



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA
DEL ESTADO DE MÉXICO**



FACULTAD DE QUÍMICA

Tema

**“ANÁLISIS TERMODINÁMICO PARA ESTABLECER
CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO DE GELES DE
MUCILAGO DE NOPAL – ALGINATO DE SODIO QUE
CONTIENEN ACEITE DE AJONJOLÍ”**

TESIS

**Que para obtener el título de:
INGENIERO QUÍMICO**

Presenta:

BYRON DÍAZ SANDOVAL

Director:

DR. CÉSAR PÉREZ ALONSO

TOLUCA, MÉXICO, NOVIEMBRE 2019

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma del Estado de México por financiar esta tesis mediante el proyecto con clave 4738/2019/CIB, “Desarrollo de geles mucílago de nopal-alginato de sodio para la incorporación de ácidos grasos polinsaturados mediante el proceso de gelación iónica 4738/2019/CIB”

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	7
ÍNDICE DE TABLAS	10
INTRODUCCIÓN	13
1. ANTECEDENTES	16
1.1. ÁCIDOS GRASOS ESENCIALES	16
1.1.1 ACEITE DE AJONJOLÍ	16
1.2 ENCAPSULACIÓN Y MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN	18
1.2.1. ESTRUCTURAS TÍPICAS DE LAS MICROCAPSULAS	19
1.2.2 AGENTES ENCAPSULANTES O MATERIALES DE PARED	20
1.2.3 MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN	22
1.2.3.1. Secado por aspersión	23
1.2.3.2. Extrusión	24
1.2.3.3. Polimerización interfacial	24
1.2.3.4. Coacervación	25
1.2.3.5. Gelificación iónica	25
1.3. EMULSIONES	26
1.4. HIDROCOLOIDES	27
1.4.1. ALGINATOS	29
1.4.2. MUCÍLAGOS	30
1.4.2.1. Mucílago de nopal	30
1.5. ESTABILIDAD DE AGENTES ENCAPSULANTES	32

1.5.1. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN	32
1.5.2. ACTIVIDAD DE AGUA	36
1.5.3. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS	37
2. JUSTIFICACIÓN	41
3. HIPÓTESIS	43
4. OBJETIVOS	45
4.1. OBJETIVO GENERAL	45
4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	45
5. MATERIALES Y MÉTODOS	46
5.1. MATERIALES	47
5.2. METODOLOGÍA	47
5.2.1. EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO DE NOPAL	47
5.2.2. EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE AJONJOLÍ	48
5.2.3. FORMULACIÓN Y OBTENCIÓN DE LAS EMULSIONES	48
5.2.4. OBTENCIÓN DE LOS GELES MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA	49
5.2.5. OBTENCIÓN DE LOS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN	49
5.2.6. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DE LOS GELES DE ACEITE DE AJONJOLÍ	51
5.2.6.1. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES	51
5.2.6.1. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS INTEGRALES	52
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	55
6.1. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.....	56
6.2. AJUSTE DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN AL MODELO DE GAB ...	59

6.3. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES DE LOS GELES MN-AS	63
6.4. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS INTEGRALES DE LOS GELES MN-AS	71
7. CONCLUSIONES	83
8. REFERENCIAS	85

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1	Semilla de ajonjolí o sésamo	17
Figura 1.2	Estructura de las cápsulas	18
Figura 1.3	Diferentes estructuras de cápsulas	19
Figura 1.4	Clasificación de las microcápsulas según su morfología	20
Figura 1.5	Morfología de las cápsulas tipo matriz	20
Figura 1.6	Secador por aspersión	24
Figura 1.7	Estructura del mucílago de nopal	32
Figura 1.8	Curvas isotérmicas de adsorción y desorción	33
Figura 1.9	Clasificación de las isotermas de adsorción donde se relaciona el contenido de húmedas vs la actividad de agua	35
Figura 6.1	Isotermas de adsorción experimentales de los geles MN-AS (sistema 1)	56
Figura 6.2	Isotermas de adsorción experimentales de los geles MN-AS (sistema 2)	57
Figura 6.3	Isotermas de adsorción experimentales de los geles MN-AS (sistema 3)	57
Figura 6.4	Isotermas de adsorción experimentales ajustadas al modelo de GAB (sistema 1)	62
Figura 6.5	Isotermas de adsorción experimentales ajustadas al modelo de GAB (sistema 2)	62
Figura 6.6	Isotermas de adsorción experimentales ajustadas al modelo de GAB (sistema 3)	63
Figura 6.7	Entalpía diferencial (ΔH_{dif}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 1).	64
Figura 6.8	Entalpía diferencial (ΔH_{dif}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 2).	65

Figura 6.9	Entalpía diferencial (ΔH_{dif}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 3).	65
Figura 6.10	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 0:2.	67
Figura 6.11	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 0:2.	67
Figura 6.12	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 0:2.	68
Figura 6.13	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 1:1.	68
Figura 6.14	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 1:1.	69
Figura 6.15	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 1:1.	69
Figura 6.16	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 1.75:0.75.	70
Figura 6.17	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 1.75:0.75.	70
Figura 6.18	Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 1.75:0.75.	71
Figura 6.19	Entalpía integral (ΔH_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 1).	72
Figura 6.20	Entalpía integral (ΔH_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 2).	72
Figura 6.21	Entalpía integral (ΔH_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 3).	73
Figura 6.22	Energía libre de Gibbs (ΔG_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (Sistema 1: Concentración de MN-AS 0:2 % p/v).	73

Figura 6.23	Energía libre de Gibbs (ΔG_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (Sistema 2: Concentración de MN-AS 1:1 % p/v).	74
Figura 6.24	Energía libre de Gibbs (ΔG_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (Sistema 3: Concentración de MN-AS 1.75:0.75% p/v).	74
Figura 6.25	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 0:2.	75
Figura 6.26	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 0:2.	75
Figura 6.27	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 0:2.	76
Figura 6.28	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 1:1.	76
Figura 6.29	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 1:1.	77
Figura 6.30	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 1:1.	77
Figura 6.31	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 1.75:0.75.	78
Figura 6.32	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 1.75:0.75.	78
Figura 6.33	Entropía diferencial (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 1.75:0.75.	79

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1.	Clasificación de los hidrocoloides	28
Tabla 1.2	Modelos de los isothermas de adsorción	34
Tabla 5.1	Formulación de los sistemas mucílago de nopal (MN) – Alginato de sodio (AS)	47
Tabla 6.1	Parámetros estimados de la ecuación de GAB, concentración MN-AS 0:2 % p/v (sistema 1)	59
Tabla 6.2	Parámetros estimados de la ecuación de GAB, concentración MN-AS 1:1 % p/v (sistema 2)	60
Tabla 6.3	Parámetros estimados de la ecuación de GAB, concentración MN-AS 1.75:0.75 % p/v (sistema 3)	60
Tabla 6.4	Condiciones de estabilidad máxima para los geles MN-AS, (sistema 1: concentración MN-AS 0:2 % p/v)	80
Tabla 6.5	Condiciones de estabilidad máxima para los geles MN-AS, (sistema 2: concentración MN-AS 1:1 % p/v)	80
Tabla 6.6	Condiciones de estabilidad máxima para los geles MN-AS, (sistema 3: concentración MN-AS 1.75:0.75 % p/v)	80

RESUMEN

Los ácidos grasos poliinsaturados representan una gran fuente de Omega 3 y Omega 6, un ejemplo de ello es el aceite de ajonjolí, quien presenta un alto contenido de Omega 6. Sin embargo, el manejo de este aceite es muy difícil durante su procesamiento y almacenamiento, debido a la tendencia que tiene a degradarse por factores ambientales, por lo que es imperativo encontrar condiciones de almacenamiento adecuadas, con la finalidad de aprovechar al máximo los nutrientes que este producto aporta a la salud humana.

Por lo que el objetivo del presente trabajo de investigación consistió en llevar a cabo un estudio termodinámico de los geles conformados por mucílago de nopal con alginato de sodio (MN-AS) que contienen aceite de ajonjolí (*Sesamum indicum L.*) obtenidos mediante gelación iónica, para establecer condiciones de almacenamiento.

Como primera parte del trabajo, se extrajo y se obtuvo el mucílago de nopal seco a partir de los cladodios de nopal, que junto con el alginato de sodio conformaron el material de pared; mientras que por el método de prensado en frío, se extrajo el aceite de ajonjolí que fue empleado como el material a encapsular.

Como segunda parte, se establecieron 3 sistemas gelificantes, empleando las siguientes concentraciones de mucílago de nopal - alginato de sodio (MN-AS): **Sistema 1** (Concentración de MN-AS 0:2 % p/v), **sistema 2** (Concentración de MN-AS 1:1 % p/v) y **sistema 3** (Concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v). Posteriormente se prepararon emulsiones aceite en agua (O/W), y se obtuvieron los geles en forma de esferas mediante el proceso de gelación iónica.

Para la tercera parte, se acondicionaron los geles obtenidos de los tres sistemas a tres temperaturas (25, 35 y 45 °C), con diferentes actividades de agua en el intervalo de 0.11 a 0.85 con el propósito de obtener isothermas de adsorción experimentales por medio del método gravimétrico. Los datos experimentales de las isothermas de adsorción se ajustaron al modelo de GAB, y posteriormente se determinaron las propiedades termodinámicas por métodos diferenciales e integrales (entalpía, entropía y energía libre de Gibbs).

Los datos experimentales se ajustaron satisfactoriamente al modelo de Guggenheim-Anderson-De Boer (GAB), obteniendo un módulo de desviación relativo promedio (E)

menor del 5% para los 3 sistemas MN-AS formulados. La determinación de los parámetros del modelo de GAB (M_0 , C , K) se llevó a cabo mediante un análisis de regresión no-lineal con el software Polymath versión 6.0.

Se realizó un análisis termodinámico, determinando las propiedades termodinámicas diferenciales e integrales (entalpía, entropía y energía libre de Gibbs) a las temperaturas de 25, 35 y 45 °C, con el objetivo de conocer cuál de los 3 sistemas presenta mayor estabilidad y cómo es el comportamiento de los geles MN-AS en diferentes ambientes.

De acuerdo con la entropía integral mínima, para el **sistema 1** se observaron actividades de agua (a_w) de 0.283-0.386 con un contenido de humedad de 2.619-2.717 kg H₂O/100 kg s.s.; para el **sistema 2** se tienen actividades de agua (a_w) de 0.402-0.505 con un contenido de humedad de 5.850-6.043kg H₂O/100 kg s.s.; finalmente para el **sistema 3** actividades de agua (a_w) de 0.377-0.460 con un contenido de humedad de 5.997-6.192kg H₂O/100 kg s.s.

De acuerdo al planteamiento metodológico, se puede concluir que el sistema 3 (Concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v) presentó mejor estabilidad que los sistemas 1 y 2, ya que presenta el valor de entropía integral más bajo. Empleando estas concentraciones de MN-AS, se obtiene un mejor material de pared para la microencapsulación de aceite de ajonjolí (*Sesamum indicum L.*).

INTRODUCCIÓN

La industria alimenticia tiene como principal objetivo, producir alimentos que ofrezcan un alto valor nutricional y de este modo brinden un efecto benéfico para la salud humana, un ejemplo, es la prevención de enfermedades cardiovasculares o diabetes.

Los ácidos grasos esenciales, también conocidos como ácidos poliinsaturados son nutrientes que no pueden ser sintetizados por el hombre, estos son adquiridos por medio de la dieta. El Omega 3 y el Omega 6 son los ácidos grasos esenciales para el ser humano, ya que influyen en el organismo de la siguiente manera: intervienen en el mantenimiento de la membrana celular, controlan la presión arterial, favorecen la buena circulación sanguínea, reducen la inflamación y principalmente mejoran la función cardiovascular.

Los alimentos que proveen una gran fuente de estos nutrientes son: en el pescado de agua fría como el salmón, semillas, frutos secos, cereales y aceites como el aceite de ajonjolí.

El aceite de ajonjolí es abundante en ácidos grasos esenciales de Omega 6, lo cual permite tener una buena salud cardiovascular y reducir los niveles de colesterol. Sin embargo, debido a la estructura molecular que este aceite presenta, es susceptible a degradarse por reacciones de autooxidación, causada por factores externos como temperatura, luz, humedad y el oxígeno, dando como consecuencia la pérdida de los nutrientes que este producto aporta.

Por ello, se emplea el método de encapsulación, que tiene como objetivo ayudar a retardar la degradación de este producto permitiendo que tenga un tiempo de vida útil más largo y se conserven los nutrientes. Se conoce como método de encapsulación, al proceso mediante el cual se empaqueta una sustancia en particular conocida como principio activo, mediante el uso de una membrana polimérica conocida como matriz o material de pared.

El principal objetivo de este método en la industria alimenticia es la conservación y liberación en tiempos controlados del principio activo, para evitar que las sustancias encapsuladas pierdan su valor nutricional. Actualmente, diferentes investigaciones han demostrado, que los hidrocoloides pueden ser utilizados como materiales de pared debido a su capacidad para retener moléculas de agua a lo largo de su estructura externa, además de su fácil manipulación y bajo costo.

El mucílago de nopal y el alginato de sodio son polímeros de origen biológico tanto terrestre como marino que han formado parte de numerosas investigaciones gracias a sus propiedades funcionales (espesante, emulsionante y gelificante), y ligado a la tecnología de encapsulación, pueden ser usados como materiales de pared, para la encapsulación de aceites grasos poliinsaturados.

Es importante llevar a cabo un análisis termodinámico para evaluar la actividad de agua y la humedad que se encuentra presente en un producto alimenticio, esto permitirá determinar las condiciones de almacenamiento de un producto con el fin de alargar su vida útil, retardar reacciones de oxidación, evitar el crecimiento microbiano y brindar una mejor estabilidad física y química. Todo esto se logra mediante el uso de isothermas de adsorción y determinación de las propiedades termodinámicas diferenciales e integrales (entalpía, entropía y energía libre de Gibbs).

ANTECEDENTES

1. ANTECEDENTES

1.1. ÁCIDOS GRASOS ESENCIALES

Los ácidos grasos esenciales, también conocidos como ácidos grasos poliinsaturados son aquellos que no pueden ser sintetizados por el ser humano, tienen que ser obtenidos a través de la dieta. Los 3 ácidos grasos más importantes son el Omega 3 (ácido α -linolénico), Omega 6 (ácido linoleico) y Omega 9 (ácido oleico). Las principales fuentes alimentarias que proveen Omega 3 y Omega 6 son los siguientes (Valenzuela B. & Sanhueza C., 2009)

- Omega 3: Se encuentran principalmente en semillas de calabaza, lino, nueces y en el pescado de agua fría como la sardina, el arenque, el salmón y el atún.
- Omega 6: Se encuentran en los aceites vegetales, como la onagra, el girasol y el maíz.
- Omega 9: Se encuentran en el aceite de canola, girasol, almendras, oliva y nuez. A diferencia del Omega 3 y 6, estos pueden ser sintetizados por el cuerpo humano por lo que no son esenciales en la dieta.

Se calcula que un 30-35% de la energía total que necesita un individuo para llevar a cabo su actividad diaria deben aportarla los ácidos grasos, repartidos adecuadamente en grasas saturadas, monoinsaturadas y poliinsaturadas

Ingerir la cantidad necesaria de ácidos grasos esenciales ayuda al organismo de la siguiente manera (Aires *et al.*, 2005):

1. Prevención de problemas cardiovasculares.
2. El ácido Omega 3 ayuda a reducir la inflamación.
3. Controla la presión arterial.
4. Participa en la formación y el mantenimiento de la membrana celular.
5. Reduce los niveles altos de colesterol y triglicéridos.

1.1.1. ACEITE DE AJONJOLÍ

Sesamum indicum L., cuyo nombre común es ajonjolí, pertenece a la familia Pedaliaceae, y se presume que es originario del este del continente africano y la India (Bedigian, 2003). La característica relevante de este cultivo consiste en el alto contenido de aceite de las semillas de dicha planta, el cual representa entre el 50% y el 60% de su peso; además, este vegetal tiene adecuados rendimientos en ambientes con déficit hídrico (Pham, Thi-Nguyen, Carlsson,

& Bui, 2010). Además, la semilla de ajonjolí tiene un tiempo de vida que varía entre los 80 y 130 días (EFSA, 2010).

Además del alto contenido de aceite, la semilla de ajonjolí contiene calcio, fósforo, hierro y vitaminas como tiamina, riboflavina y niacina. (Ismaila & Usman, 2012). El valor nutricional del ajonjolí se presenta en la siguientes cantidades en lípidos (54-65%), proteínas (17-27%), carbohidratos (6.421%), fibra dietética (9.3%), niacina (4.5 mg/100 g), tiamina (1.08 mg/100 g), calcio (100 mg/100 g), hierro (9 mg/100 g) y fósforo (807-840 mg/100 g) (Seyed et al., 2007).

A continuación se presentan los principales beneficios que brinda el ajonjolí a la salud humana (Cabrera, 2019):

1. Una fuente de proteína cuando se combina con cereales.
2. Reduce los niveles altos de colesterol, gracias a que contiene ácidos grasos esenciales para el organismo (Omega 3 y Omega 6).
3. Mejora el tránsito intestinal, gracias a su alto contenido de hidratos de carbono y fibra.
4. Contiene compuestos bioactivos, en especial lignanos que tienen alta capacidad antioxidante, protegiendo las células del envejecimiento y el daño del ADN.

El ajonjolí en México se cultiva principalmente en los estados de Sinaloa, Guerrero, Oaxaca, Sonora y Michoacán (Vásquez-Ortiz et al., 2014).



Figura 1.1. Semilla de ajonjolí o sésamo.

Las propiedades de los aceites vegetales están determinadas por su composición de ácidos grasos, un alto contenido de ácidos grasos polinsaturados disminuye la estabilidad térmica-oxidativa, mientras que una mayor proporción de ácidos grasos saturados de cadena larga conduce a una disminución de la fluidez en frío (Jayadas & Nair, 2006). Además, durante el procesamiento y almacenamiento, los aceites vegetales son susceptibles a presentar reacciones de oxidación según el tipo de condiciones ambientales a las que están expuestos, ya sea por acción de la luz, humedad, temperatura y oxígeno, los aceites vegetales presentan una estabilidad oxidativa pobre (Bart et al., 2013). Como consecuencia, los aceites pierden su valor nutricional, se altera el color y textura; y se presentan sabores y olores a rancio (Villanueva-López et al., 2013).

1.2 ENCAPSULACIÓN Y MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN

La encapsulación consiste en el empaquetamiento o recubrimiento de materiales sólidos, líquidos o gaseosos mediante cápsulas; se hace uso de una matriz polimérica, la cual crea un ambiente aislado del mundo exterior. Esta técnica libera su contenido de una forma controlada bajo condiciones determinadas, gracias a la barrera creada por la matriz polimérica, se logra retardar las reacciones químicas con el medio que lo rodea promoviendo un aumento en la vida útil del producto (Zuidam & Shimoni, 2010).

La cápsula consiste en una membrana esférica, semipermeable, delgada y fuerte que rodea un núcleo sólido o líquido, con un diámetro que varía de pocos micrones a 1000 μm . El núcleo que compone la cápsula es denominado fase interna o principio activo, y a la membrana se le conoce como capa externa, material de pared o matriz (Lupo-Pasin et al., 2012).

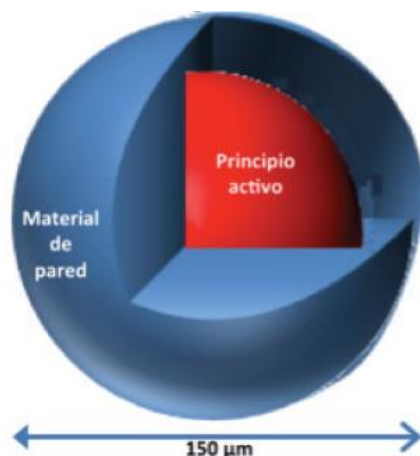


Figura 1.2. Estructura de las cápsulas.

La encapsulación es ampliamente utilizada en la industria farmacéutica, cosmética y principalmente en la alimentaria. Dentro de la industria alimentaria se utiliza esta técnica para la conservación, fortificación y liberación controlada en el tiempo establecido de nutrientes; disminución de la higroscopicidad, transformación de sabores líquidos a polvos y estabilidad durante el almacenamiento. Los principales aditivos encapsulados en la industria de alimentos son: ácidos, colorantes, pigmentos, enzimas, microorganismos, sabores, especias, grasas y aceites (*Sandoval-Aldana et al., 2011*).

La encapsulación de aceites esenciales, constituye en una tecnología utilizada en la industria de alimentos, debido a que permite prevenir su degradación y extender la vida útil de estos componentes biológicos (*Gonzales et al., 2010; Colín, Nolan y Holub, 2009*).

1.2.1. ESTRUCTURAS TÍPICAS DE LAS MICROCÁPSULAS

La encapsulación puede presentarse en muchas formas diferentes, como un simple revestimiento de membrana, una pared o membrana de forma esférica o irregular, una estructura de paredes múltiples con paredes de la misma o composiciones variables o numerosos núcleos dentro de la misma estructura amurallada. Actualmente, casi cualquier material puede ser encapsulado con el propósito de aislamiento, purificación o liberación lenta (*Bernard F. et al., 1999*).

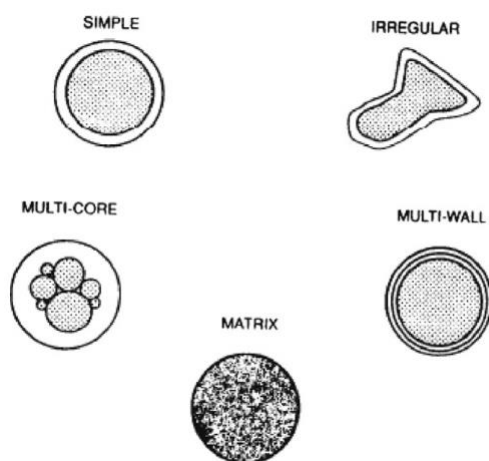


Figura 1.3. Diferentes estructuras de cápsulas (*Bernard F. et al., 1999*).

De acuerdo a su morfología las microcápsulas se clasifican en 3 categorías; mononucleares, polinucleares y tipo matriz (*Ghosh, 2006; Nava-Reyna et al., 2015*).

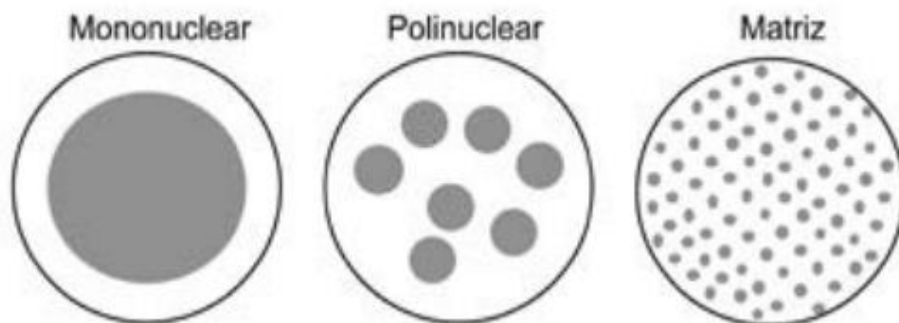


Figura 1.4. Clasificación de las microcápsulas según su morfología (Nava Reyna, et al., 2015).

Las microcápsulas mononucleares tienen una cubierta alrededor del núcleo, mientras que las polinucleares tienen varios núcleos dentro de la pared. En la encapsulación tipo matriz, el material del núcleo se distribuye homogéneamente en el material de la pared y puede presentarse en diferentes estructuras (Vehring, 2008; Nava-Reyna et al., 2015):

- a) Forma de espuma: En la cual el material activo se reparte en toda la cápsula y la cubierta.
- b) En forma de red con una estructura abierta.
- c) Microcápsulas donde el material activo se encuentra disperso en la matriz que actúa como cubierta, tanto en la esfera llena (c) como en la periferia (d)

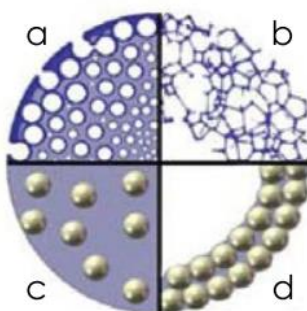


Figura 1.5. Morfología de las cápsulas tipo matriz (Vehring, 2008).

1.2.2. AGENTES ENCAPSULANTES O MATERIALES DE PARED

La correcta elección del material de pared, es importante ya que influye en la eficiencia y estabilidad de la cápsula. Actualmente existe una gran variedad de agentes encapsulantes, sin embargo, deben cumplir con ciertos requisitos (Silva et al., 2014):

- Facilitar la formación de la película de interés (propiedad emulsionante)

- Poseer una viscosidad baja
- Capacidad de sellar y mantener el principio activo dentro de la cápsula.
- Capacidad de proporcionar la máxima protección del activo contra condiciones adversas.
- Carecer de un sabor desagradable en el caso de la aplicabilidad de los alimentos
- Ser económicos y fáciles de obtener.
- Compatibilidad con el producto alimenticio

La mayoría de los materiales de la pared no tienen todas las propiedades deseadas. Por lo que se ha tendido que realizar la mezcla de dos o más materiales. A continuación, se muestran los materiales de pared utilizados para la encapsulación de ingredientes alimentarios (*Gharsallaoui et al., 2007*):

- **Carbohidratos:** Almidón y derivados, maltodextrinas, jarabes de maíz, ciclodextrinas, carboximetilcelulosa y derivados.
- **Gomas:** Arábica, mezquite, alginato de sodio.
- **Lípidos:** Ceras, parafinas, grasas, monoglicéridos, diglicéridos, aceites, cera de abejas.
- **Proteínas:** Gelatina, proteína de soya, caseinatos, suero de leche, zeína.
- **Celulosa:** Carboximetil celulosa, metilcelulosa, etilcelulosa, nitrocelulosa, acetilcelulosa.

Carbohidratos: Son extensivamente empleados en la encapsulación, se utiliza la técnica de secado por aspersión para ingredientes alimenticios como soporte de encapsulamiento, puesto que poseen baja viscosidad a altos contenidos de sólidos (*Madene et al., 2006*).

Gomas: Se utilizan en microencapsulación por tener propiedades de formación de películas y estabilización de emulsiones (*Dickinson, 2003*). Se ha encontrado que la goma arábica produce emulsiones estables con la mayoría de los aceites en un amplio rango de pH, y

también forma una visible película en la interfaz de aceite (*Kanakdande, Bhosale, & Singhal, 2007*).

Proteínas: Las proteínas más utilizadas para encapsular los ingredientes de los alimentos empleando el método de secado por aspersión son el suero de leche y la gelatina (*Rosenberg & Sheu, 1996*). La gelatina producto de hidrólisis del colágeno, es un material soluble en agua que tiene capacidad para formar una pared con compuestos volátiles (*Lee et al., 2000*). Las proteínas de suero de leche están disponibles como polvos de aislados de proteínas de suero (95-96% de proteína) o concentrado de proteínas de suero (WPC-50, WPC-70). WPC 70 da propiedades requeridas a la superficie para estabilizar emulsiones (*Bangs & Reineccius, 1988*)

Lípidos: La principal característica de los lípidos es su insolubilidad en agua, son hidrofóbicos. Los lípidos involucran moléculas y sustancias de gran diversidad y variedad estructural tales como aceites, grasas, ceras y fosfolípidos; los cuales están ampliamente distribuidos en la naturaleza (*Wandrey et al., 2010*).

Celulosa: La celulosa es ideal para el encapsulamiento de vitaminas solubles en agua, debido a que la celulosa en sí es soluble en agua. Por ejemplo, la etilcelulosa y el acetobutirato de celulosa son polímeros insolubles, mientras que el acetofalato de celulosa presenta una solubilidad dependiente del pH (*Hernández-Torres et al., 2016*).

1.2.3. MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN

Los métodos de encapsulación se clasifican en 2 grupos (*Parra Huertas, 2010*):

- Métodos químicos: Coacervación, co-cristalización, polimerización interfacial, gelificación iónica, atrapamiento por liposomas e inclusión molecular.
- Métodos físicos o mecánicos: secado por aspersión, secado por congelamiento/enfriamiento y extrusión.

El método de encapsulación se elige de acuerdo a la aplicación requerida, el tamaño de cápsula deseado, el material a encapsular, el costo y las propiedades físicas y químicas del recubrimiento. De acuerdo con el proceso de encapsulación seleccionado, las matrices de

encapsulación, las cuáles van a influir en la estabilidad del producto durante su almacenamiento, presentan las siguientes formas (*Sandoval Aldana, et al., 2011*):

- Películas
- Esferas
- Partículas irregulares
- Estructuras porosas o compactas
- Estructuras físicas (amorfa o cristalina)

A continuación, se explican los métodos de encapsulación más utilizados:

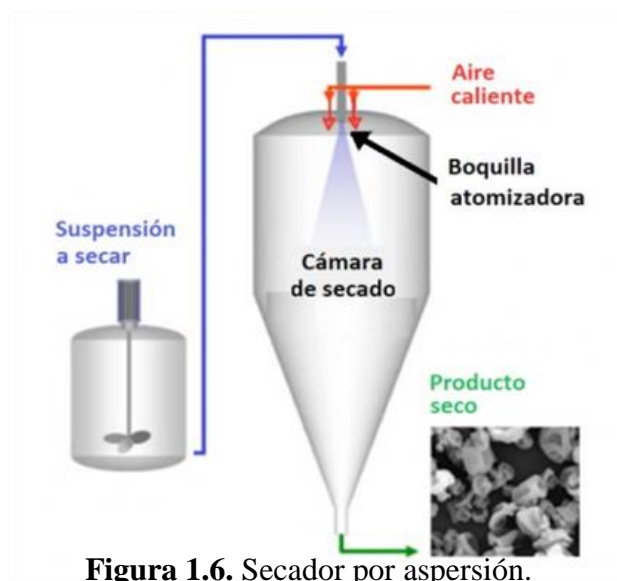
1.2.3.1. Secado por aspersión

El secado por aspersión es el proceso que transforma la materia prima a partir de un estado líquido a una forma de partícula granulada secada por medio de aire caliente (*Edrisi & Langrish, 2016*). Este método presenta las siguientes ventajas: bajo costo de operación, buena estabilidad del producto final, disminución de la actividad de agua (a_w), lo cual minimiza el deterioro microbiano; capacidad de producir polvos con contenido de humedad específico y brinda una alta eficacia de encapsulación (*Favaro-Trindade et al., 2010; Keshani et al., 2015*).

Es utilizado principalmente para la encapsulación de ingredientes alimenticios como vitaminas C y E, ácido fólico, aromas, orégano, citronela, aceite de cardamomo, bacterias probióticas, lípidos, ácido linoleico, aceites vegetales; minerales como hierro; pigmentos de antocianina y leche (*Wandrey, Bartkowiak & Harding, 2010*).

El procedimiento consiste en la preparación de una emulsión o suspensión que contenga al compuesto a encapsular y el material polimérico, el cual es pulverizado sobre un gas caliente que generalmente es aire promoviendo así la evaporación instantánea del agua, permitiendo que el principio activo presente quede atrapado dentro de una película de material encapsulante. Las micropartículas en polvo obtenidas son separadas del gas a bajas temperaturas (*Martín-Villena et al., 2009; De Vos, et al., 2010; López-Hernández, 2010*).

Los parámetros más importantes a controlar durante el secado por aspersión son: las temperaturas de entrada y salida del aire de secado, el flujo de alimentación del producto a secar, el tiempo de residencia y el acondicionamiento de la materia prima (*García et al., 2004*).



1.2.3.2. Extrusión

Consiste en producir pequeñas gotas de material encapsulado, forzando el paso de una solución a través de una aguja de jeringa o de una boquilla en los dispositivos generadores de goteo; estas gotas son depositadas dentro de una solución de endurecimiento (*De Vos, et al., 2010*). El tamaño de las cápsulas obtenidas va a depender del diámetro de salida de la solución porque mientras menor sea el diámetro de la aguja/boquilla menor será el tamaño de las cápsulas (*Chandramouli, et al., 2004*).

Este método es utilizado para encapsular microorganismos, enzimas y ácidos grasos; además se generan microcápsulas menos porosas que el secado por aspersión (*Serfert et al., 2009*). Sin embargo, este método presenta algunas desventajas como: Limitada selección del material de pared, difícil producción a gran escala por la lenta formación de las microcápsulas y susceptibilidad de los carbohidratos a tener defectos estructurales (*Motlagh et al., 2006*).

1.2.3.3. Polimerización interfacial

Este proceso consiste en producir la polimerización de un monómero en la interfase de dos sustancias inmiscibles, formando una membrana, que dará lugar a la pared de las microcápsulas (*Yañez et al., 2002*).

En la polimerización interfacial se disuelve un monómero hidrofóbico con capacidad de formar polímeros en un material activo hidrofóbico, haciendo que la mezcla se disperse en

una fase polar mientras un catalizador genera la polimerización del monómero, haciendo insoluble al polímero en la sustancia activa hidrofóbica y se deposita como cubierta de la sustancia activa. Algunos polímeros utilizados como material de recubrimiento son: las poliamidas, poliuretanos y nylon (*Jiang et al., 2012*).

1.2.3.4. Coacervación

Es un método fisicoquímico de separación de fases que está conformado de la siguiente manera: una fase líquida o continua, un material a recubrir y un material de pared; en el cual el soluto polimérico separado en pequeñas gotas constituye el coacervado y la otra fase sin polímero es llamada solución de equilibrio (*Ke Gang et al., 2005; Yañez et al., 2002*). Las cápsulas se forman por gelificación cuando el coacervado se deposita alrededor de partículas insolubles dispersas en el líquido o fase continua (*Dong et al., 2008*).

Este método se ha utilizado para producir microcápsulas de enzimas, ácidos grasos, aminoácidos, organismos, entre otros mediante el uso de alcohol polivinílico y gelatina acacia (*Aziz et al., 2014*).

1.2.3.5. Gelificación iónica

La gelificación iónica se realiza mediante la adición de una solución que contiene un polímero hidratado normalmente de alginato, por medio de goteo, sobre una solución de CaCl_2 , a una altura previamente definida, en agitación constante, para así obtener estructuras esféricas (*Gombotz & Wee, 2012*). El grado de gelificación va a depender de la hidratación del alginato y de la concentración del ion calcio (*Funami et al., 2009*).

La gelificación se produce por el entrecruzamiento de unidades de distintas cadenas de alginato con cationes multivalentes (Ca^{+2} , Zn^{+2} , $\text{Fe}^{2+/3+}$, Co^{+2} , Ba^{+2} , Al^{+3}) (*López et al., 2011*); el ion calcio se difunde hasta alcanzar la cadena polimérica, dando como resultado un material sólido con las características de un gel (*Funami et al., 2009*).

Existen 2 técnicas de gelificación iónica: externa e interna.

- **Gelificación externa:** Se difunde el ion de calcio a una emulsión W/O (que contenga alginato y la sustancia a encapsular), el tamaño de partícula que se obtiene es entre $400\ \mu\text{m}$ y $1\ \text{mm}$ (*Villena et al., 2009*). La formación del gel se inicia en la interfase y avanza hacia el interior a medida que la superficie se encuentra saturada de iones

calcio, de manera que el ion sodio proveniente de la sal de alginato es desplazado por el catión divalente solubilizado en agua (*Helgerud , et al., 2010*).

- **Gelificación interna:** Consiste en la liberación del ion calcio desde una fuente interna insoluble en una solución de alginato de sodio, al emplear esta técnica se pueden obtener partículas de un tamaño de aproximadamente 50 μm (*Villena et al., 2009*).

1.3. EMULSIONES

Se conoce como emulsiones a un sistema termodinámicamente inestable formado por dos líquidos inmiscibles, en donde uno de los líquidos se encuentra disperso en pequeñas gotas (fase dispersa), en el otro fluido (fase continua o fase dispersante) (*Contreras-Reyes & Jiménez-Munguía, 2012*). Las emulsiones tienen diferentes aplicaciones en diversos campos: alimenticia, cosmética, farmacia, química agrícola, industria de la pintura y polímeros; pretratamientos de crudos de petróleo en refinerías y en el tratamiento de aguas negras (*Muñoz et al., 2007*).

Una emulsión convencional, típicamente tiene un diámetro medio de gota de entre 0.1 a 100 μm (*Fang & Bhandari, 2010*). Para mantener la estabilidad de la emulsión se hace uso de un emulsionante o también conocido como emulgente, el cual ayudará a disminuir la tensión interfacial entre la fase dispersa y la fase continua. La estabilidad de las emulsiones va a depender de factores como la temperatura y la viscosidad (*Cano et al., 2017*). La selección del emulsionante se basa en la metodología de preparación de la emulsión, la cantidad de emulsionante añadido y en las características químicas y físicas de las fases que componen la emulsión (*Adheeb-Usaid et al., 2014*).

En la industria alimentaria, las emulsiones se utilizan principalmente como precursores para la encapsulación de vitaminas, sabores y/o nutraceuticos, con el propósito de incrementar la estabilidad de los ingredientes alimenticios, disminuir su degradación inducida por el aire y evitar la evaporación de los aromas (*Nedovic et al., 2011*).

Dependiendo de la naturaleza de la fase dispersa y la fase continua, las emulsiones se clasifican en simples y múltiples:

Simples: En este tipo de emulsiones, existe una sola fase dispersa y una fase continua, este de las cuales se distinguen 2 grupos: las de aceite en agua (O/W) y las de agua en aceite (W/O). Al primer grupo corresponden, por ejemplo, la leche, la crema, la mayonesa, las sopas y las salsas, mientras que la margarina y la manteca representan al segundo grupo (Álvarez-Cerimedo, 2013).

Múltiples: Están constituidas por una fase dispersa inmisible en la fase continua, podemos encontrar 2 grupos: aceite en agua en aceite (O/W/O) y las de agua en aceite en agua (W/O/W). Se utilizan fundamentalmente para encapsular y liberar de forma controlada principios activos en numerosas aplicaciones, incluyendo la administración de fármacos, alimentos, cosmética, separaciones químicas y síntesis de microesferas y microcápsulas (Kumar et al., 2012).

A continuación, se presentan los métodos para la preparación de emulsiones:

Método mecánico: Se utilizan dispositivos de agitación como los homogeneizador o agitadores mecánicos, la turbulencia de la agitación da como resultado la dispersión de los fluidos (Fernández-Arteaga, 2006).

Método de inversión de fase: Se obtiene una emulsión O/W a partir de una emulsión W/O y una inversión de fase. El emulsionante es solubilizado en aceite y el agua añadida lentamente bajo agitación continua, para obtener una emulsión W/O. Con una mayor adición de agua la emulsión atraviesa el punto de inversión de fases (de W/O a O/W); fenómeno que va acompañado de una fuerte disminución de la viscosidad (Solans et al., 2001).

Método PIT: Se obtienen pequeñas gotas al emulsionar dos fluidos a una temperatura unos grados por debajo del punto PIT (Temperatura a la cual la emulsión pasa de ser O/W a W/O) del tensioactivo. En el punto PIT, la tensión interfacial decrece, haciendo posible la formación de gotas muy pequeñas. Realizando un rápido enfriamiento de 25-30 °C de emulsiones preparadas a la temperatura HLB (escala de balance hidro-lipofílico, que va de 1 a 20) se obtienen emulsiones con estabilidad cinética (Castañeta et al., 2011; Shinoda & Saito, 1968).

1.4. HIDROCOLOIDES

Los hidrocoloides o gomas son polímeros de cadenas largas que poseen un alto peso molecular que actúan como estabilizantes, espesantes y/o gelificante cuando son mezclados con el agua (Rodríguez & Sandoval, 2003).

Generalmente, forman recubrimientos con buenas propiedades mecánicas, además funcionan como barrera para los gases O₂ y CO₂, pero no logran impedir completamente la transmisión de vapor de agua (Pastor *et al.*, 2005). Los hidrocoloides presentan una gran cantidad de grupos hidroxilo, las cuales aumentan de manera notable su afinidad para enlazar moléculas de agua, convirtiéndolos en compuestos hidrofílicos (Milani & Maleki, 2012). Los hidrocoloides se clasifican en 3 categorías: Naturales, semi-sintéticos y sintéticos (Quintero-Valbuena, 2016). Los hidrocoloides naturales y los semi-sintéticos son empleados principalmente en alimentos y los de origen sintético son de amplia aplicación en productos de cuidado personal (Broze, 2011).

Naturales	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Exudados de plantas: arábica, tragacano, karaya, ghatti. ▪ Semillas de plantas: Garrofin, guar ▪ Extractos de algas marinas: agar, alginatos, carragenina. ▪ Almidones ▪ Animal: gelatina, albumina, caseína ▪ Subproducto vegetal: pectina, arabinogalactano
Semi-sintéticos	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Derivados de la celulosa: CMC, metilcelulosa, hidroxipropilcelulosa ▪ Gomas de fermentación microbiano: xantana, gelano ▪ Almidones modificados: carboximetil almidón, hidroxipropil almidón ▪ Modificados químicamente: alginato de propilenglicol, pectina metoxilada
Sintéticos	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Polímeros vinílicos: polivinilalcohol (PVA), polivilpirolidina (PVP) ▪ Polímeros de óxido de etileno: Poliox

Tabla 1.1. Clasificación de los hidrocoloides.

Entre las principales aplicaciones de estos polímeros podemos destacar las siguientes: Preparación de lociones, shampoo y acondicionadores para el cabello; en biotecnología para la inmovilización de organelos celulares y como medio de cultivo para hongos y microalgas (Mirhosseini *et al.*, 2012); y en textiles se usan en la impresión de estampados en tela (Grobl *et al.*, 2005).

El uso de hidrocoloides en los alimentos es gracias a su capacidad para modificar la reología del sistema alimentario, se enfoca principalmente en modificar el comportamiento del flujo (viscosidad) y la propiedad mecánica sólida (textura). La modificación de la textura y / o la viscosidad de los alimentos permite modificar sus propiedades sensoriales.

Los hidrocoloides tienen una amplia gama de propiedades funcionales en los alimentos. Estos incluyen el espesamiento, gelificación, emulsificación y estabilización. Los hidrocoloides se dispersan en agua para dar un efecto espesante o productor de viscosidad. Esta propiedad de espesamiento del agua es común en todos los hidrocoloides y es la razón principal de su uso general (*Saha & Bhattacharya, 2010*).

1.4.1. ALGINATOS

El alginato es un polímero del ácido β -D-manurónico y el ácido α -L-gulurónico, unidos por enlaces glucosídicos (1-4), agrupados en tres tipos de segmentos: D-manurónico (M), L-gulurónico (G) y un tercer segmento de diadas con ambos ácidos alternados (MM, GG, MG,) (*Lupo-Pasin et al., 2012*). Los alginatos son extraídos principalmente de los géneros de las algas feofitas siguientes: *Macrocystis*, *Laminaria*, *Ascophyllum*, *Durvillaea*, *Lessonia*, *Ecklonia*, *Eisenia*, *Sargassum* y *Turbinaria* (*Lewis et al., 1988*).

El alginato de sodio es la forma más comercializada de alginato y sus aplicaciones en la industria alimentaria, permite mantener la calidad de los productos alimenticios en almacenamiento gracias a las siguientes características: Propiedades de barrera contra la pérdida de humedad causada por la deshidratación en alimentos de alto contenido de humedad y soporte para el transporte de compuestos antimicrobianos y probióticos (*Méndez-Reyes et al., 2014*).

Los alginatos cuentan con propiedades espesantes, gelificantes, estabilizantes, formadores de película y filamentos; y emulsificantes, sus aplicaciones se encuentran en las siguientes industrias: textil, alimenticia, papelera, farmacéutica, dental, de cosméticos. En la industria alimentaria el uso de alginatos tiene múltiples aplicaciones (*Hernández & Rodríguez, 1990*):

- Brindan consistencia y un aspecto adecuado a productos lácteos y enlatados.
- Aseguran una textura suave y el descongelamiento uniforme en productos congelados.
- Sirven como estabilizadores de la espuma de la cerveza.

- Como gelificante es empleado en postres instantáneos de leche, gelatinas, postres de frutas y comida para animales.
- Permite proteger a los compuestos encapsulados de factores adversos como el calor y la humedad, garantizando una mejor estabilidad.

1.4.2. MUCÍLAGOS

Los mucílagos son polisacáridos naturales constituidos por una fracción neutral y la otra ácida. La primera, está constituida por una cadena principal de β -D-xilano y arabinoxilano, donde las cadenas de arabinosa y galactosa están conectada a la posición 2 o 3 de la cadena principal. La fracción ácida está constituida por una cadena principal de α -L-ramnopiranosil y residuos del ácido D-galactopiranosilurónico con cadenas de fucosa y galactosa (Paynel et al., 2013).

Entre las propiedades que posee este polisacárido destacamos las siguientes: conocido por ser agentes de retención de agua, espesante, agente aglutinante, estabilizante de emulsión, agentes de suspensión, agente gelificante y formador de películas (Nayak et al., 2010).

La viscosidad es la principal característica de los mucílagos, lo que implica una gran variedad de aplicaciones en diferentes sectores de la industria (alimenticia, farmacéutica, cosmética), como su aplicación como aditivo de alimentos, adhesivo de pinturas y recubrimiento de mucosa gástrica ulcerada, entre otras (Vargas Rodríguez et al., 2016).

No existe un método específico para la extracción de mucilagos, debido a que el método cambia según la fuente de mucílago (cladodio o fruto) y la parte concreta de la que se extraerá el hidrocoloide (piel, pulpa o semillas).

A continuación, se citan algunos artículos que aplican diferentes metodologías de extracción de mucílagos: “Propiedades físicas del mucílago de nopal” (Vargas-Rodríguez et al., 2016), “Extraction and Characterization of Tamarind Seed Polysaccharide as a Pharmaceutical Excipient (Singh, Malviya & Sharma, 2011) y “propiedades reológicas del mucílago de semilla de tamarindo (*Tamarindus indica* L.) obtenido por secado por aspersión como una fuente novedosa de hidrocoloide” (Alpizar Reyes et al., 2018).

1.4.2.1. MUCÍLAGO DE NOPAL

El nopal (*Opuntia ficus indica*) es el producto con mayor importancia agronómica a nivel mundial, no solamente a sus deliciosos frutos, también a sus cladodios, los cuales al estar maduros son usados como forraje o para el consumo humano cuando son tiernos (Casas & Barrera, 2002). Existen alrededor de 300 especies del género en el mundo y cerca de 100 de ellas existen en México.

Aunque la principal aplicación del nopal es para el consumo humano, tiene otras aplicaciones, por ejemplo, en el campo de la medicina los cladodios tiernos son utilizados para el tratamiento de la diabetes (Andrade-Cetto & Wiedenfeld, 2011); mientras que en el sector industrial se ocupan para la obtención de alcohol, colorantes (Cochinilla), jabón, pectinas y aceites (Aguilar et al., 2006).

El mucílago de nopal (MN), es un polisacárido que se obtiene a partir de los cladodios de nopal con un peso molecular en un intervalo de $2,3 \times 10^4$ a $4,3 \times 10^6$ en el orden de los millones de Da. Es una sustancia hidrocoloidal que presenta una cadena principal lineal con repeticiones de β (1-4) D-ácido galacturónico y α (1-2) L-ramnosa ligado con cadenas laterales de oligosacáridos β (1-6) D-galactosa unidos a O (4) de L-ramnosa y residuos (Espino-Díaz et al., 2010).

Los principales compuestos que se encuentran en el mucílago de nopal son: L-arabinosa (24,6-42%), D-galactosa (21-40,1%), L-ramnosa (7-13,1%), D-xilosa (22-22,2%) y ácido D-galacturónico (8-12,7%) (Rodríguez-Henao, 2017).

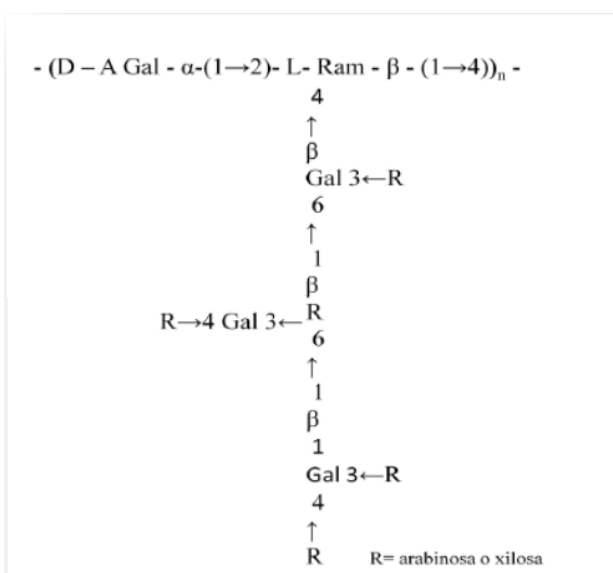


Figura 1.7. Estructura del mucílago de nopal, (*McGravie & Parolis, 1981*).

El MN ha sido tema de interés para muchos investigadores debido a las propiedades funcionales que posee, usadas principalmente en el sector alimenticio, las cuales se mencionan a continuación: Estabilizante de suspensiones y de emulsiones tipo O/W (aceite-agua), reduce la tensión superficial e interfacial, tiene la capacidad de formar geles, gran capacidad de retención de agua, mejorador de textura, cuando entra en contacto con el agua forman dispersiones viscosas (*Garti, 1999*), inhibidor de sinéresis (separación de las fases que componen una suspensión o mezcla) y además se pueden crear películas comestibles.

Otras aplicaciones que tiene el MN fuera de la industria alimenticia está la utilización de penca en la clarificación de aguas, se agrega a la cal como adherente de pintura o su introducción en el suelo para aumentar la infiltración de agua (*Valdez et al., 2008*).

1.5. ESTABILIDAD DE SISTEMAS ENCAPSULANTES

1.5.1. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

Las isotermas de sorción describen la relación que existe entre la actividad del agua (a_w) y el contenido de humedad en equilibrio de un material a una temperatura constante (*Alpizar-Reyes et al. 2017*). Para la industria alimenticia realizar una correcta interpretación de las isotermas de sorción, es importante ya que influyen de la siguiente manera: En el diseño y optimización de equipos de secado, en el diseño de paquetes, predicciones sobre la calidad del producto, estabilidad, determinación de la vida útil y cálculo de los cambios de humedad que pueden ocurrir durante el almacenamiento (*Andrade et al., 2011*).

Además, las isotermas de sorción se pueden usar para investigar las características estructurales de un producto alimenticio, como el área de superficie específica, distribución del tamaño de los poros y cristalinidad (*Pérez-Alonso et al., 2006*). Para el caso de la microencapsulación, nos permite saber el comportamiento de las microcápsulas en diferentes ambientes (*Spada et al., 2013*).

Las curvas isotérmicas se obtienen de 2 maneras: Cuando aumenta la presión de vapor de agua se obtiene un isoterma de adsorción y al momento que disminuye la presión se obtiene un isoterma de desorción. Los procesos de adsorción y desorción no son completamente reversibles debido al efecto de la histéresis, ya que varios fenómenos y reacciones químicas

tienen lugar en el adsorbente. La extensión de la histéresis se relaciona con la naturaleza y el estado de los componentes de los alimentos (Włodarczyk Stasiak & Jamroz, 2008; Kapsalis, 1981).

En la figura 1.8 se muestran las isotermas de adsorción y de desorción en función de la relación de actividad de agua y el contenido de humedad. Se puede observar el efecto de la histéresis, donde las curvas isotérmicas no coinciden (Andrade et al., 2011).

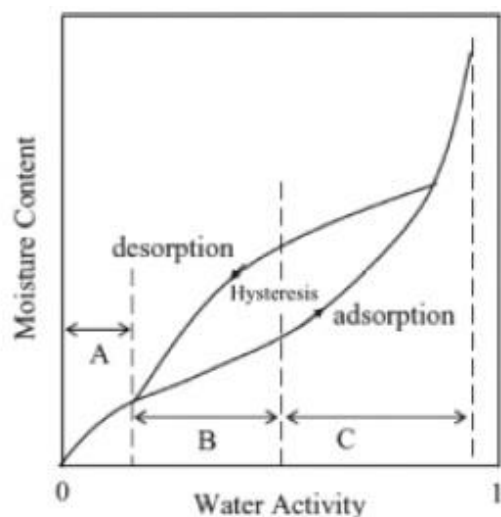


Figura 1.8. Curvas isotérmicas de adsorción y desorción (Andrade et al., 2011).

Se ha utilizado un gran número de modelos teóricos y empíricos para describir las isotermas de sorción Van den Berg & Bruin (1981) clasificaron los 77 modelos más importantes en tres grupos: teórico (48), parcialmente teórico (15) y totalmente empírico (14).

A continuación, se presentan los diferentes modelos empleados para la obtención de isotermas de adsorción:

	Modelo	Ecuación	Fuente de consulta
Empírica	Henderson	$M = \left[\frac{-\ln(1 - a_w)}{A} \right]^{\frac{1}{B}}$	Martinelli et al., 2007

	Oswin	$M = A \cdot \left[\frac{a_W}{(1 - a_W)} \right]^B$	
Semi-Empírica	Lewiki (dos parámetros)	$M = A \left(\frac{1}{a_W} - 1 \right)^{B-1}$	Pahlevan-zadeh & Yazdani, 2004
	Halsey	$M = \left[-\frac{A}{T \cdot \ln a_W} \right]^{1/B}$	
Teórica	GAB	$M = \frac{M_0 \cdot C_G \cdot K \cdot a_W}{(1 - K \cdot a_W) \cdot (1 - K \cdot a_W + C_G \cdot K \cdot a_W)}$	Morales et al., 2008
	BET	$M = \frac{M_0 \cdot C_B \cdot a_W}{(1 - a_W) \cdot (1 - a_W + C_B \cdot a_W)}$	

Tabla 1.2. Modelos de los isotermas de adsorción.

Los modelos más usados son los de GAB y BET donde:

- A y B son constantes para las ecuaciones de Oswin, Henderson, Lewicki y Hasley.
- M es el contenido de humedad en [kg H₂O/100 kg s.s.].
- T es la temperatura en °K.
- M₀ es el contenido de humedad en la monocapa (es el contenido de agua correspondiente a la saturación de todos los sitios primarios, por una molécula de agua).
- C_G, K y C_B son constantes para GAB y BET.

La ecuación de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) es un modelo de película condensada y de absorción multicapa localizada. Es considerado como el mejor modelo teórico para los fenómenos de sorción en los alimentos, gracias a que proporciona información valiosa sobre los cambios relacionados con la energía de sorción del sistema (*Sánchez-Sáenz et al., 2011*).

Además, al contar con un número pequeño de parámetros (3), se ha encontrado que la ecuación de GAB representa adecuadamente los datos experimentales en el rango de la actividad del agua de mayor interés práctico en los alimentos, es decir, 0.10 ± 0.90 (*Rizvi, 1995*).

De acuerdo con Brunauer, clasificó las isothermas de adsorción en cinco tipos: I, II, III, IV y V, en base a su forma y procesos que controlan la forma los cuáles se explican a continuación (Brunauer et al., 1940):

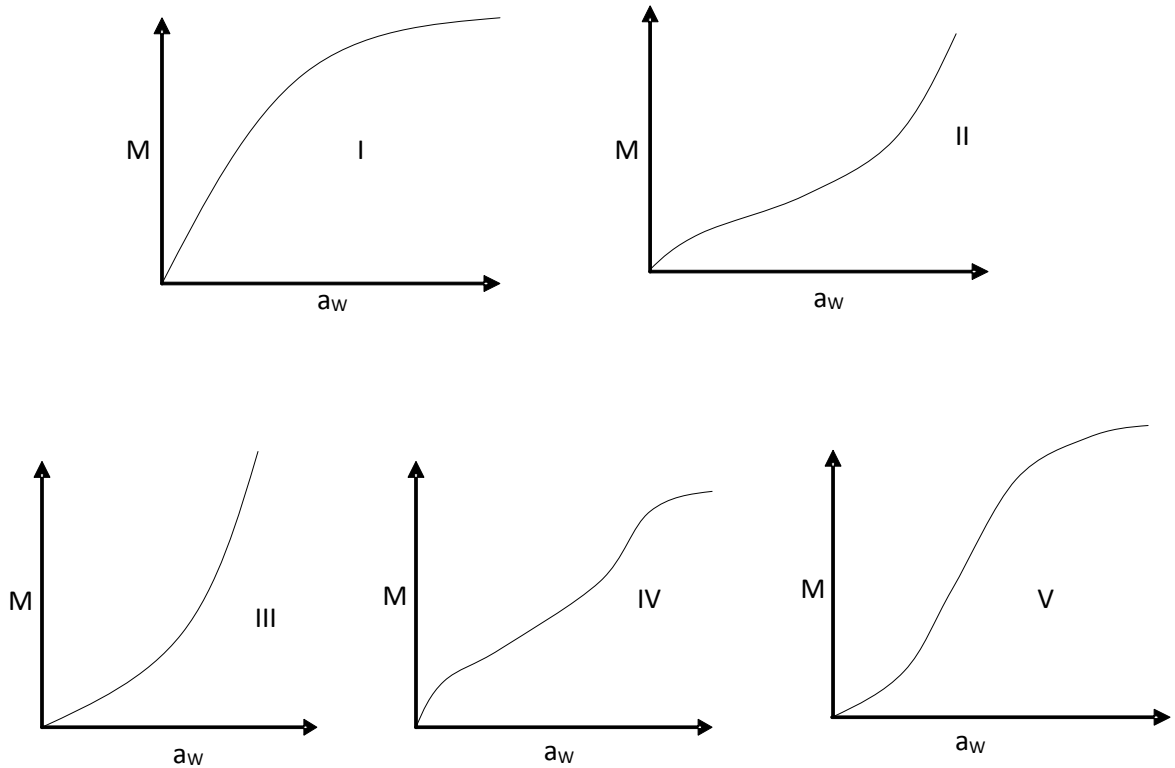


Figura 1.9. Clasificación de las isothermas de adsorción donde se relaciona el contenido de húmedas vs la actividad de agua (Brunauer et al., 1940).

Tipo I: También denominado isoterma de Langmuir, el adsorbato cubre al adsorbente, el cual tiene una superficie uniforme, hasta que se forma una monocapa y entonces el proceso se detiene, además de que es característica de un proceso de quimisorción observado en adsorbentes microporosos (Blahovec & Yanniotis, 2009).

Tipo II: Es la forma normal de isoterma que se obtiene a partir de un sólido no poroso o macroporoso, en el que las curvas son cóncavas hacia arriba; tiene en cuenta la existencia de multicapas en la superficie interna de un material. Las isothermas de sorción en forma sigmoidea, como las ecuaciones BET y / o GAB, representan el tipo II de la clasificación de Brunauer (Blahovec & Yanniotis, 2009; Andrade et al., 2011).

Tipo III: Son relativamente raros se observan frecuentemente en sólidos solubles en agua, se caracterizan porque el contenido de humedad aumenta con la actividad de agua de tal manera que el primer derivado del contenido de humedad también aumenta al aumentar la actividad del agua. Este tipo de isothermas sugiere la formación de multicapas por lo que lo hace parecido al tipo II (Adamson, 1976).

Tipo IV: Describe la adsorción de un sólido hidrófilico hinchable, hasta que se alcanza un máximo de hidratación del sitio (Andrade et al., 2011).

Tipo V: La isoterma de adsorción multicapa Brunauer-Emmett-Teller (BET), es la observada en la adsorción de vapor de agua sobre el carbón y está relacionada con las isothermas tipo 2 y 3 (Andrade et al., 2011).

Las isothermas de tipo IV y tipo V se observan frecuentemente en los casos de condensación capilar.

1.5.2. ACTIVIDAD DE AGUA

En los productos alimentarios, conocer la naturaleza fisicoquímica del agua es fundamental, para entender su efecto sobre su estabilidad y las condiciones adecuadas de almacenamiento. Además, la vida útil de los productos empacados se ve afectada por la temperatura y la humedad relativa de almacenamiento y por lo tanto, de la actividad de agua del producto.

El agua en los alimentos se mide generalmente en términos de la actividad del agua (a_w) que se presenta, como la relación entre la presión de vapor de agua en la interfaz sólido-gas (p) y la presión de vapor del agua pura (p_o), ambas presiones se encuentran a una misma temperatura:

$$a_w = \frac{p}{p_o}$$

Ec. 1.1

Cuando un alimento húmedo está en equilibrio con su entorno, es decir, la presión de vapor de agua del alimento es igual a la presión parcial de vapor de agua en el ambiente, la actividad del agua en el alimento es igual a la humedad relativa de equilibrio del aire. Conocer el valor del a_w nos permite predecir la estabilidad física, química y microbiológica, y por lo tanto, la vida útil de los alimentos (Arslan & Togrul, 2005).

Se ha demostrado que la a_w es un factor clave para el crecimiento microbiano, producción de toxinas y resistencia al calor de los microorganismos llegando a afectar la calidad del producto (*Ramírez-Miranda et al., 2014*).

Los valores de la a_w varían de 0.1 para alimentos secos hasta un valor máximo de 1.0 para los alimentos con alta humedad; la disminución de la a_w frena el crecimiento de microorganismos, disminuye las reacciones enzimáticas y la oxidación de lípidos.

Para los alimentos con un a_w de 0.2 y 0.4; permite su conservación a condiciones ambientales. Los alimentos con una a_w de entre 0.6 a 0.9, están protegidos de la acción de algunos microorganismos, pero se deben mantenerse en un medio que evite la inestabilidad temprana del producto. Los valores superiores a 0.9, comúnmente de los vegetales frescos, ofrecen menor estabilidad y calidad (*Eunice-Ríos et al., 2007*).

El método gravimétrico es bastante exacto para la obtención de valores de a_w , requiriendo para su desarrollo: El uso de placas Petri, papel de filtro, incubadoras y balanzas analíticas. Sin embargo, este método puede presentar desviaciones en los resultados cuando se trata de muestras con sustancias volátiles, o con alto contenido graso que se oxida rápidamente, dando como resultado, que se vea afectado la determinación del peso de las muestras (*Placido & Alemán, 2002*).

1.5.3. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS

Las propiedades termodinámicas de los alimentos, relacionan la concentración de agua con su presión parcial, la cual es fundamental para el análisis del calor y los fenómenos de transporte de masa durante el proceso de deshidratación. Determinan el punto final al que se debe deshidratar los alimentos para lograr su estabilidad con un contenido de humedad óptimo, además nos permite conocer la cantidad mínima teórica de energía requerida para eliminar cierta cantidad de agua de los alimentos (*Aviara & Ajibola, 2002*).

Adicionalmente, las propiedades termodinámicas dan una explicación de las reacciones y los fenómenos que ocurren a nivel molecular, en los materiales y representan la cantidad de energía, el orden o estado excitado y el equilibrio químico de las moléculas de agua, en el interior del material (*Brovchenko & Oleinikova, 2008*).

Las isothermas de sorción no solo permiten conocer la relación que existe entre la actividad de agua y el contenido de humedad de un producto alimenticio, además nos ayudan a calcular las propiedades termodinámicas diferenciales e integrales. Con la obtención de estos datos se puede seleccionar el empaque apropiado y determinar las condiciones adecuadas de almacenamiento para garantizar la retención de aromas, sabores, colores, textura y nutrientes de los alimentos (*Rubiano et al., 2015*).

Como se mencionó anteriormente, las propiedades termodinámicas son fácilmente calculadas a partir de isothermas de sorción, para tener una mejor interpretación de los resultados experimentales a partir de la declaración teórica. Las funciones empleadas son: la energía libre de Gibbs (ΔG), la entalpía (ΔH) y entropía (ΔS) diferencial e integral; y el calor diferencial de sorción (*Aviara & Ajibola, 2002; Iglesias, Chirife, & Viollaz, 1976*).

1.- Energía libre de Gibbs (ΔG): Es la energía necesaria para transferir una molécula de agua del estado de vapor al estado adsorbido. Es una medida cuantitativa de la afinidad entre el alimento seco y el agua y proporciona un criterio espontáneo ($-\Delta G$) o no espontáneo ($+\Delta G$) del proceso de adsorción (*Sánchez-Sáenz et al., 2011*).

2.- Entalpía (ΔH): La entalpía integral, es empleada como un indicador de fuerza entre las moléculas de agua y el sólido. Los cambios en la entalpía se relacionan con las fuerzas de unión ($-\Delta H$) o de repulsión ($+\Delta H$) entre las moléculas de agua y el material de pared (*Pérez-Alonso et al., 2006*).

3.- Entropía (ΔS): Se conoce como entropía integral mínima, al punto máximo de estabilidad de un producto alimenticio, en donde ocurren los enlaces más fuertes entre el adsorbato (agua) y el adsorbente (alimento) y en que sitios el agua estaría menos disponible, lo que desencadenaría reacciones químicas y el deterioro del producto (*Alpizar-Reyes et al., 2017*). Además, los cambios de entropía, pueden definir el grado de orden o desorden presentes en el material de la pared y las moléculas de agua (*Pérez-Alonso et al., 2006*).

4.- Calor diferencial de sorción: Llamada también entalpía diferencial de sorción, indica una medida de la fuerza de enlace o de unión entre las moléculas de agua y la superficie del alimento. Es un parámetro de mucha utilidad en los procesos de desorción y adsorción de agua en alimentos (*Ayala-Aponte, 2011*).

Las propiedades termodinámicas asumen que la adsorción de agua es un proceso que ocurre en un sólido inerte, porque se alcanza el equilibrio entre las moléculas de agua adsorbidas en el sólido y las moléculas de agua circundantes en estado de vapor. Se considera que el vapor de agua tiene un comportamiento ideal del gas, ya que el proceso se evalúa a baja presión y que solo la adsorción de agua (fisisorción) ocupa la superficie sólida (*Liebanes et al., 2006*).

JUSTIFICACIÓN

2. JUSTIFICACIÓN

El consumo de ácidos grasos poli-insaturados (Omega 3 y Omega 6) es de vital importancia, debido a los aportes benéficos para la salud humana de entre los cuales se destacan los siguientes: prevención de enfermedades cardiovasculares, control de la presión arterial y reducción de niveles altos de colesterol y triglicéridos. Aceites esenciales como el aceite de ajonjolí, poseen un alto contenido de estos ácidos grasos, haciéndolo un producto alimenticio importante para el consumo humano. Sin embargo, la principal problemática de este producto es su tendencia a degradarse en presencia de factores ambientales (luz, humedad, oxígeno y temperatura) si no se encuentra almacenado en las condiciones adecuadas, dando como resultado, la pérdida de sabor, textura y valor nutricional. Debido a esto, el aceite de ajonjolí es un producto muy difícil de manejar durante su procesamiento y almacenamiento.

Para la protección, estabilidad y extensión de la vida útil de los aceites esenciales, la industria alimenticia ha recurrido a la tecnología de encapsulación, que consiste en el recubrimiento de aceites mediante el uso de agentes encapsulantes como biopolímeros, los cuales forman una capa protectora que brindan un producto con mayor estabilidad y evitan su degradación y volatilización.

Se ha demostrado en diversos estudios que algunos biopolímeros como el mucílago de nopal (MN) y el alginato de sodio (AS), cuentan con propiedades funcionales (espesantes, espumantes, emulsionantes, gelificantes, encapsulantes, retenedores de agua), que permiten tener una mayor retención de aceites esenciales al ser mezclados. Además, es importante conocer el comportamiento que presentan las microcápsulas en diferentes ambientes, para así poder predecir bajo qué condiciones presentan mayor estabilidad y garantizan una mayor protección del principio activo.

El objetivo principal de este trabajo de investigación fue llevar a cabo un estudio termodinámico de microcápsulas de geles conformados por MN-AS conteniendo aceite de ajonjolí (*Sesamum indicum L.*) como ingrediente activo mediante la aplicación de la tecnología de gelación iónica, para alargar el tiempo de vida útil, retardar reacciones no deseadas y garantizar una mayor calidad y estabilidad durante su almacenamiento.

HIPÓTESIS

3. HIPÓTESIS

La entalpía diferencial y la entropía integral presentan una relación directa con el contenido de humedad de geles de mucílago de nopal- alginato de sodio que contiene aceite de ajonjolí, para establecer condiciones de almacenamiento.

OBJETIVOS

4. OBJETIVOS

4.1 Objetivo general

Analizar termodinámicamente microcápsulas de geles MN-AS que contienen aceite de ajonjolí (*Sesamum indicum L.*) obtenidas mediante gelación iónica, para establecer condiciones de almacenamiento.

4.2 Objetivos específicos

- Extraer mucilago de nopal utilizando técnicas fisicoquímicas, y obtenerlo en forma de polvo por secado por convección.
- Extraer el aceite de ajonjolí, mediante el método de prensado en frío.
- Formulación de emulsiones de O/W de aceite de ajonjolí utilizando tres sistemas de mucilago de nopal-alginato de sodio.
- Sintetizar los geles mucílago de nopal-alginato de sodio (MN-AS) que contienen aceite de ajonjolí, empleando el método de gelación iónica.
- Estudiar las isothermas de adsorción y determinar las propiedades termodinámicas (entalpía, entropía y energía libre de Gibbs) de los geles MN-AS, para determinar las condiciones adecuadas de almacenamiento.

MATERIALES

Y

METODOLOGÍA

5. MATERIALES Y METODOLOGÍA

5.1. MATERIALES

Los cladodios de nopal, pertenecientes a la especie *Opuntia ficus-indica* fueron adquiridos en el mercado “Los portales”, ubicado en el municipio de Tenango del Valle, Estado de México.

Las semillas de ajonjolí sin cutícula, se adquirieron en el mercado “Los portales”, el cual se encuentra ubicado en el municipio de Tenango del Valle, Estado de México.

El alginato de sodio de peso molecular bajo, fue adquirido en la empresa FMC, ubicada en el municipio de Toluca, Estado de México, bajo el nombre de protanal RF 6650.

El agua destilada fue adquirida de la planta piloto de Ingeniería Química, que se encuentra en la Facultad de Química campus “El cerrillo”, de la Universidad Autónoma del Estado de México.

El cloruro de calcio (CaCl_2), empleado para la síntesis de los geles de ajonjolí, fue adquirido de la compañía Sigma-Aldrich S.A de C.V. ubicada en el municipio de Toluca, Estado de México.

Las sales utilizadas para la obtención de los isoterms de adsorción: Cloruro de litio (LiCl), Acetato de potasio (KCH_3CO_2), Cloruro de magnesio (MgCl_2), Carbonato de potasio (K_2CO_3), Nitrato de magnesio pentahidratado ($\text{MgNO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), Nitrito de sodio (NaNO_2), Cloruro de sodio (NaCl) y Cloruro de potasio (KCl); fueron proporcionadas por la compañía Sigma-Aldrich S.A de C.V. ubicada en el municipio de Toluca, Estado de México.

5.2. METODOLOGÍA

5.2.1. EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO DE NOPAL

Una vez retiradas las espinas de los cladodios, estos se lavaron con agua corriente a temperatura de almacén. Con un cuchillo de acero inoxidable, se cortaron en pequeñas rebanadas con un área y un espesor de 0.004 m^2 y $2 \pm 0.02 \text{ cm}$ respectivamente; las rebanadas fueron pesadas y colocadas dentro de un contenedor de acero inoxidable que contenía agua destilada siguiendo una relación 1:3 nopal-agua destilada. Mediante el uso de un agitador modelo BDC-6015 se llevó la mezcla a una temperatura de $\pm 70 \text{ }^\circ\text{C}$ durante un tiempo de 2.5

h. Terminado este periodo de tiempo, mediante el método de decantación, se separó la fase sólida de la líquida empleando un tamiz del No. 100. El mucílago extraído fue colocado en charolas de aluminio, posteriormente se colocaron en una estufa de convección forzada (marca Felisa), para secar la muestra a una temperatura de ± 80 °C durante 18 h. El mucílago seco se pesó, se evaluó su rendimiento y se almacenó en un contenedor de plástico, para evitar que la muestra se vea afectada. Todo este proceso se llevó a cabo, siguiendo las metodología de *León-Martínez et al. (2010)*.

5.2.2. EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE AJONJOLÍ

Para la extracción del aceite, se utilizó el método de prensado en frío. Este método consiste en colocar 300 g de semilla de ajonjolí dentro de un émbolo de 40 cm de largo por 10 cm de diámetro, posteriormente se colocó en una prensa hidráulica y se comenzó a ejercer presión sobre el pistón hasta las 9 toneladas de presión a temperatura de almacén.

El aceite se recolectó en una charola de aluminio, para después ser almacenado dentro de un frasco de vidrio color ámbar, para evitar la oxidación del aceite.

5.2.3. FORMULACIÓN Y OBTENCIÓN DE LAS EMULSIONES

Para la formulación de las emulsiones (O/W) que contienen aceite de ajonjolí como fase dispersa, se emplearon 3 mezclas de MN-AS de la siguiente manera: 0:100, 50-50 y 62.5-37.5 %.

Las dispersiones acuosas de los biopolímeros se prepararon a una concentración de 2% (p/v), la relación del material de pared con respecto al aceite de ajonjolí fue de 1:5 y la fracción volumétrica dispersa ($\phi_{O/W}$) de 0.1. En la tabla 3 se muestran las formulaciones para los 3 sistemas:

Sistema	AS %	MN %	H ₂ O destilada %	Aceite de ajonjolí %
1	2	0	98	10
2	1	1	98	10
3	0.75	1.25	98	10

Tabla 5.1. Formulación de los sistemas mucílago de nopal (MN) – Alginato de sodio (AS)

Las emulsiones constan de 2 fases, la fase dispersa y la fase dispersante o continua; como etapa inicial se preparó la fase dispersante disolviendo en 100 mL de agua destilada contenida en un vaso de precipitado, la mezcla de los polímeros AS-MN y se mantuvo en agitación durante 24 h. Para evitar el crecimiento de microorganismos, se adicionó 0.3% de azida de sodio basado en el total de gramos de la emulsión.

Para la segunda etapa, se añaden 10 g de aceite de ajonjolí (fase dispersa) gota por gota a la fase dispersante, posteriormente se coloca el vaso de precipitado que contiene la mezcla en un baño de hielo para mantener la temperatura por debajo de 30°C. Para obtener la emulsión se hace uso de un homogeneizador Ultra-Turrax T50 Basic (IKA-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) empleando una velocidad de 5200 rpm durante 10 min.

5.2.4. OBTENCIÓN DE LOS GELES MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA

Se disolvieron 4 g de cloruro de calcio (CaCl_2) en 196 g de H_2O en un vaso de precipitado, esta solución tiene que estar bajo una agitación constante de 350 rpm. Se fueron extrayendo las emulsiones, utilizando una pipeta de Pasteur con un diámetro de 50 micrómetros, y se gotearon dentro de la solución de CaCl_2 , una vez que se terminó de agregar la emulsión, se continúa con la agitación durante 1 h para completar el proceso de gelificación.

Posteriormente se filtraron las cápsulas obtenidas y se lavaron con agua destilada durante 3 minutos. Al terminar el proceso de lavado, las capsulas fueron colocadas dentro de charolas de aluminio y posteriormente estas se colocaron en una estufa de convección forzada, (marca Felisa) para ser secadas a una temperatura de $\pm 45^\circ\text{C}$ durante 24 h. Este proceso se llevó a cabo siguiendo la metodología de *Eng-Seng (2011)*.

5.2.5. OBTENCIÓN DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

Para determinar las isotermas de adsorción, se emplearon las siguientes temperaturas 25, 35 y 45 °C, utilizando el método gravimétrico de celdas de equilibrio en el intervalo de actividad acuosa (a_w) de 0.11 a 0.85 descrito por Lang *et al.* (1981).

Se prepararon 8 soluciones salinas las cuáles se colocaron al fondo de los desecadores de vidrio de 10 cm de diámetro, en el intervalo de actividad acuosa (a_w) de 0.1 a 0.9 (Labuza *et*

al., 1985). Por cada solución se utilizaron 3 desecadores para acondicionarlos a las temperaturas determinadas.

Posteriormente se pesó 1.0 g de microcápsulas en una balanza analítica marca Ohaus (modelo AP210, Nueva Jersey, EUA) y se colocaron en contenedores de vidrio y estos a su vez, se colocaron encima de las soluciones utilizando portamuestras de plástico perforadas, para permitir la transferencia de la humedad.

Una vez adaptados los desecadores, se introdujeron en estufas de convección forzada, (marca Felisa) a las temperaturas de 25, 35 y 45 °C. Las muestras se pesaron cada 3 días en una balanza electrónica Ohaus (modelo AP210, Nueva Jersey, EUA), hasta alcanzar el estado de equilibrio que varía entre los 25 a 30 días. Mientras que la actividad de agua se midió usando un medidor de actividad acuosa (mod. Series 3TE con compensador de temperatura, Decagon, Wilmington, EUA).

Los datos de las isotermas obtenidas experimentalmente, se ajustaron al modelo de Guggenheim-Anderson-De Boer (GAB), la cual se expresa matemáticamente como (Escalona-García et al., 2016; Pérez-Alonso et al., 2006):

$$M = \frac{M_0 \cdot C_G \cdot K \cdot a_W}{(1 - K \cdot a_W) \cdot (1 - K \cdot a_W + C_G \cdot RTK \cdot a_W)} \quad \text{Ec. 5.1}$$

donde M es el contenido de humedad de equilibrio (kg H₂O / 100 kg de sólidos secos (s.s.)), M_0 es el contenido de humedad de la monocapa (kg H₂O / 100 kg s.s.), a_W es la actividad de agua, C_G es la constante de Guggenheim y K_G es la propiedad de corrección constante de las moléculas multicapa con respecto al seno del líquido.

La constante de Guggenheim C_G se expresa matemáticamente de la siguiente manera:

$$C_G = c' \exp \frac{(h_m - h_n)}{RT} \quad \text{Ec. 5.2}$$

Donde c' es la constante de la ecuación; h_m es el calor total de adsorción de la primera capa; h_n es el calor total de adsorción de las multicapas; R es la constante universal de los gases; T es la temperatura en la escala absoluta (K).

Mientras que K_G se expresa por medio de la siguiente ecuación:

$$K_G = k' \exp \frac{(h_l - h_m)}{RT} \quad \text{Ec. 5.3}$$

Donde k' es la constante de la ecuación; h_l es el calor de condensación del agua pura (kJ/mol).

Los parámetros de ajuste de la ecuación de GAB (M_0 , C_G y K_G) se determinaron mediante un análisis de regresión no lineal con el software Polymath 6.0.

Se determinó el porcentaje de error (módulo de desviación relativa media (E)) para comprobar que se realizó un buen análisis de regresión no lineal, entre los valores experimentales y los estimados del contenido de humedad mediante la siguiente ecuación (Alpizar-Reyes et al., 2017):

$$E = \frac{100}{N} \sum_{j=1}^N \frac{|M_j - M_{Estj}|}{M_j} \quad \text{Ec. 5.4}$$

Donde M_j son los valores de contenido de humedad obtenidos experimentalmente (kg H₂O / 100 kg s.s.), M_{Estj} , corresponde a los valores de humedad proporcionados por el modelo de GAB (kg H₂O / 100 kg s.s.) mientras que N es el número de datos experimentales. Al momento de obtener $E < 5\%$ se asume que se ha realizado un buen ajuste.

5.2.6. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DE LOS GELES DE ACEITE DE AJONJOLÍ

Las propiedades termodinámicas (entalpía, entropía y energía libre de Gibbs) se dividen en propiedades diferenciales e integrales, las cuales fueron obtenidas siguiendo las metodologías de Alpizar-Reyes et al. (2017) y Pérez-Alonso et al. (2006).

5.2.6.1 PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES

La entalpía diferencial (ΔH_{dif}) (kJ/mol) o conocida también como calor isotérico de adsorción es un parámetro termodinámico que se obtiene de los datos de equilibrio, y representa la diferencia entre el calor latente de adsorción y el calor latente de condensación de agua pura. La entalpía diferencial se obtiene a partir de la ecuación 5.5, que se deriva de la ecuación de Clausius-Clapeyron (Rizvi, 1986; Sánchez-Sáenz et al., 2011):

$$\left(\frac{d(\ln P/P_0)}{d(1/T)} \right)_M = \left(\frac{d(\ln a_w)}{d(1/T)} \right)_M = \frac{H_1 - h_1}{R} = -\frac{\Delta H}{R} = \frac{q_{st}}{R} \quad \text{Ec. 5.5}$$

donde:

R es la constante de gas universal (kJ / mol K), **T** es la temperatura absoluta (K), **P** es la presión de equilibrio (N / m²), **P₀** es la presión de vapor de agua pura (N / m²), **h₁** es el calor de vaporización del agua (kJ / mol), **H₁** es el calor isostérico de adsorción (kJ / mol) y **q_{st}** es el calor isostérico neto de adsorción o entalpía de adsorción (kJ / mol).

Para el cambio en la entropía diferencial molar de adsorción (ΔS_{dif}) (kJ/mol K), se obtiene a partir de la ecuación de Gibbs-Helmholtz (*Beristain et al., 2002; Pérez-Alonso et al., 2006*):

$$\Delta S_{dif} = s_1 - S_l = -\frac{\Delta H_{dif}}{T} - R \ln a_w \quad \text{Ec. 5.6}$$

donde:

$s_1 = \left(\frac{\partial S}{\partial N_1} \right)_{T,P}$ es la entropía diferencial molar del agua adsorbida en el material, **S_l** es la entropía molar del agua pura en equilibrio con el vapor (kJ/mol K), **S** es la entropía total del agua adsorbida en el material (kJ/mol K), **N₁** es el número de moles del agua adsorbida en el material, **R** es la constante universal de los gases (kJ/mol K), **a_w** es la actividad de agua y **T** es la temperatura absoluta (K).

5.2.6.2 PROPIEDADES TERMODINÁMICAS INTEGRALES

La energía libre integral (ΔG_{int}) (kJ/mol) es calculada a partir de la ecuación de Gibbs (*Pérez-Alonso et al., 2006*):

$$\Delta G_{int} = RT \ln a_w \quad \text{Ec. 5.7}$$

Donde:

R es la constante de gas universal (kJ / mol K); **T** es la temperatura de sorción (K), y **a_w** es la actividad del agua.

La entalpía molar integral (ΔH_{int}) (kJ/mol) se puede calcular utilizando una ecuación similar a la ecuación de Clausius-Clapeyron (Ecuación 5.5), pero manteniendo constante la presión de difusión (Φ) (Hill et al., 1951):

$$\left(\frac{\partial \ln(p/p_0)}{\partial T} \right)_{\Phi} = \frac{H_g - H_s}{RT^2} \quad \text{Ec. 5.8}$$

Si reacomodamos la ecuación 5.8 y se toma como estado de referencia el agua pura a la temperatura T , obtenemos la siguiente ecuación:

$$\left(\frac{\partial \ln a_w}{\partial (1/T)} \right)_{\Phi} = \frac{-H_l - H_s}{R} = -\frac{\Delta H_{\text{int}}}{R} \quad \text{Ec. 5.9}$$

Donde:

H_s es la entalpía integral molar del agua adsorbida en el material (kJ/mol), H_l es la entalpía molar del agua pura en equilibrio con el vapor (kJ/mol), ΔH_{int} es la entalpía integral molar (kJ/mol) y Φ es la presión de difusión o potencial de superficie del material, el cual se determina como. La presión de difusión se obtiene a partir de la siguiente ecuación (Nunes & Rotstein, 1991; AlpizarReyes et al. 2017):

$$\Phi = \mu_{ap} - \mu_a = RT \frac{W_{ap}}{W_v} \int_0^{a_w} M d \ln a_w \quad \text{Ec. 5.10}$$

$$\Phi = \alpha_1 T \int_0^{a_w} M d \ln a_w \quad \text{Ec. 5.11}$$

Donde:

$\alpha_1 = T \frac{W_{ap}}{W_v}$, μ_{ap} es el potencial químico del adsorbente puro (kJ/mol), μ_a es el potencial químico del adsorbente en la fase condensada (kJ/mol), W_{ap} es el peso molecular del adsorbente, W_v es el peso molecular del agua, Φ es una constante, y T es la temperatura (K).

Los valores obtenidos de la entalpía molar integral (ΔH_{int}) nos permitirán determinar los cambios en la entropía molar integral (ΔS_{int}) (kJ/mol K), que se obtienen a partir de la siguiente expresión (Alpízar-Reyes *et al.* 2017):

$$(\Delta S_{\text{int}})_T = S_s - S_L = -\frac{(\Delta H_{\text{int}})}{T} - R \ln a_w \quad \text{Ec. 5.12}$$

donde:

$S_s = (S/N_I)$ es la entalpía integral del agua adsorbida en las microcápsulas de MN-AS, R es la constante universal de los gases, a_w es la actividad de agua y T es la temperatura en la escala absoluta (K).

RESULTADOS

Y

DISCUSIÓN

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

Las isotermas de adsorción obtenidos experimentalmente empleando las temperaturas de 25°C, 35°C y 45°C, para los geles MN-AS a las siguientes concentraciones: **Sistema 1** (Concentración de MN-AS 0:2 % p/v), **sistema 2** (Concentración de MN-AS 1:1 % p/v) y **sistema 3** (Concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v); se presentan en las figuras 6.1, 6.2 y 6.3:

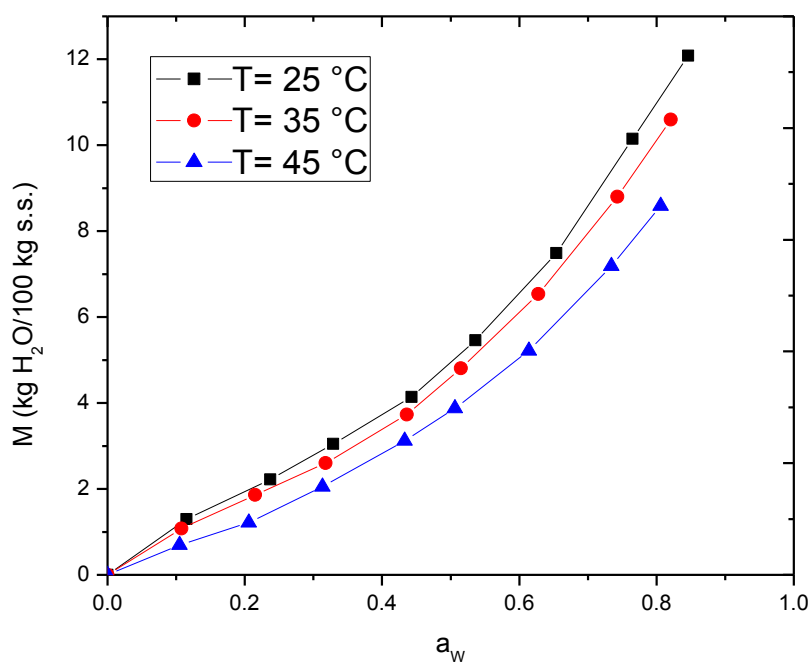


Figura 6.1. Isotermas de adsorción experimentales de los geles MN-AS (sistema 1)

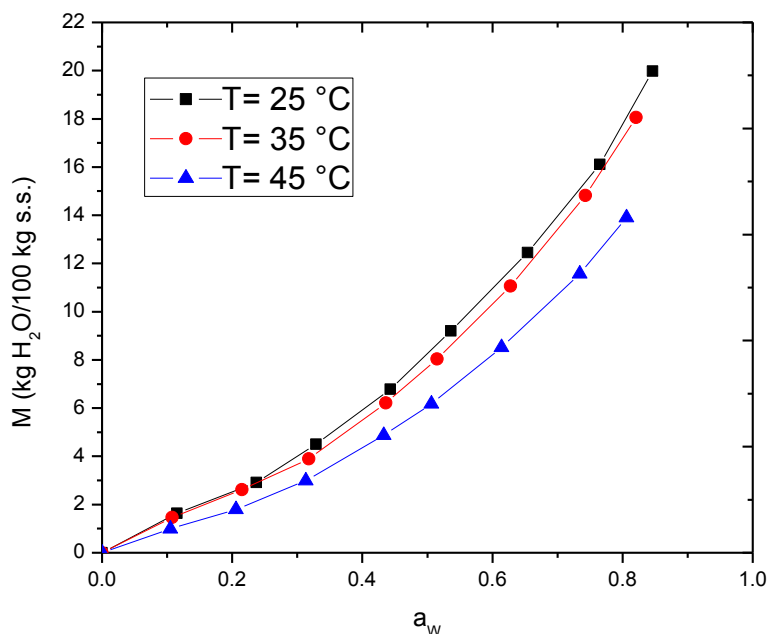


Figura 6.12. Isothermas de adsorción experimentales de los geles MN-AS (sistema 2)

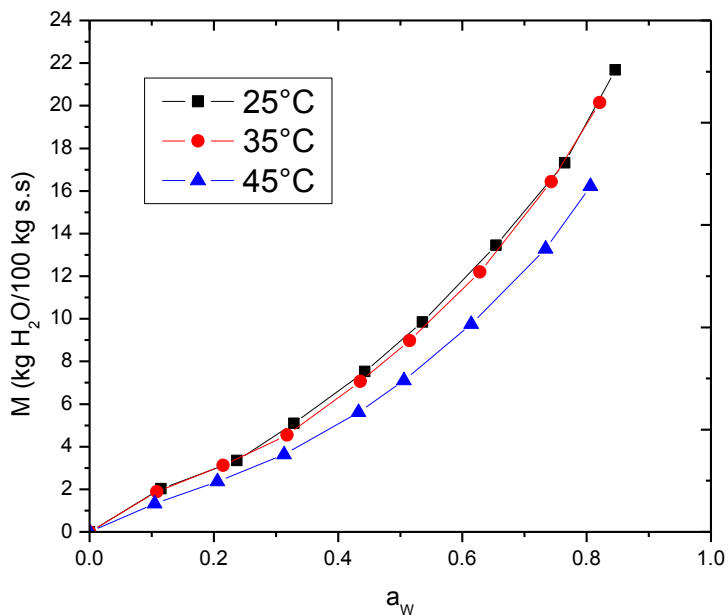


Figura 6.3. Isothermas de adsorción experimentales de los geles MN-AS (sistema 3)

Las isothermas de sorción representan la relación entre el contenido de humedad de equilibrio y la actividad del agua (a_w) a una temperatura constante. En las isothermas de adsorción para los 3 sistemas MN-AS, el contenido de humedad de equilibrio aumenta conforme los valores de actividad de agua aumentan, esto a temperatura constante. Para las actividades de agua

bajas e intermedias, el contenido de humedad aumenta casi linealmente con la actividad del agua, sin embargo, en los valores altos de actividad del agua, el contenido de humedad aumenta rápidamente.

Para las figuras 6.1, 6.2 y 6.3 podemos observar que, de las 3 temperaturas utilizadas, los geles de MN-AS adsorben mayor contenido de humedad cuando se encuentran a una temperatura de 25°C, por lo tanto, a menor temperatura se tendrá una mayor capacidad de adsorción, este comportamiento dependerá mucho de los agentes encapsulantes y del material encapsulado (principio activo).

Además, este comportamiento se debe al estado de excitación de las moléculas, a altas temperaturas las fuerzas de atracción entre las moléculas disminuyen por el aumento en la energía cinética de las moléculas de agua que conduce a una mayor distancia entre ellas. En consecuencia, las moléculas de agua se unen fácilmente a sitios de unión adecuados en la superficie.

En las figuras 6.2 y 6.3 el contenido de humedad de equilibrio es mayor en comparación con la figura 6.1, debido a que en el sistema 1 solo estamos trabajando con una concentración de agente encapsulante MN-AS 0:2, mientras que para los sistemas 2 y 3 se utilizaron concentraciones MN-AS 1:1 y MN-AS 1.25: 0.75 obteniendo geles con mayor capacidad de adsorción, ya que al mezclar estos 2 biopolímeros sus moléculas interactúan formando redes a través de zonas de unión específicas. Esto dependerá de las concentraciones, características moleculares y estructura de los biopolímeros.

Las figuras 6.1, 6.2 y 6.3 nos muestran que las isothermas de adsorción para los 3 sistemas de MN-AS tuvieron un comportamiento del tipo II en base a la clasificación de Brunauer (Figura 1.9). Estas isothermas de adsorción obtenidas, se asemejan a las isothermas típicas sigmoideas, debido a que presentan una forma cóncava a partir de valores de 0.1 a 0.3, lineal a partir de valores de 0.3 a 0.5 y ligeramente convexa a partir de valores de 0.5 a 1.0 (*Martinelli et al., 2007*).

La posición relativa de las isothermas en función de la temperatura y su forma depende de la composición de la muestra y las condiciones del proceso de secado, estos factores influyen en la conformación y la topología de los componentes de la formulación.

León-Martínez *et al.* (2010) obtuvieron isotermas de adsorción a diferentes temperaturas de mucílago de nopal obtenido por secado por aspersión; y obtuvieron isotermas del tipo III Sigmoidal (Figura 1.9) de acuerdo a la clasificación de Brunauer).

6.2. AJUSTE DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN AL MODELO DE GAB

Los datos experimentales de las isotermas de adsorción para los 3 sistemas de geles MN-AS, se ajustaron al modelo de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) (Ec. 5.1) calculados por un análisis de regresión no lineal con el software Polymath 6.0. En las tablas 6.1, 6.2 y 6.3 se muestran los parámetros obtenidos a partir de la ecuación de GAB, además se indican los valores del factor de correlación (R^2), varianzas y porcentaje de error para comprobar que se realizó un buen ajuste entre los valores experimentales y los teóricos.

Para los 3 sistemas MN-AS y a las temperaturas de 25°C, 35°C y 45°C se presentan valores del factor de correlación (R^2) mayores a 0.9975, varianzas menores a 0.090 y valores del módulo de desviación relativa media (E) menores a 3.50% con una excepción, para los geles MN-AS con una concentración 1:1 % p/v y a una temperatura de 25°C se obtuvo un E de 3.76%, sin embargo, se demuestra un ajuste satisfactorio de los valores experimentales empleando el modelo de GAB.

El modelo de GAB es el mejor modelo de ajuste, que nos permite conocer el comportamiento de sorción en los alimentos, con un intervalo de actividad de agua de 0.1 a 0.9.

Tabla 6.1. Parámetros estimados de la ecuación de GAB, concentración MN-AS 0:2 % p/v (sistema 1).

T (°C)	Mo (kg H ₂ O/100 kg s.s.)	C	K	R ²	Varianza	% Error
25	4.6075	2.7990	0.8033	0.9978	0.0501	3.4847
35	4.1288	2.7624	0.8200	0.9983	0.0292	3.2536
45	3.6074	2.2919	0.8202	0.9987	0.0154	2.8478

Tabla 6.2. Parámetros estimados de la ecuación de GAB, concentración MN-AS 1:1 % p/v (sistema 2).

T (°C)	Mo (kg H ₂ O/100 kg s.s.)	C	K	R ²	Varianza	% Error
25	12.4962	1.3707	0.6891	0.9986	0.0865	3.7657
35	11.4919	1.3325	0.7096	0.9988	0.0613	3.3384
45	10.0896	1.1734	0.6963	0.9989	0.0343	3.1941

Tabla 6.3. Parámetros estimados de la ecuación de GAB, concentración MN-AS 1.25: 0.75 % p/v (sistema 3).

T (°C)	Mo (kg H ₂ O/100 kg s.s.)	C	K	R ²	Varianza	% Error
25	12.5741	1.5508	0.7037	0.9993	0.0496	3.4825
35	11.6430	1.5395	0.7288	0.9993	0.0418	3.4788
45	10.4166	1.3191	0.7238	0.9996	0.0151	2.8580

El valor de la monocapa (M_0) indica qué cantidad de agua está fuertemente adsorbida en sitios específicos, y se considera como el valor óptimo para que un alimento sea más estable (Pérez-Alonso et al., 2006; Martinelli et al., 2007). Los valores de la monocapa obtenidos a las temperaturas de 25°C, 35°C y 45°C para la mezcla MN-AS 0:2 fueron de 4.6075, 4.1288 y 3.6074 kg H₂O/100 kg s.s. respectivamente, para la mezcla MN-AS 1:1 fueron de 12.4962, 11.4919 y 10.0896 kg H₂O/100 kg s.s. respectivamente y finalmente para la mezcla MN-AS 1:1 fueron de 12.5741, 11.6430 y 10.4166 kg H₂O/100 kg s.s. respectivamente.

Se observa que al ir aumentando la temperatura los valores de M_0 van disminuyendo para los 3 sistemas, esta variación en el valor de la monocapa con respecto a la temperatura indica que existen menos sitios activos de adsorción de agua con el incremento de esta, lo cual puede ser resultado de que existan cambios estructurales en los encapsulados (Pérez-Alonso et al., 2006).

Además, a medida que se aumenta la concentración de MN-AS los valores de M_0 son mayores, lo que nos indica que al ir aumentando la concentración de MN-AS los geles tienen la capacidad de adsorber mayor cantidad de agua a menor temperatura.

La constante de Guggenheim (C) va disminuyendo conforme aumenta la temperatura para los 3 sistemas MN-AS, obteniendo los siguientes valores: **para el sistema 1**, 2.7990, 2.7624 y 2.2919, **para el sistema 2**, 1.3707, 1.3325, 1.1734 y **para el sistema 3**, 1.5508, 1.5395 y 1.3191; todo esto a las temperaturas de 25°C, 35°C y 45°C respectivamente.

Cuando los valores de C son mayores, nos indica que la interacción entre el adsorbato y el adsorbente se incrementa, sin embargo, es posible que C carezca de significado físico y que sea el resultado de una compensación matemática entre parámetros, como ocurre en cualquier procedimiento de ajuste de curvas (Pérez-Alonso *et al.*, 2006).

Los valores de K obtenidos **para el sistema 1** son 0.8033, 0.8200 y 0.8202; **para el sistema 2** son 0.6891, 0.7096 y 0.6963; y **para el sistema 3** son 0.7037, 0.7288 y 0.7238. El valor de K es una medida del grado de interacción presente entre las multicapas del agua en estado líquido y las microcápsulas; un valor bajo de K menor a 1 ($K < 1$) indica que existe un estado menos estructurado de las microcápsulas en las capas contiguas a la monocapa, y cuando K es igual a uno ($K = 1$), se presenta un estado más estructurado de la microcápsula en las multicapas.

Para los 3 sistemas MN-AS, se obtienen valores de K menores a 1 lo que nos indica que las moléculas de agua en la multicapa se encuentran menos ordenadas.

En las figuras 6.4, 6.5 y 6.6 se presentan el comportamiento que presentan las isothermas de adsorción, ajustando los datos experimentales al modelo de GAB. Podemos observar que, a las temperaturas de 25°C y 35°C y al ir aumentando la concentración de la mezcla MN-AS se presenta mayor contenido de humedad conforme va en aumento la actividad de agua.

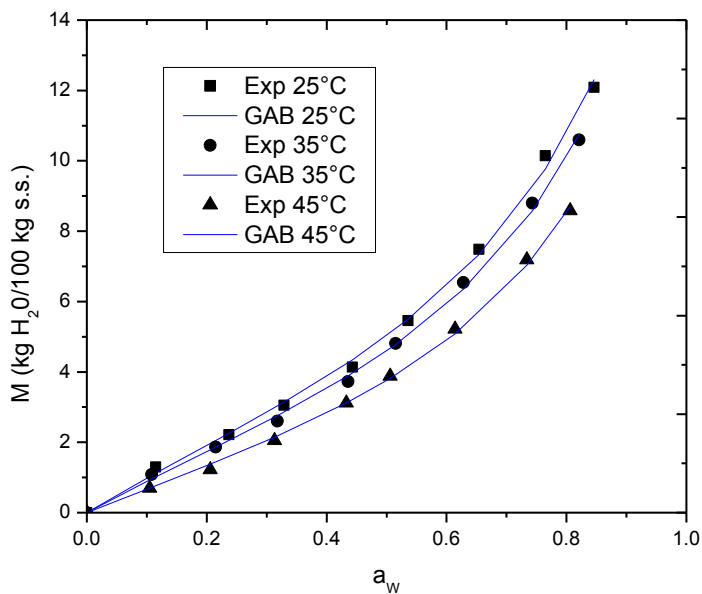


Figura 6.4. Isothermas de adsorción experimentales ajustadas al modelo de GAB (sistema 1)

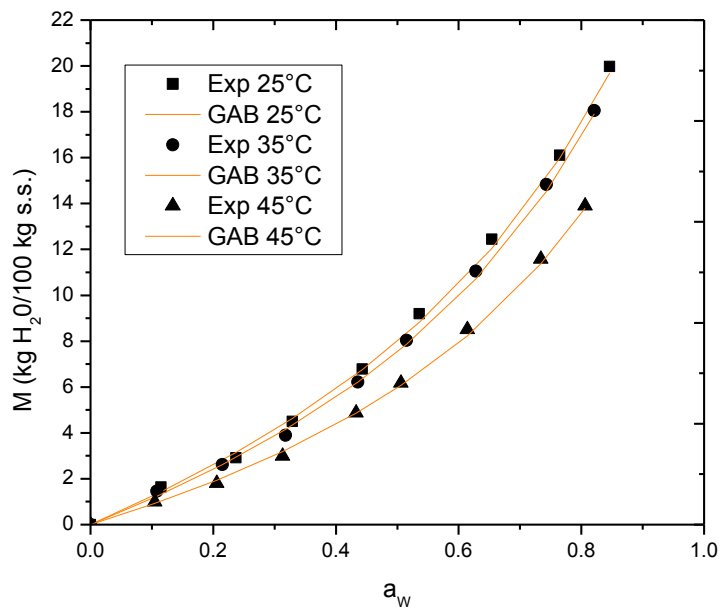


Figura 6.5. Isothermas de adsorción experimentales ajustadas al modelo de GAB (sistema 2)

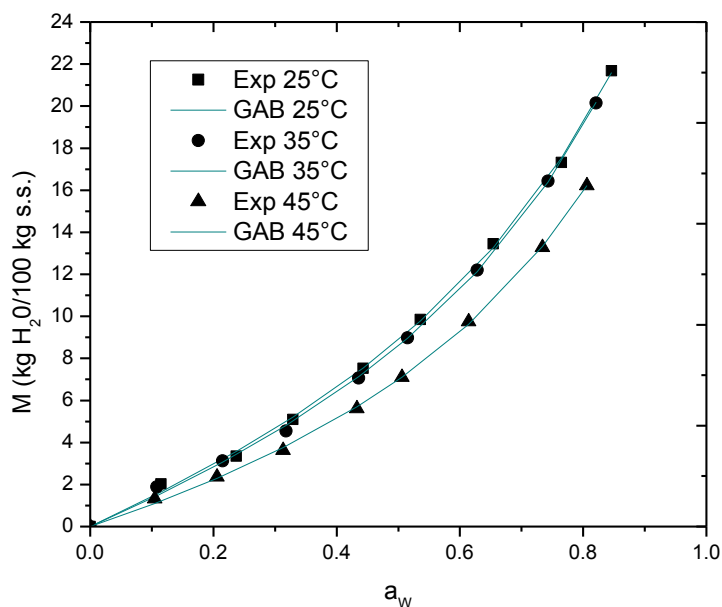


Figura 6.6. Isotermas de adsorción experimentales ajustadas al modelo de GAB (sistema 3)

Alpizar- Reyes *et al.* (2018) obtuvieron isotermas de adsorción de la proteína de frijol faba a las temperaturas de 25°C, 35 °C y 45°C, al hacer uso del modelo de GAB se describió satisfactoriamente las isotermas de adsorción de la proteína, y los valores de la constante K estuvieron en el intervalo de 0.71 a 0.74, esto nos indica que las moléculas del agua están menos ordenadas en las multicapas.

6.3. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES DE LOS GELES MN-AS

El conocimiento de las isotermas de adsorción y calor isósterico de sorción o entalpía diferencial, son importantes para varios procesos a los que son sometidos los alimentos, ya que ayudan a calcular el tiempo de secado, predecir el comportamiento de los componentes en una mezcla hecha para producir un alimento procesado, además seleccionar el material de empaque adecuado.

También nos brindan información acerca de los mecanismos de sorción y las interacciones entre los componentes del alimento y el agua, así como la cantidad de energía necesaria para la deshidratación de los alimentos (*Gabas et al., 2009*).

Los gráficos que explican el comportamiento de la entalpía diferencial (ΔH_{dif}) en función al contenido de humedad, se muestran en las figuras 6.7, 6.8 y 6.9 para los 3 sistemas MN-AS, podemos observar que para los 3 sistemas de los geles MN-AS la ΔH_{dif} es elevada al principio, y que conforme va aumentando el contenido de humedad, la entalpía va disminuyendo. Todos los valores de las entalpías diferenciales son negativos dentro del intervalo de contenido de humedad y de temperatura estudiados, indicando exotermicidad del proceso de adsorción; los valores negativos indican que los fenómenos de adsorción agua-microcápsula son más fuertes que los enlaces agua-agua.

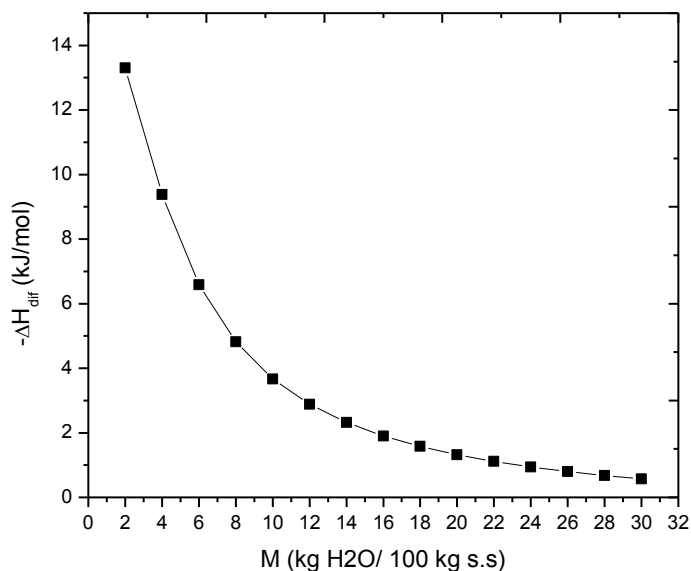


Figura 6.7.
Entalpía diferencial (ΔH_{dif})
de los geles MN-AS en
función del contenido de
humedad (sistema 1).

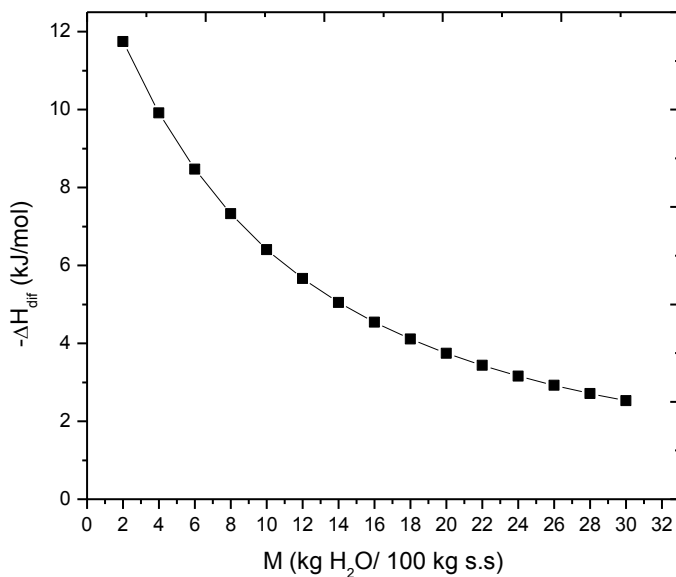


Figura 6.8.

Entalpía diferencial (ΔH_{dif}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 2).

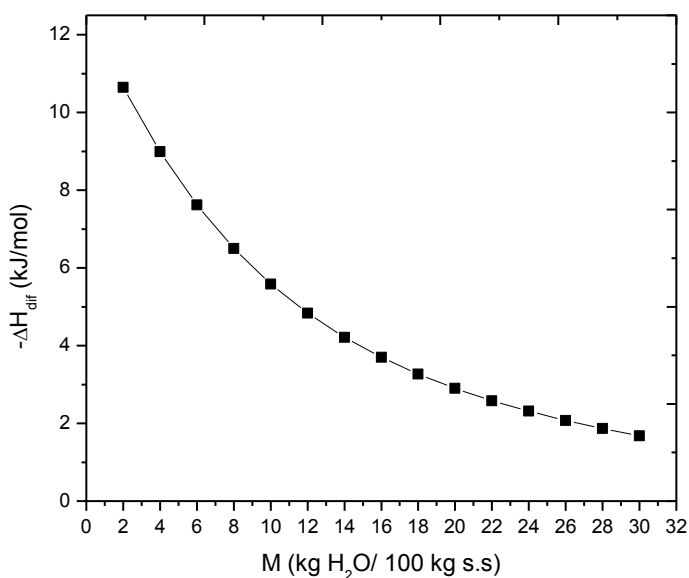


Figura 6.9.

Entalpía diferencial (ΔH_{dif}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 3).

Las moléculas de agua fueron adsorbidas preferentemente en sitios activos con fuerzas de enlace atractivas más fuertes dando como resultado, valores de entalpía diferencial más negativos. Al inicio del proceso de adsorción, en la figura 6.7 se observa que los geles MN-

AS presentan un ΔH_{dif} de - 13.30 kJ/mol a un contenido de humedad de 2 kg H₂O/100 kg s.s. **para el sistema 1**, mientras que la figura 6.8 **para el sistema 2** se presenta un ΔH_{dif} de - 11.75 kJ/mol a un contenido de humedad de 2 kg H₂O/100 kg s.s. y finalmente en la figura 6.9 **para el sistema 3** se presenta un ΔH_{dif} de - 10.65 kJ/mol a un contenido de humedad de 2 kg H₂O/100 kg s.s.

Estos valores nos indican que en un principio las moléculas de agua se adsorben en la superficie de la matriz de la mezcla de los biopolímeros MN-AS con gran facilidad, por lo tanto, la interacción entre las moléculas de agua y los geles MN-AS (agua - sólido), es más fuerte que la interacción de las moléculas de agua entre sí (agua - agua). Conforme aumenta el contenido de humedad, la ΔH_{dif} va disminuyendo, dando a entender que las moléculas de agua penetran con mayor dificultad la matriz MN-AS, indicando que es más fuerte la interacción de las moléculas de agua entre sí, que la interacción agua - sólido.

La entropía diferencial representa el cambio del orden o desorden del sistema (agua-microcápsula) después de que las moléculas de agua fueron adsorbidas por el material en un mismo nivel de hidratación. Sin embargo, este nivel de hidratación en particular en el mínimo de entropía diferencial no es considerado como el punto de estabilidad máxima, porque no todos los sitios activos disponibles han sido ocupados, por lo tanto, es posible obtener después de este punto, pequeños cambios diferenciales que proporcionan un mejor orden de las moléculas de agua en la microcápsula.

En las figuras 6.10, 6.11, 6.12 se presentan las entropías diferenciales para el **sistema 1** (Concentración de MN-AS 0:2 % p/v), mientras que en las figuras 6.13, 6.14 y 6.15 se muestran las entropías diferenciales del **sistema 2** (Concentración de MN-AS 1:1 % p/v) y finalmente las entropías diferenciales del **sistema 3** (Concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v) se muestran en las figuras 6.16 , 6.17 y 6.18, a las temperaturas de 25 °C, 35 °C y 45 °C .

Para las temperaturas de 25 °C, 35 °C y 45 °C en cada uno de los 3 sistemas MN-AS, podemos observar que el comportamiento de la entropía diferencial aumenta conforme aumenta el contenido de humedad, no se presenta un punto o un intervalo mínimo de entropía diferencial, además al llegar a un contenido de humedad de 18 kgH₂O/ 100 kg s.s. la ΔS_{dif} se vuelve casi constante. Este comportamiento puede deberse a que al hincharse los geles

MN-AS cuando adsorben mayor cantidad de moléculas de agua, va disminuyendo el orden estructural del material.

Entropías diferenciales para el Sistema 1 (Concentración de MN-AS 0:2 % p/v)

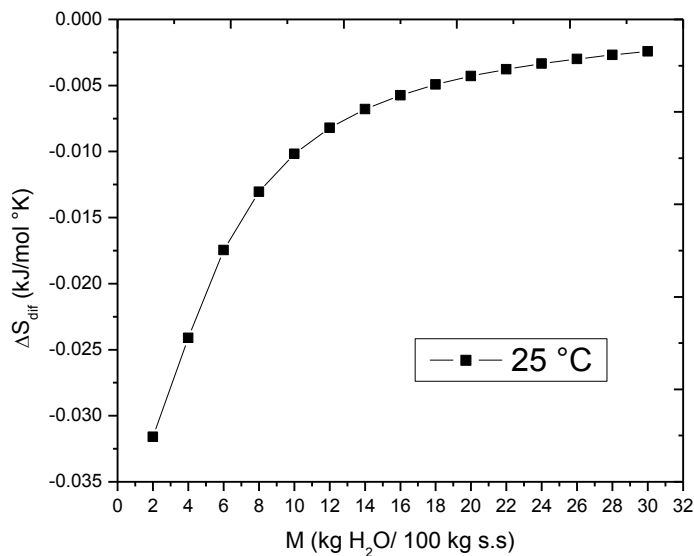


Figura 6.10.

Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 0:2

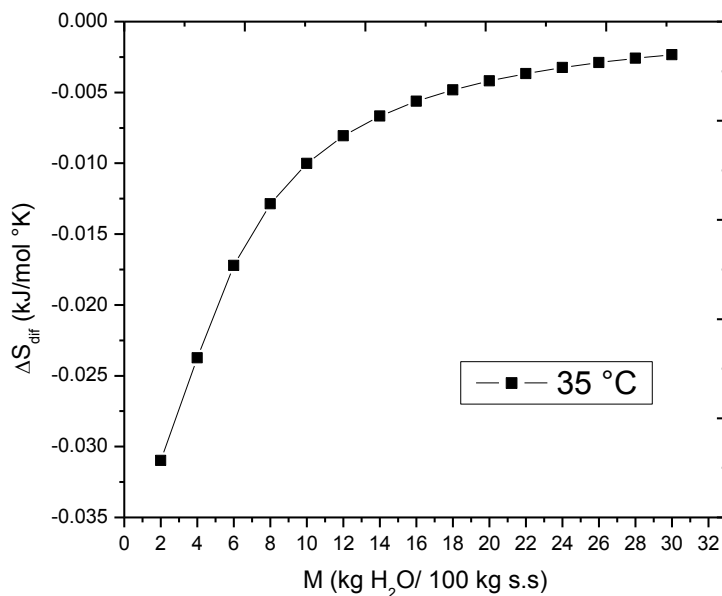


Figura 6.11.

Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 0:2

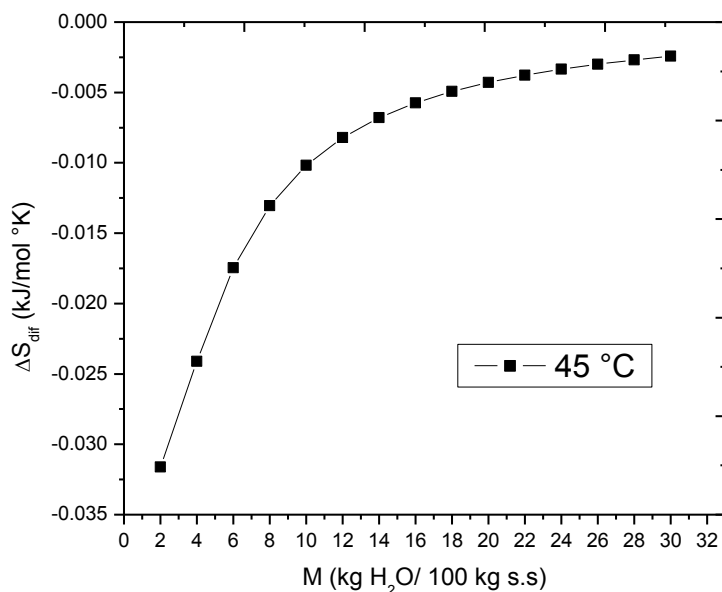


Figura 6.12.

Entropía diferencial (ΔS_{dif})
 en función del contenido
 de humedad de los geles
 MN-AS a 45 °C. Mezcla
 MN-AS 0:2

Entropías diferenciales para el Sistema 2 (Concentración de MN-AS 1:1 % p/v)

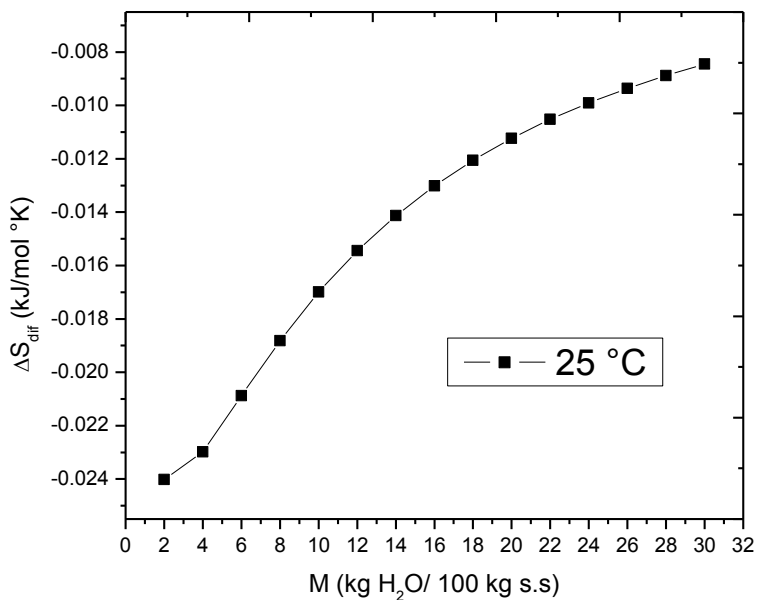


Figura 6.13.

Entropía diferencial (ΔS_{dif})
 en función del contenido
 de humedad de los geles
 MN-AS a 25 °C. Mezcla
 MN-AS 1:1

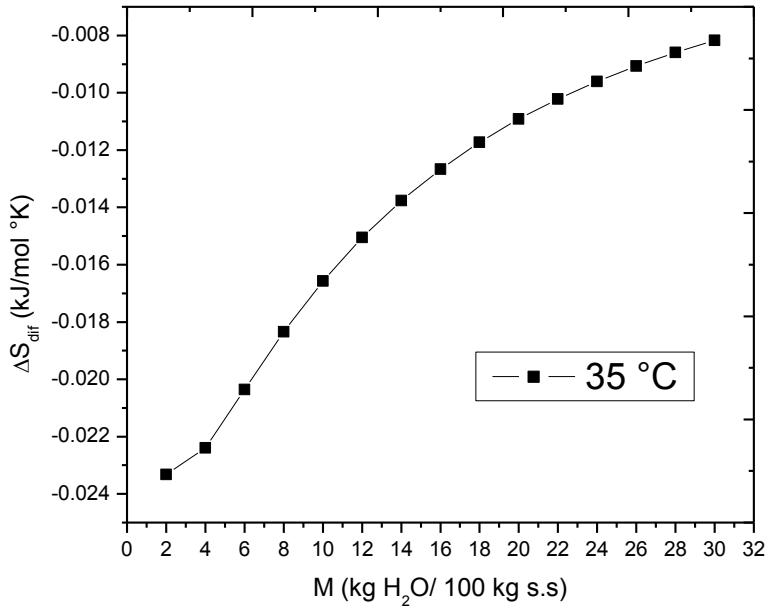


Figura 6.14.

Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 1:1

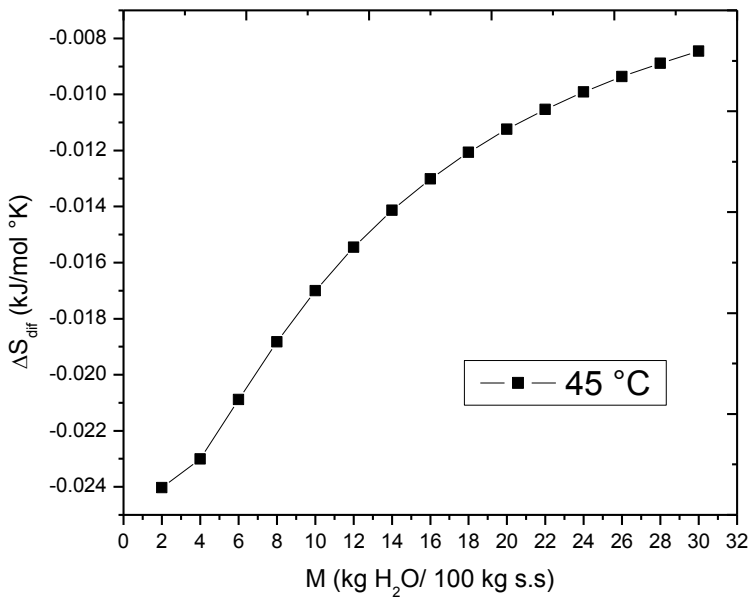


Figura 6.15.

Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 1:1

Entropías diferenciales para el Sistema 3 (Concentración de MN-AS 2:1 % p/v)

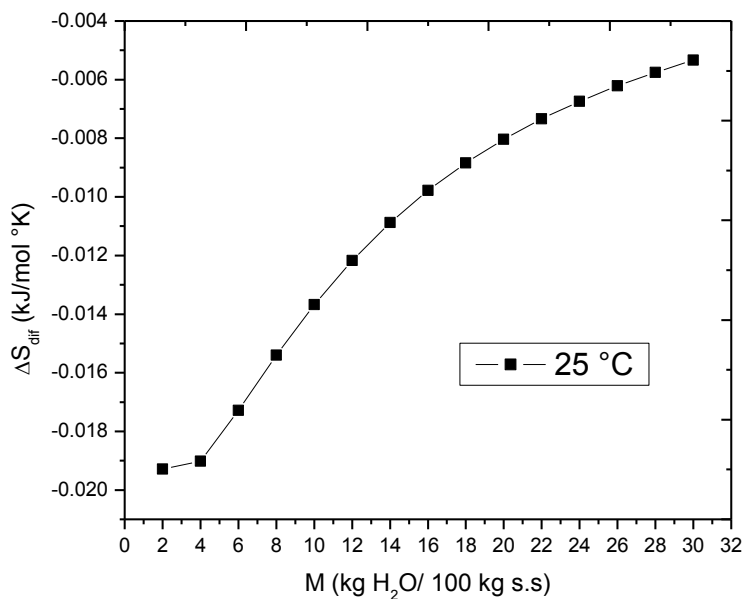


Figura 6.16.

Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Mezcla MN-AS 1.25:0.75

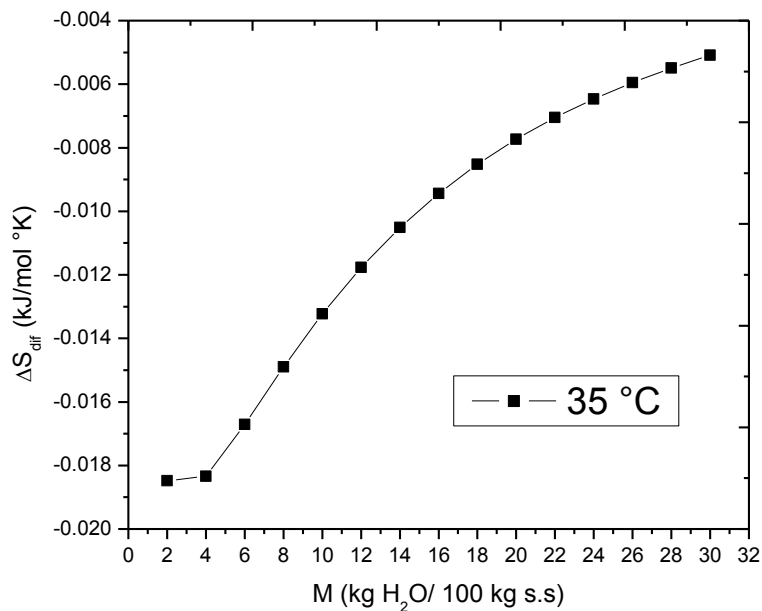


Figura 6.17.

Entropía diferencial (ΔS_{dif}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a $35 \text{ }^\circ\text{C}$. Mezcla MN-AS 1.25:0.75

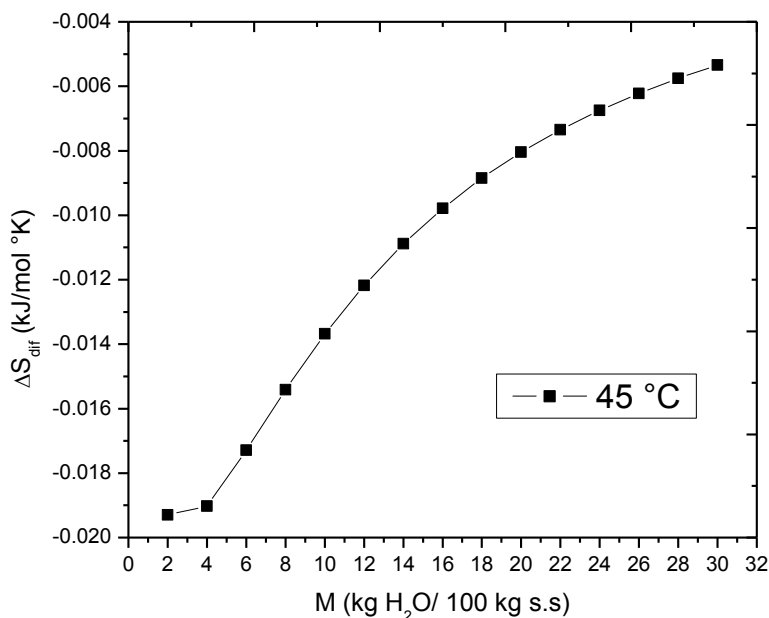


Figura 6.18.
Entropía diferencial (ΔS_{dif})
en función del contenido
de humedad de los geles
MN-AS a 45 °C. Mezcla
MN-AS 1.25:0.75

6.4. PROPIEDADES TERMODINÁMICAS INTEGRALES DE LOS GELES MN-AS

Las propiedades termodinámicas integrales fueron calculadas a partir de las isotermas de adsorción obtenidas y utilizando las ecuaciones 5.7, 5.9, 5.11 y 5.12. Las figuras 6.19, 6.20 y 6.21, muestran los gráficos de las entalpías integrales (ΔH_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS para los 3 sistemas formulados. Los datos obtenidos de las entalpías integrales, tuvieron valores negativos dentro del intervalo de contenido de humedad y de temperatura estudiados, esto nos indica la exotermicidad del proceso de adsorción.

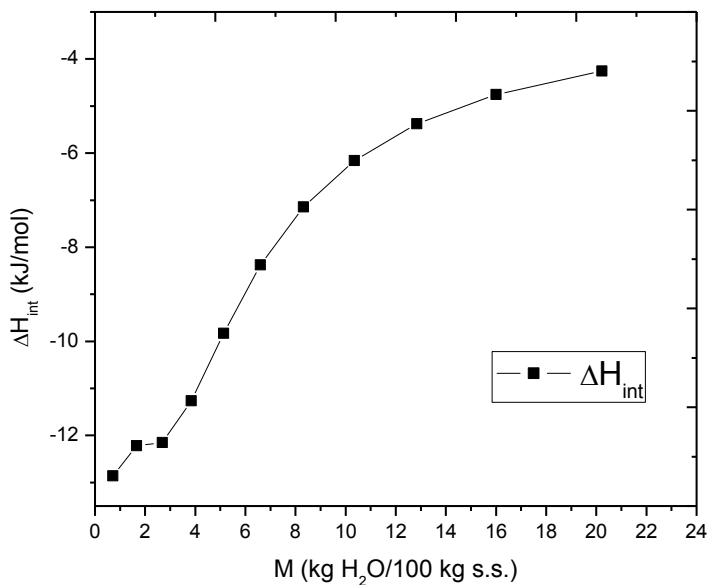


Figura 6.19.

Entalpía integral (ΔH_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 1).

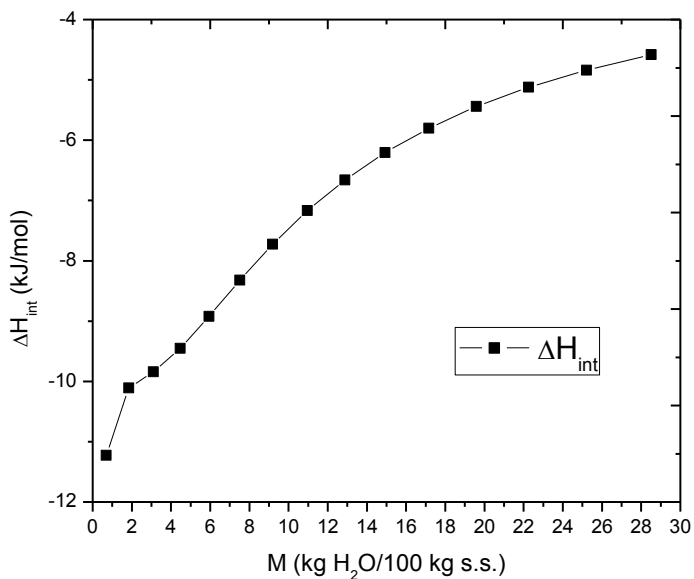


Figura 6.20.

Entalpía integral (ΔH_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 2).

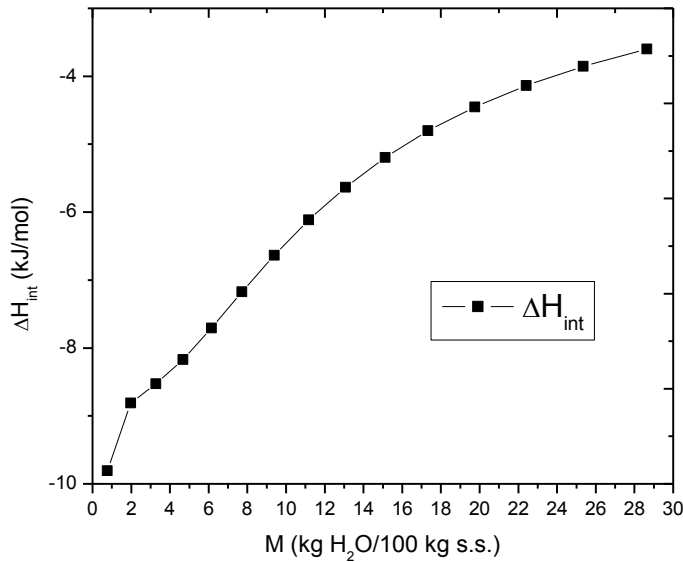


Figura 6.21.
Entalpía integral (ΔH_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (sistema 3).

En las figuras 6.22, 6.23 y 6.24 se muestran las variaciones de la energía libre de Gibbs en función del contenido de humedad para los geles MN-AS del sistema 1, 2 y 3. Al aumentar la temperatura de 25 a 45 °C se requiere menor energía libre para que se adsorba un mol de agua. Todos los valores de energía libre fueron negativos, por lo tanto, el proceso de adsorción de agua es espontáneo y exotérmico en todo el intervalo de contenido de humedad estudiado.

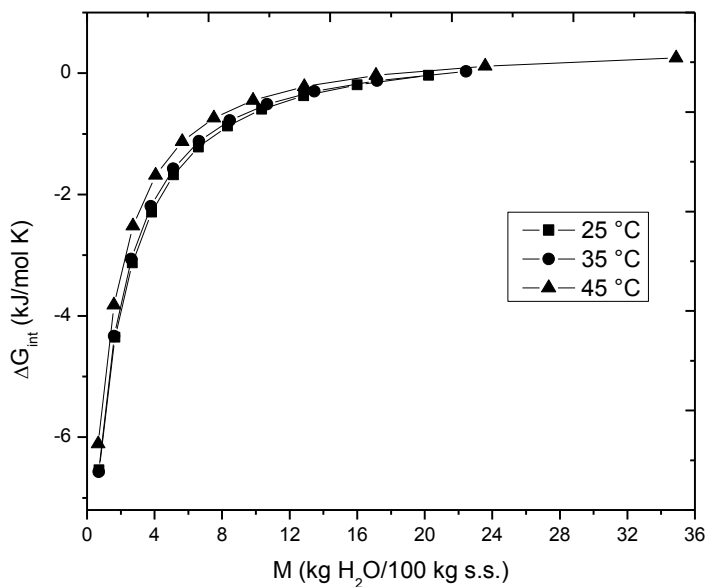


Figura 6.22. Energía libre de Gibbs (ΔG_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (Sistema 1: Concentración de MN-AS 0:2 % p/v).

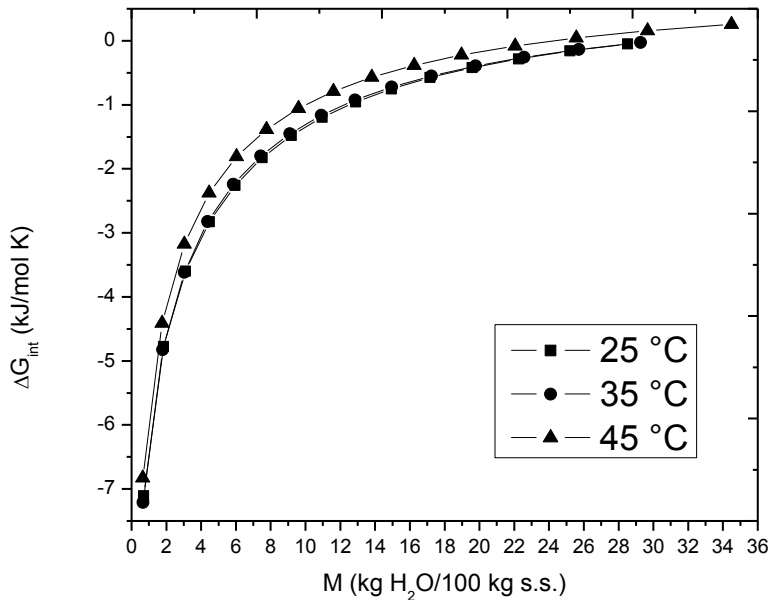


Figura 6.23. Energía libre de Gibbs (ΔG_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (Sistema 2: Concentración de MN-AS 1:1 % p/v).

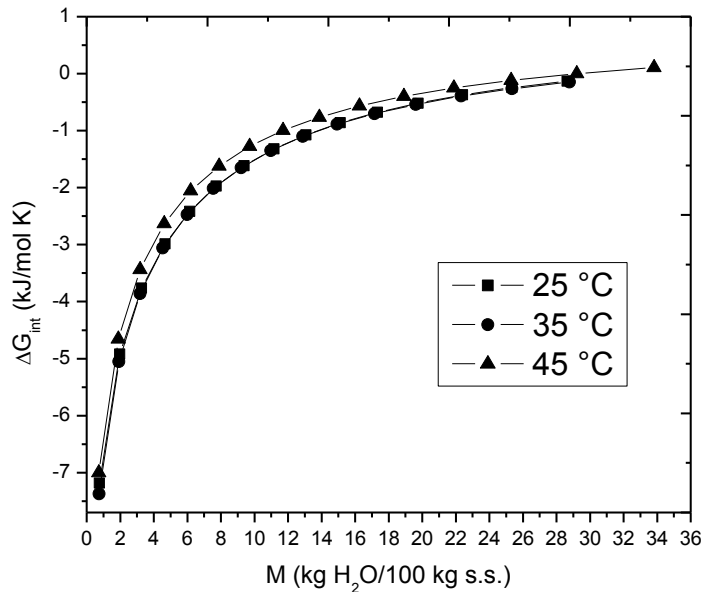


Figura 6.24. Energía libre de Gibbs (ΔG_{int}) de los geles MN-AS en función del contenido de humedad (Sistema 3: Concentración de MN-AS 1.25:0.75 % p/v).

La entropía integral mínima es interpretada como la condición de máxima estabilidad del sistema agua-gel, es decir, de acuerdo a la segunda ley de la termodinámica un sistema es más ordenado cuando su ΔS es igual a cero o se aproxime (Pérez-Alonso et al., 2006).

En las figuras 6.25, 6.26, 6.27 se presentan las entropías integrales para el **sistema 1** (Concentración de MN-AS 0:2 % p/v), mientras que en las figuras 6.28, 6.29 y 6.30 se

muestran las entropías integrales del **sistema 2** (Concentración de MN-AS 1:1 % p/v) y finalmente las entropías integrales del **sistema 3** (Concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v) se muestran en las figuras 6.31, 6.32 y 6.33, a las temperaturas de 25 °C, 35 °C y 45 °C.

Entropías integrales para el Sistema 1 (Concentración de MN-AS 0:2 % p/v)

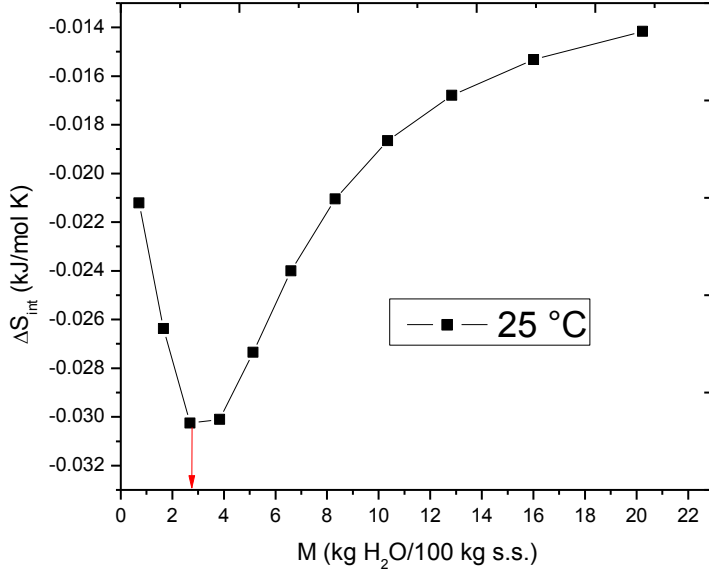


Figura 6.25.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 0:2

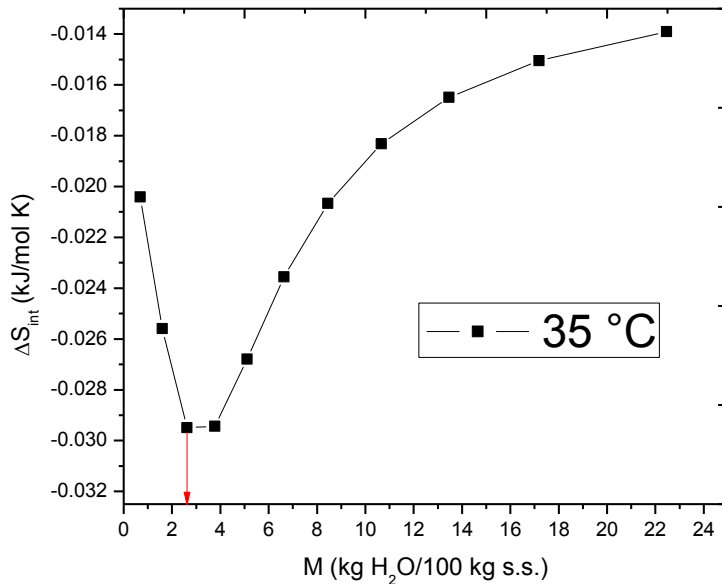


Figura 6.26.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 0:2

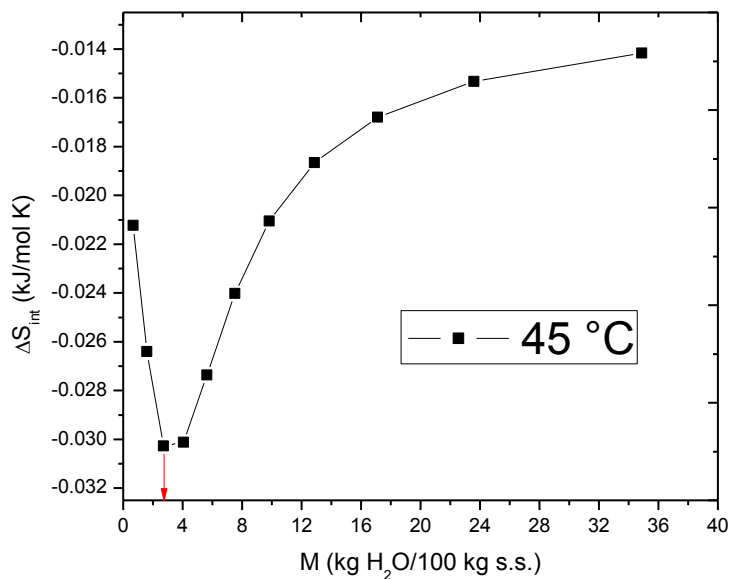


Figura 6.27.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 0:2

Entropías integrales para el Sistema 2 (Concentración de MN-AS 1:1 % p/v)

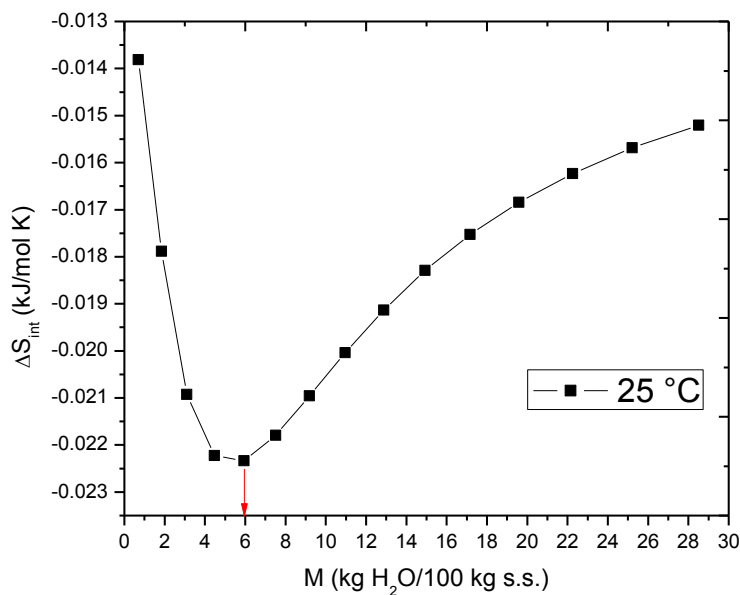


Figura 6.28.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 1:1

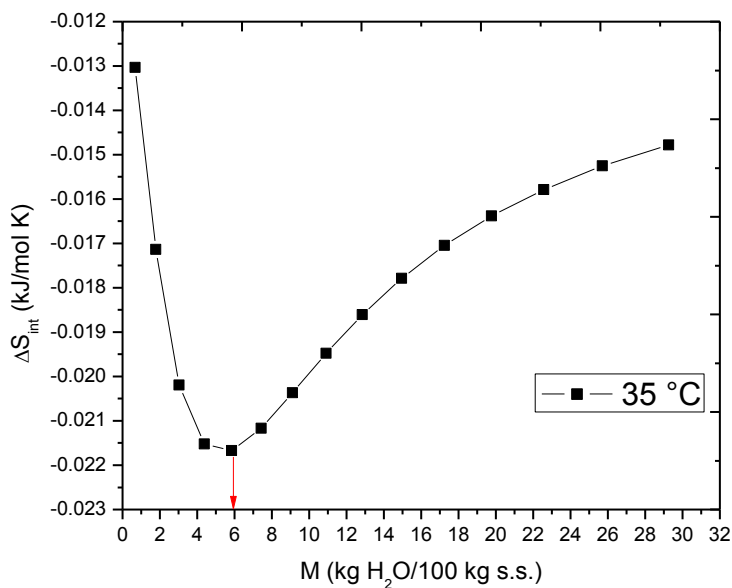


Figura 6.29.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 1:1

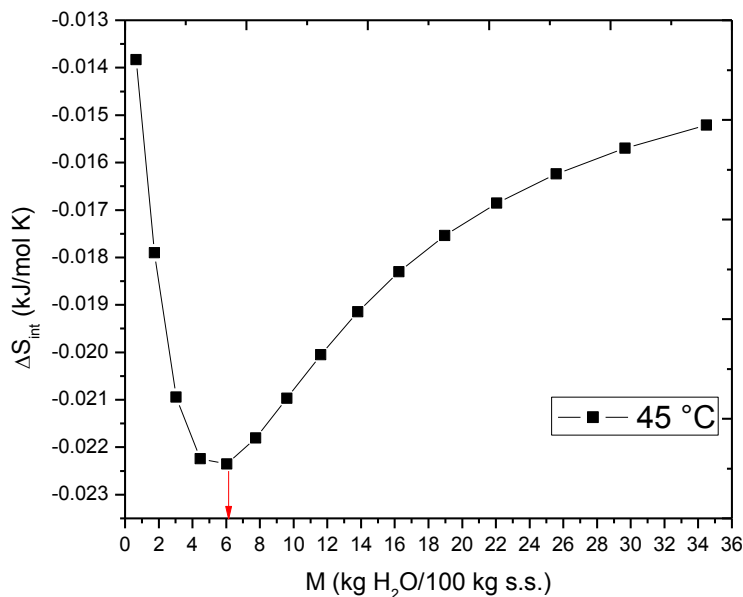


Figura 6.30.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 1:1

Entropías integrales para el Sistema 3 (Concentración de MN-AS 1.25:0.75 % p/v)

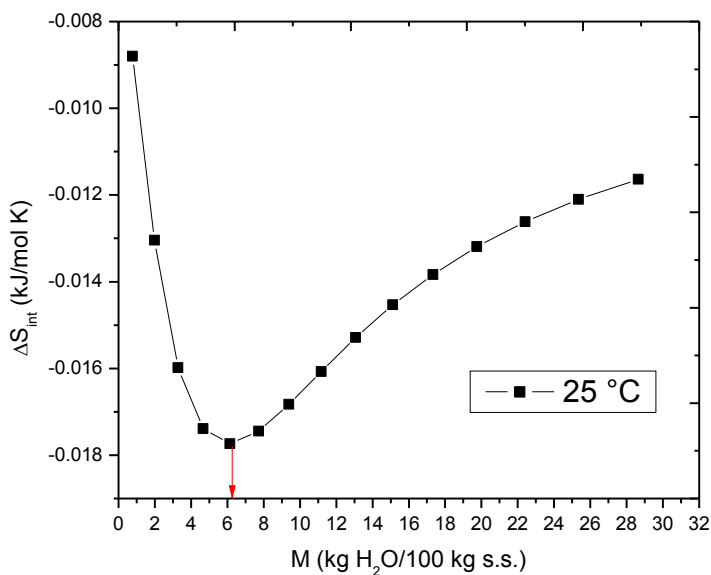


Figura 6.31.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 25 °C. Mezcla MN-AS 1.25:0.75

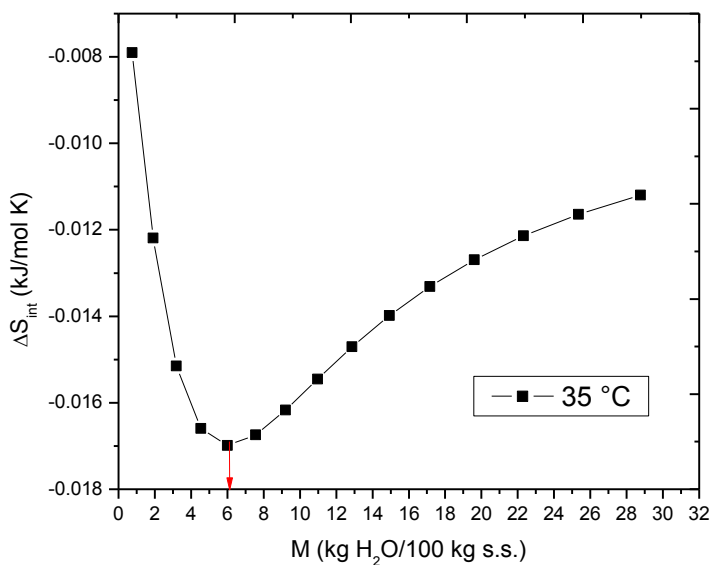
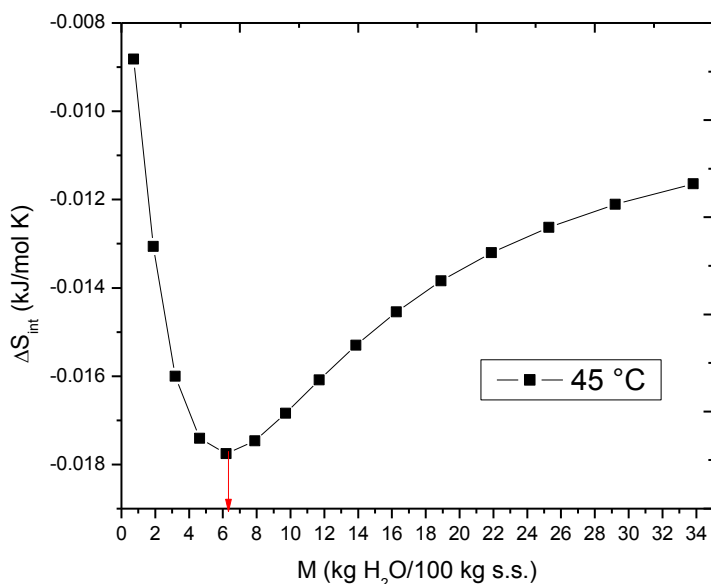


Figura 6.32.

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 35 °C. Mezcla MN-AS 1.25:0.75

**Figura 6.33.**

Entropía integral (ΔS_{int}) en función del contenido de humedad de los geles MN-AS a 45 °C. Mezcla MN-AS 1.25:0.75

Todos los valores de entropías integrales fueron negativos dentro del intervalo de contenido de humedad y de temperatura estudiados. Conforme los geles de MN-AS adsorben humedad, la entropía disminuye hasta un mínimo punto, el cual es considerado como el punto de estabilidad máxima, esto sucede porque las moléculas de agua alcanzan un arreglo más ordenado dentro del sólido.

Para este estudio, se encontraron que los valores de la entropía integral mínima para los sistemas 1, 2 y 3 a una temperatura de 25 °C fueron de: 2.6923 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.283$), 5.9457 kg H₂O/100 kg s.s., ($a_w = 0.402$) y 6.1490 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.377$) respectivamente.

Para la temperatura de 35 °C, los valores de entropía integral mínima para los sistemas 1, 2 y 3 fueron los siguientes: 2.6189 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.303$), 5.8504 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.417$) y 5.9972 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.381$) respectivamente.

Finalmente, a una temperatura de 45 °C, los valores de entropía mínima integral para los sistemas 1, 2 y 3 fueron los siguientes: 2.7168 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.386$), 6.0429 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.505$) y 6.1924 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.460$) respectivamente.

En las tablas 6.4, 6.5 y 6.6 se muestran las condiciones de máxima estabilidad adecuadas, de los geles MN-AS para los sistemas 1, 2 y 3 respectivamente.

De los 3 sistemas MN-AS se determinó que el sistema 3 (concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v) es el sistema más estable, porque demuestra el valor de entropía integral que más se acerca a 0 y nos brinda un sistema más ordenado de acuerdo con la segunda ley de la termodinámica, por lo que se considera que empleando estas concentraciones de MN-AS es un mejor material de pared para la encapsulación del aceite de ajonjolí en comparación con los sistemas 1 y 2.

Tabla 6.4. Condiciones de estabilidad máxima para los geles MN-AS, (sistema 1: concentración MN-AS 0:2 % p/v)

T (°C)	Mo (kg H ₂ O/100 kg s.s.)	a _w
25	2.6923	0.283
35	2.6189	0.303
45	2.7168	0.386

Tabla 6.5. Condiciones de estabilidad máxima para los geles MN-AS, (sistema 2: concentración MN-AS 1:1 % p/v)

T (°C)	Mo (kg H ₂ O/100 kg s.s.)	a _w
25	5.9457	0.402
35	5.8504	0.417
45	6.0429	0.505

Tabla 6.6. Condiciones de estabilidad máxima para los geles MN-AS, (sistema 3: concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v)

T (°C)	Mo (kg H ₂ O/100 kg s.s.)	a _w
25	6.1490	0.377
35	5.9972	0.381
45	6.1924	0.460

Al aumentar la temperatura la actividad de agua también aumenta para los 3 sistemas MN-AS, mientras que el contenido de humedad disminuye ligeramente cuando aumenta la temperatura de 25 °C a 35 °C y vuelve a aumentar a una temperatura de 45°C. Como conclusión, la entropía mínima integral presenta una relación directa con el contenido de humedad para establecer las condiciones adecuadas de almacenamiento.

Si deseamos almacenar geles MN-AS que contengan aceite de ajonjolí para prolongar su vida de anaquel, se deben colocar en actividades acuosas de entre 0.3 y 0.5 en un intervalo de temperatura de 25 °C a 45 °C.

Velázquez-Gutiérrez et al. (2015) establecieron la entropía integral mínima para el mucílago de chíá en 7.56 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.34$) a 25 °C, 7.59 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.41$) a 35 °C, 7.63 kg H₂O/100 kg s.s. ($a_w = 0.34$) a 45 °C.

Torres et al. (2012) determinaron la entropía mínima integral para las gomas de carboximetilcelulosa, guar, algarroba, tragacanto y xantano, encontrando que la mayor estabilidad se produjo en un intervalo de contenidos de humedad de 2.00–9.00 kg H₂O / 100 kg s.s. a 20 °C para los hidrocoloides estudiados.

CONCLUSIONES

7. CONCLUSIONES

- Las isotermas de adsorción describen el comportamiento de adsorción de humedad que presentaron los geles MN-AS a diferentes concentraciones y temperaturas (25°C, 35°C y 45°C). Las isotermas presentaron una forma sigmoideal tipo II y los datos experimentales de estas se ajustaron adecuadamente al modelo de GAB.
- Para los 3 sistemas MN-AS en un principio se presentan valores altos de ΔH_{dif} , y por lo tanto, hay una mayor interacción entre la matriz MN-AS y las moléculas de agua por lo que hay mayor capacidad de adsorción de humedad al igual de la existencia de un proceso endotérmico, sin embargo, conforme aumenta el contenido de humedad la ΔH_{dif} , va disminuyendo, esto se debe a que las moléculas de agua penetran con mayor dificultad la matriz MN-AS, haciendo que la interacción agua-sólido sea más débil.
- Con base al estudio termodinámico, el sistema 3 (concentración MN-AS 1.25:0.75 % p/v) resultó ser el sistema que presenta mayor estabilidad, debido a que presenta el menor valor en el mínimo de entropía integral en comparación con el sistema 1 (concentración MN-AS 0:2 % p/v) y 2 (concentración MN-AS 1:1 % p/v).

REFERENCIAS

8. REFERENCIAS

- Adamson A.W., (1976). *Physical Chemistry of Surfaces*. John Wiley and Son, New York.
- Adheeb-Usaid, A., Premkumar, J. & Ranganathan, T., (2014). Emulsion and its Applications in Food Processing – A review. Adheeb Usaid A.S et al. *International Journal of Engineering Research and Applications* 4(4), pp. 241-248.
- Aguilar, B. G. y Peña, V. C., (2006). Alteraciones fisiológicas provocadas por sequía en nopal (*Opuntia ficus indica*). *Revista Fitotecnia Mexicana* 29, pp. 231-237.
- Aires, D., Capdevilla, N. & Segundo, M. J., (2005). Ácidos grasos esenciales: Su influencia en las diferentes etapas de la vida. *Elsevier*, 24(4), pp. 97-102.
- Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Romero-Romero, R., Varela-Guerrero, V., Álvarez-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, pp. 166-176.
- Alpizar-Reyes, E., Castaño, J., Carrillo-Navas H., Alvarez-Ramírez J., Gallardo-Rivera, R., Pérez-Alonso, C., & Guadarrama-Lezama, A.Y. (2018). Thermodynamic sorption analysis and glass transition temperature of faba bean (*Vicia faba* L.) protein. *International Journal of Biological Macromolecules*, 55(3), pp. 935-943.
- Alpizar-Reyes, E., Roman-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, pp. 817-824.
- Álvarez-Cerimedo, M. S., (2013). 1.1 Emulsiones alimentarias. En: *Estabilidad de emulsiones y encapsulación de aceites-Tesis Doctoral*. Buenos Aires, Argentina: s.n., pp. 2-7.
- Andrade Ceto, A. & Wiedenfeld, H. H., (2011). Anti-hyperglycemic effect of *Opuntia streptacantha* Lem. *Journal Ethnopharmacology*, 133, pp. 940-943.
- Andrade P., Ricardo D., Lemus M., Roberto, & Pérez C., Carmen E. (2011). Models of sorption isotherms for food: uses and limitations. *Vitae*, 18(3), 325-334.
- Andrade, R., Lemus R. & Pérez, C. (2011). Models of sorption isotherms for food: Uses and limitations. *Vitae, Revista de la Facultad de Química Farmacéutica. Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia*. 18 (3), pp. 325-334.

- Arslan, N. & Togrul, H. (2005). Modelling of water sorption isotherms of macaroni stored in a chamber under controlled humidity and thermodynamic approach. *Journal of Food Engineering*, 69, 133-145.
- Aviara, N. A., & Ajibola, O.O., (2002). Thermodynamics of moisture sorption in melon seed and cassava. *Journal of Food Engineering*, 55, 107-113.
- Ayala Aponte A., (2011). Estimación de las isothermas de adsorción y del calor isotérico en harina de yuca. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 9(1), pp. 88-96.
- Aziz S., Gill J., Dutilleul P., Neufeld R., & Kermasha S., (2014). Microencapsulation of krill oil using complex coacervation. *Journal of Microencapsulation*, 31(8), pp. 774-784.
- Bangs, W.E. & Reineccius, G.A., (1988). Corn starch derivatives. In: *Flavor Encapsulation* (edited by S.J. Risch & G.A. Reineccius). ACS Symposium Series 370. pp. 12–28.
- Bart, J. C., Gucciardi, E. & Cavallaro, S., (2013). Chemical transformations of renewable lubricant feedstocks. In *Biolubricants Science and technology*, Woodhead Publishing Limited, 46, pp. 249-350.
- Bedigian, D. (2003). Evolution of sesame revisited: domestication, diversity and prospects. *Genetic Resources and Crop Evolution*, 50(7), pp. 779-787.
- Beristain, C. I., Azuara, E., & Vernon-Carter, E. J. (2002). Effect of water activity on the stability to oxidation of spray-dried encapsulated orange peel oil using mesquite gum (*Prosopis juliflora*) as wall material. *Journal of Food Science*, 67, pp. 206–211.
- Bernard F. , G., Selim , K., Inteaz , A. & Catherine N. , M., (1999). Encapsulation in the food industry: a review. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 50(3), pp. 213-224.
- Blahovec, J. & Yanniotis, S., (2009). Modified classification of sorption isotherms. *Journal of Food Engineering*, 91(1), pp. 72-77.
- Brovchenko, I. & Oleinikova, A., (2008). Interfacial and Confined Water. Inglaterra: ELSERVIER.
- Broze, G. (2011). Rheological Modifiers for Aqueous Solutions. En: *Handbook of Detergents: Properties*. Taylor & Francis pp. 757.

- Brunauer, S., Deming, L.S., Deming, W.E. & Teller, E., (1940). On a theory of the van der Waals adsorption of gases. *Journal of American Chemical Society*, 62, pp. 1723-1732.
- Cabrera, A., (2019). Conoce los beneficios del ajonjolí. [En línea] [Último acceso: 03 05 2019]. Available at: <https://www.eluniversal.com.mx/menu/conoce-los-beneficios-del-ajonjoli>
- Cano, Y., Zarate, Y. & García Zapateiro, L. A., (2017). Food emulsion type oil in water prepared with high-protein from shrimp. *Ingeniería e Investigación*, 37(3), pp. 17-22.
- Casas, A., Barbera, G., (2002). Mesoamerican domestication and diffusion. En: Nobel, P.S. (Ed.), *Cacti Biology and Uses*. University of California Press, pp. 143–162.
- Castañeta, H., Gemio, R., Yapu, W. & Nogales, J., (2011). Microencapsulation- A method for the conservation of physical chemical and biological properties of chemical substances. *Revista Boliviana de Química*, 28(2), pp. 135-140.
- Champagne, C. & Fustier, P., (2007). Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. *Current Opinion Biotechnology*, 18(2), pp. 184-190.
- Chandramouli, V. ; Kailasapathy, K. ; Peiris, P. , & Jones, M., (2004). An improved method of microencapsulation and its evaluation to protect *Lactobacillus* spp. in simulated gastric conditions. *Journal Microbiology Methods*, 56(1), pp. 27-35.
- Contreras Reyes, B. & Jiménez Munguía, M., (2012). Emulsiones simples y múltiples de compuestos bioactivos. *Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos*, 6(1), pp. 66-72.
- Contreras, J., (2003). Purificación y caracterización de poligalacturonasas de *Aspergillus Kawachii*. [Tesis] Universidad Nacional de la Plata. Argentina, pp. 155.
- Cristian, P., s.f. Natursan- Ajonjolí: beneficios, propiedades y contraindicaciones. [En línea] Available at: <https://www.natursan.net/ajonjoli-beneficios-y-propiedades/> [Último acceso: 12 05 2019].
- De Vos, P., Faas, M. M., Spasojevic, M., & Sikkema, J., (2010). Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. *International Dairy Journal*, 20 (4), pp. 292-302.
- Dickinson, E., Radford, S. J., & Golding, M. (2003). Stability and rheology of emulsions containing sodium caseinate: Combined effects of ionic calcium and non-ionic surfactant. *Food Hydrocolloids*, 17, pp. 211–220.

- Dong Z. J., Xia S.Q., Hua S., Hayat K., Zhang X.M., & Xu S.Y., (2008). Optimization of cross-linking parameters during production of transglutaminase-hardened spherical multinuclear microcapsules by complex coacervation. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 63(1), pp. 41-47.
- Edrisi Sormoli, M., & Langrish, T. A. G., (2016). Spray drying bioactive orange-peel extracts produced by Soxhlet extraction: Use of WPI, antioxidant activity and moisture sorption isotherms. *LWT - Food Science and Technology*, 72, pp. 1–8.
- EFSA, European Food Safety Authority. (2010) Opinion on the safety of “Chia seeds (*Salvia hispanica* L.) And ground whole Chia seeds” as a food ingredient. EFSA J.
- Eng-Seng, Ch. (2011). Preparation of Ca-alginate beads containing high oil content: Influence of process variables on encapsulation efficiency and bead Properties. *Carbohydrate Polymers*, 84, pp. 1267–1275.
- 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, pp. 93-103.
- Espino Díaz, M., Ornelas Paz, J., Martínez Tellez, M. A., Santillán, C., Barbosa Cánovas, G. V., Zamudio Flores, P.B. & Olivas, G.I., (2010). Development and characterization of edible films based on mucilage of opuntia ficus-indica, 75 (6), pp. 347-352.
- Eunice Ríos V., G. A. G. G. L. D. C., (2007). Predicción de la Actividad del Agua en Frutas Tropicales. *Revista de Investigaciones - Universidad de Quindío*, No. 17, pp. 27-32.
- Fang, Z. & Bhandari, B., (2010). Encapsulation of polyphenols – a review. *Trends Food Science and Technology*, 21, 510–23.
- Favaro Trindade, C.S., Santana, A.S., Monterrey Quintero, E.S., Trindade, M.A. & Netto, F.M., (2010). The use of spray drying technology to reduce bitter taste of casein hydrolysate. *Food Hydrocolloids*, 24(4), pp. 336-340.
- Fernández Arteaga, A., (2006). 1.3.6. Preparación de emulsiones. En: *Preparación, caracterización y estabilidad de emulsiones y microemulsiones O/W*. s.l.: Editorial de la Universidad de Granada, pp. 51-55.

- Funami T., Fang, Y., Noda S., Ishihara S., Nakauma M., Draget K. I. & Nishinari K., Phillips G. O., (2009). Rheological properties of sodium alginate in an aqueous system during gelation in relation to supermolecular structures and Ca²⁺ binding. *Food Hydrocolloids*, 23(7), pp. 1746- 1756.
- Gabas, A. L., Telis-Romero, J., Giraldo-Gómez, G. I., & Telis, V. R. N. (2009). Propiedades termodinámicas de sorción de agua de la pulpa de lulo en polvo con encapsulantes. *Food Science and Technology*, 29(4), pp. 911-918.
- García, G., González M., Ochoa M. & Medrano H., (2004). Microencapsulación del jugo de cebada verde mediante secado por aspersión. *Revista Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 4(4), pp. 262-266.
- Gardi, N., (1999). Hydrocolloids as emulsifying agents for oil in water emulsions. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 20, pp. 327-355.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A. & Saurel, R., (2007). Applications of spray drying in microencapsulation of food ingredients. *Food Research International*, 40, pp. 1107-1121.
- GHOSH, S. K. (Ed.) (2006). Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective. En *Functional Coatings: by Polymer Microencapsulation*. Weinheim, Alemania: WileyVCH Verlag GmbH & Co. KGaA, pp. 1-28. Recuperado de http://www.wiley-vch.de/books/sample/352731296X_c01.pdf
- Gombotz W.R. & Wee, S.F., (2012). Protein release from alginate matrices. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 64, pp. 194-205.
- Gonzales, E., R. Domínguez, D. Moreno & C. García., (2010). Review: Natural bioactive compounds of citrus lemon for food and health. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 51(2): 327-345.
- Grobl, M., Harrison S., Kaml I. & Kenndler E., (2005). Characterization of natural polysaccharides (plant gums) used as binding media for artistic and historic works by capillary zone electrophoresis. *Journal of Chromatography A.*, 1077. 80-89.
- Helgerud T., Gåserød, O., Fjæreide T., Andersen P. O. & Larsen C. K., (2010). 4. Alginates. En: *Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents*. Reino Unido: Wiley Blackwell, pp. 50-72.

- Hernández-Carmona G. & Rodríguez-Montesinos Y.E., (1990). Los alginatos: Un producto útil a partir de algas marinas. *CICIMAR Boletín*, pp. 1-1.
- Hernández-Torres, C. e Iliina, A. y Ventura-Sobrevilla, J. y Belmares-Cerda, R. y Contreras-Esquivel, J. & Michelena Álvarez, G. y Martínez- Hernández, J., (2016). La microencapsulación de bioactivos para su aplicación en la industria. ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar, [en línea] 50(1), pp.12-19.
- Hill, T.L., Emmet, P.H. & Joyner, L.G., (1951). Calculation of thermodynamic functions of adsorbed molecules from adsorption isotherm measurements: nitrogen on graphon. *Journal American Chemical Society*. 73, pp. 5102–5107.
- Iglesias, H. A., Chirife, J. & Viollaz, P., (1976). Thermodynamics of water vapor sorption by sugar beet root. *Journal of Food Technology*, 11, pp. 91–101.
- Ismaila, A., & Usman, A., (2012). Genetic variability for yield and yield components in sesame (*Sesamum indicum* L.). *International Journal of Science and Research*, 3, pp. 358-361.
- Jayadas, N. H. & Nair, K. P., (2006). Coconut oil as base oil for industrial lubricants- evaluation and modification of thermal, oxidative and low temperature properties, *Tribology International*, 39 (9), pp. 873-878.
- Jiang H., Han X., Li Z. & Chen X., (2012). Superparamagnetic core–shell structured microspheres carrying carboxyl groups as adsorbents for purification of genomic DNA. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 401, pp. 74-80.
- Kanakdande, D., Bhosale, R., & Singhal, R. S., (2007). Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum arabic, maltodextrin and modified starch. *Carbohydrate Polymers*, 67, pp. 536–541.
- Kapsalis, J. G., (1981). Moisture sorption hysteresis. In L. B. Rockland & G. F. Stewart (Eds.), *Water activity: Influences on food quality* (pp. 143–177). New York: Academic Press.
- Keshani, S., Daud, W. R. W., Nourouzi, M., Namvar, F., & Ghasemi, M., (2015). Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. *Journal of Food Engineering*, 146, pp. 152–162.
- Kumar, R., Kumar, M.S. & Mahadevan, N., (2012). Multiple Emulsions: A review. *International Journal of Recent Advances in Pharmaceutical Research*. 2(1), pp 9-19.

- Labuza, T.P., Kaanane, A., & Chen, J.Y., (1985). Effect of temperature on the moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods. *Journal of Food Engineering*. 50, 385–391.
- Lang, K.W., McCune, T.D. & Steinberg, M.P., (1981). A proximity equilibration cell for rapid determination of sorption isotherms. *Journal of Food Science*, 46, pp. 936–938.
- Lee, S.L. & Rosenberg, M., (2000). Preparation and some properties of water-insoluble, whey-protein-based microcapsules. *Journal of Microencapsulation*, 17, pp. 29–44.
- León-Martínez F.M., Méndez-Lagunas L.L. & Rodríguez-Ramírez J., (2010). Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 81, pp. 864–870.
- Lewis, J.G., Stanley, N.F. & Guist, G.G., (1988). Commercial production and applications of algal hydrocolloids. En: *Algae and Human Affairs*. Cambridge University Press. New York, U.S.A., pp. 205-236.
- Liebanes, M.D., Aragon, J.M., Palancar, M.C., Arevalo, G. & Jimenez, D., (2006). Equilibrium moisture isotherms of two-phase solid olive oil by-products: adsorption process thermodynamics. *Colloids Surface – Physicochemical Engineering. Aspects*, 282, 298–306.
- López C. Alex F., Deladino L., Anbinder, P. S., Navarro, A. S. & Martino M. N., (2012). Encapsulación de compuestos bioactivos con alginatos para la industria de alimentos. *Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 10 (1), pp. 18-27.
- López Hernández, O. D., (2010). Microencapsulación de sustancias oleosas mediante secado por aspersión. *Revista Cubana de Farmacia*. 44(3), pp. 381-389.
- Lupo Pasin, B., González Azón, C. & Maestro Garriga, A., (2012.) Microencapsulación con alginato en alimentos. Técnicas y aplicaciones. *Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 3(1), pp. 130-151.
- Madene, A., Scher, J. & Desobry, S., (2006). Flavour encapsulation and controlled release - a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 4(1), pp. 1-21.
- Martín Villena, M.J.; Morales Hernández, M.E.; Gallardo Lara, V. & Ruíz Martínez, M.S., (2009). Técnicas de microencapsulación: una propuesta para microencapsular probióticos. *ARS Pharmaceutica*. 50(1), pp. 43-50.

- Martinelli, L., Gabas, A. L. & Telis-Romero, J., (2007). Thermodynamic and quality properties of lemon juice powder as affected by maltodextrin and Arabic gum. *Drying Technology*, 25, pp. 2035-2045.
- Martinelli, L., Gabas, A. L., & Telis-Romero, J., (2007). Thermodynamic and Quality Properties of Lemon Juice Powder as Affected by Maltodextrin and Arabic Gum. *Drying Technology*, 25, pp.2035-2045.
- McGarvie, D., & Parolis, H., (1981). The acid-labile peripheral chains of the mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, 94, pp. 57-65.
- Méndez Reyes, D.A., Quintero Cerón, J.P., Váquiro, Herrera, H.A. & Solanilla Duque, J.F., (2014). Alginato de sodio en el desarrollo de películas comestibles. *Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 5(2), pp. 89-113.
- Milani J. & Maleki G., (2012). Hydrocolloids in Food Industry. En: *Food Industrial Processes—Methods and Equipment*. Irán. InTech, pp. 17-38.
- Mirhosseini, H, & Bahareh, B., (2012). A review study on chemical composition and molecular structure of newly plant gum exudates and seed gums. *Food Research International*, 46, pp. 387–398.
- Moraes, M. A., Gabriela, S. R. & Luiz, A. A. P., (2008). Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of apple Fuji and garlic. *International Journal of Food Science and Technology*, 43, pp. 1824-1831.
- Motlagh, S., Ravines, P., Karamallah, K. A. & Ma, Q., (2006). The analysis of Acacia gums using electrophoresis. *Food Hydrocolloids*, 20, pp. 848-854.
- Muñoz, J., Alfaro, M. d. C. & Zapata, I., (2007). Avances en la formulación de emulsiones. *Grasas y aceites*, 58(1), pp. 64-73.
- Nava Reyna, E., Michelena Álvarez, G., Iliná, A. & Martínez Hernández, J. L., (2015). Microencapsulation of bioactive compounds. *Investigación y Ciencia de la Universidad Autónoma de Aguascalientes*, 66, pp. 64-70.
- Nayak, A.K., Pal, D., Pany, DR, & Mohanty, B., (2010). Evaluación del mucílago de *Spinacia oleracea* L. como un agente de suspensión innovador. *Revista de tecnología e Investigación Farmacéutica Avanzada*, 1 (3), pp.338–341.

- Nedovic V., Kalusevic A., Manojlovic V., Levic S. & Bugarski B. (2011). An overview of encapsulation technologies for food applications. *Procedia Food Science*. 1, pp. 1806-1815.
- Nunes, R.V. & Rotstein, E., (1991). Thermodynamics of the water-foodstuff equilibrium. *Drying Technology*. 9, pp. 113–117.
- Pahlevanzadeh, H., & Yazdani, M., (2004). Moisture adsorption isotherms and isosteric energy for almond. Chemical Engineering Department Tarbiat Modarres University (TMU) Tehran, Iran, 1-15.
- Parra Huertas, R. A., (2010). Microencapsulación de Alimentos. *Fac. Nal. Agr. Medellín*, 63(2), pp. 5669-5684.
- Pastor C., Vargas M. & González Martínez C. (2005). Recubrimientos comestibles: Aplicación a frutas y hortalizas. En: *Alimentación, Equipos y Tecnología*. 197, pp.130-135.
- Paynel, F., Pavlov, A., Ancelin, G., Rihouey, C., Picton, L., Lebrun, L. & Morvan, C., (2013). Polysaccharide hydrolases are releasing with mucilages after water hydration of flax seeds. *Plant Physiology and Biochemistry*, 62, pp. 54-62.
- Pérez-Alonso C., Beristain, C.I., Lobato-Calleros C., Rodríguez-Huezo, M.E. & Vernon-Carter, E. J., (2006). Thermodynamic analysis of the sorption isotherms of pure and blended carbohydrate polymers. *Journal of Food Engineering*, 77, pp. 753-760.
- Pham, T. D., Thi Nguyen, T.D., Carlsson, A. S. & Bui, T. M., (2010). Morphological Evaluation of Sesame ('*Sesamum indicum*' L.). *Varieties from Different Origins*, 4 (7), pp 498-504.
- Placido, M. & Alemán, M.P., (2002). Método higrométrico rápido para determinar actividad del agua. *Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 3(4), pp. 229-235.
- Quintero Valbuena, M. A., (2016). 1.4 Hidrocoloides. En: *Obtención y caracterización de hidrocoloides a partir de residuos de la industria frutícola*. Colombia: s.n., pp. 27-35. Disponible en: <http://bdigital.unal.edu.co/57110/7/MayraA.QuinteroValbuena.2016.pdf>
- Ramírez Miranda, M., Cruz & Victoria, M.T., Vizcarra Mendoza, M.G., Anaya-Sosa, I., (2014). Determination of moisture sorption isotherms and their thermodynamics properties of nixtamalized maize flour. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 13 (1), pp. 165-178.

- Rizvi, S. S. H., (1986). Thermodynamic properties of foods in dehydration. In N. A. Rao & S. S. A. Rizvi (Eds.), *Engineering properties of foods*. New York: Marcel Dekker, Inc., pp. 133–214.
- RIZVI, S. S. H., (1995). Rheological properties of fluid foods. In: RAO, M. A.; RIZVI, S. S. H. (Eds.). *Engineering properties of foods*. 2nd ed. New York: Academic Press.
- Rodríguez E., & Sandoval A., (2003). Hidrocoloides naturales de origen vegetal. Investigaciones recientes y aplicaciones en la industria de alimentos. *Tecnura*, 7(13), pp. 4-13.
- Rodríguez-Henao, Y. C., (2017). Evaluación del mucílago de nopal como agente estabilizante en néctar de maracuyá. [En línea] [Último acceso: 06 06 2019]. Available at:http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/21264/43052010_2017.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- Rosenberg, M., & Sheu, T-Y., (1996). Microencapsulation of volatiles by spray-drying in whey protein-based wall systems. *International Dairy Journal*, 6, pp. 273–284.
- Rubiano, K., Cárdenas, J. & Ciro Velásquez, H. J., (2015). Evaluation of thermodynamic and thermal properties for d-limonene encapsulated by spray drying. *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica*, 18(2), pp. 425-434.
- Sahay, D. & Bhattacharya, S., (2010). Hydrocolloids as thickeners and gelling agents in food: a critical review. *Journal Food Science and Technology*, 47(6), pp. 587-597.
- Sánchez-Sáenz, E. O., Pérez-Alonso, C., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Báez-González, J.G. & Rodríguez-Huezo, M. E., (2011). 'Establishing the Most Suitable Storage Conditions for Microencapsulated Allspice Essential Oil Entrapped in Blended Biopolymers Matrices. *Drying Technology*, 29(8), pp. 863 – 872
- Sandoval Aldana, A., Rodríguez Sandoval, E., & Ayala Aponte, A., (2011). Encapsulación de Aditivos para la Industria de Alimentos. *Ingeniería y competitividad*, 5(2), 73 - 83.
- Serfert, Y., Drusch, S. & Schwarz K., (2009). Chemical stabilization of oils rich in long chain polyunsaturated fatty acids during homogenization, microencapsulation and storage. *Food Chemistry*, 113(4), pp. 1106-1112.

- Seyed M.A., R., Mohammad B., H. N. & Zahra, A., (2007). The time independent rheological properties of low-fat sesame paste/date syrup blends as a function of fat substitutes and temperature. *Food Hydrocolloids*, 21(2), pp. 198-202.
- Shinoda, K. & Saito, H. J. (1968). The effect of Temperature on the Phase Equilibria and the types of Dispersions of the Ternary System composed of Water, Cyclohexane and Nonionic Surfactant. *Colloid Interface Science*. 26, pp. 70-74.
- Silva, P. T. D., Fries, L. L. M., Menezes, C. R. D., Holkem, A. T., Schwan, C. L., Wigmann, É.F., ... & Silva, C. D., (2014). Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. *Ciencia Rural*, 44(7), 1304-1311.
- Singh, R., Malviya, R., & Sharma, Pramod. (2011). Extraction and Characterization of Tamarind Seed Polysaccharide as a Pharmaceutical Excipient. *Pharmacognosy Journal*. 3, pp. 17-19.
- Solans, C., Pinazo, A., Caldero, G. & Infante, M., (2001). Highly concentrated emulsions as novel reaction media Colloids and Surfaces A. *Physicochemical and Engineering Aspect*, 176(1): 101-108.
- Spada, J. C., Zapata Noreña, C. P., Ferreira Marczak, L. D. & Tessaro, I. C., (2013). Water adsorption isotherms of microcapsules with hydrolyzed pinhão (*Araucaria angustifolia* seeds) starch as wall material. *Journal of Food Engineering*, 114(1), pp. 64-69.
- Torres, M.D., Moreira, R., Chenlo, F. & Vázquez, M.J., (2012). Water adsorption isotherms of carboxymethyl cellulose, guar, locustbean, tragacanth and xanthan gums. *Carbohydr. Polym.* 89 (2), pp 592–598.
- Valdez, C.R.D., Blanco, M.F., Vázquez, A.R.E. & Magallanes, Q.R. (2008). Producción y usos del nopal para verdura. *Revista Salud Pública y Nutrición* .14, pp. 1-19.
- Valenzuela B., A. & Sanhueza C., J., (2009). Marine oils; nutritional and science relevance. *Revista chilena de nutrición*, 36(3), pp. 246-257.
- Vargas Rodríguez, L., Arroyo Figueroa, G., Herrera Méndez, C., Pérez Nieto, A., García Vieyra, M. & Rodríguez Núñez, J., (2016). Propiedades físicas del mucílago de nopal. *Acta Universitaria*, 26 (1), pp. 8-11.

- Vehring, R., (2008). Pharmaceutical particle engineering via spray drying. *Pharmaceutical Research*, 25(5), pp. 999-1022.
- 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.). *Carbohydr. Polym.* 121, pp 411–419.
- Villanueva López, E., Castillo Benites, D. & Rodríguez Páucar, G., (2013). Influencia de los parámetros Rancimat sobre la determinación del índice de estabilidad oxidativa del aceite de *Sesamum indicum* L. *Ciencia Agropecuaria*, 4(3) pp. 173-180.
- Villena M., Morales H., Lara G. & Martínez R., (2009). Técnicas de microencapsulación: una propuesta para microencapsular probióticos. *Pharmaceutica*, 50(1), pp. 43-50.
- Wandrey, C., Bartkowiak A. & Harding S., (2010). Materials for Encapsulation [En línea] Available at: <https://www.nottingham.ac.uk/ncmh/documents/papers/Paper329.pdf> [Último acceso: 20 05 2019].
- Wandrey, C., Harding, S. E. & A., (2010). Materials for Encapsulation. En: *Encapsulation Technologies*. New York, Usa: Springer Science+Business Media, pp. 31-101. Bartkowiak
- Włodarczyk Stasiak, M. & Jamroz, J., (2008). Analysis of sorption properties of starch–protein extrudates with the use of water vapour. *Journal of Food Engineering*, 85(4), pp. 580-589.
- Yáñez J., Salazar J.A., Chaires L., Jiménez J., Márquez M. & Ramos E.G., (2002). Aplicaciones biotecnológicas de la microencapsulación. *Avance y perspectiva*, 21, pp. 313-319.
- Zuidam, N. J. & Shimoni, E., (2010). Overview of Microencapsulates for Use in Food. En: *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing*. New York, USA: Springer Science Business Media, pp. 3-31.