ecuación 3) se determinó a 25, 45 y 65 °C, y pH de 2, 4, 6, 7 y 8, y la capacidad de retención de agua (WHC, por sus siglas en inglés, ecuación 4) se determinó a 25, 45 y 65 °C. Brevemente, se hidrataron 25 mg de mucílago en agua bidestilada y en las soluciones acuosas, respectivamente. Después de un período de 6 h de inmersión, cada solución se centrifugo a 2800 rpm durante 15 min. El sobrenadante se decantó y se pesaron los gránulos hinchados (Muñoz, Cobos, Diaz, & Aguilera, 2012). Las propiedades se calcularon utilizando las siguientes ecuaciones:

$$SI = \left( \frac{\text{g mucilago hinchado}}{\text{g muestra}} \right) \quad (3)$$

$$WHC = \left( \frac{\text{g agua}}{\text{g muestra}} \right) \quad (4)$$

## **Capacidad de retención de aceite**

La capacidad de retención de aceite (OHC, por sus siglas en inglés, ecuación 5) se evaluó a 25, 45 y 65 °C y se determinó utilizando el método propuesto por Izidoro et al. (2011). En resumen, una dilución de 1% de mucílago con aceite de maíz (w/w) se preparó en un tubo de centrífuga previamente pesado que contiene un agitador magnético y se colocó en un baño María con agitación durante 30 min a la temperatura deseada, manteniéndola constante. Después, la dilución se centrifugo a 2800 rpm durante



15 min. El sobrenadante se decantó y se pesaron los gránulos hinchados. La capacidad de retención de aceite se calculó utilizando la ecuación (5):

$$OHC = \left( \frac{\text{g aceite absorbido}}{\text{g muestra}} \right) \quad (5)$$

### **Capacidad (EA) y estabilidad emulsionante (ES)**

Se usó polvo de mucílago para determinar las propiedades emulsionantes basadas en el método propuesto por Jindal et al. (2013). Para este fin, se prepararon emulsiones homogeneizando 150 mL de 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 y 1% (w / v) de dispersión de mucílago de semilla de tamarindo con 10 mL de aceite de maíz (Cristal®) con un homogeneizador Ultra-Turrax T50 (IKA). ®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) A 6400 rpm durante 3 min. Las emulsiones se centrifugaron luego con una centrífuga de alta velocidad Hermle Z323K (Hermle, Labortechnik, Alemania) durante 10 min a 524 x g. La capacidad emulsionante (ecuación 6) se calculó como sigue:

$$\% EA = \frac{\text{Volumén de emulsión}}{\text{Volumén total}} \times 100 \quad (6)$$

La estabilidad emulsionante (ES) se evaluó con un método similar al método a la EA. Después de homogeneizar las emulsiones, se calentaron en un baño de agua a 80 °C durante 30 min, y luego se enfriaron a temperatura ambiente (20 ± 2 °C) y se centrifugaron durante 10 min a 524 x g con una centrífuga de alta velocidad Hermle Z323K (Hermle, Labortechnik, Alemania). La capa emulsionada se midió y la ES se calculó utilizando la siguiente ecuación (ecuación 7):

$$\% ES = \frac{\text{Volumén final de emulsión}}{\text{Volumén inicial de emulsión}} \times 100 \quad (7)$$

### **Capacidad espumante y estabilidad de la espuma.**

La capacidad espumante (FC) y la estabilidad de la espuma (FS) se determinaron (Rezaei, Nasirpour, & Tavanai, 2016) con dispersiones de 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 y 1% (w / v) de cada muestra se dispersaron con un homogeneizador Ultra-Turrax T50 (IKA®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) a 6400 rpm durante 5 min. El FC se calculó inmediatamente después de la homogeneización (~ 30 s) (eq. 8) y la FS (ecuación 9) se calculó como el volumen de espuma después de 30 minutos usando las siguientes expresiones:

$$\% \text{ FC} = \frac{\text{Volumén Inicial de espuma}}{\text{Volumén total de la dispersión}} \times 100 \quad (8)$$

$$\% \text{ FS} = \frac{\text{Volumén Final de espuma}}{\text{Volumén total de la dispersión}} \times 100 \quad (9)$$

## **PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS DEL MUCÍLAGO.**

### **Espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FT-IR)**

Los grupos funcionales de mucílago de semilla de tamarindo se determinaron mediante espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FTIR) utilizando un espectrofotómetro FT-IR GX System (Perkin-Elmer, Shelton, CT, EUA) Acoplado a un accesorio ATR DuraSample II. Todos los espectros fueron un promedio de 16 exploraciones de 3650 a 800  $\text{cm}^{-1}$  a una resolución de 2  $\text{cm}^{-1}$ .

### **Caracterización térmica**

La caracterización térmica se llevó a cabo mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) y un análisis termogravimétrico (TGA). Ambos estudios, TGA y DSC, se llevaron a cabo utilizando un analizador térmico Netzsch STA 449 F3 (Jupiter®, Selb, Alemania) con una rampa de calentamiento de 10  $^{\circ}\text{C} / \text{min}$ , en una atmósfera de nitrógeno a una velocidad de flujo de 20 mL / min. Las muestras se calentaron de 22  $^{\circ}\text{C}$  a 450  $^{\circ}\text{C}$ ; se emplearon crisoles de aluminio de 5 mm de diámetro. Se usó el algoritmo de suavizado Savitzky-Golay para las curvas de TGA.

### **Cristalinidad**

Se tomaron rayos X mediante un refractómetro (Siemens D4, Endeavor, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Alemania) con radiación Co-K $\alpha$ . Los difractogramas se midieron entre 5 $^{\circ}$  y 50 $^{\circ}$  (2 $\theta$ ) a una velocidad de 1 $^{\circ}/\text{min}$  (2 $\theta$ ) y con un tamaño de paso de 0.05 $^{\circ}$  (2 $\theta$ ). Los difractogramas se obtuvieron a 25  $^{\circ}\text{C}$  usando una rampa de voltaje de 40 kV y una corriente de 40 mA. Los datos se analizaron con el software DIFFRACplus (Eva), versión 10.0 para calcular los valores de cristalinidad.

### **Morfología por microscopia electrónica de barrido**

La morfología superficial de las partículas de mucílago se adquirió usando un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-6510 (Jeol Co. Ltd., Tokio, Japón) con una aceleración de voltaje de 15 kV.

Las muestras se montaron en talones circulares de aluminio con cinta adhesiva de doble cara, recubiertas durante 250 s con 15 nm de oro, para examinar su estructura externa.

## **REOLOGÍA DEL MUCÍLAGO**

La caracterización reológica se llevó a cabo utilizando un reómetro compacto modular Physica MCR 300 (Physica Meßtechnik GmbH, Stuttgart, Alemania), con una geometría de cono-plato, un diámetro de cono de 50 mm y un ángulo de 2°. Las dispersiones de mucílago se vertieron cuidadosamente en el sistema de medición del equipo y se dejaron reposar durante 5 min para recuperar la estructura del material y alcanzar la temperatura de operación. Las determinaciones se llevaron a cabo con una velocidad de corte de 0.1 a 100 s<sup>-1</sup> con pruebas por triplicado y se ajustaron al modelo de ley de potencia.

El comportamiento de la viscosidad aparente ( $\eta_{app}$ ) – esfuerzo cortante ( $\dot{\gamma}$ ) de las dispersiones de mucílago se determinó aplicando una velocidad de corte de 0.1 a 100 s<sup>-1</sup>. Se realizaron tres réplicas de cada muestra. Los valores del índice de comportamiento del flujo (n) y del índice de consistencia (k) se calcularon ajustando el modelo de la Ley de Potencia de Ostwald-de-Waele (ecuación 10):

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (10)$$

donde  $\tau$  es la velocidad de corte (Pa),  $\dot{\gamma}$  el esfuerzo cortante (s<sup>-1</sup>), k es el coeficiente de consistencia (Pa s<sup>n</sup>) y n es el índice de comportamiento de flujo (sin dimensiones).

### **Evaluación de la dependencia de la temperatura y concentración**

Las dispersiones del mucílago se prepararon con agua desionizada en concentraciones de 0.5%, 1.0%, 1.5% y 2.0% (w / w), bajo agitación lenta a temperatura ambiente. Luego, la dispersión se mantuvo a 4 °C durante 24 h para completar la hidratación antes de la evaluación. Las muestras preparadas se cargaron en la placa y se mantuvieron durante 5 minutos a temperaturas de medición de 25, 30, 40 y 60 °C. Se usó una trampa de solvente para minimizar la pérdida de solvente debido a la evaporación. Las imágenes de microscopía óptica se obtuvieron en un microscopio MOTIC BA-400 Xiamen, China, a una resolución de 100x para concentraciones de 0.5%, 1.0%, 1.5% y 2.0% (w / w) de TSM a temperatura ambiente. Se realizaron tres réplicas de cada muestra.

## *EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

La dependencia de la temperatura del coeficiente de consistencia (indicador de la naturaleza viscosa de la muestra) se evaluó ajustándola al modelo de Arrhenius (Ecuación 11) (Sengül et al., 2005):

$$k = k_0 e^{(E_a/RT)} \quad (11)$$

donde  $k_0$  es la constante de proporcionalidad (o coeficiente de consistencia a una temperatura de referencia, Pa \* s<sup>n</sup>),  $E_a$  la energía de activación (J / mol), R la constante de gas de ley universal (8.314 J / mol K) y T la temperatura absoluta (K).

### **Propiedades de flujo a diferentes pH**

Se usaron dispersiones de mucílago al 1.0% (w / w) para medir las propiedades de flujo con diferentes valores de pH de 4.0, 7.0 y 10.0 (ajustados usando 0.1 mol / L de NaOH y HCl) a esfuerzos cortantes de 0.1 a 100 s<sup>-1</sup> y temperatura constante de 25 °C. Se obtuvieron imágenes de microscopía óptica en un microscopio MOTIC BA-400 Xiamen, China, a una resolución de 100x para estas dispersiones de TSM a temperatura ambiente. Se realizaron tres réplicas de cada muestra.

### **Propiedades de flujo a diferentes concentraciones de sales**

Se prepararon dispersiones de mucílago al 1.0% (w / w). Se agregaron sales monovalentes (NaCl y KCl) y divalentes (CaCl<sub>2</sub>) a las dispersiones para obtener concentraciones finales de 0.01 M, 0.02 M y 0.03 M, respectivamente. Las mediciones de viscosidad se realizaron a esfuerzos cortantes de 0.1 a 100 s<sup>-1</sup> y manteniendo la temperatura constante a 25 °C. Se realizaron tres réplicas de cada muestra.

### **Propiedades de flujo a concentraciones de azúcar seleccionadas**

La sacarosa se disolvió en las dispersiones al 1.0% (w / w) de mucílago para dar concentraciones finales de sacarosa de 0,0%, 2,5%, 5,0% y 10% (w / v). Las mediciones de viscosidad se realizaron a esfuerzos cortantes de 0.1 a 100 s<sup>-1</sup> y manteniendo la temperatura constante a 25 ° C. Se realizaron tres pruebas de cada muestra.

## **EXTRACCIÓN DE ACEITE DE AJONJOLÍ**

El aceite de ajonjolí (AA) se extrajo mediante la técnica de prensado en frío. Se colocaron 300 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, Shangai, China) ejerciendo una presión gradual sobre

el pistón de  $8.8 \times 10^8$  N/m<sup>2</sup> a temperatura ambiente ( $\sim 20$  °C). El aceite extraído se recolectó en un vaso de precipitado y posteriormente fue envasado en frascos de vidrio color ámbar y almacenados en un cámara de refrigeración a 5 °C. El aceite sin encapsular se derivatizó para determinar la composición de ácidos grasos. Previamente, 200  $\mu$ L del aceite se mezclaron con 1 mL de 0.2 N HCl-metanol y después se incubó a 60°C durante 4 h, luego se añadieron 0.2 mL de agua destilada y 2 mL de hexano. Después de agitación, los ésteres metílicos se extrajeron en la capa de hexano y se utilizaron para el análisis de cromatografía de gases. Un  $\mu$ L de la capa de hexano se inyectó en un Varian 3800 GC (Palo Alto, CA, EUA) equipado con una columna capilar polar Agilent HP-INNOWax (30 m X 0.32 mm X 0.25  $\mu$ m). El inyector (CP-8410) y las temperaturas FID fueron fijados en 250 °C. La temperatura del horno se mantuvo a 50 °C durante 2 min, a continuación, se calentó con una rampa de calentamiento de 30 °C/min hasta 220 °C, donde se mantuvo durante 25 min. La temperatura se incrementó a 255 °C y se mantuvo durante 7 min. Los ácidos grasos se identificaron por comparación de sus tiempos de retención con los de la norma FAME Mix Supelco 37, presentado un alto contenido de omega 6 (46%) y omega 9 (36%) en base al contenido total de ácidos grasos.

## PREPARACIÓN DE EMULSIONES

Se prepararon soluciones acuosas de mucílago de semilla de tamarindo (TSM) con un 0.3% w / w de azida de sodio para prevenir la proliferación de microorganismos y se mantuvieron durante la noche en un baño de agua a  $\sim 40$  °C, para garantizar una hidratación completa de las moléculas del biopolímero. Las soluciones del mucílago se emplearon como materiales de pared y el aceite de ajonjolí se usó como ingrediente activo o núcleo. Se formularon dos emulsiones tipo aceite en agua (O / W). La primera, **E1** con una relación de material emulsionado a agente emulsionante (Co: Wa) de 1: 1 en base seca, un contenido total de sólidos de 10% p / p y un  $\phi_{O/W} = 0.05$ , la segunda, **E2** con una relación de material emulsionado respecto al agente emulsionante (Co: Wa) de 2: 1 en base seca, un contenido total de sólidos del 15% w / w y un  $\phi_{O/W} = 0.1$ . **E1** y **E2** se elaboraron agregando la cantidad requerida de aceite y vertiendo gota a gota en la cantidad prescrita de mucílago a  $\sim 30$  °C. La emulsificación se llevó a cabo con un homogeneizador Ultra-Turrax T50 (IKA®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) A 6400 r.p.m. durante 10 min. Las emulsiones se mantuvieron en un baño de agua con el fin de mantener la temperatura por debajo de 30 °C.

## **MICROENCAPSULACIÓN DEL ACEITE DE AJONJOLÍ**

Las emulsiones se sometieron a un proceso de microencapsulación empleando un secador por aspersión Nichols/Niro (Turbo Spray PLA, NY, EUA) operado a las mismas condiciones especificadas en el apartado de obtención de mucílago en polvo mediante secado por aspersión. Las emulsiones **E1** y **E2** después del proceso de secado por aspersión, se convirtieron en microcápsulas **M1** y **M2**, respectivamente. Luego, las microcápsulas se almacenaron en desecadores con  $P_2O_5$  para evitar cualquier aumento en la humedad absorbida, hasta que fueran necesarios para los experimentos.

## **PROPIEDADES FÍSICAS DE LAS MICROCÁPSULAS**

### **Contenido de humedad**

El contenido de humedad de las microcápsulas M1 y M2 del TSM se determinó de acuerdo con el método estándar AOAC 925.10 (AOAC, 2006). Brevemente, el contenido de humedad de las microcápsulas de TSM se determinó gravimétricamente mediante secado en horno a 105 °C hasta peso constante usando un gramo de polvo y la humedad se expresó en términos de porcentaje en base seca.

### **Distribución del tamaño de partícula**

Se empleó un analizador de tamaño de partícula Malvern Mastersizer 3000 con una unidad para polvos AERO S y operado con un software Mastersizer 3000 versión 3.63 (Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcestershire, Reino Unido) para determinar el tamaño medio ponderado en volumen ( $D_{[4,3]}$ ) de las microcápsulas. El índice de refracción utilizado fue de 1.39; El índice de adsorción fue de 0.1 y la presión de aire de 4 bar.

### **Ángulo de reposo**

Para la determinación del ángulo de reposo se colocaron 15 g de microcápsulas en un embudo a una altura de 3 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 terminó 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 (ecuación 12) (Bhusari, Muzaffar, & Kumar, 2014):

$$\text{Angulo de reposo } (\tan\theta) = \frac{H}{R} \quad (12)$$

### **Densidad aparente y empacada**

Se determinaron las densidades empacadas y aparentes tomando el método de Kalegowda et al. (2017) con algunas modificaciones (Kalegowda, Chauhan, Mysore, & Urs, 2017). La densidad aparente se determinó transfiriendo 5 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.

### **Índice de compresibilidad**

El índice de compresibilidad (índice de Carr) de las microcápsulas se determinó de acuerdo con el índice de compresibilidad de Carr (porcentaje) como se indica en la ecuación 13 (Kalegowda et al., 2017):

$$\text{Compresibilidad (Carr Index)} = \frac{\text{Densidad Empacada} - \text{Densidad Aparente}}{\text{Densidad Empacada}} \times 100 \quad (13)$$

### **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 14 (Bhusari et al., 2014):

$$\text{Radio de Hausner} = \frac{\text{Densidad Empacada}}{\text{Densidad Aparente}} \quad (14)$$

## **ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LAS MICROCÁPSULAS**

### **Espectroscopia infrarroja**

Los grupos funcionales de las microcápsulas **M1** y **M2**, se determinaron mediante espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FTIR) utilizando un espectrofotómetro FT-IR GX System

(Perkin-Elmer, Shelton, CT, EUA) Acoplado a un accesorio ATR DuraSample II. Todos los espectros fueron un promedio de 16 exploraciones de 3650 a 800  $\text{cm}^{-1}$  a una resolución de 2  $\text{cm}^{-1}$ .

### **Análisis termogravimétrico**

Las características térmicas de las microcápsulas fueron estudiadas usando un análisis termogravimétrico (TGA). Los estudios de TGA fueron llevados a cabo utilizando un calorímetro TA-DSC Q1000 (TA-Instruments, New Castle, DE, EUA) equipado con un sistema de refrigeración mecánico (RCS-refrigerated cooling accessory), con una tasa de calentamiento de 2  $^{\circ}\text{C} / \text{min}$ . Las muestras fueron calentadas de 0  $^{\circ}\text{C}$  a 400  $^{\circ}\text{C}$ ; se utilizaron crisoles de aluminio de 5 mm de diámetro. Los datos fueron analizados utilizando el software Universal Analysis 2000, versión 4.7a (TA Instruments, New Castle, EUA).

### **Difracción de rayos X**

Se tomaron rayos X mediante un refractómetro (Siemens D4, Endeavor, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Alemania) con radiación Co-Ka. Los difractogramas se midieron entre 5 $^{\circ}$  y 50 $^{\circ}$  ( $2\theta$ ) a una velocidad de 1 $^{\circ}/\text{min}$  ( $2\theta$ ) y con un tamaño de paso de 0.05 $^{\circ}$  ( $2\theta$ ). Los difractogramas se obtuvieron a 25  $^{\circ}\text{C}$  usando una rampa de voltaje de 40 kV y una corriente de 40 mA. Los datos se analizaron con el software DIFFRACplus (Eva), versión 10.0 para calcular los valores de cristalinidad.

## **EFICIENCIA DE ENCAPSULAMIENTO**

### **Contenido de aceite superficial**

El contenido de aceite superficial se determinó basándose en el método propuesto por Vakarelova et al. (2018), con algunas modificaciones. Se dispersaron 1 g de microcápsulas en 10 mL de n-hexano, se mantuvieron 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 80  $^{\circ}\text{C}$  hasta que el peso de la masa fuera constante (W). 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 (W).



## **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 2 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.

## **Eficiencia de encapsulamiento**

La eficiencia de encapsulamiento se calculó usando la ecuación 15:

$$EE (\%) = \frac{\text{Aceite Total (g)} - \text{Aceite Superficial (g)}}{\text{Aceite Total (g)}} \times 100 \quad (15)$$

## **CINÉTICA DE OXIDACIÓN DEL ACEITE POR VALOR PERÓXIDO**

### **Acondicionamiento del aceite y de las microcápsulas**

El aceite de ajonjolí sin encapsular (0.5 mL) y las microcápsulas (0.5 g) se colocaron dentro de minideseCADADORES de vidrio de aproximadamente 20 mL y se almacenaron en una estufa (sin luz) a 25, 35 y 45 ° C para acelerar el proceso de oxidación, con una actividad de agua controlada en el intervalo de 0.2 a 0.4. La oxidación de las muestras se determinó al tiempo cero y cada semana durante ocho semanas de almacenamiento.

### **Valor de peróxidos**

Para conocer el valor peróxido del aceite encapsulado se tuvo que realizar la extracción del aceite donde 0.5 g de microcápsulas se dispersaron en 1 mL de agua para formar una emulsión, así, 0.3 mL de la emulsión reconstituida se mezclaron con 1.5 mL de solución isoctano/isopropanol 3:2 (v/v) en tu tubo de ensayo, y se agitó tres veces por 10 s con un vortex 3 Orbital Shakers (IKA, Alemania). Posteriormente, la muestra se separó usando una centrífuga 5810R (Eppendorf, Hamburgo, Alemania) a 3150 × g por 10 min (Niu et al., 2016). Por otro lado, el aceite sin encapsular no tuvo que ser extraído por lo que se utilizó de manera directa.

## *EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

El valor peróxido del aceite sin encapsular y del aceite encapsulado se determinó de acuerdo con el método de Cortés-Camargo et al. (2017) con ligeras modificaciones. Brevemente, 0.2 mL de la fase orgánica extraída de las microcápsulas o del aceite sin encapsular se adicionaron a 2.8 mL de solución metanol/1-butanol 2:1 (v/v) y se hicieron reaccionar con 15  $\mu$ L de tiocianato de amonio 3.94 M y 15  $\mu$ L de solución de iones hierro ( $\text{Fe}^{+2}$ ) 0.072 M. La solución de iones hierro ( $\text{Fe}^{+2}$ ) se obtuvo del sobrenadante de la mezcla de 25 mL de  $\text{BaCl}_2$  0.132 M con 25 mL de  $\text{FeSO}_4$  0.144 M, ambas soluciones preparadas en HCl 0.4 M. Las muestras se dejaron reposar en la oscuridad durante 20 min. Finalmente, la absorbancia de las muestras se leyó a 510 nm usando un espectrofotómetro UV/Vis modelo Genesys 10 (Thermo Scientific, Waltham, MA, EUA) y las concentraciones de hidroperóxidos en el aceite se calcularon usando una curva estándar de hidroperóxidos de cumeno (Niu et al., 2016).

### **ANÁLISIS MORFOLÓGICO**

La morfología superficial de las microcápsulas se adquirió usando un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-6510 (Jeol Co. Ltd., Tokio, Japón) con una aceleración de voltaje de 15 kV. Las muestras se montaron en talones circulares de aluminio con cinta adhesiva de doble cara, recubiertas durante 250 s con 15 nm de oro, para examinar su estructura externa.

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### ARTICULO DE INVESTIGACIÓN 1

#### Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid

<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.04.021>



Journal of Food Engineering

Volume 209, September 2017, Pages 68-75



#### Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid

Erik Alpizar-Reyes <sup>a</sup>, Hector Carrillo-Navas <sup>b</sup>, Raquel Gallardo-Rivera <sup>c</sup>, Victor Varela-Guerrero <sup>d</sup>, Jose Alvarez-Ramirez <sup>b</sup>, César Pérez-Alonso <sup>a</sup>  

 [Show more](#)

<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.04.021>

[Get rights and content](#)

**Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid**

Erik Alpizar Reyes<sup>a</sup>, Héctor Carrillo-Navas<sup>b</sup>, Raquel Gallardo-Rivera<sup>c</sup>, Victor Varela-Guerrero<sup>d</sup>, Jose Alvarez-Ramirez<sup>b</sup>, César Pérez-Alonso<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, Paseo Colón esq. Paseo Tolloca s/n, Col. Residencial Colón, C.P. 50120, Toluca, Estado de México, México.

<sup>b</sup> Departamento de Ingeniería de Procesos e Hidráulica, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina, C.P. 09340, México, D.F., México.

<sup>c</sup> Departamento de Biotecnología, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina, C.P. 09340, México, D.F., México.

<sup>d</sup> Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM - UNAM, Carretera Toluca-Atacomulco, km 14.5, Unidad El Rosedal, Toluca, Estado de México, 50200, México.

\*Corresponding author. Tel.: +52 722 2173890; Fax: +52 722 2175109. E-mail: cpereza@uaemex.mx, cesar\_perezalonso@yahoo.com.mx (C. Pérez-Alonso).

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

**Abstract**

Tamarind seed mucilage was isolated, dried with spray dryer and functional properties and physicochemical characteristics of this mucilage were evaluated. Functional properties showed that the solubility, water holding capacity and oil holding capacity increased with temperature. The swelling index was determined at different temperatures (25, 45 and 65 °C) and pH (2, 4, 6, 7 and 8), increasing when these variables were increased. Emulsifying ability increased and emulsifying stability decreased when the weight of powder of tamarind seed mucilage/oil volume ratio was increased. Thermogravimetry showed that mucilage was thermostable until 175 °C when an appreciable mass loss began. The morphology of the external surfaces of tamarind seed mucilage showed continuous walls with no fissures, cracks or interruptions, semi spherical particles with a skin-like particle structure. Therefore, due to similarity of this novel mucilage with commercial hydrocolloids, it could be potentially applied for human consumption industries as a functional, cheap and environmental friendly hydrocolloid.

**Keywords:** Mucilage; Spray drying; Emulsifying properties; Thermal analysis; FTIR; Morphology

## **1. Introduction**

Hydrocolloids in food and pharmaceutical industries are commonly made up of high molecular biopolymers. Hydroxyl groups in the biopolymer structure increase water affinity, leading to viscous aqueous dispersions. Hydrocolloids are commonly used as dietary fibers, thickeners, gelling agents, emulsifiers, stabilizers, fat replacers, clarifying agents, flocculating agents, clouding agents and whipping agents. Additionally, hydrocolloids have applications in the areas of edible films, encapsulating flavours and crystallization inhibition (Viebkke et al., 2014). Although hydrocolloids are abundant in nature as functional components of plant and animal tissues, only a limited number is suitable for commercial exploitation (Li and Nie, 2016). The development of applicable hydrocolloids from crops and food disposals allow the recovery, recycling and sustainability of high value-added ingredients in the food chain, focusing the interest on the physical and functional properties of plant gum exudates and seed mucilages from various sources (Archana et al., 2013; Munir et al., 2016; Li and Nie, 2016; Rezaei et al., 2016). Mucilages extracted from seeds are sources of natural hydrocolloids with low-cost offering a low-calorie intake turning it in an ideal product for the development/improvement of health products with beneficial properties to human consumption, making them a potential option for application in the food/pharmaceutical industry.

Tamarind (*Tamarindus indica* L.) is a tree that can reach up a high of 30 meters. This tree is better known for the pod pulp (approx. 40%), which is rich in vitamin C, tartaric, malic, citric acids and sugars (Saideswara and Mary, 2012). Tamarind has been planted and harvested extensively in Bangladesh, India, Myanmar, Malaysia, Sri Lanka, Thailand, Australia and several African, Central American and South American countries (Saideswara and Mary, 2012). Tamarind seed can contain even 72% of mucilage on its composition, which is a natural polysaccharide and an available by-product of tamarind pulp industry (Khounvilay and Sittikijyothin, 2012), which is composed of  $\beta$ -(1,4)-D-glucan backbone

substituted with side chains of  $\alpha$ -(1,4)-D-xylopyranose and (1,6)linked [ $\beta$ -D-galactopyranosyl-(1,2)- $\alpha$ -D-xylopyranosyl] to glucose residues, where glucose, xylose and galactose units are present in the ratio of 2.8:2.25:1.0 as the monomer units (Sharma et al., 2014) and with a molecular weight of 720 - 880 kDa (Khounvilay and Sittikijyothin, 2012).

The mucilage dispersed in water has the ability of forming viscous solutions, with high thermal and chemical stability, edible, biodegradable, non-carcinogenic, biocompatible and nontoxic properties (Sharma et al., 2014). Tamarind mucilage contains high amount of many essential amino acids, like isoleucine, leucine, lycine, methionine, phenylalanine and valine (Panigrahi et al., 1989), making the mucilage affordable as food additive. However, detailed data about the functional properties and physicochemical characteristics of tamarind seed mucilage spray dried is not available. This information is valuable to establish possible industrial applications, particularly for food products. Tamarind mucilage has the added benefit of employing a plant-based resource from a by-product of tamarind pulp industry that has not been exploited yet, and could have a positive impact on the development of producer economies. Therefore, the aim of the present study was to extract and evaluate the functional properties and physicochemical characteristics of tamarind seed mucilage.

## **2. Materials and methods**

### *2.1. Materials*

Tamarind dried pods were purchased at a local market of Toluca City, Mexico. The initial moisture content of tamarind seeds was ~2.5 kg water/kg d.s. Chemical reagents used were in analytical grade and were purchased from Sigma Aldrich S.A. de C.V. (Toluca, Mexico). All the water used in the experiments was bidistilled.

### *2.2. Tamarind seed mucilage extraction*



## *EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

Mucilage extraction was performed taking as basis the method proposed by Khounvilay and Sittikijyothin (2012) with some modifications. The seeds were extracted manually from mature pods of tamarind, milled and grounded through a 355  $\mu\text{m}$  mesh using a hammermill Pulvex 100 Mini 2HP (Mexico City, Mexico). 20 g of milled tamarind seeds were placed in 1 L beaker and bidistilled water was added in a 1:10 weight ratio. The resulting mixture was stirred in a hot plate stirrer (Thermo scientific SP131325, China) adjusted at level 8 during 10 minutes to achieve a homogenous mixture. Bi-distilled water was added in a 1:40 weight ratio in relation with the initial weight of seeds and kept with constant stirring. The mixture was heated and kept at a constant temperature of 80 °C for 60 min. The mixture was put aside at 20 °C for 24 h to assure the release of the mucilage, and then was centrifuged with a Hermle Z323K highspeed centrifuge (Hermle, Labortechnik, Germany) for 8 min at 524  $\times$  g. The supernatant represents the mucilage fraction, which was decanted and stored at -4 °C for subsequent analysis.

### *2.3. Spray drying of tamarind seed mucilage*

The extracted mucilage was fed at a rate of 40 mL/min to a Nichols/Niro spray-drier (Turbo Spray PLA, NY, USA) operated with an inlet temperature of  $135 \pm 5$  °C, outlet temperature at  $80 \pm 5$  °C and injecting compressed air at 4 bar. The spray-dried mucilage was stored in desiccators containing  $\text{P}_2\text{O}_5$  to prevent increases in absorbed moisture.

### *2.4. Extraction yield*

The percentage of yield was calculated as the percentage of the amount of dry tamarind seed sample used before the extraction process and the amount of powder of mucilage obtained after the extraction (Archana et al., 2013).

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{weight of dried mucilage obtained}}{\text{weight of seed used}} \times 100 \quad (1)$$

### *2.5. Proximal analysis*

Moisture, lipid and ash contents of tamarind seed mucilage were determined according to the AOAC standard methods, 925.10, 920.85 and 923.03, respectively (AOAC, 2006). The total protein content of the mucilage was estimated by Kjeldahl procedure (N×6.25) as described in AOAC official method 981.10. Total carbohydrate content was evaluated by difference.

### *2.6. Functional properties*

#### *2.6.1. Solubility*

Dispersions were prepared with 1.0 g of dry tamarind seed mucilage in 10 mL of bidistilled water at different conditions of temperature (25, 45 and 65 °C) for 30 min with continuous stirring in a caframo (BDC6015, Canada) at 400 rpm. The dispersions were then centrifuged with a Hermle Z323K highspeed centrifuge (Hermle, Labortechnik, Germany) for 15 min at 524 ×g. Supernatant were dried in a convection oven at 100 °C for 12 h (Amid and Mirhosseini, 2012). The solubility was calculated as follows:

$$\% \text{ Solubility} = \frac{\text{Dry weight}}{\text{Sample weight}} \times 100 \quad (2)$$

#### *2.6.2. Water (WHC) and oil holding capacities (OHC)*

Water holding capacity (WHC) and oil holding capacity (OHC) were measured by the method of Ghribi et al. (2015). The WHC and OHC were evaluated at different conditions of temperature (25, 45 and 65 °C). For WHC, dispersions of 1% (w/v) of mucilage powder were prepared and placed in centrifuge tubes previously weighted containing a magnetic stirrer and put in an agitation water bath for 30 min at the prescribed temperature. Then, the dispersions were centrifuged with a Hermle

Z323K highspeed centrifuge (Hermle, Labortechnik, Germany) for 15 min at 524 ×g. The supernatant was decanted, and the sample was reweighed. The *WHC* was calculated as follows:

$$WHC \text{ (g / g)} = \frac{\text{Water absorbed weight}}{\text{Sample weight}} \quad (3)$$

For the *OHC* at 25, 45 and 65 °C, a 1% dilution of powder mucilage with corn oil (Cristal®) (w/v) was prepared in a previously weighted centrifuge tube containing a magnetic stirrer and put in an agitation water bath for 30 min at the prescribed temperature. The dilution was centrifuged with a Hermle Z323K highspeed centrifuge (Hermle, Labortechnik, Germany) for 15 min at 524 ×g. The supernatant was decanted and the swollen granules were weighted. Oil holding capacity was calculated using the following expression:

$$OHC \text{ (g / g)} = \frac{\text{Oil absorbed weight}}{\text{Sample weight}} \quad (4)$$

### *2.6.3. Swelling index (SI)*

The swelling index was determined at different conditions of temperature (25, 45 and 65 °C), and pH (2, 4, 6, 7 and 8) according the method proposed by Archana et al. (2013) with some modifications. Tamarind seed mucilage (50 mg) was hydrated in the aqueous solutions respectively (100 mL) for 24 h. The swollen material was then removed and weighed after superficial drying using a blotting paper. The swelling index (*SI*) was calculated with the following equation:

$$SI \text{ (g / g)} = \frac{\text{Weight of swollen mucilage} - \text{Weight of dried mucilage}}{\text{Weight of dried mucilage}} \quad (5)$$

### *2.6.4. Emulsifying ability (EA) and stability (ES)*

Mucilage powder was used to determine the emulsifying properties based on the method proposed by Jindal et al. (2013). To this end, emulsions were prepared by homogenizing 150 mL of 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 and 1% (w/v) tamarind seed mucilage dispersion with 10 mL of corn oil (Cristal®) with an Ultra-

## EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)

Turrax T50 homogenizer (IKA®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, USA) at 6400 rpm during 3 min. The emulsions were then centrifuged with a Hermle Z323K highspeed centrifuge (Hermle, Labortechnik, Germany) for 10 min at 524 ×g. The emulsifying ability (*EA*) was calculated as follows:

$$\% EA = \frac{\textit{Emulsion volume}}{\textit{Total volume}} \times 100 \quad (6)$$

*ES* was evaluated with a method similar to the *EA* method. After the emulsions were homogenized, they were heated in a water bath at 80 °C for 30 min, and subsequently cooled down to room temperature (20±2 °C), and centrifuged for 10 min at 524 ×g. The emulsified layer was measured and the *ES* calculated using the following equation:

$$\% ES = \frac{\textit{Final emulsion volume}}{\textit{Initial emulsion volume}} \times 100 \quad (7)$$

### 2.6.5. Foaming capacity and foam stability

Foam capacity (*FC*) and foam stability (*FS*) were determined according to Rezaei et al. (2016). 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 and 1% (w/v) dispersions of each sample was whipped with Ultra-Turrax T50 homogenizer (IKA®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, USA) at 6400 rpm during 5 min. *FC* was calculated immediately after whipping (~30 s) (eq. 8) and *FS* was calculated as the foam volume after 30 min using the following expressions:

$$\% FC = \frac{\textit{Initial foam volume}}{\textit{Total suspension volume}} \times 100 \quad (8)$$

and

$$\% FS = \frac{\textit{Final foam volume}}{\textit{Total suspension volume}} \times 100 \quad (9)$$

## 2.7. Physicochemical characteristics

### 2.7.1. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

Erik Alpizar Reyes

Functional groups of tamarind seed mucilage were determined using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) using a spectrophotometer FT-IR GX System (Perkin–Elmer, Shelton, CT, USA) coupled to an ATR DuraSample II accessory. All the spectra were an average of 16 scans from 3650 to 800  $\text{cm}^{-1}$  at a resolution of 2  $\text{cm}^{-1}$ .

#### *2.7.2. Thermal characteristics of tamarind seed mucilage*

The thermal characteristics of the tamarind seed mucilage powder were studied using differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analyses (TGA). Both, TGA and DSC studies were carried out using a thermal analyzer Netzsch STA 449 F3 (Jupiter®, Selb, Germany) with a heating ramp of 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , in a nitrogen atmosphere at a flow rate of 20 mL/min. Samples were heated from 22  $^{\circ}\text{C}$  to 450  $^{\circ}\text{C}$ ; aluminium crucibles of 5 mm diameter were used. Savitzky-Golay smoothing algorithm was employed for TGA curves.

#### *2.7.3. X-ray diffraction*

Wide angle X-ray diffraction (XRD) patterns of tamarind seed mucilage powder were obtained using a diffractometer Siemens D4 (Endeavor, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Germany) with Co-K $\alpha$  radiation. Diffractograms were taken between 5 $^{\circ}$  and 55 $^{\circ}$  (2 $\theta$ ) at a rate of 1  $^{\circ}/\text{min}$  (2 $\theta$ ) and with a step size of 0.05 $^{\circ}$  (2 $\theta$ ). The diffractograms were obtained at 25  $^{\circ}\text{C}$  using an accelerating voltage of 40 kV and a current of 40 mA.

#### *2.7.4. Scanning electron microscopy analysis*

The surface morphology of the mucilage particles were acquired using a JSM-6510 model scanning electron microscope (Jeol Co. Ltd., Tokyo, Japan) with a voltage acceleration of 15 kV. The samples were mounted on circular aluminium stubs with double-sided sticky tape, coated for 250 s with 15 nm gold. Micrographs at 1000 $\times$  and 5000 $\times$  magnifications are presented.

### *2.8. Statistical analysis*

Data were analyzed using a one-way analysis of variance (ANOVA) and a Tukey's test for a statistical significance  $P \leq 0.05$ , using the SPSS Statistics 19.0. All experiments were done in triplicate.

### **3. Results and discussion**

#### *3.1. Extraction yield*

The yield of the extraction of tamarind seed mucilage was evaluated considering the initial dry mass sample of seed used before extraction process and the final amount of dry powder mucilage obtained after the extraction process with an average yield of  $29.83 \pm 1.32\%$ . This value is consistent with results reported for other mucilages, including *Cereus triangularis cladodes* with extraction yield of 24% (Peters et al., 2015), *Opuntia* sp. with yield 8-20% (Sepúlveda et al., 2007), and mesquite gum with yield of 24.9% (Estévez et al., 2004). Therefore, the obtained yield indicates that the proposed extraction method is a feasible option to process tamarind seeds commonly considered as by-product from tamarind pulp industry.

#### *3.2. Proximate composition of tamarind seed mucilage*

The proximal analysis of spray dried tamarind seed mucilage showed the following fractions on a dry basis:  $14.78 \pm 0.45\%$  of proteins,  $79.76 \pm 0.72\%$  of total carbohydrates,  $4.76 \pm 0.36\%$  of fats and  $0.70 \pm 0.12\%$  of ashes. These values are consistent with other reported previously by Khouvilay and Sittikijyothin (2012) and Alpizar-Reyes et al. (2017) with ranges of 12.77-15.40 % of protein, 61.00-80.66 % of total carbohydrates, 3.00-7.50 % of fats and 0.07-3.30 % of ashes. The small difference in composition of tamarind seed mucilage with other studies can be attributed to the difference in geographical origin, variety and growing conditions.

#### *3.3. Functional properties*

##### *3.3.1. Solubility*

Solubility is important factor of analysis in food systems because it affects other functional properties and serves as a useful indication of the performance of hydrocolloids in dispersion systems. The interaction of hydrocolloids with water molecules reduces the diffusion and stabilises the presence of hydrocolloids in water. Solubility of tamarind seed mucilage is presented in Table 1, showing that the solubility increased with temperature. The heating of mucilage dispersions reduces the aggregation of particles, which in turn promoted the transport of water to the granule bulk (Amid and Mirhosseini, 2012). The solubility values in Table 1 are similar to the reported for seven mucilages extracted from Italian flax cultivars at room temperature with values from 15.0 to 30.0 % (Kaewmanee et al., 2014), yam mucilage 4.90 to 21.89 % with temperatures from 55 to 95 °C (Yeh et al., 2009), crude durian seed gums ranged from 7.00 % to 19.21 % at room temperature (Amid and Mirhosseini, 2012).

### *3.3.2. Water (WHC) and oil holding capacities (OHC)*

Water holding capacity (*WHC*) is an important property in food technology from a viewpoint of stability, yield, texture and sensory evaluation. *WHC* represents the amount of water held and absorbed by the hydrated sample afterward an external force is applied. *WHC* for tamarind seed mucilage is showed in Table 1, this value increased as temperature was increased. This may be explained because an increment on temperature results in an increment on molecular mobility of molecules promoting the water absorption and enhancing the degree of water held by the sample. Similar values of *WHC* were reported for green gram gum was 0.630 g water/g, karaya seed meal gum of 0.670 g water/g (Galla and Dubasi, 2004) and crude durian seed gum with a range of 1.395-2.740 g water / g (Amid and Mirhosseini, 2012).

Oil holding capacity (*OHC*) is one the most notable functional properties of a hydrocolloid which represents the capacity of oil absorption, is defined as the absorption of oil through the lateral nonpolar sites within protein molecules. The *OHC* (Table 1) increased as temperature increased, this

may be because the availability of nonpolar chains increases with increasing molecular mobility which may bind the hydrocarbon units of oil (Amid and Mirhosseini, 2012). Furthermore, it could also be influenced by pore size which has been observed to increase when temperature is increased (Alpizar-Reyes et al., 2017) allowing greater entrapment of fats (Ghribi et al., 2015). Similar values of *OHC* were observed in durian seed gum (0.832 - 1.69 g oil / g) (Amid and Mirhosseini, 2012) in guar and xanthan gum (2-6 g oil/g) (Segura-Campos et al., 2015). These values of *OHC* shows that tamarind seed mucilage could play an important role in food processing, since fat acts on flavor retainers and increases the mouth feel of foods.

### *3.3.3. Swelling index (SI)*

The swelling index of tamarind seed mucilage is shown in Table 2 for different conditions of temperature (25, 45 and 65 °C) and pH (2, 4, 6, 7 and 8). Swelling index increased when temperature and pH increased. Swelling index denotes the degree of granule hydration. In this way, high swelling capacity is an indication of weaker binding forces in the granules. Increased temperature results in weaker binding interactions between mucilage molecules and hence the enlargement in mucilage chains that allows higher entrapment of water molecules. Moreover, the increment in swelling index with the increase of pH can be explained from the electrostatic repulsion by functional groups that can cause a higher volume available for retention of water molecules (Rao et al., 2016). Swelling index values are similar with those reported at room temperature for mucilages extracted from seven Italian flax cultivars with values of *SI* from 8.0 to 21.0 g/g (Kaewmanee et al., 2014), psyllium seed polysaccharide with *SI* values from 4.0 to 19.0 g/g increasing with increasing pH from 1.1 to 7.0 at 37 °C (Rao et al., 2016).

### *3.3.4. Emulsifying ability (EA) and stability (ES)*



The capacity of a hydrocolloid to form stable emulsions is important for many applications in food products since gradual emulsifying and stabilizing capacity are required to obtain desired characteristics in final products. Emulsifying ability (*EA*) measures the ability of an emulsifying agent to form water-in-oil emulsions, whereas the emulsion stability (*ES*) measures the break-down process over time. *EA* increased (Table 3) when the weight of spray dried tamarind seed mucilage/volume of oil ratio was increased. This fact can be explained from the increase in the fraction of mucilage and a subsequent increase of the chains of the branched structure among the surface active to absorb oil molecules that lower the surface tension (Jindal et al., 2013). Similar values for *EA* has been reported for peach gum with *EA* of 95 % at 0.625 % of w/v (Qian et al., 2011), xanthan gum *EA* of 94 % and Ocimumcanum seeds *EA* of 74.41 %; both at 2 % w/v (Archana et al., 2013) and bael fruit gum *EA* of 98.2 % at 0.75 % w/v (Jindal et al., 2013). *ES* decreased when when the weight of tamarind seed mucilage/volume of oil ratio was increased this could be attributed to a reduction of surface tension of dried mucilage. *ES* values are also comparable with peach gum with *ES* of 96 % (Quian et al., 2011) and bael fruit gum *EA* of 98.2 % (Jindal et al., 2013), demonstrating that tamarind seed mucilage exhibited good emulsifying and functional properties.

### *3.3.5. Foaming capacity and foam stability*

Foaming capacity (*FC*) and foam stability (*FS*) of mucilages depend on different factors, such as protein and carbohydrates content, molecular weight, structure, and the presence of additional compounds in the hydrocolloid (Mahfoudhi et al., 2012). Good foaming properties are linked with flexible mucilage structure that can reduce surface tension. Both, *FC* and *FS* (Table 4), increased as the percentage of weight/volume dispersions increased. This effect is attributed to the increased amount of mucilage, which is transported to the interface to form viscoelastic films that improve the foam formation (Kinsella, 1981). Rezaei et al. (2016) reported values for insoluble almond gum at 4

## *EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

% w/v with FC ~17% and higher FS ~60%. Sciarini et al. (2009) reported foaming properties for fabaceae seed gum and xanthan gum from 0.5 up to 1.0 % w / v with values from 3.0 to 20.0 and 3.0 to 25.0 % of FC, respectively, meanwhile for FS of 2.0 to 11.0 and 1.0 to 9.0 %, respectively.

### *3.4. Physicochemical characteristics*

#### *3.4.1. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)*

FT-IR for tamarind seed mucilage is shown in Figure 1. The infrared spectrum shows two notable regions corresponding to wavenumbers of 3600-2700 (mainly corresponding to lipids section) and 1800-800 (consistent to proteins and carbohydrates wavenumbers). First region of the infrared spectrum showed a wide band centred at 3310  $\text{cm}^{-1}$  linked to attributed to =C-O stretch, which correspond to lipid fraction of tamarind seed mucilage. A sharp band attributable to -C-H stretching from lipids is present at 2913  $\text{cm}^{-1}$  (Thygesen et al., 2003). For the second region, the band for -C=O stretching characteristic amide I band from proteins was observed at 1610  $\text{cm}^{-1}$  of the acetylated units (-CONH<sub>2</sub> groups); and at 1525  $\text{cm}^{-1}$  a strong band associated to the amide III (-NH<sub>3</sub><sup>+</sup> groups) (Rezaei et al., 2016) and band at 1280  $\text{cm}^{-1}$  is attributed the stretching of the C-O bond (Barth, 2000). Peaks at 1370, 1150, 1037, 1071, 944 and 987  $\text{cm}^{-1}$  are characteristics of xyloglucan (Kozioł et al., 2015; Szymanska-Chargot and Zdunek, 2013), which is an important component of tamarind seed mucilage. Band at 1370  $\text{cm}^{-1}$  denotes the CH<sub>2</sub> bending of xyloglucan, the soft peak at 1150  $\text{cm}^{-1}$  corresponds to O-C-O asymmetric stretching, meanwhile peaks at 1037 and 1071  $\text{cm}^{-1}$  are result of C-O and C-C stretching of xyloglucan ring, band at 944  $\text{cm}^{-1}$  corresponds to ring vibration of xyloglucan and finally, 897  $\text{cm}^{-1}$  band is due to C-H stretching characteristic of glucose and xylose  $\beta$ -anomeric links (Kozioł et al., 2015; Li et al., 2016; Munir et al., 2016; Szymanska-Chargot and Zdunek, 2013).

#### *3.4.2. Thermal characteristics of tamarind seed mucilage*

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

Thermogravimetry (*TGA*) and differential scanning calorimetry (*DSC*) measurements were carried out to assess the thermal behaviour of tamarind seed mucilage. *TGA* is an accurate and simple technique for the analysis of thermal stability and decomposition pattern of hydrocolloids. Figure 2 shows the *TGA* curve of tamarind seed mucilage, showing two mass loss events. First mass change of 4.94 % is observable at temperatures higher than 75 °C, which can be attributed to the loss of moisture correspondent to free water in mucilage particles. In turn, this transition is associated to the hydrophilic nature of the functional groups of each polysaccharide. The second mass change was of 51.70 % at temperatures up to 175 °C, which can be attributed to the polysaccharide thermal decomposition (Zohuriaan and Shokrolahi, 2004). Similar ranges of weight loss were observed in mucilages from seeds of lanzan (170.40 °C) and zapota (178.60 °C) (Bothara and Singh, 2012), Galactomannans of *Gleditsia triacanthos* (137.11 °C), *Caesalpinia pulcherrima* (139.18 °C) and *Adenantha pavonina* (151.36 °C) (Cerqueira et al., 2011), and crude *Dalbergia sissoo* gum (238.85 °C) (Munir et al., 2016).

*DSC* was used for studying thermal transitions occurring during heating in the presence of an inert atmosphere. *DSC* curve showed two main regions (Figure 3). The first region is located in the temperature range from 65 °C to 175 °C and with a peak of 97.67 °C and enthalpy change of 128.40 J/g. It is noted that this band is in line with the *TGA* tests, indicating the evaporation of free water. The second peak at 310.86 °C was related to an exothermic event between 245 and 400 °C with an enthalpy change of -130.80 J/g. Similar results were reported for mucilage from seeds of melonoxylon (with a temperature peaks of 70.10 and 304.70 °C) (Bothara and Singh, 2012), Arabic gum (93.3 and 322.7 °C) (Zohuriaan and Shokrolahi, 2004), galactomannans from *Mimosa scabrella* (100.00 and 311.00 °C) (Vendruscolo et al., 2009), *Gleditsia triacanthos* (137.11 and 322.41 °C) and *Caesalpinia pulcherrima* (139.18 and 329.83 °C) (Cerqueira et al., 2011). The thermal characteristics suggest that

tamarind seed mucilage is highly thermostable, so it can be used for the formation of biomaterials for various industrial purposes, such as to stabilizing suspensions or emulsions, and microencapsulation.

### *3.4.3. X-ray diffraction*

Crystalline hydrocolloids are associated with partial alignment of their molecular chains. X-ray diffraction is one of the analytical methods to determine the crystalline nature of hydrocolloids. Regular arrangement of atoms and molecules produce sharp diffraction peaks whereas amorphous regions result in broad halos. X-ray diffraction of tamarind seed mucilage was performed in order to examine its amorphous, semi-crystalline or crystalline structure. Figure 4 shows that the XRD patterns of tamarind seed mucilage exhibited a dominant amorphous halo with a broad band centered at  $2\theta = 20^\circ$ . Similar pattern was reported for basil seed mucilage (Kurd et al., 2017), almond gum (Rezaei et al., 2016), soy protein isolate (Zhang et al., 2012), galactomannans from *Mimosa scabrella* (Vendruscolo et al., 2009) and chickpea protein concentrates (Ghribi et al., 2015).

### *3.4.4. Scanning electron microscopy analysis*

Image analysis (1000 and 5000 $\times$ ) revealed the morphology of the external surfaces of tamarind seed mucilage (Figure 5). The surface does not showed fissures, cracks or interruptions. Semi-spherical particles with a skin-like structure or polymeric appearance are observed. Concavities attributed to rapid evaporation of drops of liquid during the spray drying process in the atomizer can be also observed. Similar morphological characteristics were exhibited by spray-dried organic mucilages as a cladode of pitahaya and nopal (García-Cruz et al., 2013), and also observed for spray dried tamarind seed mucilage at water activities from 0.1 to 0.5 and 20, 30 and 40 °C (Alpizar-Reyes et al., 2017).

## **4. Conclusions**

The yield of the extraction of tamarind seed mucilage showed an average value of  $29.83 \pm 1.32$  %, composed by a  $14.78 \pm 0.45$  % of proteins,  $79.76 \pm 0.72$  % of total carbohydrates,  $4.76 \pm 0.36$  % of

fats and  $0.70 \pm 0.12$  % of ashes on dry mass basis. The obtained yield indicates that the proposed extraction method is a feasible option to process tamarind seeds commonly considered as by-product from tamarind pulp industry. Solubility, water holding capacity and oil holding capacity increased when temperature was increased. Swelling index increases when temperature and pH were increased. Emulsifying ability increased and emulsifying stability decreased when the weight of spray dried tamarind seed mucilage/volume of oil ratio was increased due to a surface tension effect. Foaming capacity and foam stability increased as percentage of weight/volume dispersions increased. Thermogravimetry showed that mucilage was thermostable until 175 °C and differential scanning calorimetry measurement showed two peaks, first peak of 97.67 °C exhibited early endothermic event and the second peak at 310.86 °C was related to an exothermic event. X-ray diffraction patterns confirmed the amorphous nature of tamarind seed mucilage. MEB of tamarind seed mucilage showed continuous walls with no fissures, cracks or interruptions with a skin-like particle structure or polymeric appearance. Therefore, it was found that this sustainable source of hydrocolloid showed functional and emulsifying properties, morphology and physicochemical characteristics that allow competing with commercial hydrocolloids as protective colloid in human consumption industries.

### **Acknowledgements**

The authors wish to thank the financial support provided to the author Alpizar-Reyes who receives a scholarship through the Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) of Mexico.

### **References**

- 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, 166–176. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2016.11.006>
- Amid, B. T., Mirhosseini, H. (2012). Optimisation of aqueous extraction of gum from durian (*Durio zibethinus*) seed: A potential, low cost source of hydrocolloid. *Food Chemistry*, 132(3), 1258–1268. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.11.099>

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

- AOAC, 2006. Official methods of analysis of AOAC International, 18th ed., Vol. 534. Association of Official Analytical Chemists. Washington, DC, USA. Retrieved from <http://www.eoma.aoac.org/>
- Archana, G., Sabina, K., Babuskin, S., Radhakrishnan, K., Fayidh, M. A., Babu, P. A. S., Sivarajan, M. Sukumar, M. (2013). Preparation and characterization of mucilage polysaccharide for biomedical applications. *Carbohydrate Polymers*, 98(1), 89–94. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.04.062>
- Barth, A. (2000). The infrared absorption of amino acid side chains. *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, 74(3), 141–173. [https://doi.org/10.1016/S0079-6107\(00\)00021-3](https://doi.org/10.1016/S0079-6107(00)00021-3)
- Bothara, S.B., Singh, S. (2012). Thermal studies on natural polysaccharide. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 2(2 SUPPL.), S1031–S1035. [https://doi.org/10.1016/S2221-1691\(12\)60356-6](https://doi.org/10.1016/S2221-1691(12)60356-6)
- Cerqueira, M.A., Souza, B.W.S., Simões, J., Teixeira, J. A., Domingues, M.R.M., Coimbra, M. A., Vicente, A.A. (2011). Structural and thermal characterization of galactomannans from non-conventional sources. *Carbohydrate Polymers*, 83(1), 179–185. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.07.036>
- Estévez, A. M., Sáenz, C., Hurtado, M. L., Escobar, B., Espinoza, S., Suárez, C. (2004). Extraction methods and some physical properties of mesquite (*Prosopis chilensis* (Mol) Stuntz) seed gum. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 84(12), 1487–1492. <https://doi.org/10.1002/jsfa.1795>
- Galla, N. R., Dubasi, G. R. (2010). Chemical and functional characterization of Gum karaya (*Sterculia urens* L.) seed meal. *Food Hydrocolloids*, 24(5), 479–485. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.12.003>
- García-Cruz, E. E., Rodríguez-Ramírez, J., Méndez Lagunas, L. L., Medina-Torres, L. (2013). Rheological and physical properties of spray-dried mucilage obtained from *Hylocereus undatus* cladodes. *Carbohydrate Polymers*, 91(1), 394–402. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.08.048>
- Ghribi, A. M., Gafsi, I. M., Blecker, C., Danthine, S., Attia, H., Besbes, S. (2015). Effect of drying methods on physico-chemical and functional properties of chickpea protein concentrates. *Journal of Food Engineering*, 165, 179–188. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.06.021>
- Jindal, M., Kumar, V., Rana, V., Tiwary, A. K. (2013). Exploring potential new gum source *Aegle marmelos* for food and pharmaceuticals: Physical, chemical and functional performance. *Industrial Crops and Products*, 45, 312–318. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.12.037>

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (Sesamum indicum L.)*

- Kaewmanee, T., Bagnasco, L., Benjakul, S., Lanteri, S., Morelli, C. F., Speranza, G., Cosulich, M. E. (2014). Characterisation of mucilages extracted from seven Italian cultivars of flax. *Food Chemistry*, 148, 60–9. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.10.022>
- Khounvilay, K., Sittikijyothin, W. (2012). Rheological behaviour of tamarind seed gum in aqueous solutions. *Food Hydrocolloids*, 26(2), 334–338. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.03.019>
- Kinsella, J. E. (1981). Functional properties of proteins: Possible relationships between structure and function in foams. *Food Chemistry*, 7(4), 273–288. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(81\)90033-9](https://doi.org/10.1016/0308-8146(81)90033-9)
- Koziol, A., Cybulska, J., Pieczywek, P. M., Zdunek, A. (2015). Evaluation of structure and assembly of Xyloglucan from Tamarind seed (*Tamarindus indica* L.) with atomic force microscopy. *Food Biophysics*, 10(4), 396–402. <https://doi.org/10.1007/s11483-015-9395-2>
- Kurd, F., Fathi, M., Shekarchizadeh, H. (2017). Basil seed mucilage as a new source for electrospinning: Production and physicochemical characterization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 95, 689–695. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.11.116>
- Li, J.-M., Nie, S.-P. (2016). The functional and nutritional aspects of hydrocolloids in foods. *Food Hydrocolloids*, 53, 46–61. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.01.035>
- Li, N., Qi, G., Sun, X. S., Wang, D. (2016). Characterization of gum isolated from Camelina seed. *Industrial Crops and Products*, 83, 268–274. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.01.029>
- Mahfoudhi, N., Sessa, M., Chouaibi, M., Ferrari, G., Donsì, F., Hamdi, S. (2014). Assessment of emulsifying ability of almond gum in comparison with gum arabic using response surface methodology. *Food Hydrocolloids*, 37, 49–59. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.10.009>
- Munir, H., Shahid, M., Anjum, F., Mudgil, D. (2016). Structural, thermal and rheological characterization of modified Dalbergia sissoo gum-A medicinal gum. *International Journal of Biological Macromolecules*, 84, 236–245. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2015.12.001>
- Panigrahi, S., Bland, B., Carlaw, P. M. (1989). The nutritive value of tamarind seeds for broiler chicks. *Animal Feed Science and Technology*, 22(4), 285–293. [https://doi.org/10.1016/0377-8401\(89\)90072-2](https://doi.org/10.1016/0377-8401(89)90072-2)
- Petera, B., Delattre, C., Pierre, G., Wadouachi, A., Elboutachfai, R., Engel, E., Fenoradoso, T. A. (2015). Characterization of arabinogalactan-rich mucilage from *Cereus triangularis* cladodes. *Carbohydrate Polymers*, 127, 372–380. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.04.001>

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

- Qian, H. F., Cui, S. W., Wang, Q., Wang, C., Zhou, H. M. (2011). Fractionation and physicochemical characterization of peach gum polysaccharides. *Food Hydrocolloids*, 25(5), 1285–1290. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2010.09.027>
- Rao, M. R. P., Warriar, D. U., Gaikwad, S. R., Shevate, P. M. (2016). Phosphorylation of psyllium seed polysaccharide and its characterization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 85, 317–326. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2015.12.043>
- Rezaei, A., Nasirpour, A., Tavanai, H. (2016). Fractionation and some physicochemical properties of almond gum (*Amygdalus communis* L.) exudates. *Food Hydrocolloids*, 60, 461–469. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.04.027>
- Saideswara, R. Y., Mary, M. K. (2012). Tamarind. In *Handbook of Herbs and Spices* (pp. 512–533). Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9780857095688.512>
- Sciarini, L. S., Maldonado, F., Ribotta, P. D., Pérez, G. T., León, A. E. (2009). Chemical composition and functional properties of Gleditsia triacanthos gum. *Food Hydrocolloids*, 23(2), 306–313. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.02.011>
- Segura-Campos, M. R., Ciau-Solís, N., Rosado-Rubio, G., Chel-Guerrero, L., Betancur-Ancona, D. (2014). Chemical and functional properties of Chia seed (*Salvia hispanica* L.) gum. *International Journal of Food Science*, 2014, 1–5. <https://doi.org/10.1155/2014/241053>
- Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E., Aceituno, C. (2007). Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of Arid Environments*, 68(4), 534–545. <https://doi.org/10.1016/j.jaridenv.2006.08.001>
- Sharma, M., Mondal, D., Mukesh, C., Prasad, K. (2014). Preparation of tamarind gum based soft ion gels having thixotropic properties. *Carbohydrate Polymers*, 102(1), 467–471. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.11.063>
- Szymanska-Chargot, M., Zdunek, A. (2013). Use of FT-IR Spectra and PCA to the bulk characterization of cell wall residues of fruits and vegetables along a fraction process. *Food Biophysics*, 8(1), 29–42. <https://doi.org/10.1007/s11483-012-9279-7>
- Thygesen, L. G., Løkke, M. M., Micklander, E., Engelsen, S. B. (2003). Vibrational microspectroscopy of food. Raman vs. FT-IR. *Trends in Food Science Technology*, 14(1–2), 50–57. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(02\)00243-1](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(02)00243-1)
- Vendruscolo, C. W., Ferrero, C., Pineda, E. A. G., Silveira, J. L. M., Freitas, R. A., Jiménez-Castellanos, M. R., Bresolin, T. M. B. (2009). Physicochemical and mechanical characterization of



*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (Sesamum indicum L.)*

- galactomannan from Mimosa scabrella: Effect of drying method. *Carbohydrate Polymers*, 76(1), 86–93. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.09.028>
- Viebke, C., Al-Assaf, S., Phillips, G. O. (2014). Food hydrocolloids and health claims. *Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre*, 4(2), 101–114. <https://doi.org/10.1016/j.bcdf.2014.06.006>
- Yeh, A. I., Chan, T. Y., Chuang, G. C. C. (2009). Effect of water content and mucilage on physico-chemical characteristics of Yam (*Discorea alata* Purpurea) starch. *Journal of Food Engineering*, 95(1), 106–114. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.04.014>
- Zhang, M., Song, F., Wang, X. L., Wang, Y. Z. (2012). Development of soy protein isolate/waterborne polyurethane blend films with improved properties. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 100, 16–21. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2012.05.031>
- Zohuriaan, M., Shokrolahi, F. (2004). Thermal studies on natural and modified gums. *Polymer Testing*, 23(5), 575–579. <https://doi.org/10.1016/j.polymeresting.2003.11.001>

## **Highlights**

- Functional properties of mucilage increased when temperature was increased.
- Tamarind seed mucilage showed high emulsifying ability (>78%) and stability (>82%).
- Tamarind seed mucilage was thermostable until 175 °C.
- X-ray of tamarind seed mucilage exhibited an amorphous halo.
- The morphology of mucilage showed continuous walls with polymeric appearance.

## Tables

**Table 1.** Functional properties of tamarind seed mucilage.

<b>Temperature</b>	<b>Solubility (%)</b>	<b>WHC (g/g)</b>	<b>OHC (g/g)</b>
25 °C	8.02 ± 0.065 <sup>a</sup>	0.18 ± 0.014 <sup>a</sup>	0.068 ± 0.014 <sup>a</sup>
45 °C	12.18 ± 0.312 <sup>b</sup>	0.22 ± 0.167 <sup>a</sup>	0.104 ± 0.010 <sup>b</sup>
65 °C	21.82 ± 1.015 <sup>c</sup>	1.07 ± 0.025 <sup>a</sup>	0.133 ± 0.004 <sup>c</sup>

Values are means ± standard error, of three replicates. Superscripts with different letters in same column indicate significant differences ( $P \leq 0.05$ ).

**Table 2.** Swelling index of tamarind seed mucilage.

T (°C)	Swelling index ( <i>SI</i> ) (g/g)				
	pH 2	pH 4	pH 6	pH 7	pH 8
25	7.642 ± 0.907 <sup>a</sup>	10.317 ± 0.582 <sup>a</sup>	11.598 ± 0.863 <sup>a</sup>	14.520 ± 0.811 <sup>a</sup>	21.196 ± 0.829 <sup>a</sup>
45	10.018 ± 0.559 <sup>b</sup>	12.036 ± 0.602 <sup>b</sup>	13.002 ± 0.613 <sup>a</sup>	17.368 ± 0.787 <sup>b</sup>	23.072 ± 1.199 <sup>b</sup>
65	12.301 ± 0.682 <sup>c</sup>	13.992 ± 0.572 <sup>c</sup>	16.171 ± 1.053 <sup>b</sup>	20.063 ± 0.912 <sup>c</sup>	24.747 ± 1.432 <sup>b</sup>

Values are means ± standard error, of three replicates. Superscripts with different letters in same column indicate significant differences ( $P \leq 0.05$ ).

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

**Table 3.** Emulsifying properties of tamarind seed mucilage.

w/v %	Emulsifying Activity ( <i>EA</i> ) %	Emulsifying Stability ( <i>ES</i> ) %
0.2	78.333 ± 0.003 <sup>a</sup>	91.064 ± 0.001 <sup>b</sup>
0.4	80.000 ± 0.005 <sup>b</sup>	89.795 ± 0.009 <sup>b</sup>
0.6	86.833 ± 0.003 <sup>c</sup>	83.685 ± 0.003 <sup>a</sup>
0.8	88.167 ± 0.006 <sup>d</sup>	82.991 ± 0.009 <sup>a</sup>
1.0	90.000 ± 0.005 <sup>e</sup>	82.222 ± 0.001 <sup>a</sup>

Values are means ± standard error, of three replicates. Superscripts with different letters in same column indicate significant differences ( $P \leq 0.05$ ).

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

**Table 4.** Foaming properties of tamarind seed mucilage.

<b>w/v</b>	<b>FC</b>	<b>FS</b>
<b>%</b>	<b>%</b>	<b>%</b>
0.2	8.143 ± 0.0913 <sup>a</sup>	2.296 ± 0.292 <sup>a</sup>
0.4	10.231 ± 0.587 <sup>b</sup>	4.272 ± 0.505 <sup>b</sup>
0.6	11.478 ± 0.277 <sup>b</sup>	7.346 ± 0.692 <sup>c</sup>
0.8	14.889 ± 1.398 <sup>c</sup>	11.846 ± 0.242 <sup>d</sup>
1.0	16.304 ± 0.541 <sup>c</sup>	13.737 ± 0.432 <sup>c</sup>

Values are means ± standard error, of three replicates. Superscripts with different letters in same column indicate significant differences ( $P \leq 0.05$ ).

### **Figure Captions**

**Figure 1.** Fourier transform infrared spectroscopy (*FT-IR*) of spray dried tamarind seed mucilage.

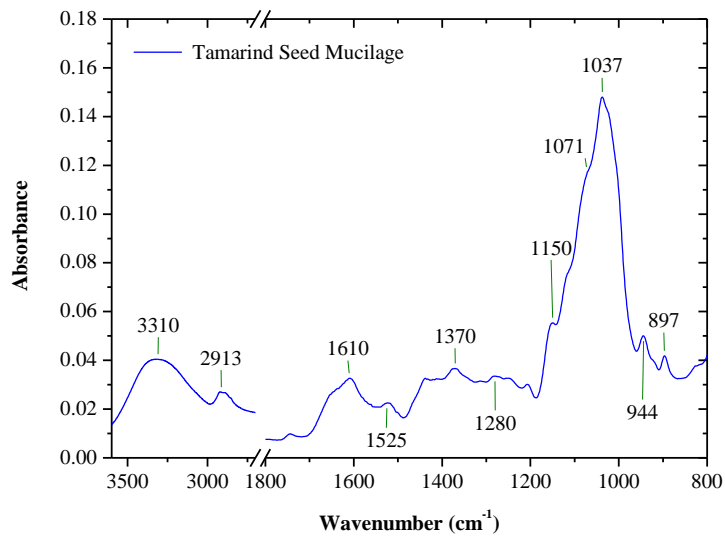
**Figure 2.** Thermogravimetric analyses (*TGA*) of spray dried tamarind seed mucilage.

**Figure 3.** Differential scanning calorimetry (*DSC*) of spray dried tamarind seed mucilage.

**Figure 4.** *X-ray* diffraction studies of spray dried tamarind seed mucilage.

**Figure 5.** Morphology by *SEM* of spray dried tamarind seed mucilage.

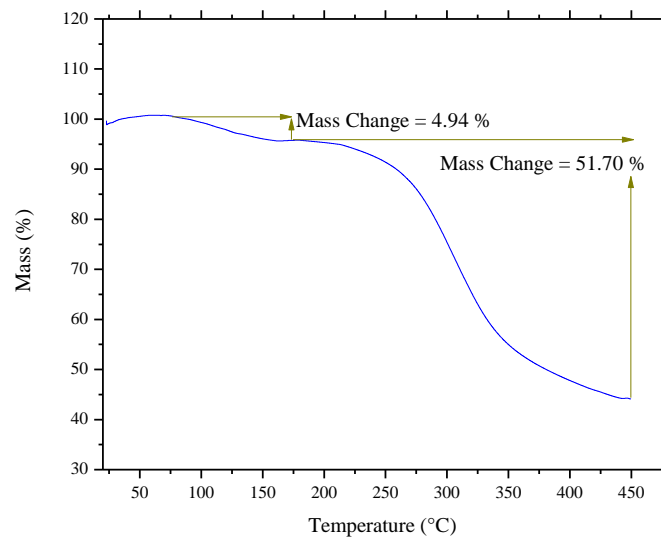
*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



**Figure 1**



*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



**Figure 2**

EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)

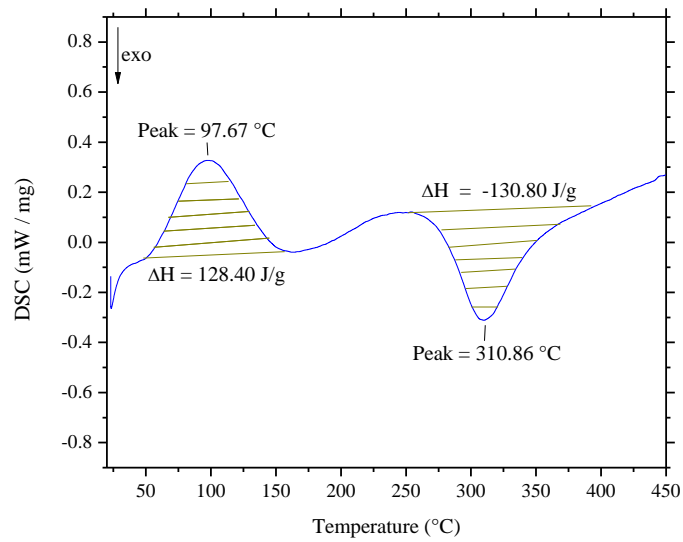
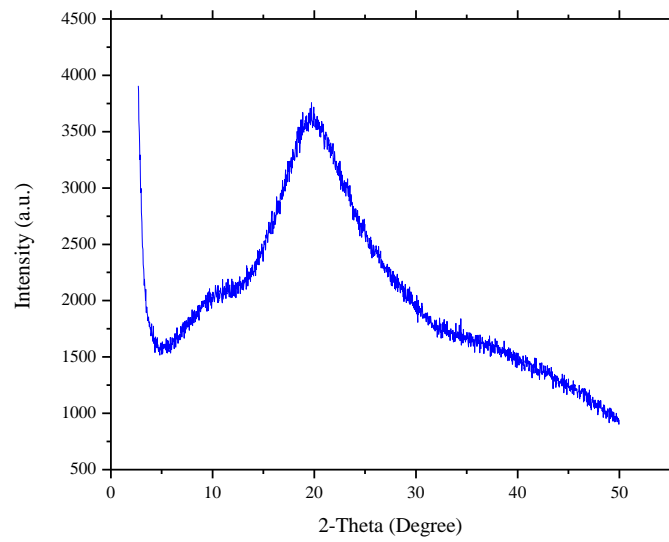


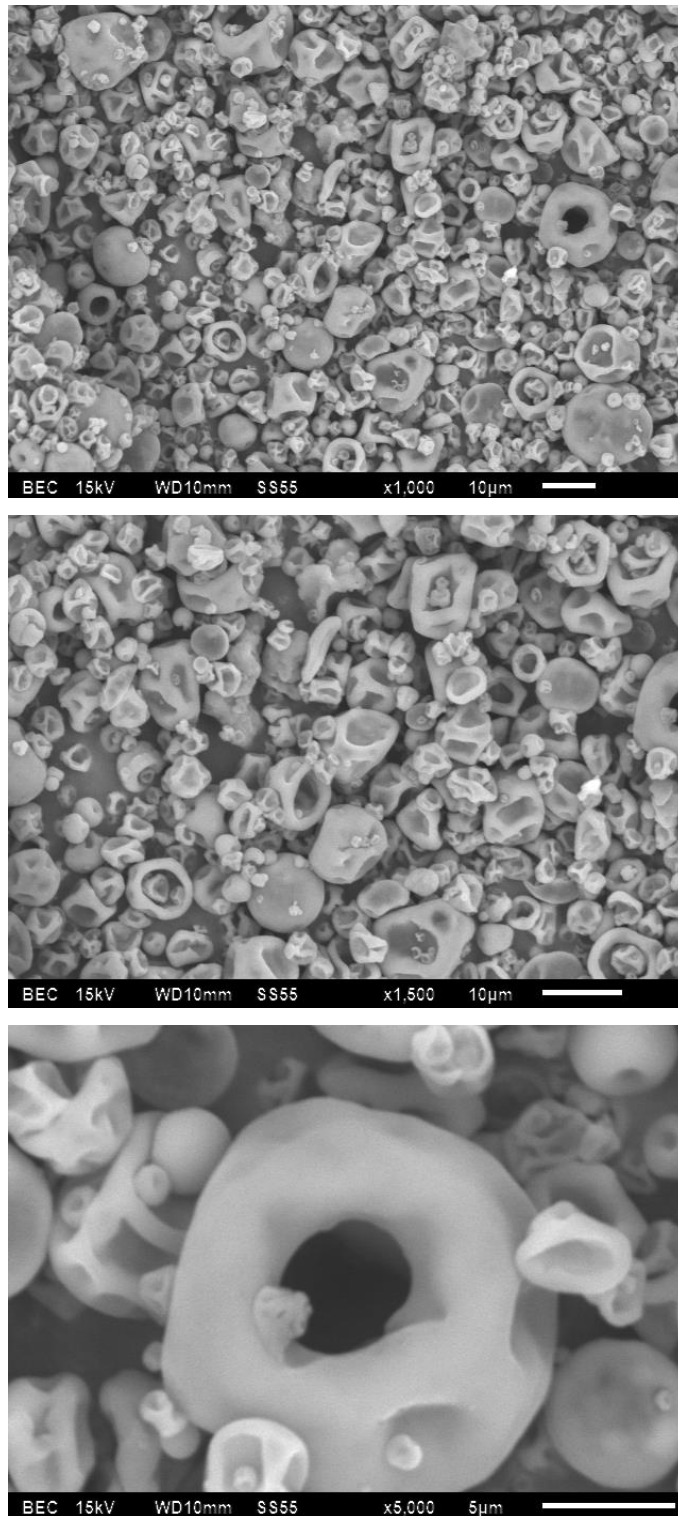
Figure 3

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



**Figure 4**

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



**Figure 5**

## ARTICULO DE INVESTIGACIÓN 2

### Rheological properties of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage obtained by spray-drying as a novel source of hydrocolloid

<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.048>

International Journal of Biological Macromolecules 107 (2018) 817–824



ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

International Journal of Biological Macromolecules

Journal homepage: [www.elsevier.com/locate/ijbiomac](http://www.elsevier.com/locate/ijbiomac)



### Rheological properties of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage obtained by spray-drying as a novel source of hydrocolloid



Erik Alpizar-Reyes<sup>a</sup>, Angélica Román-Guerrero<sup>b</sup>, Raquel Gallardo-Rivera<sup>b</sup>,  
Victor Varela-Guerrero<sup>c</sup>, Julian Cruz-Olivares<sup>a</sup>, César Pérez-Alonso<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, Paseo Colón esq. Paseo Tollocan s/n, Col. Residencial Colón, C.P. 50120, Toluca, Estado de México, Mexico

<sup>b</sup> Departamento de Biotecnología, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina, C.P. 09340, Ciudad de México, Mexico

<sup>c</sup> Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM – UNAM, Carretera Toluca-Atzacmulco, km 14.5, Unidad El Rosedal, Toluca, Estado de México, 50200, Mexico

**Rheological properties of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage obtained by spray-drying as a novel source of hydrocolloid**

Erik Alpizar-Reyes<sup>1</sup>, Angélica Román-Guerrero<sup>2</sup>, Raquel Gallardo-Rivera<sup>2</sup>, Victor Varela-Guerrero<sup>3</sup>,  
Julian Cruz-Olivares<sup>1</sup>, César Pérez-Alonso<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, Paseo Colón esq. Paseo Tollocan s/n, Col. Residencial Colón, C.P. 50120, Toluca, Estado de México, México.

<sup>2</sup> Departamento de Biotecnología, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina, C.P. 09340, Ciudad de México, México.

<sup>3</sup> Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM - UNAM, Carretera Toluca-Atacomulco, km 14.5, Unidad El Rosedal, Toluca, Estado de México, 50200, México.

\* Corresponding author. Tel.: +52 722 2173890; Fax: +52 722 2175109. E-mail: cpereza@uaemex.mx, cesar\_perezalonso@yahoo.com.mx (C. Pérez-Alonso).

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

**Abstract**

Tamarind seed mucilage (TSM) was extracted and obtained by spray drying. The power law model well described the rheological behavior of the TSM dispersions with determination coefficients  $R^2$  higher than 0.99. According to power law model, non-Newtonian shear thinning behavior was observed at all concentrations (0.5%, 1%, 1.5% and 2%) and temperatures (25, 30, 40, and 60 °C) studied. Increasing temperature decreased the viscosity and increased the flow behavior index, opposite effect was observed when increasing the concentration. The temperature effect was more pronounced at 2.0% TSM concentration with an activation energy of 20.25 kJ/mol. A clear dependence of viscosity on pH was observed, as pH increased from acidic to alkaline conditions, the viscosity increased. It was found that the rheological properties of TSM were affected by the sucrose and salts and their concentrations as well due to the addition of ions (or sucrose) decreases repulsion and allows molecule expansion promoting a significant reduction in viscosity. These results suggest that TMS could be applied in the production of foods that require additives with thickening capacity.

Keywords: Tamarind seed mucilage; Rheological properties; Power law model.

## **1. Introduction**

Hydrocolloids as biological macromolecules are widely used in the pharmaceutical, cosmetic, textile, paper and food industries as thickeners, water retention agents, emulsion stabilizers, suspending agents, binders, etc. [1-4]. In recent years, the mucilages are the preferred hydrocolloids since these are cheap, nontoxic, ecofriendly and nonpolluting during production and application, because they are able to bind and immobilize a large amount of water [5–7]. Therefore, the rheological behavior of hydrocolloids is of special importance since they are applied looking to modify the textural attributes of food. Rheological behavior of every biological macromolecule is unique and this information is very useful in a large number of industrial applications and should be carefully taken into account for designing and modelling purposes [8-10]. Shear-thinning or pseudoplastic non-Newtonian behavior has been reported in gums and mucilages; this property depends on many factors like concentration of the active compound, temperature, degree of dispersion, dissolution, electrical charge, previous thermal and mechanical treatment, presence or absence of other lyophilic colloids, and the presence of electrolytes or non-electrolytes [5, 9, 11–13]. Also, the chemical structures of the hydrocolloids and its conformation, particle size distribution, and particle shape, as well as the interactions between suspended particles, are known to affect flow behavior [10-14]. Mucilage extracted from the tamarind seed (TSM, up to 72%), is a natural polysaccharide available as a by-product of tamarind pulp industry mucilage [12]. TSM is composed of  $\beta$ -(1,4)-D-glucan backbone substituted with side chains of  $\alpha$ -(1,4)-D-xylopyranose and (1,6) linked [ $\beta$ -D-galactopyranosyl-(1,2)- $\alpha$ -D-xylopyranosyl] to glucose residues, where glucose, xylose and galactose units are present in the ratio of 2.8:2.25:1.0, as the monomer units [15] and with a molecular weight of 720 - 880 kDa [12]. The mucilage dispersed in water has the ability of forming viscous solutions, with high thermal and chemical stability, edible, biodegradable, non-carcinogenic, biocompatible and nontoxic properties [15]. TSM contains high amounts of many essential amino acids, like isoleucine, leucine, lycine, methionine, phenylalanine and valine [16], making the mucilage affordable as food additive. However, detailed data about the rheological behaviour of TSM spray dried at different environments is not available. This information is valuable to establish possible industrial applications, particularly for food products. TSM has the added benefit of employing a plant-based resource from a by-product of tamarind pulp industry, which is not been exploited yet, and could have a positive impact on the development of producer economies. Therefore, the aim of the present study was to characterize the rheological properties of aqueous dispersions of TSM spray dried obtained from tamarind seeds grown in Mexico, evaluating the effect



of some conditions of the medium such as mucilage concentration, temperature, pH, type of salt, and sucrose concentrations.

## **2. Materials and methods**

### *2.1. Materials*

Tamarind dried pods were purchased at a local market of Toluca City, Mexico. The initial moisture content of tamarind seeds was ~2.5 kg water/kg dried solid. Chemical reagents were purchased from Sigma Aldrich S.A. de C.V. (Toluca, Mexico). All the water used in the experiments was deionized.

### *2.2. Tamarind seed mucilage extraction*

Mucilage extraction was performed taking as basis the method proposed by Khounvilay and Sittikijyothin [12] with some modifications. The seeds were extracted manually from mature pods of tamarind, milled and grounded through a 355  $\mu\text{m}$  mesh using a hammermill Pulvex 100 Mini 2HP (Mexico City, Mexico). 20.0 g of milled tamarind seeds were placed in 1.0 L beaker and deionized water was added in a 1:10 weight ratio. The resulting mixture was stirred in a hot plate stirrer (Thermo scientific SP131325, China) adjusted at level 8 for 10 minutes to achieve a homogenous mixture. Deionized water was added in a 1:40 weight ratio in relation with the initial weight of seeds and kept with constant stirring. The mixture was heated and kept at a constant temperature of 80 °C for 60 min. The mixture was put aside at 20 °C for 24 h to assure the release of the mucilage, and then was centrifuged with a Hermle Z323K highspeed centrifuge (Hermle, Labortechnik, Germany) for 8 min at  $524 \times g$ . The supernatant represents the mucilage fraction, which was decanted and stored at  $\sim 4$  °C for subsequent analysis.

### *2.3. Spray drying of tamarind seed mucilage*

The extracted mucilage was feed at a rate of 40 mL/min to a Nichols/Niro spray-drier (Turbo Spray PLA, NY, USA) operated with an inlet temperature of  $135 \pm 5$  °C, outlet temperature at  $80 \pm 5$  °C and injecting compressed air at 4.0 bar. The spray-dried mucilage was stored in desiccators containing  $\text{P}_2\text{O}_5$  to prevent increases in absorbed moisture.

### *2.4. Proximal analysis*

Moisture, lipid and ash content of tamarind seed mucilage was determined according to the AOAC standard methods, 925.10, 920.85 and 923.03, respectively [17]. The total protein content of the mucilage was determined by Kjeldahl procedure ( $N \times 6.25$ ) as described in AOAC official method 981.10. Total carbohydrate content was evaluated by difference.

### *2.5. Rheological measurements*

Rheological characterization was carried out using steady shear tests using a Physica MCR 300 (Physica Meßtechnik GmbH, Stuttgart, Germany) modular compact rheometer, with a cone-plate geometry, with cone diameter of 50 mm in diameter and cone angle of  $2^\circ$  in all the cases. The viscosity of mucilage dispersions were carefully poured in the measuring system, and left to rest for 5 min for structure recovery and temperature equilibration. The apparent viscosity ( $\eta_{app}$ ) - shear rate ( $\dot{\gamma}$ ) behaviour of the mucilage dispersions was determined by applying an increasing shear rate from 0.1 to  $100 \text{ s}^{-1}$ . Three replicates of each sample were made. The flow behavior index ( $n$ ) and consistency index ( $k$ ) values were computed by fitting to the Ostwald-de-Waele or Power Law model (Eq. (1)):

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (1)$$

where  $\tau$  is the shear stress (Pa),  $\dot{\gamma}$  is the shear rate ( $\text{s}^{-1}$ ),  $k$  is the consistency coefficient ( $\text{Pa s}^n$ ) and  $n$  is the flow behavior index (dimensionless).

### *2.6. Evaluation of the temperature dependence of mucilage dispersions*

TSM dispersions were prepared with deionized water at concentrations of 0.5%, 1.0%, 1.5% and 2% (w/w), under slow stirring at room temperature. Then the dispersion was kept at  $4^\circ\text{C}$  for 24 h to complete hydration prior to assessment. Prepared samples were loaded into the plate and maintained for 5 min at measurement temperatures of 25, 30, 40 and  $60^\circ\text{C}$ . A solvent trap was used in order to minimize the solvent loss due to evaporation. Optical microscopy images were obtained in a microscopy MOTIC BA-400 Xiamen, China, at resolution of 100x for concentrations of 0.5%, 1.0%, 1.5% and 2% (w/w) of TSM at room temperature. Three replicates of each sample were made.

The temperature dependency of consistency coefficient (indicator of the viscous nature of the sample) was assessed by fitting to the Arrhenius model (Eq. (2)) as was suggested by Sengul *et al.* [18]:

$$k = k_0 e^{(E_a/RT)} \quad (2)$$

where  $k_0$  is the proportionality constant (or consistency coefficient at a reference temperature, Pa\*s<sup>n</sup>),  $E_a$  the activation energy (J/mol),  $R$  the universal law gas constant (8.314 J/mol K), and  $T$  the absolute temperature (K).

### *2.7. Determination of flow properties at different pH*

Dispersions of TSM at 1.0% (w/w) were used to measure the flow properties with different pH values of 4.0, 7.0 and 10.0 (adjusted using 0.1 mol/L of NaOH and HCl) at shear rates from 0.1 to 100 s<sup>-1</sup> and constant temperature of 25 °C. Optical microscopy images were obtained in a microscopy MOTIC BA-400 Xiamen, China, at resolution of 100x for this dispersions of TSM at room temperature. Three replicates of each sample were done.

### *2.8. Flow properties at different salts concentrations*

Dispersions of TSM at 1.0% (w/w) were prepared. Monovalent (NaCl and KCl) and divalent (CaCl<sub>2</sub>) salts were added to dispersions to give final concentrations of 0.01M, 0.02M and 0.03 M, respectively. Viscosity measurements were performed at a shear rate from 0.1 to 100 s<sup>-1</sup> and keeping constant temperature at 25 °C. Three replicates of each sample were made.

### *2.9. Assessment of flow properties at selected sugar concentrations*

Sucrose was dissolved into the 1.0% (w/w) dispersions of TSM to give final sucrose concentrations of 0.0%, 2.5%, 5.0%, and 10% (w/v). The flow properties were measured at shear rates from 0.1 to 100 s<sup>-1</sup> and constant temperature of 25 °C. Three tests of each sample were done.

## **3. Results and discussion**

### *3.1. Proximate composition of tamarind seed mucilage*

The proximal analysis of spray dried tamarind seed mucilage gave the resulting fractions on a dry basis: 12.96 ± 0.09 % of proteins, 82.17 ± 0.21 % of total carbohydrates, 4.28±0.17 % of fats and 0.59 ± 0.07 % of ashes. These values are consistent with other reported previously by Khounvilay and Sittikijyothin [12] and Alpizar-Reyes *et al.* [19] with ranges of 12.77-15.40 % of protein, 61.00-80.66 % of total carbohydrates, 3.00-7.50 % of fats and 0.07-3.30 % of ashes. The small difference in composition of tamarind seed mucilage with other studies may be attributed to the difference in geographical origin, variety and growing and harvesting conditions.

### *3.2. Effect of concentration and temperature on flow properties*

The influence of TSM concentration and temperature on the flow properties displayed a well-fitting data of shear rate *versus* shear stress to Ostwald-de-Waele or Power law model, it showed a typical non-Newtonian behavior at different conditions of concentrations and temperatures. The consistency coefficient ( $k$ ), flow behavior index ( $n$ ) and coefficients of determination ( $R^2$ ) obtained by fitting data to power law model are shown in Table 1. The coefficients of determination ( $R^2$ ) were higher than 0.906 for all tested samples indicating the suitability of the power law model to describe the flow properties of TSM.

Power law model designated that for low  $n$  values the pseudoplasticity of the fluid is increased tending not to be a Newtonian fluid, therefore, when  $n$  increases tending to be equal to one, the fluid becomes Newtonian showing slime like appearance. Pseudoplastic or shear-thinning fluids have a lower apparent viscosity at higher shear rates, and are usually solutions of large, polymeric molecules in a solvent with smaller molecules. It is generally supposed that the large molecular chains tumble at random and affect large volumes of fluid under low shear, but that they gradually align themselves in the direction of increasing shear and produce less resistance. The values of flow behavior index,  $n$ , were less than one, indicating the pseudoplastic (shear thinning) nature of the TSM at different measuring conditions. The low values of flow behavior indexes represent the great departure of flow from the Newtonian behavior and like many other shear-thinning hydrocolloids, they have a high viscosity at low shear rates which decreases dramatically as the shear is increased [8]. When the TSM concentration was increased from 1.0% to 2.0% (w/w) the values for flow behavior index decreased, nevertheless, in the special case of 0.5% (w/w) dispersion of TSM,  $n$  did not follow the general tendency. This could be attributed to the low concentration of TSM and the influence on flow behavior index by the predominance of hydrogen bonds from water medium on the dispersion which acts as a plasticizer and enhances the molecular motion and reduces the torsion [13].

On the other hand, when temperature was increased for the all concentrations studied, flow behavior index increased, indicating that the degree of pseudoplasticity was reduced when the temperature was increased. This phenomena could be attained to the energy dissipation movement of the molecules and decrease in intermolecular interactions, which in turn decrease the energy needed for the flow, thus decreasing the interference of the hydrodynamic domains [20, 21]. Values of  $n$  were in the range of 0.698 and 0.886; in a comparative way, the values of  $n$  obtained for TSM are in agreement with

those reported for flaxseed mucilage [22], welan and xanthan gum [23], acacia senegal gum [24], and a hydrocolloid from *Ziziphus lotus* fruit [25].

The values for consistency coefficient (Table 1) increasing when the TSM concentration was increased, this increase of  $k$  values may be attributed to the increase of water binding capacity when concentration was increased [26] due to an increase in the intermolecular interaction. In addition, consistency coefficient decreased when temperature was increased for the all concentrations studied, indicating a decrease in viscosity at higher temperatures. Wanchoo *et al.* [27] reported that the coefficient  $k$  is a strong function of the concentration of the solution and the temperature, whereas index  $n$  does not have a strong dependency on the concentration and temperature of the polymeric solutions. The same effect of temperature and concentration on the consistency coefficient was reported for flaxseed mucilage [22], chia mucilage [8], nopal mucilage [13], basil seed gum [28], xanthan gum, guar gum [29], and welan gum [23], at similar temperature and concentration conditions, corroborating the shear thinning nature of TSM.

Natural logarithm of consistency coefficients for all concentrations studied *versus*  $1000/T$  were plotted (Figure 1) in order to fit to the Arrhenius model for studying the temperature dependence of the viscosity (Table 2). Activation energy ( $E_a$ ) for the flow process is related to chain flexibility [26] and the values higher than 0.92 of  $R^2$  indicate that the dispersions in relation with temperature followed the Arrhenius type equation. A higher  $E_a$  value means a more rapid change in viscosity with temperature and the microstructure is more prone to change. Activation energy increased when TSM concentration in dispersions increased from 0.5 to 2.0%, indicating higher viscosity values when the concentration was higher, and subsequently, greater viscosity dependency to the temperature [10, 13]. A higher value of  $E_a$  suggests that a large amount of external energy is required to initiate the motion of molecules in aqueous solutions. High activation energy is correlated with strong interaction between polymer chains, with the microstructure being less prone to alteration during thermal processing [23]. The variation in apparent viscosity with shear rate for the different temperatures and concentrations studied is shown in Figure 2. For all dispersions, the viscosity decreased when the shear rate increased from 0.1 to  $100\text{ s}^{-1}$ . This general tendency confirms the pseudoplastic behavior of the TSM dispersions, since as shear rate increases, the randomly positioned chains of polymer molecules become aligned in the direction of the flow, generating solutions with lower viscosity, resulting in less interaction among adjacent polymer chains [30]. In the low shear rate, the stretching polysaccharide molecules intertwined to form aggregates, the high viscosity is due to the large fluids flow resistance. Increasing

shear rate the molecules are dispersed along the flow direction, as well as fluids flow resistance declines, resulting in the decrease of apparent viscosity [31]. A similar behavior was observed for other hydrocolloids [27, 29, 32, 33].

The apparent viscosity of the dispersions (Figure 2a) increased with the increase in mucilage concentration from 0.5% to 2.0% (w/w). According to figure 3, this attributed to the higher content of total solids in the dispersion, which causes an increase in viscosity due mainly to an increased restriction of intermolecular motion caused by hydrodynamic forces and the formation of an interfacial film as a result of highly branched structure in the TSM and multiple association points existing among the TSM molecules [33, 34] (Figure 3). On the other hand, Figure 2b shows the decrease of viscosity with the increase of temperature. This effect may be attributed to the separation of the TSM molecules in solution, which become higher at higher temperature, promoting the decrease on viscosity. This phenomenon was observed in dispersions of chia mucilage [8], xanthan gum [34], flaxseed gum [35].

Shear-thinning hydrocolloids are extensively used to improve or modify food texture. The reduction in solution viscosity provides processing advantage during high-shear processing operations like pumping and filling, whereas high viscosity provides a desirable mouth feel during mastication, while the values of viscosity at the high shear rate allow understanding the viscosity of the product during certain processing operations such as pumping and spray drying. Accordingly, as the viscosity of solution decreases as shear rate increases, pumping efficiency increases as pump flow rate increases [36].

### *3.3. Effect of pH*

The rheological behavior in terms of shear stress versus shear rate of TSM dispersions at 25 °C and 1.0% (w/w) at different conditions of pH was adjusted to power law model, the parameters are shown in table 3. The coefficients of determination ( $R^2$ ) were higher than 0.99 for all tested samples indicating the suitability of the power law model to describe the flow properties of TSM. The influence of pH on the apparent viscosity of TSM dispersions is shown in Figure 4, and as expected, a shear-thinning behavior varying shear rate values was observed for all dispersions. When the pH of the dispersion was increased from 4.0 to 10.0, the consistency coefficient ( $k$ ) increased and flow behavior index ( $n$ ) decreased; the general behavior of both parameters may be associated with an increase in charge

density [37] promoting a contraction of the TSM molecules, and thus viscosity decreases (Figures 4 and 5).

#### *3.4. Effect of salts*

The effect of ion concentration on the mucilage viscosity is important not only to determine whether the TSM performs as polyelectrolyte as well to estimate functional rheological properties [38 - 40]. Charged molecules show a strong dependence on ionic strength [13]. The flow behavior is represented by fitting experimental data to power law model with  $R^2$  values higher than 0.99. For all salts, NaCl, KCl y CaCl<sub>2</sub>, the flow behavior parameter increased progressively when the salts concentration was increased from 0.01 to 0.03M indicating that the addition of salts reduced the pseudoplastic nature of the TSM dispersions. The highest values for  $n$  were observed in NaCl, indicating that the addition of this salt have the most important effect on the pseudoplasticity of TSM dispersions, even though, at 0.03M of this salt on TSM dispersion, the fluid showed a  $n$  value so closely to 1, indicating that this dispersion may behave as Newtonian fluid.

The values of  $k$  were lower when a monovalent salt (NaCl and KCl) was added, compared with a divalent salt (CaCl<sub>2</sub>) was added, in the dispersions prepared. These results suggest that the molecular structure of the TSM is negatively charged [41], behaving like a polyelectrolyte, and thus the addition of positive ions reduces the repulsion and molecular expansion, causing a significant decrease in viscosity [13]. On the other hand, the decrease of  $k$  in a medium with the presence of salts could be associated with the presence of sulfate groups and carboxylic acids in the structure of the polysaccharide [42]. The salts cause the contraction of the polysaccharide molecules, and thus viscosity decreases. A similar behavior was observed in dispersions of chia mucilage [29], and Balangu gum [43].

It has been reported that the electrostatic forces could change the arrangement of ionic polysaccharides and their physicochemical properties like viscosity as well [38]. Viscosity-shear rate curves for TSM (1% w/w) in the presence of different levels of NaCl, KCl and CaCl<sub>2</sub> (0, 0.1, 0.2 and 0.03M) at 25 °C were obtained and in Figure 6 is depicted the general trend for 0.03M, applicable for the other salt concentrations. Regardless of salts concentration, the apparent viscosity was decreased as the shear rate increased from 0.001 to 1000 s<sup>-1</sup>. Moreover, the addition of NaCl, KCl and CaCl<sub>2</sub> salts to the TSM dispersions at higher concentrations decreased the viscosity to a greater degree. For all the solutions, within the shear rates used, the shear-thinning behavior was observed. Rao [44] declared

that this flow denotes the typical behavior of many biopolymer solutions. In the absence of salts, the inherent negative charge of TSM molecule produces strong intermolecular electrostatic repulsion and thus a more expanded molecule [41]. Hence, the higher viscosity of TSM with deionized water than salt solutions becomes clear. In the presence of NaCl, the viscosity showed a higher decrease, thus, this decrease was bigger at higher concentrations. Mazza and Biliaderis [35] stated that the reduction detected in viscosity of flax seed mucilage after NaCl addition was induced by increasing association of counter ions with the polymer molecules, which resulted in a reduction in electrostatic repulsion of charged groups on the polymer chain. Achi and Okolo [45] results demonstrated that the *Prosopis africana* seed gum had a slight reduction in viscosity affected by addition of 0.01M NaCl. They concluded that salt addition enhanced the flexibility of the molecules, which forced a conformational change that led to a decrease in viscosity.

According to Razavi *et al.* [46], at high salt concentration, a portion of the ionized groups on the polymer will turn out to be neutralized (due to ion pair formation), causing a more compact formation. Besides, divalent cations are able to form salt bridges between acid groups and most of them are intramolecular bonds, thus causing a further reduction of the volume occupied by the gum. These results suggest that TSM is a negatively charged polyelectrolyte molecule, therefore, the addition of positive ions decreases repulsion and molecule expansion promoting a significant reduction in viscosity. These results are in agreement with results reported by Medina-Torres *et al.* [13] for nopal mucilage, by Razavi *et al.* [47] for wild sage mucilage.

### *3.5. Effect of sucrose*

The typical shear rate-shear stress curves for TSM (1.0% w/w and at 25 °C) were studied as a function of sucrose concentrations of 0.0%, 2.5%, 5.0%, and 10.0% (w/v) and well fitted to the power law model with correlation factors ( $R^2$ ) higher than 0.99 for all cases. Changes in consistency coefficient ( $k$ ) and flow behavior index ( $n$ ) as a function of sucrose concentration are presented in Table 5. It can be found that increase in the sucrose concentration had an amplifying influence on all power law parameters. Both parameters were influenced by sucrose concentration. The  $k$  value decreased from  $0.317 \pm 0.002 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$  to  $0.068 \pm 0.004 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$  whereas the  $n$  value decreased from  $0.826 \pm 0.007$  to  $0.759 \pm 0.018$ . The higher flow behavior index indicated that at higher concentration of sucrose, the dispersions exhibited less pseudoplastic behavior and lean towards to be Newtonian fluid. Furthermore, for all concentrations of sucrose studied, a shear thinning behavior was evidently observed according to power law parameters, this type of flow behavior also has been reported for



many hydrocolloids solutions [48 – 51]. This property is particularly substantial in formulation of oil in water emulsion, to prevent the drop separation and to allow an easy flow when poured [52]. Numerous authors who studied the effect of sucrose concentration on the rheological behavior are in agreement with this study reporting similar effects for oat gum [53], cress seed gum [48] and Balangu seed gum [54].

Figure 7 shows rheological behavior of TSM dispersion at different sucrose concentrations. Previous studies had concluded that the existence of sucrose in the aqueous phase of liquid food systems containing hydrocolloids can change final rheological characteristics obtained over increasing or decreasing the system viscosity. Hence, enhancing aqueous phase viscosity results in a viscosity increment, instead, may reduce the hydration of hydrocolloid molecules which results in a decrement in viscosity, it can be concluded that the viscosity obtained maybe close to the viscosity which can be felt in the mouth. It has been reported that higher viscosity of food stuffs created a better mouthfeel [50]. Consequently, addition of the sugars to the TSM dispersion solution can make a good mouth feeling solution rather than a slimy feel in gone.

#### **4. Conclusions**

The analyzed Tamarind seed mucilage dispersions presented a Non-Newtonian shear thinning behavior ( $n < 1$ ). The power law model well described the flow properties of the dispersions. Increasing the solution concentrations increased the viscosity and pseudoplasticity while increasing temperature resulted in a decrease in viscosity and pseudoplasticity. In addition, temperature dependency of the consistency index for the gum solutions was well described by the Arrhenius model. The influence of pH was the variable with the most significant effect on the flow behavior and rheological properties of TSM, when pH increases, apparent viscosity increased, this may be associated with an increase in charge density promoting a contraction of the TSM molecules. Addition of salts to TSM dispersions resulted in a diminution of  $k$  and an increment of  $n$ , promoting a decrease on apparent viscosity, suggesting that the molecular structure of the TSM is negatively charged, behaving like a polyelectrolyte. Addition of sucrose did not influence significantly apparent viscosity. According to the results of this study, it can be concluded that TSM could be potentially applied as hydrocolloid in order to achieve a superior quality for new and existing hydrocolloid added products.

#### **5. Conflict of Interests**

The authors declare that there is no conflict of interests regarding the publication of this paper.

## 6. Acknowledgements

The authors wish to acknowledge the partial financial support of this research to the Universidad Autónoma del Estado de México through grant 4371/2017/CI. Also the authors wish to thank the financial support provided to the author E. Alpizar-Reyes who received a scholarship with number 331443 through the Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) of Mexico.

## 7. References

- [1] R. R. Bhosale, R. A. M. Osmani, and A. Moin, "Natural gums and mucilages: A review on multifaceted excipients in pharmaceutical science and research," *Int. J. Pharmacogn. Phytochem. Res.*, vol. 6, pp. 901–912, 2014.
- [2] T. Kaewmanee, L. Bagnasco, S. Benjakul, S. Lanteri, C. F. Morelli, G. Speranza, and M. E. Cosulich, "Characterisation of mucilages extracted from seven Italian cultivars of flax," *Food Chem.*, vol. 148, pp. 60–9, 2014.
- [3] G. Archana, K. Sabina, S. Babuskin, K. Radhakrishnan, M. A. Fayidh, P. Azhagu Saravana Babu, M. Sivarajan, and M. Sukumar, "Preparation and characterization of mucilage polysaccharide for biomedical applications," *Carbohydr. Polym.*, vol. 98, pp. 89–94, 2013.
- [4] V. D. Prajapati, G. K. Jani, N. G. Moradiya, and N. P. Randeria, "Pharmaceutical applications of various natural gums, mucilages and their modified forms," *Carbohydr. Polym.*, vol. 92, pp. 1685–1699, 2013.
- [5] K. K. T. Goh, L. Matia-Merino, J. H. Chiang, R. Quek, S. J. B. Soh, and R. G. Lentle, "The physico-chemical properties of chia seed polysaccharide and its microgel dispersion rheology," *Carbohydr. Polym.*, vol. 149, pp. 297–307, 2016.
- [6] M. R. Segura-Campos, N. Ciau-Solís, G. Rosado-Rubio, L. Chel-Guerrero, and D. Betancur-Ancona, "Chemical and Functional Properties of Chia Seed (*Salvia hispanica* L.) Gum," *Int. J. Food Sci.*, vol. 2014, pp. 1–5, 2014.

- [7] M. Soleimanpour, A. Koocheki, and R. Kadkhodae, "Influence of main emulsion components on the physical properties of corn oil in water emulsion: Effect of oil volume fraction, whey protein concentrate and Lepidium perfoliatum seed gum," *Food Res. Int.*, vol. 50, pp. 457–466, 2013.
- [8] M. I. Capitani, L. J. Corzo-Rios, L. A. Chel-Guerrero, D. A. Betancur-Ancona, S. M. Nolasco, and M. C. Tomás, "Rheological properties of aqueous dispersions of chia (*Salvia hispanica* L.) mucilage," *J. Food Eng.*, vol. 149, pp. 70–77, 2015.
- [9] C. V. Cervantes-Martínez, L. Medina-Torres, R. F. González-Laredo, F. Calderas, G. Sánchez-Olivares, E. E. Herrera-Valencia, J. A. Gallegos Infante, N. E. Rocha-Guzman, and J. Rodríguez-Ramírez, "Study of spray drying of the Aloe vera mucilage (*Aloe vera barbadensis* Miller) as a function of its rheological properties," *LWT - Food Sci. Technol.*, vol. 55, pp. 426–435, 2014.
- [10] E. E. García-Cruz, J. Rodríguez-Ramírez, L. L. Méndez Lagunas, and L. Medina-Torres, "Rheological and physical properties of spray-dried mucilage obtained from *Hylocereus undatus* cladodes," *Carbohydr. Polym.*, vol. 91, pp. 394–402, 2013.
- [11] G. Avila-de la Rosa, J. Alvarez-Ramirez, E. J. Vernon-Carter, H. Carrillo-Navas, and C. Pérez-Alonso, "Viscoelasticity of chia (*Salvia hispanica* L.) seed mucilage dispersion in the vicinity of an oil-water interface," *Food Hydrocoll.*, vol. 49, pp. 200–207, 2015.
- [12] K. Khounvilay and W. Sittikijyothin, "Rheological behaviour of tamarind seed gum in aqueous solutions," *Food Hydrocoll.*, vol. 26, pp. 334–338, 2012.
- [13] L. Medina-Torres, E. Brito-De La Fuente, B. Torrestiana-Sanchez, and R. Kattchain, "Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*)," *Food Hydrocoll.*, vol. 14, pp. 417–424, 2000.
- [14] L. Matia-Merino, K. K. T. Goh, and H. Singh, "A natural shear-thickening water-soluble polymer from the fronds of the black tree fern, *Cyathea medullaris*: Influence of salt, pH and temperature," *Carbohydr. Polym.*, vol. 87, pp. 131–138, 2012.

- [15] M. Sharma, D. Mondal, C. Mukesh, and K. Prasad, "Preparation of tamarind gum based soft ion gels having thixotropic properties," *Carbohydr. Polym.*, vol. 102, pp. 467–471, 2014.
- [16] S. Panigrahi, B. Bland, P. M. Carlaw, and A. F. Science, "The nutritive value of tamarind seeds for broiler chicks," *Anim. Feed Sci. Technol.*, vol. 22, pp. 285–293, 1989.
- [17] AOAC, "Official methods of analysis of AOAC International," vol. 534. Association of Official Analytical Chemists., Washington, DC, USA., 2006.
- [18] M. Sengül, M. Fatih Ertugay, and M. Sengül, "Rheological, physical and chemical characteristics of mulberry pekmez," *Food Control*, vol. 16, pp. 73–76, 2005.
- [19] E. Alpizar-Reyes, H. Carrillo-Navas, R. Romero-Romero, V. Varela-Guerrero, J. Alvarez-Ramírez, and C. Pérez-Alonso, "Thermodynamic sorption properties and glass transition temperature of tamarind seed mucilage (*Tamarindus indica* L.)," *Food Bioprod. Process.*, vol. 101, pp. 166–176, 2017.
- [20] M. Bohdanecky and J. Kovar, *Viscosity of polymer solutions*. Elsevier Scientific Pub. Co., 1982.
- [21] R. Lapasin and S. Pricl, "Rheology," in *Rheology of industrial polysaccharides: Theory and applications*, Springer, 1995, pp. 162–249.
- [22] M. Wu, D. Li, L. Wang, Y. Zhou, and Z. Mao, "Rheological property of extruded and enzyme treated flaxseed mucilage," *Carbohydr. Polym.*, vol. 80, pp. 460–466, 2010.
- [23] L. Xu, G. Xu, T. Liu, Y. Chen, and H. Gong, "The comparison of rheological properties of aqueous welan gum and xanthan gum solutions," *Carbohydr. Polym.*, vol. 92, pp. 516–522, 2013.
- [24] R. Sibaja-Hernández, A. Román-Guerrero, G. Sepúlveda-Jiménez, and M. Rodríguez-Monroy, "Physicochemical, shear flow behaviour and emulsifying properties of Acacia cochliacantha and Acacia farnesiana gums," *Ind. Crops Prod.*, vol. 67, pp. 161–168, 2015.
- [25] M. Adeli and V. Samavati, "Studies on the steady shear flow behavior and chemical properties of water-soluble polysaccharide from *Ziziphus lotus* fruit.," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 72, pp. 580–7, 2015.

- [26] A. Koocheki, A. R. Taherian, and A. Bostan, “Studies on the steady shear flow behavior and functional properties of Lepidium perfoliatum seed gum,” *Food Res. Int.*, vol. 50, pp. 446–456, 2013.
- [27] F. Chenlo, R. Moreira, and C. Silva, “Rheological properties of aqueous dispersions of tragacanth and guar gums at different concentrations,” *J. Texture Stud.*, vol. 41, pp. 396–415, 2010.
- [28] S. Naji-Tabasi and S. M. A. Razavi, “New studies on basil (Ocimum bacilicum L.) seed gum: Part III – Steady and dynamic shear rheology,” *Food Hydrocoll.*, vol. 67, pp. 243–250, 2017.
- [29] S. K. Velázquez-Gutiérrez, A. C. Figueira, M. E. Rodríguez-Huezo, A. Román-Guerrero, H. Carrillo-Navas, and C. Pérez-Alonso, “Sorption isotherms, thermodynamic properties and glass transition temperature of mucilage extracted from chia seeds (Salvia hispanica L.),” *Carbohydr. Polym.*, vol. 121, pp. 411–419, 2015.
- [30] B. S. Chagas, D. L. P. Machado jr, R. B. Haag, C. R. de Sousa, and E. F. Lucas, “Evaluation of hydrophobically associated polyacrylamide containing aqueous fluids and their potential use in petroleum recovery,” *J. Appl. ...*, vol. 91, pp. 3686–3692, 2004.
- [31] M. Oh, J. So, and S. Yang, “Rheological Evidence for the Silica-Mediated Gelation of Xanthan Gum,” *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 216, pp. 320–328, 1999.
- [32] S. Naji-Tabasi and S. M. A. Razavi, “New studies on basil (Ocimum bacilicum L.) seed gum: Part II - Emulsifying and foaming characterization,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 149, pp. 140–150, 2016.
- [33] A.-I. Yeh, T.-Y. Chan, and G. C.-C. Chuang, “Effect of water content and mucilage on physico-chemical characteristics of Yam (Discorea alata Purpurea) starch,” *J. Food Eng.*, vol. 95, pp. 106–114, 2009.
- [34] R. A. Speers and M. A. Tung, “Concentration and temperature dependence of flow behavior of xanthan gum dispersions,” *J. Food Sci.*, vol. 51, pp. 96–98, 1986.

- [35] G. Mazza and C. G. Biliaderis, "Functional Properties of Flax Seed Mucilage," *J. Food Sci.*, vol. 54, pp. 1302–1305, 1989.
- [36] D. J. McClements, "Emulsion rheology 8.1," *Food Emuls. Princ. Pract. Tech.*, 2005.
- [37] R. H. Chen and W. Y. Chen, "Rheological properties of the water-soluble mucilage of a green laver, *Monostroma nitidium*," *J. Appl. Phycol.*, vol. 13, pp. 481–488, 2001.
- [38] A. R. R. Yousefi, S. M. A. A. Razavi, and S. H. H. Khodabakhsh Aghdam, "Influence of temperature, mono- and divalent cations on dilute solution properties of sage seed gum," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 67, pp. 246–253, 2014.
- [39] A. R. Yousefi, S. M. A. Razavi, and A. Norouzy, "In vitro gastrointestinal digestibility of native, hydroxypropylated and cross-linked wheat starches," *Food Funct.*, vol. 6, pp. 3126–3134, 2015.
- [40] Y. Yan, M. Takemasa, C. Zhao, L. Yu, and K. Nishinari, "Structure-gelation research on gallate analogs and xyloglucan by rheology, thermal analysis and NMR," *Food Hydrocoll.*, vol. 52, pp. 447–459, 2016.
- [41] E. Alpizar-Reyes, H. Carrillo-Navas, R. Gallardo-Rivera, V. Varela-Guerrero, J. Alvarez-Ramirez, and C. Pérez-Alonso, "Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid," *J. Food Eng.*, vol. 209, pp. 68–75, 2017.
- [42] K.-Y. Lin, J. R. Daniel, and R. L. Whistler, "Structure of chia seed polysaccharide exudate," *Carbohydr. Polym.*, vol. 23, pp. 13–18, 1994.
- [43] S. M. A. Razavi, S. W. Cui, and H. Ding, "Structural and physicochemical characteristics of a novel water-soluble gum from *Lallemantia royleana* seed," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 83, pp. 142–151, 2016.
- [44] M. A. Rao and J. A. Lopes da Silva, "Rheological Behavior of Food Gels," in *Rheology of Fluid and Semisolid Foods. Principles and Applications*, Springer, 2007, pp. 367–369.
- [45] O. K. Achi and N. I. Okolo, "The chemical composition and some physical properties of a

- water-soluble gum from *Prosopis africana* seeds,” *Int. J. Food Sci. Technol.*, vol. 39, pp. 431–436, 2004.
- [46] S. M. A. Razavi, H. Taheri, and L. A. Quinchia, “Steady shear flow properties of wild sage (*Salvia macrosiphon*) seed gum as a function of concentration and temperature,” *Food Hydrocoll.*, vol. 25, pp. 451–458, 2011.
- [47] B. Alizadeh Behbahani, F. Tabatabaei Yazdi, F. Shahidi, M. A. Hesarinejad, S. A. Mortazavi, and M. Mohebbi, “*Plantago major* seed mucilage: Optimization of extraction and some physicochemical and rheological aspects,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 155, pp. 68–77, 2017.
- [48] F. Behrouzian, S. M. A. Razavi, and H. Karazhiyan, “The effect of pH, salts and sugars on the rheological properties of cress seed (*Lepidium sativum*) gum,” *Int. J. Food Sci. Technol.*, vol. 48, pp. 2506–2513, 2013.
- [49] M. Maskan and F. Göğüş, “Effect of sugar on the rheological properties of sunflower oil–water emulsions,” *J. Food Eng.*, vol. 43, pp. 173–177, 2000.
- [50] A. R. Yousefi, R. Eivazlou, and S. M. A. Razavi, “Steady shear flow behavior of sage seed gum affected by various salts and sugars: Time-independent properties,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 91, pp. 1018–1024, 2016.
- [51] K. Al-Malah, “Effect of glucose concentration on the rheological properties of wheat-starch dispersions,” *Food Hydrocoll.*, vol. 14, pp. 491–496, 2000.
- [52] A. R. Taherian, P. Fustier, and H. S. Ramaswamy, “Effects of added weighting agent and xanthan gum on stability and rheological properties of beverage cloud emulsions formulated using modified starch,” *J. Food Process Eng.*, vol. 30, pp. 204–224, 2007.
- [53] N. L. Dawkins and I. A. Nnanna, “Studies on oat gum [(1→3, 1→4)-β-D-glucan]: composition, molecular weight estimation and rheological properties,” *Food Hydrocoll.*, vol. 9, pp. 1–7, 1995.
- [54] F. Salehi, M. Kashaninejad, and V. Behshad, “Effect of sugars and salts on rheological properties of Balangu seed (*Lallemantia royleana*) gum,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 67, pp. 16–

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

21, 2014.



## Tables

**Table 1.** Power law parameters for TSM at different concentrations and temperatures.

Temperature (°C)	$k$ (Pa s <sup><i>n</i></sup> )	$n$	$R^2$
<b>0.5% (w/w)</b>			
25	0.058	0.698	0.983
30	0.050	0.704	0.994
40	0.034	0.724	0.992
60	0.016	0.750	0.991
<b>1.0% (w/w)</b>			
25	0.317	0.826	0.996
30	0.242	0.826	0.994
40	0.087	0.841	0.991
60	0.029	0.846	0.985
<b>1.5% (w/w)</b>			
25	0.322	0.811	0.987
30	0.277	0.817	0.994
40	0.181	0.849	0.991
60	0.099	0.886	0.993
<b>2.0% (w/w)</b>			
25	1.486	0.784	0.989
30	1.380	0.798	0.992
40	1.072	0.804	0.990
60	0.642	0.818	0.994

**Table 2.** Activation energy from Arrhenius equation for TSM at different concentrations.

TSM concentration % (w/w)	$k_0$ (Pa*s <sup>n</sup> )	$E_a$ (kJ / mol)	$R^2$
0.5	0.711	0.98	0.975
1.0	0.163	5.27	0.948
1.5	0.089	6.69	0.918
2.0	0.001	20.25	0.995

**Table 3.** Power law parameters for TSM dispersions (1.0% w/w) at 25°C and different pH conditions.

pH	$k$ (Pa s <sup><i>n</i></sup> )	$n$	$R^2$
4	0.048	0.884	0.971
7	0.317	0.826	0.964
10	0.538	0.815	0.937

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

**Table 4.** Power law parameters for TSM (1.0% w/w at 25°C) with different salt concentrations.

Salt	<i>K</i>	<i>n</i>	<i>R</i> <sup>2</sup>
(Pa s <sup><i>n</i></sup> )			
<b>NaCl (M)</b>			
0	0.317	0.826	0.977
0.01	0.165	0.847	0.984
0.02	0.043	0.882	0.960
0.03	0.034	0.996	0.997
<b>KCl (M)</b>			
0	0.317	0.826	0.986
0.01	0.094	0.839	0.984
0.02	0.072	0.849	0.981
0.03	0.047	0.856	0.971
<b>CaCl<sub>2</sub> (M)</b>			
0	0.317	0.826	0.979
0.01	0.195	0.820	0.985
0.02	0.062	0.881	0.974
0.03	0.039	0.925	0.966

**Table 5.** Power law parameters for TSM (1.0% w/w at 25°C) with different sucrose concentrations.

Sucrose concentration (%)	$k$ (Pa s <sup><i>n</i></sup> )	$n$	$R^2$
0	0.317	0.826	0.996
2.5	0.157	0.793	0.987
5.0	0.138	0.779	0.989
10.0	0.068	0.759	0.973

## Figure Captions

**Figure 1.** Consistency index as function of temperature of TSM at different concentrations.

**Figure 2.** Apparent viscosity dependence of concentrations (a) (temperature of 25°C) and temperatures (b) (concentration of 1.0% (w/w)) of TSM.

**Figure 3.** Optical microscopy images for 0.5, 1.0, 1.5 and 2.0% (w/w) TSM dispersions.

**Figure 4.** pH effect upon viscosity of TSM (concentration of 1.0% (w/w) and 25 °C).

**Figure 5.** Optical microscopy images at pH's of 4.0, 7.0 and 10.0 for 1.0 (w/w) TSM dispersions.

**Figure 6.** a) Effect of different monovalent and b) divalent salt on TSM viscosity (concentration of 1.0% (w/w) and 25 °C).

**Figure 7.** Apparent viscosity dependence of sucrose concentrations TSM dispersions of 1.0% w/w.

EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)

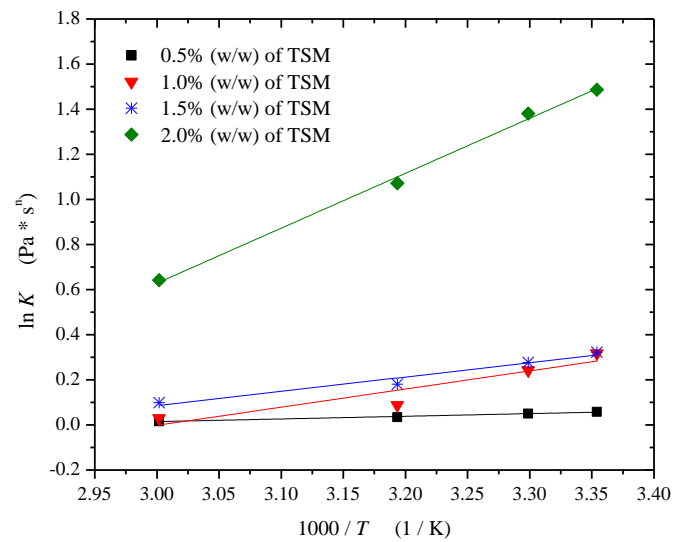
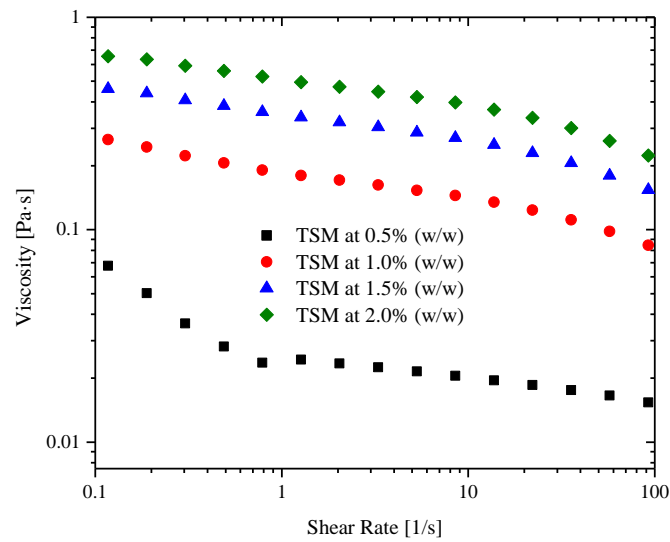
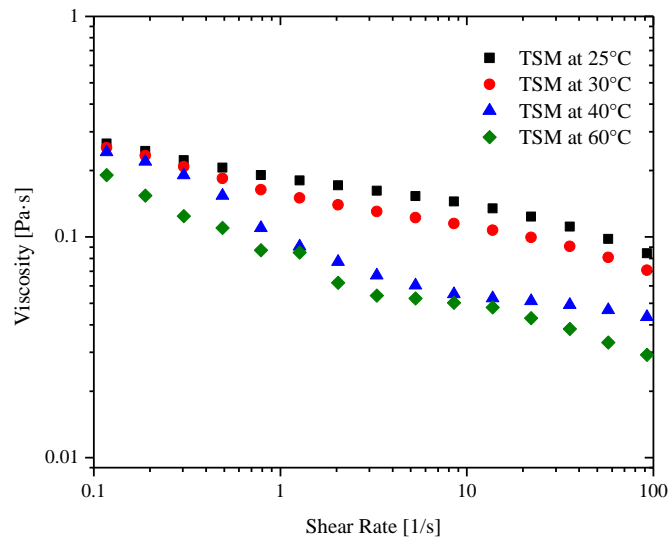


Figure 1

EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)



a)

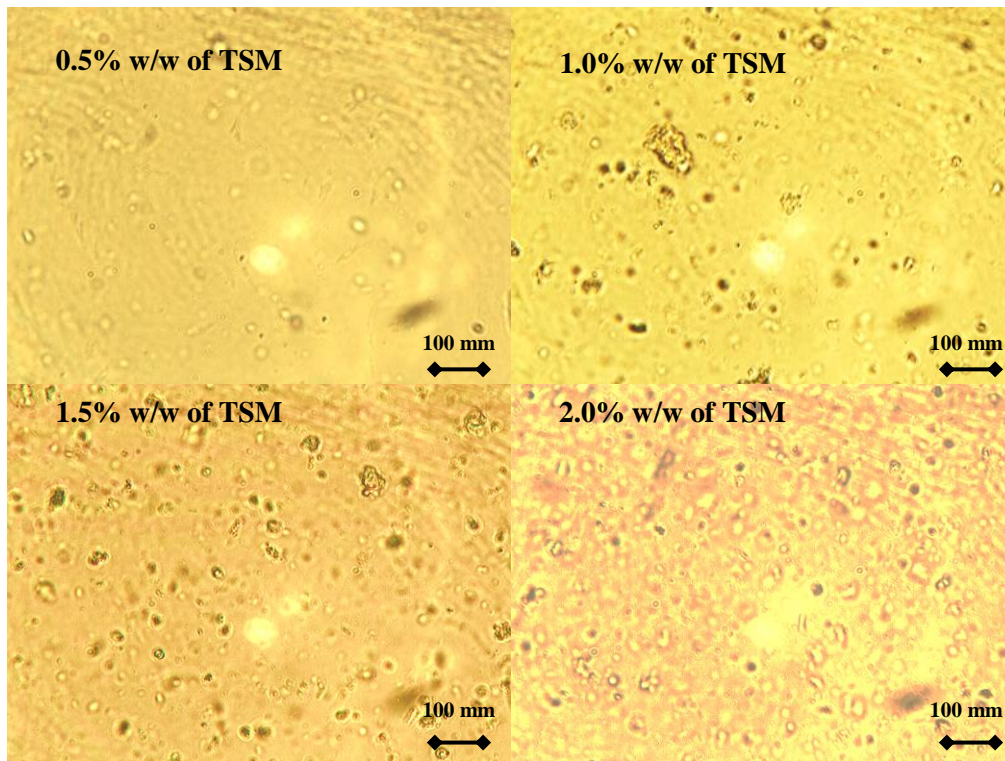


b)

Figure 2



*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



**Figure 3**

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

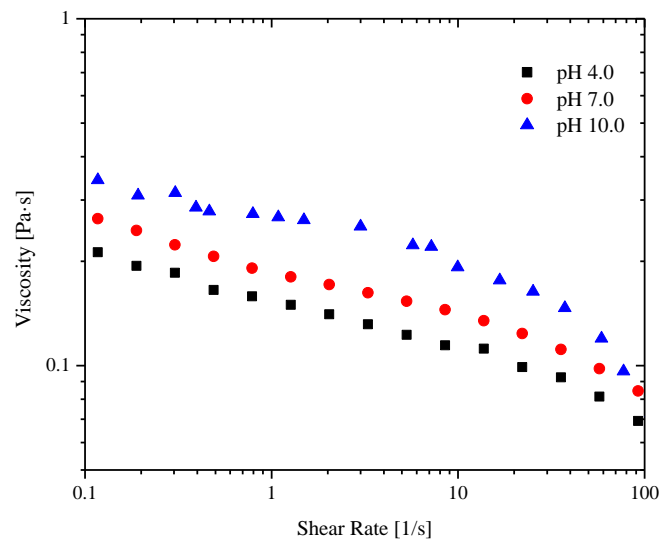
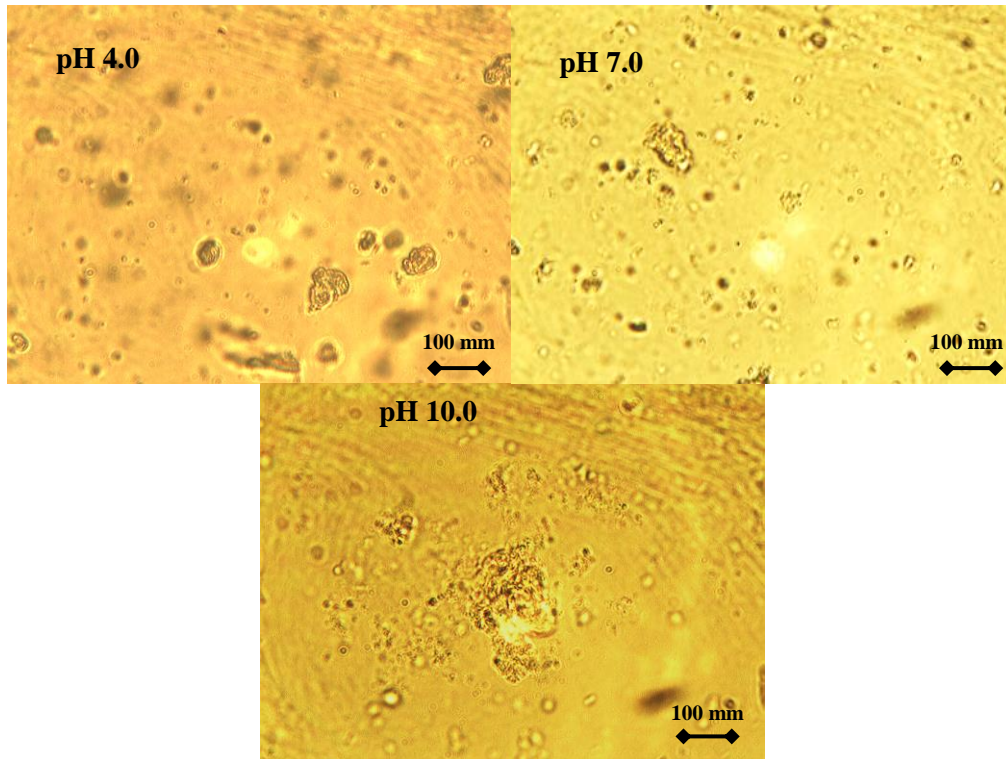


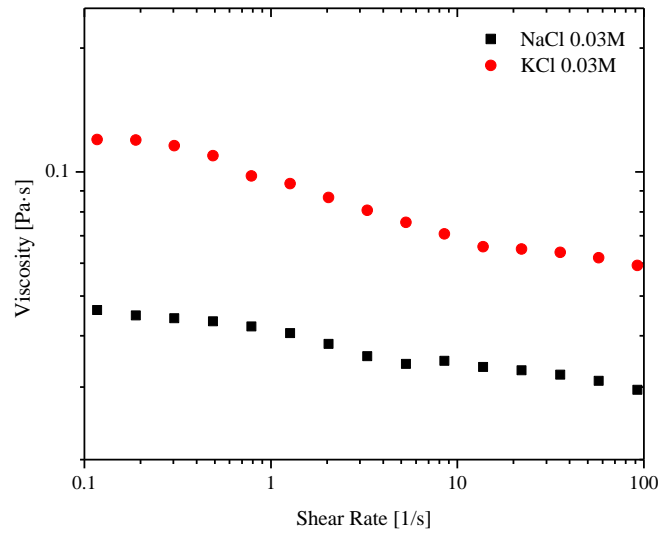
Figure 4

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

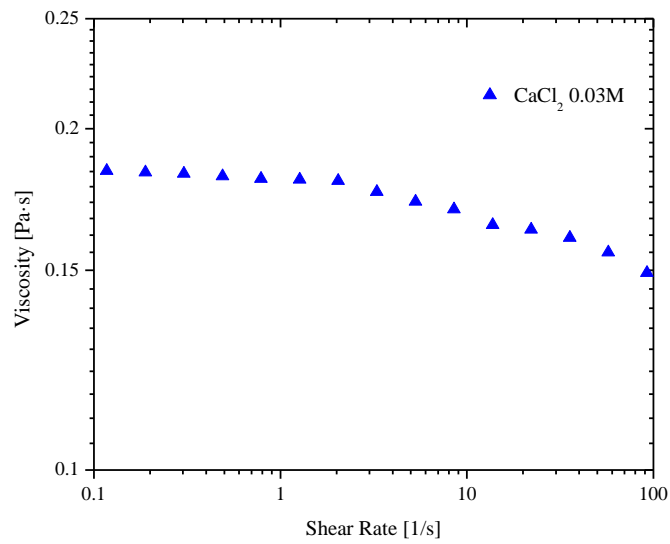


**Figure 5**

EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)



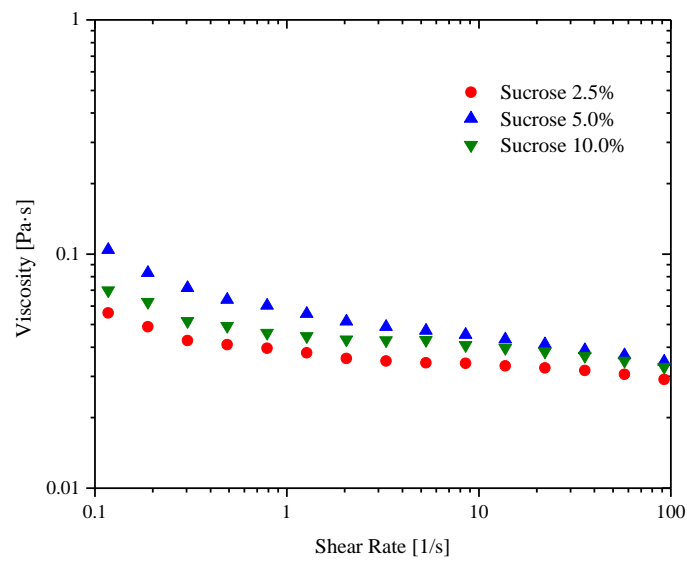
a)



b)

Figure 6

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



**Figure 7**

## ARTICULO ENVIADO

### Microencapsulation of sesame seed oil by spray drying with tamarind seed mucilage

**De:** [eesserver@eesmail.elsevier.com](mailto:eesserver@eesmail.elsevier.com) <[eesserver@eesmail.elsevier.com](mailto:eesserver@eesmail.elsevier.com)> en nombre de Food Chemistry <[eesserver@eesmail.elsevier.com](mailto:eesserver@eesmail.elsevier.com)>

**Enviado:** viernes, 3 de mayo de 2019 07:47 a. m.

**Para:** Cesar Perez Alonso; [cesar\\_perezalonso@yahoo.com.mx](mailto:cesar_perezalonso@yahoo.com.mx)

**Asunto:** A manuscript number has been assigned: FOODCHEM-D-19-02570

\*\*\* Automated email sent by the system \*\*\*

Ms. Ref. No.: FOODCHEM-D-19-02570

Title: Microencapsulation of sesame seed oil by spray drying with tamarind seed mucilage

Food Chemistry + OA Mirror

Dear Dr. Cesar Pérez-Alonso,

Your submission entitled "Microencapsulation of sesame seed oil by spray drying with tamarind seed mucilage" has been assigned the following manuscript number: FOODCHEM-D-19-02570.

You may check on the progress of your paper by logging on to the Elsevier Editorial System as an author. The URL is <https://ees.elsevier.com/foodchem/>.

[Elsevier Editorial System™](#)

[ees.elsevier.com](https://ees.elsevier.com)

Full-Function Web-Enabled Manuscript Submission and Tracking System for Peer Review

**Microencapsulation of sesame seed oil by spray drying with tamarind seed mucilage**

Erik Alpizar-Reyes<sup>a</sup>, Victor Varela-Guerrero<sup>b</sup>, Julian Cruz-Olivares<sup>a</sup>, Héctor Carrillo-Navas<sup>c</sup>, Jose Alvarez-Ramirez<sup>d</sup>, César Pérez-Alonso<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, Paseo Colón esq. Paseo Tollocan s/n, Col. Residencial Colón, C.P. 50120, Toluca, Estado de México, México.

<sup>b</sup> Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM - UNAM, Carretera Toluca-Atlacomulco, km 14.5, Unidad El Rosedal, Toluca, Estado de México, 50200, México.

<sup>c</sup> Malvern Panalytical, Laguna de Términos No. 221 - Torre A, Oficina 1403, Col. Granada, C.P. 11520, Ciudad de México, México.

<sup>d</sup> Departamento de Ingeniería de Procesos e Hidráulica, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina, C.P. 09340, México, D.F., México.

\* **Corresponding author.** Tel.: +52 722 2173890; Fax: +52 722 2175109. E-mail: [cpereza@uaemex.mx](mailto:cpereza@uaemex.mx) (C. Pérez-Alonso).

### **Abstract**

Tamarind seed mucilage (TSM) was evaluated as a novel wall material for sesame oil (SO) microencapsulation by spray drying method employing relations core:wall materials of 1:1 (M1) and 2:1 (M2). The particle size distribution for M1 microcapsules showed a diameter from 1 to 50  $\mu\text{m}$  in a unimodal distribution, meanwhile, M2 presented a bimodal distribution with diameter ranged from 1 to 50  $\mu\text{m}$  and 50 to 125  $\mu\text{m}$ . M1 microcapsules were stable at temperatures smaller than 227  $^{\circ}\text{C}$ , and M2 at temperatures smaller than 178  $^{\circ}\text{C}$ . Microscopy images showed that M1 and M2 exhibited a dominant amorphous halo. Encapsulation efficiency was 91.05% for M1 and 81.22% for M2. Peroxide formation reached values at six weeks of 14.65 and 16.51 mEq/kgOil for M1 and M2 respectively. Overall, the results led to the conclusion that tamarind mucilage is a viable material for high microencapsulation efficiency, while offering protection against oxidation mechanisms of SO.

**Keywords:** Tamarind seed mucilage; sesame seed oil; novel wall material; spray drying; hydrocolloids.



## **Introduction**

New consumer trends have promoted a noticeable growth on demand for sustainable, eco-green and minimally processed food ingredients. As consequence, the search, development and application of new techniques and formulations of active and healthy products, using natural and active compounds have intensified in the recent decade. The role of food in the modern lifestyle exceeds its basic nutritional needs like satisfying hunger and providing necessary nutrients for humans. The contemporary industrial production of foods is more sophisticated, involving, for example, the inclusion of bioactive compounds with potential health benefits; however, the stability of bioactive compounds is a critical parameter for their successful incorporation into various food systems (Burnside, 2014; Estevinho & Rocha, 2018).

Hydrocolloids are composed commonly on a diverse group of polysaccharides that have come to be appreciated for, among other things, their function as wall materials in microencapsulation processes. Mucilages are extensively used as source of hydrocolloids for additives to foods, both for their functionality as health-promoting compounds and for their function as wall materials (Soukoulis, Gaiani, & Hoffmann, 2018). Mucilages extracted from seeds are sources of natural hydrocolloids with low-cost while offering a low-calorie intake, turning them in ideal material for the development/improvement of health products with beneficial properties to human consumption (Alpizar-Reyes et al., 2017b).

It has been reported that tamarind seed contains ~72% of mucilage, it is a natural polysaccharide and an available by-product of tamarind pulp industry. Tamarind seed mucilage is composed of  $\beta$ -(1,4)-D-glucan backbone substituted with side chains of  $\alpha$ -(1,4)-d-xylopyranose and (1,6)linked [ $\beta$ -D-galactopyranosyl-(1,2)- $\alpha$ -D-xylopyranosyl] to glucose residues, where glucose, xylose and galactose units are present in the ratio of 2.8:2.25:1.0 as the monomer units and with a molecular weight of 720 - 880 kDa (Alpizar-Reyes et al., 2017a). Tamarind seed mucilage (TSM) typically contains 12.77 - 15.40% of proteins, 61.00 - 80.66% of total carbohydrates, 3.00 - 7.50% of fats and 0.07 - 3.30% of ashes (Alpizar-Reyes et al., 2017a; Jones & Jordan, 1976). Furthermore, previous studies of chemical, physical, thermal, thermodynamic, rheological and functional properties (Alpizar-Reyes et al., 2017a; Alpizar-Reyes et al., 2017b), suggest the great potential of this mucilage as a new, functional and a low-cost source of wall material to be applied on encapsulation of food ingredients.

Encapsulation is often required for lipids of nutritional interest, especially those that are unsaturated and therefore particularly prone to oxidation and other degradation. The most popular

oils to study are those with high omega-3 fatty acid content. These oils have been touted for their health benefits, but are currently typically consumed in the form of a large capsule that can be difficult to swallow and lead to fishy breath and repeating. A suitable solution is to find a way for incorporating oils into small microcapsules by spray drying and subsequently adding the resulting product into food and beverage products (Burnside, 2014). Sesame seed oil (SO) has been used as a natural ingredient in salads and as a seasoning oil to prepare foods. The main compounds of the sesame oil are unsaturated fatty acids (UFA), ~47% of linoleic acid and ~37% of oleic acid (Lee & Choe, 2012). In the last years, it has been reported that the consumption of sesame oil has positive effects in blood lipid profiles, increasing anti-inflammatory function, and exhibiting antimutagenic activity (Xu-Yan et al., 2012). Unsaturated essential fatty acids in SO are chemically unstable in presence of oxygen, light, moisture and heat. However, this problem can be fixed by enhancing the stability of SO through microencapsulation process by spray drying.

Typically, mucilages are used in conjunction with other hydrocolloids (e.g., proteins and gums) as wall materials for microencapsulation of active ingredients (Estevinho & Rocha, 2018; Ozkan, Franco, De Marco, Xiao, & Capanoglu, 2019; Soukoulis et al., 2018). However, there is an important lack of studies on the application of mucilages alone as a wall material. Therefore, the aim of this work was to introduce this mucilage as a novel wall material from itself without any other hydrocolloid for spray drying microencapsulation of oil susceptible to degradation processes. Besides, the resultant microcapsules were characterized with SO evaluating their physical and flow properties, thermal stability, functional groups composition, morphology, encapsulation efficiency, and oxidative stability.

## **2. Materials and methods**

### *2.1. Materials*

Sesame seeds were purchased at a local market of (Toluca, Mexico). Tamarind seed mucilage was extracted according to a method previously reported (Alpizar-Reyes et al., 2017a). Chemical reagents were purchased from Sigma Aldrich S.A. de C.V. (Toluca, Mexico). Bidistilled water was used in all experimental runs.

### *2.2. Oil extraction*

A Tamer hydraulic press (Model PT-20, Shanghai, China) fitted with a 40 cm long and 10 cm diameter plunger was used for cold pressing sesame seeds in order to extract seed oil. Maximum pressure

applied by the piston was  $8.8 \times 10^8 \text{ N/m}^2$ , at room temperature ( $\sim 20 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Sesame seed oil (SO) was stored in amber bottles at  $\sim 4 \text{ }^\circ\text{C}$  until it was required.

### *2.3. Emulsions preparation*

Aqueous stock solutions of tamarind seed mucilage (TSM) with 0.3% w/w sodium azide to prevent the proliferation of microorganisms, were prepared and kept overnight in a shaking water bath at  $\sim 40 \text{ }^\circ\text{C}$ , to warrant a full hydration of the biopolymer molecules. Stock solutions of TSM were used as wall materials, and sesame seed oil (SO) were used as core material. Two oil-in-water emulsions (O/W) were formulated. The first one, E1 with core to wall material ratio (Co:Wa) of 1:1 in dry basis, a total solid content of 10% w/w and a  $\phi_{\text{O/W}} = 0.05$ , The second one, E2 with core to wall material ratio (Co:Wa) of 2:1 in dry basis, a total solid content of 15% w/w and a  $\phi_{\text{O/W}} = 0.1$ . E1 and E2 were made by adding the required amount of oil and pouring drop wise into the prescribed amount of TSM at  $\sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$ . Emulsification was carried out with an Ultra-Turrax T50 homogenizer (IKA®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, USA) at 6400 r.p.m. during 10 min. The emulsions were maintained in a water bath with the purpose of keep the temperature below  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### *2.4. Spray drying of emulsions*

The emulsions were fed at a rate of 40 mL / min to a Nichols/Niro spray-drier (Turbo Spray PLA, NY, USA) operated with an inlet temperature of  $135 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ , outlet temperature at  $80 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  and injecting compressed air at 4 bar (Erik Alpizar-Reyes et al., 2018). The spray-dried emulsions E1 and E2 after drying process, turned into microcapsules M1 y M2, respectively. Then, microcapsules were stored in desiccators above  $\text{P}_2\text{O}_5$  to prevent any increase in absorbed moisture, until they were required for experiments.

### *2.5. Physical properties of microcapsules*

#### *2.5.1 Moisture content*

Moisture content of TSM microcapsules M1 y M2 was determined according to the AOAC standard method 925.10 (AOAC, 2006). Briefly, the moisture content of TSM microcapsules was determined gravimetrically by oven-drying at  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  up to constant weight using one gram of powder and the moisture was expressed in terms of percentage in dry basis.

#### *2.5.2 Particle size distribution*

A particle size analyzer Malvern Mastersizer 3000 packed with an unity for powders AERO S and operated with a software Mastersizer 3000 version 3.63 (Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcestershire, UK) was used to determine the volume-weighted mean size ( $D_{[4,3]}$ ) of the microcapsules. The refractive index used was 1.39; the adsorption index was 0.1 and the air pressure of 4 bar.

### *2.5.3 Angle of repose*

Microcapsules were weighted (15 gr) and placed into a funnel clamped to a stand at a height of 3 cm with over a plane paper surface. The powder was allowed to flow freely onto the paper surface. The height of the cone (H), formed after complete flow and the radius of the cone (R) were measured and used to calculate the angle of repose with the following equation (1) (Bhusari, Muzaffar, & Kumar, 2014):

$$\text{Angle of repose } (\tan \theta) = \frac{H}{R} \quad (1)$$

### *2.5.4 Bulk and tapped densities*

Bulk and tapped densities were measured based on Kalegowda, Chauhan, & Nanjaraj Urs (2016) with some modifications. Bulk density was measured by transferring 20 gr of microcapsules into a graduated measuring cylinder and the volume occupied by the microcapsules gave the bulk volume. Tapped density was measured by mechanically tapping the measuring cylinder containing microcapsules until the constant volume was observed. Bulk and tapped density were calculated as the ratio of the mass of the mucilage to the bulk or tapped volume, respectively.

### *2.5.5 Compressibility index.*

The compressibility index of the microcapsules was determined according to the Carr's compressibility index percentage following equation 2 (Kalegowda et al., 2016):

$$\text{Compressibility (Carr Index)} = \frac{\text{Tapped density} - \text{Bulk density}}{\text{Tapped density}} \times 100 \quad (2)$$

### *2.5.6 Hausner's ratio.*

Hausner's ratio was determined by the ratio of tapped density and bulk density based on following equation 3 (Bhusari et al., 2014):

$$\text{Hausner ratio} = \frac{\text{Tapped density}}{\text{Bulk density}} \quad (3)$$

For all the physical properties, were made at least three duplicates of each sample.

## *2.6. Physicochemical analysis*

### *2.6.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)*

Functional groups of microcapsules were determined using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) using a spectrophotometer FT-IR GX System (Perkin–Elmer, Shelton, CT, USA) coupled to an ATR Dura Sample II accessory. All the spectra were an average of 16 scans from 36500 to 800  $\text{cm}^{-1}$  at a resolution of 2  $\text{cm}^{-1}$ .

### *2.6.2 Thermogravimetric analysis*

The thermal characteristics of the microcapsules were studied using thermogravimetric analysis (TGA). TGA studies were carried out using a TA-DSC Q1000 calorimeter (TA-Instruments, New Castle, DE, USA) equipped with mechanical refrigeration system (RCS-refrigerated cooling accessory), with a heating ramp of 2  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Samples were heated from 0  $^{\circ}\text{C}$  to 400  $^{\circ}\text{C}$ . Aluminium crucibles of 5 mm diameter were used. The instrument was purged with nitrogen at a flow rate of 100  $\text{cm}^3 / \text{min}$ . The data were analysed using Universal Analysis 2000 software, version 4.7a (TA Instruments, New Castle, USA).

### *2.6.3 X-ray diffraction*

X-ray diffraction (XRD) patterns of microcapsules were obtained using a diffractometer Siemens D4 (Endeavor, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Germany) with  $\text{Co-K}\alpha$  radiation. Diffractograms were taken between 5 $^{\circ}$  and 55 $^{\circ}$  ( $2\theta$ ) at a rate of 1  $^{\circ}/\text{min}$  ( $2\theta$ ) and with a step size of 0.05 $^{\circ}$  ( $2\theta$ ). The diffractograms were obtained at 25 $^{\circ}$  C using an accelerating voltage of 15 kV and a current of 40 mA. For all the physicochemical characteristics, were made at least three replicates of each sample.

## *2.7. Encapsulation efficiency*

### *2.7.1 Surface oil content*

The surface oil in microcapsules was determined based on method purposed by Rodea-González et al. (2012), with some modifications. Briefly, 5 g of microcapsules were dispersed in 50 mL of n-hexane followed by 10 min stirring. The suspension was filtered, and the residue was washed three times with 5 mL of n-hexane. The obtained powder was dried in an oven at 80 °C until the weighed mass was constant (W). The surface oil in microcapsules was determined calculating the difference between the initial microcapsules mass and the powder mass obtained after drying (W).

### *2.7.2 Total oil content*

Total oil content was measured according to Rodea-González et al. (2012) with some modifications. Briefly, a suspension formed through the dispersion of 5 g of microcapsules into 180 mL petroleum ether was sonicated on ice bath for 5 min at an amplitude of 50% and a frequency of 30 kHz. The oil was extracted using a Soxhlet (VLP-SER 148/6) system, with an extraction time of 6 h. After extraction the powder was dried until constant mass. The total content of oil was calculated as the difference between the initial mass of microcapsules and the powder mass obtained after extraction with Soxhlet.

### *2.7.3 Encapsulation efficiency*

The encapsulation efficiency was calculated using the following equation:

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

For all the encapsulation efficiency studies, at least three duplicates of each sample were analyzed.

### *2.7.4 Lipid oxidation by peroxide value*

For oxidation assessment, microcapsules and free oil were stored at 25, 35 and 40 °C and water activities of 0.329, 0.318 y 0.313 respectively to each temperature. Microcapsules and free oil were spread in pans of 3.5 cm of diameter (surface area of 9.6 cm<sup>2</sup>) and stored in sealed containers in order to accelerate the oxidation process. The headspace for both microcapsules and free oil samples was

of 4 cm. For each time point of analysis, one sealed container was removed. The contents were analyzed and disposed, in order to prevent new oxygen being introduced after sampling. Samples were not exposed to light during storage. The water activity ( $a_w$ ) was measured using an Aqualab water activity meter with temperature compensation (model series 3 TE, Decagon Devices, Inc., Pullman, WA, USA). Lipid oxidation was evaluated through the peroxide value (PV) expressed as milliequivalents of active oxygen per kilogram of oil (mEq/ kg oil). The oil in the microcapsules was extracted according to Cortés-Camargo et al. (2017). Briefly, 1.0 g of microcapsules was weighted and dissolved in 10 mL of water. A 400 mL portion of the dissolved microcapsules was mixed with 1.5 mL of an iso-octane/isopropanol (2:1 v/v) solution, which then was vortexed three times for 10 s. The phases were separated, and the upper phase was taken for further analysis. The peroxide value corresponding to microencapsulated as well as free oil was determined spectrophotometrically. A 400 mL portion of extraction medium (or 0.2 g in the case of free oil) was added to 9.6 mL of a chloroform/methanol (7:3 v/v) mixture. For color formation, 50 mL of an ammonium thiocyanate/iron (II) chloride solution was added. The sample was vortexed for 4 s. The absorbance of the samples was read at 510 nm after 20 min reaction time using UV-Vis spectrophotometer model Genesis 10 (Thermo Scientific, Waltham, MA), and hydroperoxide concentrations were determined using a standard curve of cumene hydroperoxide (Niu et al., 2016). For lipid oxidation by peroxide studies, at least three duplicates of each sample were analyzed.

### *2.8. Scanning electron microscopy analysis*

The surface morphology of the microcapsules was acquired using a JSM-6510 model scanning electron microscope (Jeol Co. Ltd., Tokyo, Japan) with a voltage acceleration of 15 kV. The samples were mounted on circular aluminium stubs with double-sided sticky tape, coated for 250 s with 15 nm gold. Micrographs at 1000x magnifications were presented.

## **3. Results and discussion**

### *3.1. Physical properties of microcapsules*

#### *3.1.1 Moisture content*

The moisture content of the TSM-SO microcapsules ranged from 4.07 to 6.32 % w/w for cases analysed (Table 1). Both systems of microcapsules exhibited moisture contents over the minimum moisture specification for dried powders in the food industry, which is between 3 and 4 g / 100g water (Huang, Sun, Xiao, & Yang, 2012). Microcapsules obtained for both systems presented low moisture

content and were within the interval that is considered safe for avoiding microorganism growth and the development of product alteration related to the initial moisture content.

### *3.2.1 Particle size distribution*

The mean size distribution, volume weighted diameters ( $D_{[4,3]}$ ) and span for TSM microcapsules were measured by light scattering and the results are summarized in Figure 1 and Table 1. The particle size distribution of M1 exhibited a unimodal character, with sizes ranged from  $\sim 1$  to  $50 \mu\text{m}$  (Figure 1). Meanwhile, the distribution of M2 microcapsules showed a bimodal character, which might be associated to the higher oil content on the surface of microcapsules allowing the conformation of agglomerates between powder particles of microcapsules (Shamaei, Seiedlou, Aghbashlo, Tsotsas, & Kharaghani, 2017). The first modal curve ranged between  $\sim 1$  to  $50 \mu\text{m}$  describes the particles size distribution of microcapsules, while the second modal curve with size in the range from  $\sim 50$  to  $125 \mu\text{m}$  might correspond to the formation of microcapsules agglomerations.

Mean particle diameter  $D_{[4,3]}$  (Table 1), indicates substantial increments on values for microcapsules with less sesame oil content (M1) from  $11.40$  to  $48.1 \mu\text{m}$  for higher amounts of sesame oil (M2). These differences might be attributed to the predominance of oil molecules all over the system, and a subsequent lack of TSM molecules able to cover up the oil droplets, thus allowing the formation of bigger microcapsule particles (Avramenko, Chang, Low, & Nickerson, 2016). Span is a measurement denoting the degree of arrangement of microcapsule particles, such as the homogeneity or heterogeneity in the particles distribution. Microcapsules with higher concentration of sesame seed oil (M2) presented higher span values, and therefore less homogeneous particle size distributions. However, microcapsules with less concentration of sesame seed oil (M1) ought to upper degree of homogeneity (Cortés-Camargo et al., 2017). Similar behavior on mean particle size distribution studies was observed with microcapsules formulated employing chia mucilage (Capitani, Nolasco, & Tomás, 2016), nopal mucilage (Quinzio, Ayunta, López de Mishima, & Iturriaga, 2018) and konjac glucomannan (Lu, Zheng, & Miao, 2018).

### *3.2.3 Angle of repose*

Angle of repose is a simple characterization method that is useful for understanding the behaviour of microcapsules moving in a flow field. Angle of repose values between  $36$  and  $40^\circ$  indicate fair flow character with no need of adding flow promoter. Consequently, the results described in Table 1 are in



concordance with fair flow behaviour of TSM-SO microcapsules, which may not require the addition of flow promoters during formulation processing.

#### *3.2.4 Bulk and tapped densities.*

Bulk and tapped density are also shown in Table 1. Bulk density is a significant property in packaging, good reconstitution, and retail use of microencapsulated powders. It is dependent on the degree of inter particulate space or porosity of the bulk volume. Bulk densities values were on the interval of 0.26 to 0.28 g/mL for both cases studied. These values are in concordance with the values commonly observed on microencapsulated powders. The low bulk density values for M1 can be attributed to the less concentration of sesame seed oil present on the microcapsules. This feature helps to achieve a higher degree of occupation of TSM as a barrier agent. In fact, it is well-known that prevalence of barrier agent promotes the spongy nature of microcapsules (Chew, Tan, & Nyam, 2018). A further explanation for the lowest bulk density, could be linked to the fact that the bulk density decreased when the diameter of the particles decreases (Goyal et al., 2015). A useful parameter affecting the design variables (e.g., transportation, packaging and commercialization of microcapsules) is the tapped density, which determines the weight and amount of powder that can be placed into a container. M2 exhibited higher values for tapped density than M1. The amount of oil encapsulated and final concentration on M2 was higher than M1 and impacted on the tapped density with higher values. The production of spray dried microcapsules with higher tapped density will require the use of smaller containers, representing a great advantage for manageability. Furthermore, higher bulk density indicates a lower amount of air presented in the powder, which can help to prevent lipid oxidation during storage (Chew et al., 2018).

#### *3.2.5 Flowing properties*

Carr index (percentage compressibility) and Hausner radius are the most common parameters used to describe the flowing properties of microcapsules. In agreement with Turchiuli, Jimenez Munguia, Hernandez Sanchez, Cortes Ferre, & Dumoulin (2014), compressibility percentages (Carr index values) between 11.0 and 15.00 indicate powders with good flow ability, which are characteristic of free-flowing powders. For M1 and M2 microcapsules, values from 13.79 to 15.57 % of compressibility were obtained. Hence, free flowing powders were present, which would not require the addition of flowing promoters. It has been reported that higher oil contents on microcapsules exerts a negative

influence on the bulk density of the powder and consequently impacts on the flowability of the microcapsules (Goyal et al., 2015). In turn, this characteristic promotes a reduction on flowability of the microcapsules. The effect was observed for M2 microcapsules with poor flow properties compared with M1 microcapsules.

Another useful parameter to characterize the flowability of microcapsules is the Hausner radius, which evaluates the cohesiveness of the powder. Values close to 1.0 indicate good ability of powders to flow, meanwhile, values greater than 1.60 denote awful flow properties. In this way, a higher Hausner radius indicates that the powder is more cohesive and less able to flow freely. For M1 microcapsules, the Hausner radius was of 1.16, indicating good flowability, meanwhile, M2 microcapsules Hausner radius was of 1.19, indicating fair flowability. In fact, the value for M2 is just on the limit for having good flowability (Goyal et al., 2015). This effect might be due to the amounts of oil employed on M2, which would decrease the flowability of powder given the tendency to agglomerate.

### *3.3. Physicochemical analysis*

#### *3.3.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)*

Figure 2 shows the FT-IR spectra of microcapsules prepared with tamarind seed mucilage (TSM). Both systems M1 and M2 showed similar peaks in the spectra; only small differences were observed in the intensity of the peaks. Two notable regions corresponding to wavenumbers of 3600-2700 (mainly corresponding to lipids section) and 1800-800 (consistent to proteins and carbohydrates wavenumbers), were obtained. Strong characteristic bands of lipids in the high wavenumber (3000-2800), including a duplets centred at 2920, and 2850  $\text{cm}^{-1}$ , and single peaks located at wavenumbers of 1743 and 1415  $\text{cm}^{-1}$ , are attributed to the sesame seed oil (SO) contained on the microcapsules. The duplet (2920, and 2850  $\text{cm}^{-1}$ ) bands are attributable to  $\nu(\text{C-H})$  stretching modes of the methyl ( $-\text{CH}_3$ ) and methylene ( $-\text{CH}_2$ ) backbones of lipids (symmetrical and asymmetrical, respectively). In particular, the peak at 2920  $\text{cm}^{-1}$  is associated with  $\nu(\text{C-H})$  stretches of cis-alkene ( $-\text{HC}=\text{CH}-$ ) in unsaturated fatty acids (UFAs), consequently, represents the midst of the UFA in the sample (Vongsvivut et al., 2012). The position of this peak can be used to determine the degree of unsaturation in fats and oils because the higher the number of olefinic double bonds ( $-\text{HC}=\text{CH}-$ ) presented in the fatty acid molecules, the higher the wavenumber of the peak maximum. Similarly, the presence of this peak at a lower wavenumber suggests a lower degree of unsaturation in the lipid contents of the examined

material. In addition, the sharp peak at  $1743\text{ cm}^{-1}$  assignable to  $\nu(\text{C}=\text{O})$  stretches of ester functional groups from lipids and fatty acids, is typically indicative of total lipids in most biological compounds (Lehn et al., 2018; Timilsena et al., 2019). The peak at  $1415\text{ cm}^{-1}$  is referred to the combination of deformation modes of methyl ( $-\text{CH}_3$ ) and methylene ( $-\text{CH}_2$ ) groups in the lipid structures (Vongsvivut et al., 2012).

Meanwhile, peaks at  $3340$ ,  $1610$ ,  $1525$ ,  $1370$ ,  $1280$ ,  $1150$ ,  $1070$ ,  $1035$ ,  $944$  and  $897\text{ cm}^{-1}$  correspond primarily to the isolated tamarind seed mucilage (TSM). The wide strong peak of absorption in the region of  $3340\text{ cm}^{-1}$  is attributed to the overlapping deformation modes of  $=\text{C}-\text{O}$  stretch, which corresponds to the lipid fraction of tamarind seed mucilage and the presence of slight interactions with sesame seed oil (Alpizar-Reyes et al., 2017b). For the second region, the band at  $1610\text{ cm}^{-1}$  is linked to  $-\text{C}=\text{O}$  stretching characteristic of Amide I from proteins of the acetylated units ( $-\text{CONH}_2$  groups). The band at  $1525\text{ cm}^{-1}$  corresponds to the Amide III ( $-\text{NH}_3^+$  groups), and the band at  $1280\text{ cm}^{-1}$  is attributed the stretching of the C-O bond (Alpizar-Reyes et al., 2017b).

Peaks at  $1370$ ,  $1150$ ,  $1070$ ,  $1035$ ,  $944$  and  $897\text{ cm}^{-1}$  are characteristic absorbance peaks of the xyloglucan commonly observed on the xyloglucan backbone (Sudarshan et al., 2018), which is the most important component of TSM. The peak at  $1370\text{ cm}^{-1}$  represents the  $\text{CH}_2$  bending of xyloglucan, and a soft peak located at  $1150\text{ cm}^{-1}$  is related to the O-C-O asymmetric stretching. Moreover, the bands observed at  $1037$  and  $1071\text{ cm}^{-1}$  are assumed as resulting from C-O and C-C stretching of the xyloglucan ring. The peak at  $944\text{ cm}^{-1}$  denotes the ring vibration of xyloglucan. Finally, the band at  $897\text{ cm}^{-1}$  corresponds to the C-H stretching representative of glucose and xylose  $\beta$ -anomeric links of TSM (Alpizar-Reyes et al., 2017b, Koziol, Cybulska, Pieczywek, & Zdunek, 2015)

Despite the FT-IR spectra of the M1 and M2 microcapsules, typical signals were observed for major components of both systems, i.e., sesame oil, xyloglucan, glucose and xylose, those interactions were not significant enough to cause peak shifts, as it is appreciated in figure 2.

### *3.3.2 Thermogravimetric analysis*

The results of thermogravimetric analysis (TGA) for M1 y M2 microcapsules are shown in Figure 3a, showing two main stages of mass loss events. The first mass change can be associated with the loss of moisture correspondent to adsorbed and structural water. For M1, first mass change of 2.54 % is observable at temperatures between  $20$  and  $75\text{ }^\circ\text{C}$ , meanwhile, for M2 it occurred at temperatures between  $14$  and  $68\text{ }^\circ\text{C}$  with loss of 4.96%. In turn, this transition is associated to the hydrophilic nature

of the functional groups of each polysaccharide of tamarind seed mucilage (Erik Alpizar-Reyes et al., 2017b). The second mass change, for M1 was of 74.96 % at temperatures up to 227 °C, as long as, for M2 it was of 77.04% at temperatures higher than 178 °C. This second mass loss has been attributed to the polysaccharide thermal decomposition corresponding to tamarind seed mucilage and superficial sesame seed oil. Similar ranges of weight loss were observed for cactus mucilage used as encapsulating agent (Hu et al., 2016).

### *3.3.2 X-ray diffraction*

Food materials in solid states may be crystalline, semi-crystalline or amorphous. XRD was performed to confirm the amorphous structure of microcapsules. Regular arrangement of atoms and molecules produce sharp diffraction peaks whereas amorphous regions result in broad halos. X-ray diffraction patterns of M1 and M2 are shown in figures 3b and 3c, showing a dominant amorphous halo with a broad band centred at  $2\theta = 20^\circ$ . Previous studies have also shown the amorphous nature of tamarind seed mucilage with a broad band centred at  $2\theta = 20^\circ$  (Alpizar-Reyes et al., 2017b).

## *3.4. Encapsulation efficiency*

### *3.4.1 Surface oil content and encapsulation efficiency*

Table 1 presents the surface oil content and encapsulation efficiency for TSM-SO microcapsules. The surface oil was significantly higher for M2 microcapsules (16.89 %) than for M1 microcapsules (8.81%). In the latter case, the surface oil content was drastically reduced which is important to provide storage stability of the encapsulated material, this phenomenon has been widely explained due to the lower amounts of barrier agent employed on M2 microcapsules, because when the wall material content increases, allows a better coating of oil droplets before drying process (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007). On the other hand, encapsulation efficiency presented greater values for M1 microcapsules (91.05%) than to M2 (81.22 %) microcapsules, hence, the most ideal system among this study was M1, leading to the optimal encapsulation efficiency for the microencapsulation of SO with the lowest proportion of surface oil. Encapsulation efficiency was affected significantly by Co:Wa, because when Co:Wa increased from 1:1 to 2:1 the encapsulation efficiency decreased and surface oil increased (Table 1). As the ratio of core material to wall material is increased, the ability of the wall material (TSM) to retain and protect the core material (SO) is increased, and results in a higher encapsulation efficiency. Similar trends have been found for other

wall material encapsulating seed oils, as cactus mucilage (surface oil 10% and 26% and encapsulation efficiency 90% and 43 %, respectively) (Lehn et al., 2018), chia seed mucilage (surface oil 6.1% and 8.4% and encapsulation efficiency 96.7% and 95.1 %, respectively) (Timilsena et al., 2019), brea gum (surface oil 9.5% and 29.75% and encapsulation efficiency 76.12% and 37.48 %, respectively) (Castel, Rubiolo, & Carrara, 2018).

#### *3.4.2. Lipid oxidation by peroxide value*

The oxidative stability of sesame oil using tamarind seed mucilage as wall material is shown in Figure 4. All samples were stored among six weeks at 25, 35 and 40 °C and water activities of 0.329, 0.318 and 0.313, respectively. The results show the formation of peroxides on free sesame seed oil (SO) and sesame seed oil encapsulated employing tamarind seed mucilage (TSM-SO). For all temperatures, the stability of the peroxides value for free oil was considerably lower than for microcapsules M1 and M2, also the stability was increased with encapsulation efficiency (M1 > M2). This effect has been observed by Lehn et al. (2018). Yang (2015) observed that the microcapsules structure was improved when increasing the wall material quantity and encapsulation efficiency of microcapsule, ending up with an improvement on the oxidative stability of the microcapsules.

The peroxide value of sesame seed oil before microencapsulation was  $5.09 \pm 0.42$  peroxide mEq/oil kg, meanwhile for microcapsules after spray drying (day 0, at room conditions of temperature (~ 25 °C) and  $a_w$  (~0.36 %) were of  $5.13 \pm 0.16$  peroxide mEq / oil kg for M1 microcapsules, and  $5.19 \pm 0.24$  peroxide mEq / oil kg for M2 microcapsules. Thus, the values for free and recently encapsulated oil were too similar with no significant differences ( $p > 0.05$ ) observed between different core-to-wall formulations. Taking into account this fact, the emulsification and encapsulation processes conditions proposed did not exerts negative impact on the oxidative degradation of sesame seed oil (SO).

Independently of temperature, after six weeks of storage, the PV of the free oil rapidly increased and reached to maximum value of 28.83, 29.16 and 29.66 mEq / kg oil for 25, 34 and 40 °C, respectively. On the other hand, the microcapsules M1 and M2 followed a similar oxidation pattern between them, presenting lower oxidative levels, achieving maximum levels at 40 °C and six weeks of storage for M1 of 14.65 mEq / kg oil and for M2 of 16.51 mEq / kg oil. The variation of oil load in microcapsules having different core-to-wall ratio also affected the oxidative stability of the encapsulated oil. This effect was greater in M2 with higher PV than in M1. This fact can be attributed

to the amount of oil present on the surface of microcapsules, since a higher surface oil allows peroxides formation. Tonon, Grosso, and Hubinger (2011) reported that higher oil concentration in microcapsules leads to higher lipid oxidation due to lower encapsulation efficiency and higher surface oil.

The thermal influence on PV stability values is observed in Figure 4. It can be concluded that higher temperatures boost the formation of peroxides, either, due to the initiation, propagation step and the decomposition of hydroperoxil radicals. In the first phase, known as initiation, a water molecule and a free fatty acid radical are formed due to the reactive oxygen species (i.e.  $-OH$  and  $HOO\bullet$ ) combining with the unsaturated lipids. The free fatty acid radical readily reacts with oxygen to form a peroxy fatty acid radical, which then forms another fatty acid radical and lipid peroxide. In the second phase (propagation) this reaction is continuous by means of free radical transfer from one unsaturated lipid to the next, a process called 'autooxidation'. In the third phase (termination) the reaction continues until the radical species concentrations are high enough, causing them to react with themselves to form a non-radical species. Primary oxidative products (i.e. peroxides and hydroperoxides) are highly reactive and decompose or polymerize producing intermediate and secondary oxidative products, such as aldehydes, epoxy and ketones. These oxidative reactions involving PUFAs lead to unacceptable sensory issues for consumers, loss in nutritional value and may sometime cause health disorders (Avramenko et al., 2016). A similar phenomenon was observed for chia seed oil (Escalona-García et al., 2016).

Among storage time, the peroxides values of the microcapsules reached the limit set for human consumption according to the CODEX Alimentarius Commission, which is established to be lower than 10 mEq / oil kg (Stan, 1999), the limit for free SO was achieved at first week of storage, independently of temperature, for M1 microcapsules at fourth week (for 25 and 35 °C) and third week (for 40 °C), whereas that for M2 microcapsules at fourth week (for 25 °C) and third week (for 35 and 40 °C). Hence, the introduction of tamarind seed mucilage as a novel wall material for encapsulation, corroborates the viability when protecting oils susceptible to oxidation processes.

These results clearly showed that the TSM used on microencapsulation process provided an effective protection against oxidation during storage of SO. The protection against the oils oxidation is a function of the properties of the wall material used. The wall system is designed to provide protection against transport phenomena between the inner part of the microcapsule and the environment (Lehn et al., 2018).

#### *4.1 Scanning electron microscopy analysis*

Samples of the spray-dried microcapsules were evaluated by SEM to analyze shape and surface features (Figure 5). The surface analysis of the microcapsules revealed semi-spherical shapes, with continuous walls and no apparent fissures or cracks. Moreover, some of the particles presented concave and shrivelled surfaces, which is typical of microcapsules produced by spray drying process in the atomizer (Alpizar-Reyes et al., 2017a). The morphology of these microcapsules was found to vary according to the amount of wall materials used in their production. However, they all seemed to be almost spherical in shape with a size found to be diversified mostly in the range of 5–12.5  $\mu\text{m}$  for M1 and 5–50  $\mu\text{m}$  for M2 in diameter. It is possible to observe some differences between M1 and M2. Thus, microcapsules containing highest oil-wall material ratio (M2) appeared to show the formation of some clusters, even agglomerations, this fact is attributed to a high amounts of surface oil present on microcapsules. In contrast, microcapsules prepared with less oil-wall material ratio (M1) presented discrete particles by both smooth and wrinkled surfaces, with a skin-like structure or polymeric appearance, a phenomenon widely observed on spray dried microcapsules employing low ratios on oil-wall material conformation. Us-Medina, Julio, Segura-Campos, Ixtaina, and Tomás (2018) observed a similar behaviour using chia mucilage as wall material.

#### **4. Conclusions**

Tamarind seed mucilage (TSM) was successfully employed as a novel wall material for oils encapsulation. Was possible to encapsulate sesame seed oil (SO) by spray drying using tamarind seed mucilage as a new wall material with the added benefit of employing higher relations  $W_m:Co$  than commonly used on microencapsulation of 1:1 and 1:2, for M1 and M2 respectively. M1 and M2 microcapsules exhibited a moisture content from 4.07 to 6.32 % w/w, mean particle diameter  $D_{[4,3]}$  indicated substantial increments on values for microcapsules with less sesame oil content (M1) from 11.40 to 48.1 $\mu\text{m}$  for higher amounts of sesame oil (M2), this differences were attributed to the predominance of oil molecules all over the system, and a subsequent lack of TSM molecules able to cover up the oil droplets, thus allowing the formation of bigger microcapsule particles. In concordance with the physical properties, microcapsules obtained (M1 and M2) presented a free-flowing powder which will not require the addition of flow promoters during formulation processing. A higher oil contents on microcapsules exerted a negative influence on the bulk and packed density of the powder

and consequently impacted on the flowability of the microcapsules. M1 and M2 microcapsules showed the same peaks on IR spectrum, because both were formulated employing the same compounds, M1 microcapsules were thermally stable until 227 °C and M2 till 178 °C. M1 and M2 exhibited a dominant amorphous halo with a broad band centred at  $2\theta = 20^\circ$ . Surface oil was significantly higher for M2 microcapsules (16.89 %) than M1 microcapsules (8.81%) due to the lower amounts of barrier agent employed on M2 microcapsules, because when the wall material content increased, allowed a better coating of oil droplets before drying process. On the other hand, encapsulation efficiency presented greater values for M1 microcapsules (91.05%) than to M2 (81.22 %) microcapsules, hence, the most ideal system among this study was M1, leading to the optimal encapsulation efficiency for the microencapsulation of SO with the lowest proportion of surface oil. For all temperatures, the stability of the peroxides value for free oil was lower than for microcapsules M1 and M2, also the stability was increased with encapsulation efficiency (M1 > M2). The emulsification and encapsulation processes conditions proposed did not exerts negative impact on the oxidative degradation of sesame seed oil (SO). The variation of oil load in microcapsules having different core-to-wall ratio also affected the oxidative stability of the encapsulated oil, this effect was greater in M2 with higher PV than in M1, because, a higher surface oil allows peroxides formation. The limit of peroxides set for human consumption for free SO was achieved at first week of storage and for M1 and M2 microcapsules was reached at fourth week. The morphology of these microcapsules was found to vary according to the amount of wall materials used in their production, they all seemed to be almost spherical in shape, M1 did not presented any agglomerations, but M2 showed the formation of some clusters, even agglomerations. These results clearly showed that the TSM used on microencapsulation process as a new wall material provided an effective protection against oxidation during storage of SO. The introduction of tamarind seed mucilage (TSM) as a novel wall material from itself for encapsulation, corroborates the manageability, thermal stability, efficiency and viability when protecting oils susceptible to oxidation processes, even though, when encapsulating high amounts of oil.

### **Acknowledgements**

The authors wish to acknowledge the partial financial support of this research to the Universidad Autónoma del Estado de México through project 4371/2017/CI. Also, the authors wish to thank the financial support provided to the author Erik Alpizar-Reyes who received a scholarship by Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) of Mexico.



### Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest relating to the publication of this article.

### References

- Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramirez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017b). Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid. *Journal of Food Engineering*, *209*, 68–75. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.04.021>
- Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Romero-Romero, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramírez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017a). Thermodynamic sorption properties and glass transition temperature of tamarind seed mucilage (*Tamarindus indica* L.). *Food and Bioprocess Processing*, *101*, 166–176. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2016.11.006>
- Alpizar-Reyes, E., Román-Guerrero, A., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Cruz-Olivares, J., & Pérez-Alonso, C. (2018). 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*(PartA), 817–824. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.048>
- AOAC. (2006). Official methods of analysis of AOAC International. Washington, DC, USA.: Association of Official Analytical Chemists.
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.12.028>
- Bhusari, S. N., Muzaffar, K., & Kumar, P. (2014). Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technology*, *266*, 354–364. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.06.038>
- Burnside, E. (2014). Hydrocolloids and Gums as Encapsulating Agents. In *Microencapsulation in the Food Industry* (pp. 241–252). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-404568-2.00021-2>
- Capitani, M. I., Nolasco, S. M., & Tomás, M. C. (2016). Stability of oil-in-water (O/W) emulsions with chia (*Salvia hispanica* L.) mucilage. *Food Hydrocolloids*, *61*, 537–546. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.06.008>
- Castel, V., Rubiolo, A. C., & Carrara, C. R. (2018). Brea gum as wall material in the microencapsulation

- of corn oil by spray drying: Effect of inulin addition. *Food Research International*, 103(September 2017), 76–83. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.10.036>
- Chew, S. C., Tan, C. P., & Nyam, K. L. (2018). Microencapsulation of refined kenaf ( *Hibiscus cannabinus* L.) seed oil by spray drying using  $\beta$ -cyclodextrin/gum arabic/sodium caseinate. *Journal of Food Engineering*, 237(May), 78–85. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.05.016>
- Cortés-Camargo, S., Cruz-Olivares, J., Barragán-Huerta, B. 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. <https://doi.org/10.1080/02652048.2017.1338772>
- Escalona-García, L. 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, 93–103. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.12.009>
- Estevinho, B. N., & Rocha, F. (2018). *Microencapsulation Processes - YouTube*. Biopolymers for Food Design. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811449-0/00007-4>
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40(9), 1107–1121. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2007.07.004>
- 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, 527–537. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.08.050>
- Hu, L., Zhang, J., Hu, Q., Gao, N., Wang, S., Sun, Y., & Yang, X. (2016). Microencapsulation of brucea javanica oil: Characterization, stability and optimization of spray drying conditions. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 36, 46–54. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2016.09.008>
- Huang, G., Sun, Y., Xiao, J., & Yang, J. (2012). Complex coacervation of soybean protein isolate and chitosan. *Food Chemistry*, 135(2), 534–539. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.04.140>
- Jones, D. A., & Jordan, W. A. (1976). Purification of tamarind gum. Retrieved from <http://www.freepatentsonline.com/4074043.html>
- Kalegowda, P., Chauhan, A. S., & Nanjaraj Urs, S. M. (2016). *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw cladode mucilage: Physico-chemical, rheological and functional behavior. *Carbohydrate Polymers*.

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.070>

- Koziol, A., Cybulska, J., Pieczywek, P. M., & Zdunek, A. (2015). Evaluation of Structure and Assembly of Xyloglucan from Tamarind Seed (*Tamarindus indica* L.) with Atomic Force Microscopy. *Food Biophysics*, 10(4), 396–402. <https://doi.org/10.1007/s11483-015-9395-2>
- Lee, E., & 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(1), 89–93. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2011.08.003>
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.06.127>
- Lu, W., Zheng, B., & Miao, S. (2018). Improved emulsion stability and modified nutrient release by structuring O/W emulsions using konjac glucomannan. *Food Hydrocolloids*, 81(2), 120–128. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.02.034>
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.08.010>
- Ozkan, G., Franco, P., De Marco, I., Xiao, J., & Capanoglu, E. (2019). A review of microencapsulation methods for food antioxidants: Principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, 272(February 2018), 494–506. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.205>
- Quinzio, C., Ayunta, C., López de Mishima, B., & Iturriaga, L. (2018). Stability and rheology properties of oil-in-water emulsions prepared with mucilage extracted from *Opuntia ficus-indica* (L.) Miller. *Food Hydrocolloids*, 84(June), 154–165. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.06.002>
- Rodea-González, D. A., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Rodríguez-Huezo, M. E., Vernon-Carter, E. J., & 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. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.01.020>
- Shamaei, S., Seiedlou, S. S., Aghbashlo, M., Tsotsas, E., & Kharaghani, A. (2017). Microencapsulation of walnut oil by spray drying: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 39, 101–112. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.11.011>

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (Sesamum indicum L.)*

- Soukoulis, C., Gaiani, C., & Hoffmann, L. (2018). Plant seed mucilage as emerging biopolymer in food industry applications. *Current Opinion in Food Science*, 22, 28–42. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2018.01.004>
- Stan, C. (1999). Codex Alimentarius Standart for Edible Fats and Oils, 2–7.
- Sudarshan, K., Karthikeyan, S., Maria jenita, P., Lalitha priya, U., Renuka, V., Harini, K., ... Chandra Mohan, C. (2018). Extraction and characterization of polysaccharides from tamarind seeds, rice mill residue, okra waste and sugarcane bagasse for its Bio-thermoplastic properties. *Carbohydrate Polymers*, 186(December 2017), 394–401. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.01.057>
- Timilsena, Y. P., Vongsvivut, J., Tobin, M. J., Adhikari, R., Barrow, C., & Adhikari, B. (2019). Investigation of oil distribution in spray-dried chia seed oil microcapsules using synchrotron-FTIR microspectroscopy. *Food Chemistry*, 275(April 2018), 457–466. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.09.043>
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.10.018>
- Turchiuli, C., 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, 103–108. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.08.026>
- Us-Medina, U., Julio, L. M., Segura-Campos, M. R., Ixtaina, V. Y., & Tomás, M. C. (2018). Development and characterization of spray-dried chia oil microcapsules using by-products from chia as wall material. *Powder Technology*, 334, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.04.060>
- Vongsvivut, J., Heraud, P., Zhang, W., Kralovec, J. A., McNaughton, D., & Barrow, C. J. (2012). Quantitative determination of fatty acid compositions in micro-encapsulated fish-oil supplements using Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. *Food Chemistry*, 135(2), 603–609. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.05.012>
- Xu-Yan, D., Ping-Ping, L., Fang, W., Mu-Lan, J., Ying-Zhong, Z., Guang-Ming, L., ... 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(3), 277–286. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201100059>
- Yang, X. (2015). Influences of preparation conditions on the formation and depth dispersion of Ag nanoparticles in soda-lime silicate glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 430, 87–93. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2015.09.028>

## **Highlights**

- Tamarind seed mucilage was successfully employed as a novel wall material for oils encapsulation
- Microcapsules presented a free flowing powders
- M1 microcapsules were thermally stable until 227 °C and M2 until 178 °C
- Encapsulation efficiency was of 91.05% for M1 and 81.2% for M2 microcapsules
- Tamarind seed mucilage protected against oxidation to sesame oil microencapsulated

Table 1: Physical properties for TSM-SO microcapsules.

	M1	M2
Moisture content (% w/w)	4.07 ± 0.12	6.32 ± 0.07
D <sub>[4,3]</sub> (μm)	11.40 ± 0.17	48.1 ± 0.09
Span	1.41 ± 0.12	5.33 ± 0.14
Angle of repose (°)	38.74 ± 0.68	38.28 ± 0.33
Bulk density (g/mL)	0.26 ± 0.01	0.28 ± 0.02
Tapped density (g/mL)	0.31 ± 0.02	0.33 ± 0.03
Carr index (%)	13.79 ± 0.14	15.57 ± 0.09
Hausner radius	1.16 ± 0.02	1.19 ± 0.04
Surface oil (%)	8.81 ± 0.08	91.05 ± 0.05
Encapsulation efficiency (%)	16.89 ± 0.02	81.22 ± 0.03

## Figure Captions

**Figure 1.** Mean size distributions for TSM-SO microcapsules.

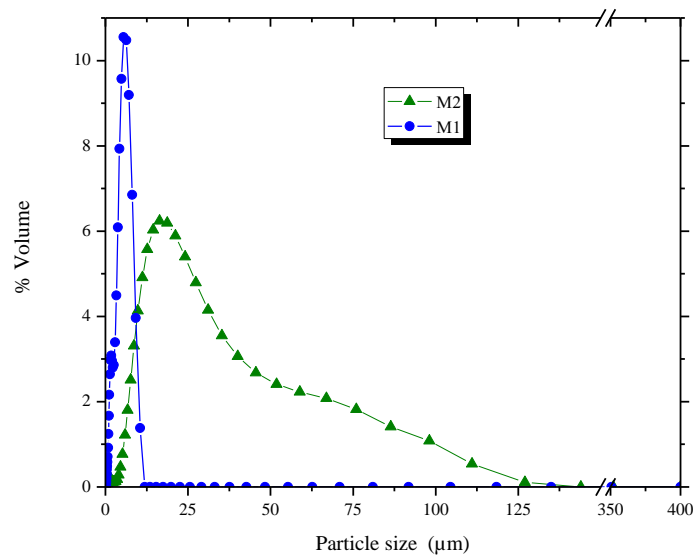
**Figure 2.** Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) of TSM-SO microcapsules.

**Figure 3.** a) Thermogravimetric analysis for TSM-SO microcapsules and X-ray diffraction studies of  
b) M1 and c) M2 microcapsules.

**Figure 4.** Oxidation of TSM-SO microcapsules at a) 25, b) 35 and c) 40 °C.

**Figure 5.** Morphology by SEM of a) M1 and b) M2 microcapsules at 1000 x.

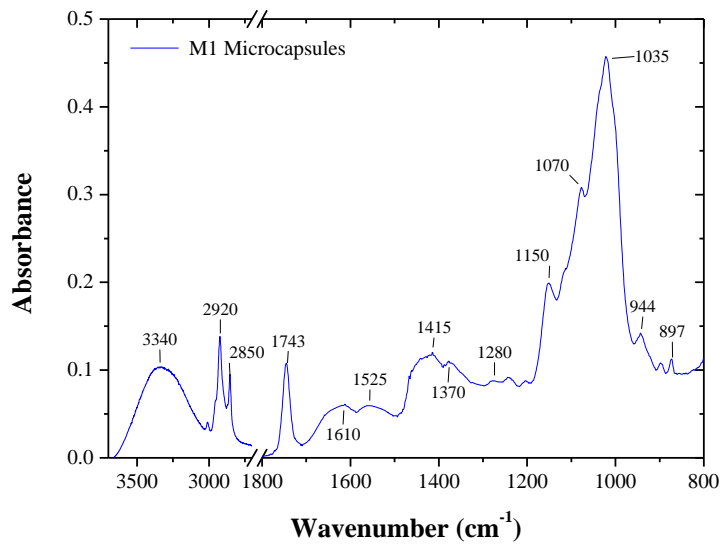
*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



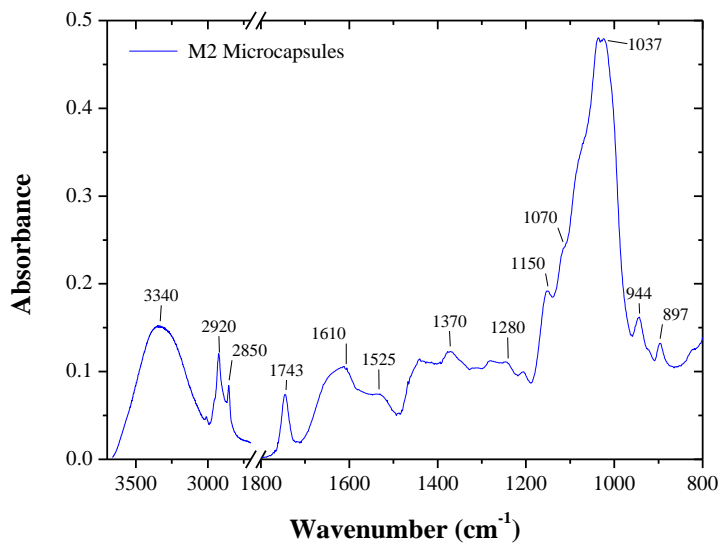
**Figure 1**



*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



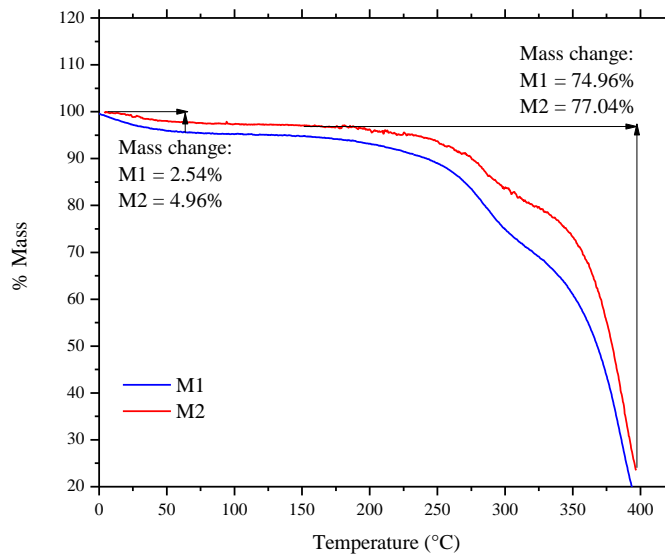
a)



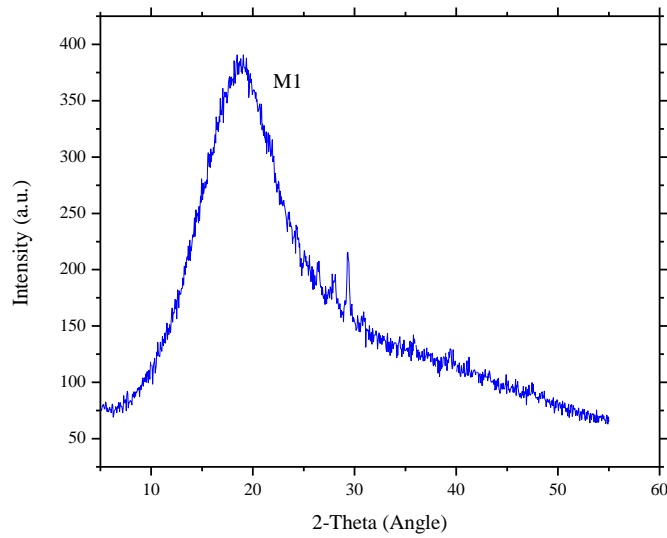
b)

Figure 2

EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)

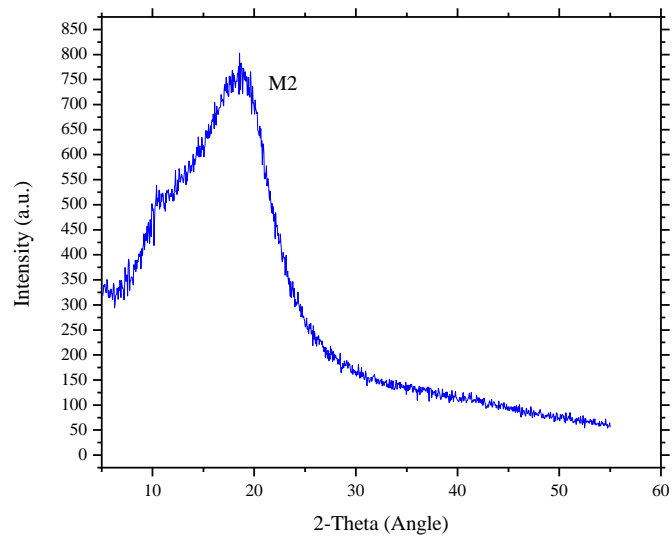


a)



b)

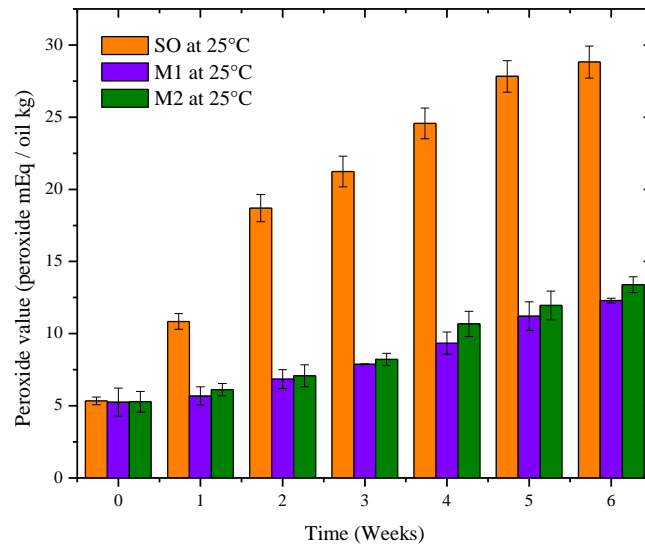
*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



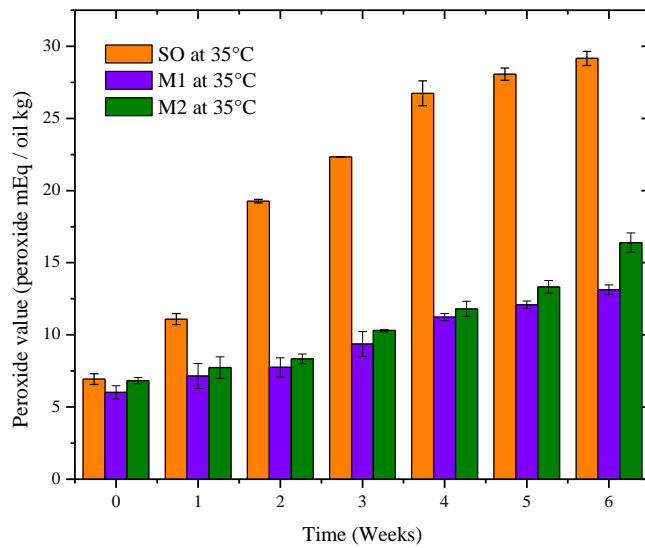
c)

**Figure 3**

EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)

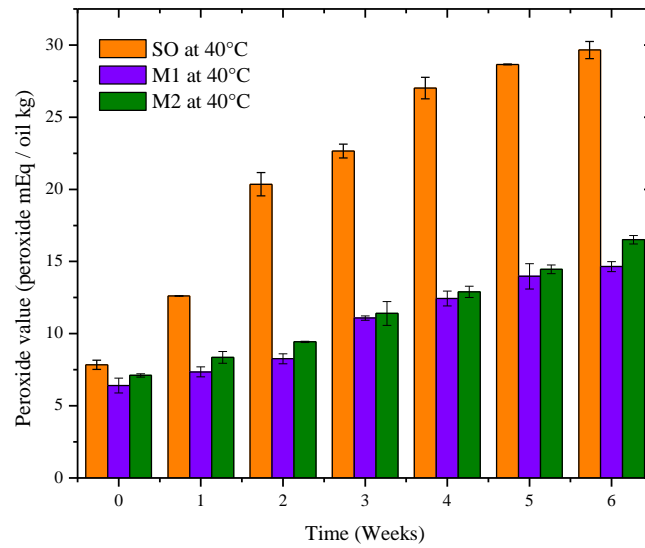


a)



b)

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*



c)

**Figure 4**

EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)

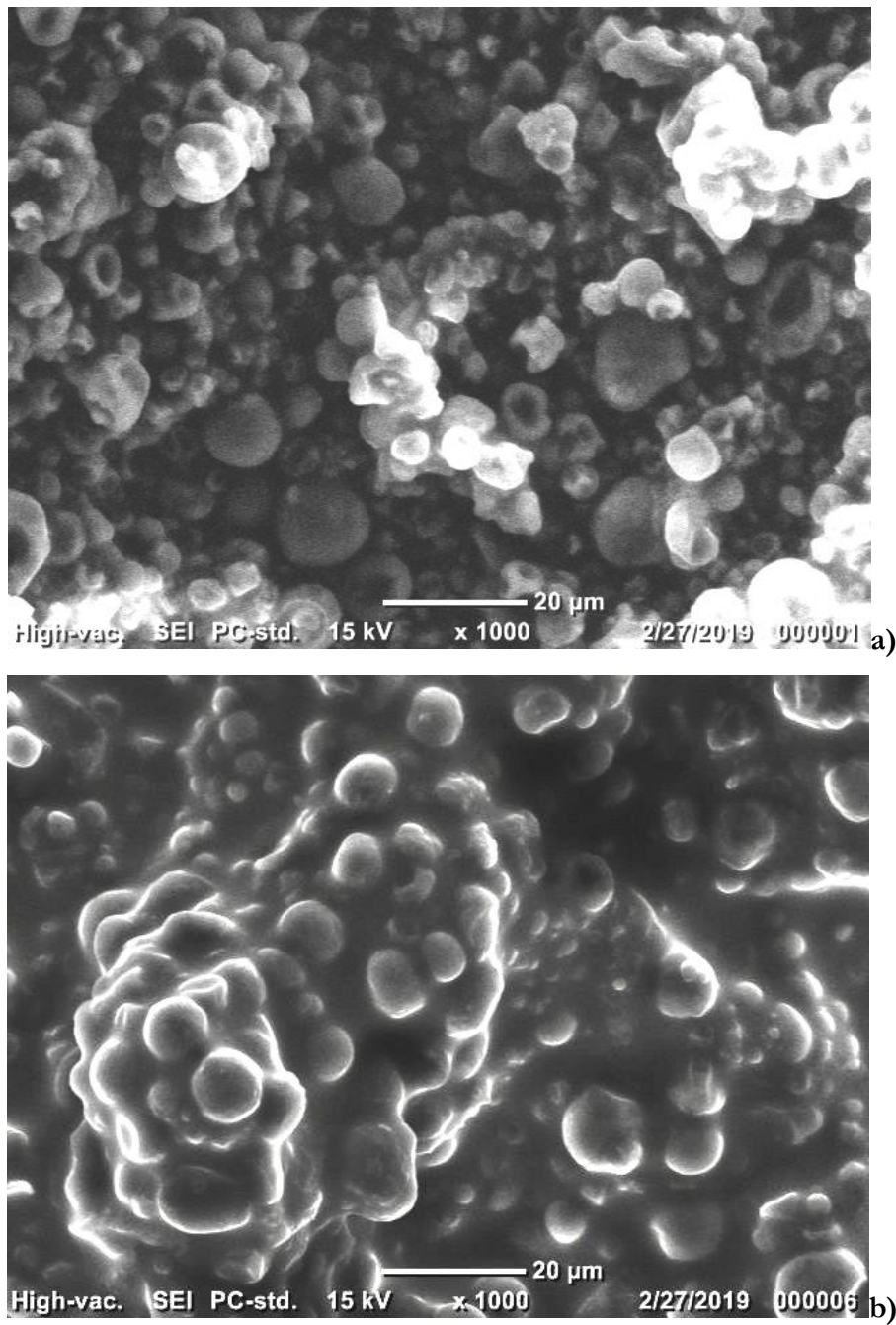


Figure 5

# CONCLUSIONES

## CONCLUSIONES

- Se implementó exitosamente un método de extracción novedoso de mucílago a partir de semillas de tamarindo que cumple con los requisitos de la economía circular, libre de emisiones, sin uso de solventes y cuya materia prima base fuera a partir de residuos sólidos, obteniendo rendimientos de extracción de hasta un 17 % en peso seco de mucílago aislado respecto a semilla de tamarindo empleado.
- El mucílago de la semilla de tamarindo tiene características funcionales que le permiten fungir como un buen agente emulsionante, espesante e inclusive espumante en diferentes procesos productivos.
- El mucílago extraído es térmicamente estable a temperaturas inferiores a 175 °C, lo que lo convierte en un biopolímero eficiente en una amplia gamma de aplicaciones en procesos industriales. Un estudio cualitativo de infrarrojo indicó que el mucílago está conformado principalmente por cadenas poliméricas constituidas por glucosa, xilosa y galactosa. El mucílago aislado por el método de obtención propuesto presenta una naturaleza amorfa con morfologías en las superficies externas de las partículas en polvo que presentan geometrías semiesféricas constituidas por paredes continuas sin fisuras, grietas y aglomeraciones.
- El mucílago de la semilla de tamarindo cuando es sometido a dispersiones en diferentes medios (concentración, temperatura, pH, sales con diferentes valencias y concentraciones de azúcares añadidos) se comporta como un fluido no newtoniano de tipo pseudoplástico cuyo comportamiento está regido con la ley de potencia. Al incrementar variables como temperatura, pH y concentraciones de azúcares añadidos se promueve una disminución en la resistencia al flujo de las dispersiones del mucílago, mientras que cuando se incrementa la concentración de mucílago en dispersiones, la viscosidad incrementa presentándose así un mayor grado de resistencia al flujo.
- Al aplicarse el mucílago como agente encapsulante de aceite de ajonjolí mediante la técnica de secado por aspersión, se obtuvieron microcápsulas sólidas del tipo de flujo libre logrando una eficiencia global en el proceso de microencapsulación mayor a 81% en todas las formulaciones estudiadas.



*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

- Las microcápsulas obtenidas son térmicamente estables a temperaturas inferiores a 178 °C conservándose la naturaleza amorfa inherente al mucílago por sí sólo, así como también la morfología de las superficies externas en las microcápsulas se mantuvo con geometrías semiesféricas sin presentar fisuras ni rupturas.
- Se demuestra que el mucílago es un agente encapsulante altamente competitivo con los explotados comercialmente, ya que presenta una capacidad elevada para retardar mecanismos de oxidación del aceite de ajonjolí.
- Se comprobó la introducción del mucílago de semilla de tamarindo como un nuevo hidrocoloide, presentado alta manejabilidad, estabilidad térmica, eficiencia y fue capaz de conformar emulsiones cinéticamente estables y retardar mecanismos oxidativos del aceite de ajonjolí al ser utilizado como agente encapsulante, inclusive, al encapsular grandes cantidades de aceite.

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*

# PRODUCTIVIDAD

## PRODUCTIVIDAD

### PUBLICACIONES EN REVISTAS INDIZADAS

**“Rheological properties of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage obtained by spray-drying as a novel source of hydrocolloid”**. Alpizar-Reyes, E., Román-Guerrero, A., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Cruz-Olivares, J., & Pérez-Alonso, C. (2018). *International journal of biological macromolecules*, 107, 817-824.

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

### ARTICULO ENVIADO

Ms. Ref. No.: **FOODCHEM-D-19-02570**

Title: **“Microencapsulation of sesame seed oil by spray drying with tamarind seed mucilage”**.

*Food Chemistry + OA Mirror*

Erik Alpizar-Reyes, Victor Varela-Guerrero, Julian Cruz-Olivares, Héctor Carrillo-Navas, Jose Alvarez-Ramirez, César Pérez-Alonso.

### PATENTE

**“Aplicación del mucílago de la semilla de tamarindo como agente encapsulante de compuestos bioactivos empleando la tecnología del secado por aspersión”**. Erik Alpizar Reyes, Cesar Pérez Alonso, Julián Cruz Olivares. Expediente: *MX/a /2018 / 015330*

# REFERENCIAS

## REFERENCIAS

- Abou-Gharbia, H. A., Shehata, A. A. Y., & Shahidi, F. (2000). Effect of processing on oxidative stability and lipid classes of sesame oil. *Food Research International*, 33(5), 331–340.  
[https://doi.org/10.1016/S0963-9969\(00\)00052-1](https://doi.org/10.1016/S0963-9969(00)00052-1)
- Alizadeh Behbahani, B., Tabatabaei Yazdi, F., Shahidi, F., Hesarinejad, M. A., Mortazavi, S. A., & Mohebbi, M. (2017). Plantago major seed mucilage: Optimization of extraction and some physicochemical and rheological aspects. *Carbohydrate Polymers*, 155, 68–77.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.08.051>
- 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, 166–176.  
<https://doi.org/10.1016/j.fbp.2016.11.006>
- Alpizar-Reyes, Erik, 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, 68–75. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.04.021>
- Alpizar-Reyes, Erik, Román-Guerrero, A., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Cruz-Olivares, J., & Pérez-Alonso, C. (2018). 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(PartA), 817–824. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.048>
- Amaral, T. N., Junqueira, L. A., Tavares, L. S., Oliveira, N. L., Elisabeth, M., Prado, T., & Resende, J. V. De. (2019). International Journal of Biological Macromolecules Effects of salts and sucrose on the rheological behavior, thermal stability, and molecular structure of the Pereskia aculeata Miller mucilage. *International Journal of Biological Macromolecules*, 131, 218–229.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.03.063>
- AOAC. (2006). Official methods of analysis of AOAC International. Washington, DC, USA.: Association of Official Analytical Chemists.
- Archana, G., Sabina, K., Babuskin, S., Radhakrishnan, K., Fayidh, M. A., Azhagu Saravana Babu, P., ... Sukumar, M. (2013). Preparation and characterization of mucilage polysaccharide for biomedical applications. *Carbohydrate Polymers*, 98(1), 89–94. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.04.062>

- Bakry, A. M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M. Y., Mousa, A., & Liang, L. (2016). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15(1), 143–182. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12179>
- Bhusari, S. N., Muzaffar, K., & Kumar, P. (2014). Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technology*, 266, 354–364. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.06.038>
- Burnside, E. (2014). Hydrocolloids and Gums as Encapsulating Agents. En *Microencapsulation in the Food Industry* (pp. 241–252). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-404568-2.00021-2>
- Carneiro, H. C. F., Tonon, R. V., Grosso, C. 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. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.03.033>
- Chen, F., Fan, G. Q., Zhang, Z., Zhang, R., Deng, Z. Y., & McClements, D. J. (2017). Encapsulation of omega-3 fatty acids in nanoemulsions and microgels: Impact of delivery system type and protein addition on gastrointestinal fate. *Food Research International*, 100, 387–395. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.07.039>
- Dick, M., Dal Magro, L., Rodrigues, R. C., Rios, A. de O., & Flôres, S. H. (2019). Valorization of *Opuntia monacantha* (Willd.) Haw. cladodes to obtain a mucilage with hydrocolloid features: Physicochemical and functional performance. *International Journal of Biological Macromolecules*, 123, 900–909. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.11.126>
- Dickinson, E. (2006). Food Emulsions: Principles, Practices, and Techniques. CRC Press, Boca Raton, FL, (2005). *Food Hydrocolloids*, 20(1), 137. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2005.05.001>
- Dickinson, E. (2018). Hydrocolloids acting as emulsifying agents – How do they do it? *Food Hydrocolloids*, 78, 2–14. <https://doi.org/10.1016/J.FOODHYD.2017.01.025>
- Diplock, A. T., Aggett, P. J., Ashwell, M., Bornet, F., Fern, E. B., & Roberfroid, M. B. (1999). Scientific Concepts of Functional Foods in Europe—Consensus Document *British Journal of Nutrition* 81. *British Journal of Nutrition*, 81(1), 1–2. <https://doi.org/10.1079/BJN19990002>
- Escalona-García, L. 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, 93–103. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.12.009>
- Estevinho, Berta N., & Rocha, F. (2018). Application of Biopolymers in Microencapsulation Processes. *Biopolymers for Food Design*, 191–222. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811449-0.00007-4>
- Estevinho, Berta N., & Rocha, F. (2018). *Microencapsulation Processes - YouTube*. *Biopolymers for Food Design*. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811449-0/00007-4>
- Estevinho, Berta Nogueiro. (2013). Microencapsulation with chitosan by spray drying for industry applications e A review, 31. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2013.04.001>
- Ettelaie, R., Zengin, A., & Lishchuk, S. V. (2017, marzo 1). Novel food grade dispersants: Review of recent progress. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2017.03.004>
- Freitas, R. A. De, Nicolai, T., Chassenieux, C., & Benyahia, L. (2016). Stabilization of Water-in-Water Emulsions by Polysaccharide-Coated Protein Particles. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.5b03761>
- Fukuda, Y., Osawa, T., Namiki, M., & Ozaki, T. (1985). Studies on antioxidative substances in sesame seed. *Agricultural and Biological Chemistry*, 49(2), 301–306. <https://doi.org/10.1080/00021369.1985.10866739>
- Gharby, S., Harhar, H., Bouzoubaa, Z., Asdadi, A., El Yadini, A., & Charrouf, Z. (2017a). Chemical characterization and oxidative stability of seeds and oil of sesame grown in Morocco. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 16(2), 105–111. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2015.03.004>
- Gharby, S., Harhar, H., Bouzoubaa, Z., Asdadi, A., El Yadini, A., & Charrouf, Z. (2017b). Chemical characterization and oxidative stability of seeds and oil of sesame grown in Morocco. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 16(2), 105–111. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2015.03.004>
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40(9), 1107–1121. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2007.07.004>
- 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, 527–537.  
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.08.050>
- Ji, J., Liu, Y., Shi, L., Wang, N., & Wang, X. (2019). Effect of roasting treatment on the chemical composition of sesame oil. *LWT*, 101, 191–200. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.11.008>
- Kalegowda, P., Chauhan, A. S., Mysore, S., & Urs, N. (2017). Opuntia dillenii ( Ker-Gawl ) Haw cladode mucilage : Physico-chemical , rheological and functional behavior. *Carbohydrate Polymers*, 157, 1057–1064. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.070>
- Kaushik, P., Dowling, K., Barrow, C. J., & Adhikari, B. (2015). Microencapsulation of omega-3 fatty acids: A review of microencapsulation and characterization methods. *Journal of Functional Foods*, 19, 868–881. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2014.06.029>
- Khounvilay, K., & Sittikijyothin, W. (2012). Rheological behaviour of tamarind seed gum in aqueous solutions. *Food Hydrocolloids*, 26(2), 334–338. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.03.019>
- Kim, I. H., Kim, C. J., You, J. M., Lee, K. W., Kim, C. T., Chung, S. H., & Tae, B. S. (2002). Effect of roasting temperature and time on the chemical composition of rice germ oil. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 79(5), 413–418. <https://doi.org/10.1007/s11746-002-0498-2>
- Li, J.-M., & Nie, S.-P. (2016). The functional and nutritional aspects of hydrocolloids in foods. *Food Hydrocolloids*, 53(2016), 46–61. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.01.035>
- Li, K., Woo, M. W., Patel, H., & Selomulya, C. (2017). Enhancing the stability of protein-polysaccharides emulsions via Maillard reaction for better oil encapsulation in spray-dried powders by pH adjustment. *Food Hydrocolloids*, 69, 121–131. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.01.031>
- López-Franco, Y. L., Cervantes-Montañón, C. I., Martínez-Robinson, K. G., Lizardi-Mendoza, J., & Robles-Ozuna, L. E. (2013). Physicochemical characterization and functional properties of galactomannans from mesquite seeds (*Prosopis* spp.). *Food Hydrocolloids*, 30(2), 656–660. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.08.012>
- Madene, A., & Jacquot, M. (2006). Review Flavour encapsulation and controlled release – a review, 1–21. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2005.00980.x>
- Manchanda, R., Arora, S. C., & Manchanda, R. (2014). Tamarind seed polysaccharide and its modifications-versatile pharmaceutical excipients - A review. *International Journal of PharmTech Research*, 6(2), 412–420.



*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (Sesamum indicum L.)*

- McClements, D. J. (2016). Characterization of Emulsion Properties. *Food Emulsions Principles, Practice, and Techniques*, 623–675. <https://doi.org/doi:10.1201/b18868-15>
- Muñoz, L. A., Cobos, A., Diaz, O., & Aguilera, J. M. (2012). Chia seeds: Microstructure, mucilage extraction and hydration. *Journal of Food Engineering*, 108(1), 216–224. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.06.037>
- Nishinari, K., Takemasa, M., Yamatoya, K., & Shirakawa, M. (2009). Xyloglucan. En *Handbook of Hydrocolloids* (pp. 535–566). <https://doi.org/10.1533/9781845695873.535>
- Nishinari, Katsuyoshi, Fang, Y., Yang, N., Yao, X., Zhao, M., Zhang, K., & Gao, Z. (2018). Gels, emulsions and application of hydrocolloids at Phillips Hydrocolloids Research Centre. *Food Hydrocolloids*, 78, 36–46. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.07.035>
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.08.010>
- Ogawa, H., Sasagawa, S., Murakami, T., & Yoshizumi, H. (1995). SESAME LIGNANS MODULATE CHOLESTEROL METABOLISM IN THE STROKE- PRONE SPONTANEOUSLY HYPERTENSIVE RAT. *Clinical and Experimental Pharmacology and Physiology*, 22(s1), S310–S312. <https://doi.org/10.1111/j.1440-1681.1995.tb02932.x>
- Ozkan, G., Franco, P., De Marco, I., Xiao, J., & Capanoglu, E. (2019). A review of microencapsulation methods for food antioxidants: Principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, 272(February 2018), 494–506. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.205>
- Panigrahi, S., Bland, B., Carlaw, P. M., & Science, A. F. (1989). The nutritive value of tamarind seeds for broiler chicks. *Animal Feed Science and Technology*, 22(4), 285–293. [https://doi.org/10.1016/0377-8401\(89\)90072-2](https://doi.org/10.1016/0377-8401(89)90072-2)
- Pérez-orozco, J. P., Sánchez-herrera, L. M., & Ortiz-basurto, R. I. (2019). Food Hydrocolloids Effect of concentration , temperature , pH , co-solutes on the rheological properties of Hyptis suaveolens L . mucilage dispersions. *Food Hydrocolloids*, 87(July 2018), 297–306. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.08.004>
- Peter, K. V. (2012). *Handbook of herbs and spices. Volume 1*. Cambridge, UK : Woodhead Pub.
- Ray, S., Raychaudhuri, U., & Chakraborty, R. (2016, marzo 1). An overview of encapsulation of active

- compounds used in food products by drying technology. *Food Bioscience*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.12.009>
- Razavi, Sayed Mohammad Ali. (2019). *Emerging Natural Hydrocolloids Rheology and Functions* (Vol. 6).
- Razavi, Seyed Mohammad Ali, & Irani, M. (2019). Rheology of Food Gum, 1959–1985. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-78030-6\\_20](https://doi.org/10.1007/978-3-319-78030-6_20)
- Rezaei, A., Nasirpour, A., & Tavanai, H. (2016). Fractionation and some physicochemical properties of almond gum (*Amygdalus communis* L.) exudates. *Food Hydrocolloids*, 60, 461–469. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.04.027>
- Saideswara, R. Y., & Mary, M. K. (2012). Tamarind. En *Handbook of Herbs and Spices* (pp. 512–533). Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9780857095688.512>
- Saifullah, M., Islam Shishir, M. R., Ferdowsi, R., Tanver Rahman, M. R., & Van Vuong, Q. (2019). Micro and nano encapsulation, retention and controlled release of flavor and aroma compounds: A critical review. *Trends in Food Science & Technology*. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.02.030>
- Sengül, M., Fatih Ertugay, M., & Sengül, M. (2005). Rheological, physical and chemical characteristics of mulberry pekmez. *Food Control*, 16(1), 73–76. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2003.11.010>
- Sharma, M., Mondal, D., Mukesh, C., & Prasad, K. (2014). Preparation of tamarind gum based soft ion gels having thixotropic properties. *Carbohydrate Polymers*, 102(1), 467–471. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.11.063>
- Shofinita, D., & Langrish, T. A. G. (2014). Spray drying of orange peel extracts : Yield , total phenolic content , and economic evaluation. *JOURNAL OF FOOD ENGINEERING*, 139, 31–42. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.03.028>
- Singh, R., Malviya, R., & Sharma, P. K. (2011). Extraction and Characterization of Tamarind Seed Polysaccharide as a Pharmaceutical Excipient. *Pharmacognosy Journal*, 3(20), 17–19. <https://doi.org/10.5530/pj.2011.20.4>
- Soukoulis, C., Cambier, S., Serchi, T., Tsevdou, M., Gaiani, C., Ferrer, P., ... Hoffmann, L. (2019). Rheological and structural characterisation of whey protein acid gels co-structured with chia (*Salvia hispanica* L.) or flax seed (*Linum usitatissimum* L.) mucilage. *Food Hydrocolloids*, 89, 542–553. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.11.002>

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (Sesamum indicum L.)*

- Tunde-Akintunde, T. Y., & Akintunde, B. O. (2004). Some physical properties of sesame seed. *Biosystems Engineering*, 88(1), 127–129. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2004.01.009>
- Vakarelova, M., Rizzi, C., Zanoni, F., Zoccatelli, G., Menin, A., Chignola, R., ... Mainente, F. (2018). Effects of microencapsulation by ionic gelation on the oxidative stability of flaxseed oil. *Food Chemistry*, 269(June), 293–299. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.06.144>
- Velázquez-Gutiérrez, S. K., Figueira, A. C., Rodríguez-Huezo, M. E., 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. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.11.068>
- Xu-Yan, D., Ping-Ping, L., Fang, W., Mu-Lan, J., Ying-Zhong, Z., Guang-Ming, L., ... 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(3), 277–286. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201100059>
- Yadav, M. P., & Hicks, K. B. (2018). Isolation, characterization and functionalities of bio-fiber gums isolated from grain processing by-products, agricultural residues and energy crops. *Food Hydrocolloids*, 78, 120–127. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.04.009>
- Yamashita, K., Nohara, Y., Katayama, K., & Namiki, M. (1992). Sesame Seed Lignans and  $\gamma$ -Tocopherol Act Synergistically to Produce Vitamin E Activity in Rats. *The Journal of Nutrition*, 122(12), 2440–2446. <https://doi.org/10.1093/jn/122.12.2440>
- Ye, Q., Georges, N., & Selomulya, C. (2018a). Microencapsulation of active ingredients in functional foods: From research stage to commercial food products. *Trends in Food Science and Technology*, 78(June), 167–179. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.05.025>
- Ye, Q., Georges, N., & Selomulya, C. (2018b). Microencapsulation of active ingredients in functional foods: From research stage to commercial food products. *Trends in Food Science & Technology*, 78(June), 167–179. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.05.025>
- Yi, J., Zhang, Q., Li, X., Wang, X., Li, B., & Zhu, W. (2019). Steam explosion technology based for oil extraction from sesame (*Sesamum indicum* L.) seed. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 18(1), 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2016.10.003>
- Yoshida, K. (2015). Problems and Perspectives of Geography Education in Japanese Elementary Schools (pp. 19–24). Springer, Tokyo. [https://doi.org/10.1007/978-4-431-54953-6\\_2](https://doi.org/10.1007/978-4-431-54953-6_2)

*EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DEL MUCÍLAGO DE LA SEMILLA DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE DEL ACEITE DE AJONJOLÍ (*Sesamum indicum* L.)*