



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**“Evaluación del alginato de sodio y mucílago
de tamarindo como agentes encapsulantes
del aceite de ajonjolí empleando la tecnología
de gelación iónica”**

T E S I S

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

PRESENTA:

ANDREA ESQUIVEL VILCHIS

ASESOR ACADÉMICO:

DR. CÉSAR PÉREZ ALONSO

ASESOR ADJUNTO:

DR. JULIAN CRUZ OLIVARES

ASESOR EXTERNO:

DR. ERIK ALPIZAR REYES

TOLUCA DE LERDO, MÉXICO

OCTUBRE 2022

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma del Estado de México por financiar esta tesis mediante el proyecto con clave 6160/2020/CIB, “Diseño, desarrollo y evaluación de hidrogeles de alginato de sodio - mucílago de nopal para la incorporación de cápsulas esporopolenina-aceite de chía mediante la tecnología de gelación iónica”.

ÍNDICE

	PÁG.
ÍNDICE DE FIGURAS.....	VIII
INDICE DE TABLAS.....	IX
RESUMEN.....	1
INTRODUCCIÓN.....	3
1. ANTECEDENTES.....	6
1.1. ACEITES ESENCIALES.....	6
1.1.1. Aceite de ajonjolí.....	6
1.2. ÁCIDOS GRASOS POLIINSATURADOS.....	8
1.3. ENCAPSULACIÓN Y METODOS.....	9
1.3.1. Emulsificación.....	11
1.3.2. Secado por aspersion.....	12
1.3.3. Extrusión.....	13
1.3.4. Liofilización.....	14
1.3.5. Coacervación.....	15
1.3.6. Gelación iónica.....	16
1.3.6.1. Mecanismos de gelación iónica.....	20
1.4. BIOPOLÍMEROS COMO MATERIAL DE PARED.....	21
1.4.1. Proteínas.....	23
1.4.2. Pectinas.....	24

1.4.3. Quitosano.....	25
1.4.4. Mucílagos.....	26
1.4.4.1. Mucílago de aloe vera.....	27
1.4.4.2. Mucílago de chía.....	27
1.4.4.3. Mucílago de nopal.....	28
1.4.4.4. Mucílago de okra.....	28
1.4.4.5. Mucílago de tamarindo.....	29
2. JUSTIFICACIÓN.....	33
3. HIPÓTESIS.....	36
4. OBJETIVOS.....	38
4.1. OBJETIVO GENERAL.....	38
4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	38
5. MATERIALES Y MÉTODOS.....	40
5.1. MATERIALES.....	40
5.2. MÉTODOS.....	40
5.2.1. Extracción del aceite de ajonjolí.....	40
5.2.2. Extracción del mucílago de tamarindo.....	41
5.2.3. Preparación de dispersiones e hidrogeles por gelación iónica.....	41
5.2.4. Caracterización de las perlas de hidrogel.....	42
5.2.5. Estudio de la morfología de las perlas de hidrogel.....	42
5.2.6. Rendimiento del proceso de encapsulación (Y).....	43
5.2.7. Eficiencia de encapsulación (EE).....	43
5.2.8. Estabilidad oxidativa del aceite de ajonjolí encapsulado y libre.....	45
5.2.9. Análisis cinético de la oxidación de lípidos.....	46
5.2.10. Cinética de liberación del aceite de ajonjolí extraído en los diferentes sistemas de perlas de hidrogel.....	47

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	49
6.1. Caracterización de las perlas de hidrogel.....	49
6.2. Morfología, tamaño y forma de las perlas de hidrogel.....	51
6.3. Oxidación de lípidos.....	53
6.4. Cinética de oxidación del AA libre y encapsulado.....	57
6.5. Cinética de liberación del AA extraído en sistemas de perlas de hidrogel AS y AS-MT.....	59
CONCLUSIONES	63
REFERENCIAS	65

ÍNDICE DE FIGURAS

	PÁG.
Figura 1. Propiedades de los productos microencapsulados.....	9
Figura 2. Tipos de encapsulados.....	10
Figura 3. Emulsificación de una emulsión.....	12
Figura 4. Estructura química del alginato.....	17
Figura 5. Ácidos urónicos componentes del ácido algínico.....	17
Figura 6. Segmentos de bloques de homopolímeros.....	18
Figura 7. Mecanismo de gelación del alginato en presencia de iones de calcio (Ca^{2+}).....	19
Figura 8. Estructura del mucílago de la semilla de tamarindo.....	30
Figura 9. Imágenes de la morfología externa de las perlas de hidrogel; a) AS, b) AS-MT.....	52
Figura 10. Oxidación de lípidos de: a) aceite de ajonjolí libre (AA); b) perlas de AS; c) perlas de hidrogel AS-MT (1:1 w/w), almacenadas durante seis semanas, a 25, 35 y 45 °C.....	56
Figura 11. Perfiles de liberación acumulativa de perlas de hidrogel AS y AS-MT (1:1 w/w) a 25°C.....	60

ÍNDICE DE TABLAS

	PÁG.
Tabla 1. Caracterización de las perlas de hidrogel para los sistemas AS y AS-MT.....	49
Tabla 2. Parámetros cinéticos de orden cero de perlas de hidrogel AA y AA libre.....	58

RESUMEN

Se formaron perlas de hidrogel por gelación iónica de alginato de sodio (AS) y de una mezcla entre alginato de sodio con mucílago de tamarindo (AS-MT) para mejorar la eficiencia de encapsulación y la estabilidad oxidativa del aceite de ajonjolí (AA). La mezcla AS-MT se usó en una relación peso de 1:1 (w/w) a una concentración de 2% (w/v).

La gelación iónica se indujo goteando las dispersiones homogeneizadas de AA-AS-MT con la ayuda de una jeringa en una solución de CaCl_2 (2.5% w/v) bajo agitación continua para inducir la gelación iónica. Las perlas resultantes se secaron en un horno de convección forzada y se almacenaron en condiciones controladas de temperatura.

El tamaño y forma de las perlas de hidrogel se estimó mediante microscopia electrónica de barrido y con el factor de esfericidad se determinó la redondez. La eficiencia de encapsulación se calculó por medio de la relación entre el aceite interno (aceite encapsulado) y el aceite total (aceite superficial más aceite interno).

La estabilidad oxidativa fue analizada en AA sin encapsular y en AA encapsulado en las perlas de hidrogel. Para esto se evaluó la oxidación lipídica durante 6 semanas a través del índice de peróxido valorado espectrofotométricamente. Los datos obtenidos en esta etapa fueron ajustados a modelos cinéticos de cero, primer y segundo orden. La cinética de liberación del AA se determinó al lavar cada muestra de cada sistema en n-hexano por diferentes intervalos de tiempo y, al recolectar los sobrenadantes y dejar evaporar el disolvente, la liberación del aceite se cuantificó por diferencia de peso.

Los resultados se compararon con perlas de hidrogel formuladas con sólo AS (2% w/v). Las perlas de hidrogel de AS presentaron una forma casi esférica de ~2.15 mm de tamaño promedio, mientras que las perlas de hidrogel de AS-MT tuvieron

una forma semiesférica e irregular con un tamaño promedio significativamente mayores (~3.45 mm).

Las perlas de los hidrogeles AS-MT mostraron una mayor eficiencia de encapsulación (~ 84.63 %) que las perlas de AS (~73.45 %), y también ofrecieron una mejor protección al AA contra la oxidación durante el almacenamiento en comparación con el aceite sin encapsular y las perlas de AS. Las cinéticas de oxidación fueron de orden cero.

La cinética de liberación de AA fue controlada por difusión y fue más lenta para las perlas AS-MT que para las de AS. Las características estructurales de los hidrogeles conformados solamente con AS promovieron perfiles de liberación del aceite más altos respecto a los hidrogeles formulados con AS-MT.

Los resultados indican que la mezcla de AS-MT puede considerarse como un aditivo potencial para aplicaciones en la industria alimentaria.

INTRODUCCIÓN

A través del tiempo, el ser humano ha evolucionado y adoptado nuevas formas de vida. Actualmente, el hombre se cuestiona sobre la composición e inocuidad de los alimentos que se cultivan y se consumen para satisfacer las necesidades de la creciente población. Esto ha desarrollado una oportunidad para las industrias de alimentos, ya que los consumidores de hoy buscan productos auténticos que, además de aportar energía, promuevan la salud y mejoren la calidad de vida.

Estudios realizados a lo largo del tiempo han demostrado que la adopción de fuentes ricas en ácidos grasos podría mejorar la calidad de vida de un sector poblacional creciente día con día. Aquí, la atención se centra en la inclusión de ácidos grasos esenciales, los cuales no son sintetizados de ninguna manera por el organismo humano, y que tienen que obtenerse de fuentes naturales.

El aceite de ajonjolí es una fuente rica en nutrientes y contiene ácidos grasos poliinsaturados, como el omega-3 y omega-6. Estos ácidos grasos promueven efectos benéficos en la salud humana. Sin embargo, el uso y administración del aceite de ajonjolí representa una tarea difícil, debido a que es altamente volátil, lábil y susceptible a degradarse frente a factores ambientales como la luz, temperatura, oxígeno y humedad, aunado a esto, el factor sensorial también juega un papel importante.

Una alternativa emergente en las últimas décadas sugiere la aplicación de la tecnología de encapsulación para reducir la degradación de los componentes con alto valor nutricional. Esta tecnología se sustenta en el uso de biopolímeros como material protector ante los factores de deterioro. Además, enmascaran aromas, colores y sabores, por lo que su ingesta se vuelve más factible.

Existen numerosas investigaciones acerca de mezclas biopoliméricas, las cuales mejoran la capacidad protectora. El mucílago de la semilla de tamarindo y el alginato de sodio son polisacáridos naturales, biodegradables y no tóxicos. Son

usados ampliamente en el sector alimentario y farmacéutico por sus propiedades espesantes, emulsionantes, gelificantes, estabilizadores y como modificadores de textura.

Considerando que la semilla de ajonjolí es producida en diversos países (incluido México), que es una semilla de fácil acceso y que su aceite posee un alto valor nutritivo, el objetivo de este trabajo fue estudiar la capacidad que tienen el alginato de sodio y el mucílago de tamarindo para ser un reservorio efectivo de aceite de ajonjolí, de manera individual y mezclados, mediante el método de gelificación iónica, con la finalidad de conservar sus propiedades susceptibles a factores ambientales.

En primera parte, se exponen las características del aceite de ajonjolí y la relevancia que presentan para proporcionar una mejor calidad de vida al ser humano. Sin embargo, al ser un compuesto oleaginoso, sus propiedades benéficas se ven comprometidas ante los factores ambientales que propician su oxidación. Por consiguiente, se considera el encapsular aceite de ajonjolí dentro de un polímero o matriz polimérica y se lleva a cabo una recopilación bibliográfica de los métodos de encapsulación: secado por aspersion, extrusión, liofilización, coacervación y gelación iónica.

En segunda parte, se exponen los biopolímeros empleados como revestimiento: alginato, proteínas, pectinas, quitosano y mucílagos, de los cuales resaltan el de aloe vera, chía, nopal, okra y tamarindo. Para este trabajo se formulan dos sistemas de encapsulación. El primero considera únicamente el alginato de sodio como material de pared. El segundo, una mezcla de alginato de sodio y mucílago de tamarindo. Estas formulaciones son llevadas a cabo mediante gelación iónica y, posteriormente, se valoran las características de las perlas obtenidas, así como el rendimiento y eficiencia de encapsulación, para finalizar con el análisis cinético de la oxidación lipídica y la cinética de liberación del aceite de ajonjolí.



ANTECEDENTES

1. ANTECEDENTES

1.1 ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales son mezclas complejas de compuestos volátiles producidos por organismos vivos y aislados sólo por medios físicos (prensado y destilación) de una planta entera o parte de una planta de origen taxonómico conocido. Se utilizan habitualmente como aromatizantes en productos alimentarios, bebidas, perfumes, productos farmacéuticos y cosméticos (Burt, 2004; Franz & Novak, 2010). Su uso en la medicina se practica desde tiempos antiguos de la historia humana. Investigadores de todo el mundo tratan de caracterizar una serie de propiedades biológicas de los aceites esenciales: antimicrobiano, antiviral, antimutagénico, anticanceroso, antioxidante, antiinflamatorio, inmunomodulador y antiprotozoaria (Bakkali *et al.*, 2008).

Si bien, la necesidad de incorporar aceites esenciales en la matriz alimentaria resulta beneficiosa, la adición directa de éstos tiene varias desventajas, por ejemplo, la pérdida de actividad debido a los efectos de la luz ultravioleta y el oxígeno, y la rápida volatilización. Además, la falta de control sobre la tasa de liberación del aceite esencial produce un efecto instantáneo y de corta duración. Una forma de evitar estas desventajas es la generación de una cobertura polimérica alrededor del aceite esencial (Banerjee *et al.*, 2013; Beyki *et al.*, 2014; Hosseini *et al.*, 2013).

A continuación, se presenta una breve descripción de las propiedades del aceite de ajonjolí y por qué es importante considerarlo en el proceso de encapsulación.

1.1.1 Aceite de ajonjolí

La semilla de ajonjolí (*Sesamum indicum* L.), nombrada como “reina de las semillas oleaginosas”, es uno de los cultivos más importantes y antiguos conocidos por el hombre (Aslam *et al.*, 2020). Actualmente, la semilla de ajonjolí es producida

principalmente en países como China, India, Myanmar, Sudán, Nigeria, Pakistán, Bangladesh, Etiopía, Tailandia, Turquía y México, donde el cultivo se concentra en los estados de Baja California, Chiapas, Guerrero, Michoacán, Oaxaca, Sinaloa y Sonora, siendo adecuada su producción en condiciones del trópico seco y húmedo (Solís Ávila *et al.*, 2019).

El ajonjolí juega un papel importante en la nutrición humana debido a que contiene cantidades significativas de los lignanos sesamina y sesamolina, los cuales tienen efectos beneficiosos sobre los niveles séricos de lípidos y la función hepática y dan al aceite de ajonjolí una marcada actividad antioxidante. Además, en los últimos años se ha reportado que el consumo de aceite de ajonjolí influye en los perfiles de lípidos en la sangre, incrementando la función antiinflamatoria y exhibiendo actividad antimutagénica (Gharby *et al.*, 2017).

El aceite de ajonjolí se emplea como fijador en la industria de la perfumería, en diversos cosméticos como portador de sustancias liposolubles, en productos farmacéuticos como la penicilina, en insecticidas, pinturas, en la fabricación de jabones (Mohammed & Hamidu, 2018) y en la producción de biocombustibles (Sarve *et al.*, 2015).

El valor que posee el ajonjolí está dado por su composición. Esta semilla es una fuente significativa de aceite (44-58%), proteínas (18-25%) y carbohidratos (~13.5%). El aceite está conformado por 35% de ácidos grasos monoinsaturados y 44% de ácidos grasos poliinsaturados y presenta un equilibrio ideal entre los ácidos omega-6 y omega-3 (Borchani *et al.*, 2010).

Una de las principales desventajas en la introducción de aceites ricos en omega-3 y omega-6, en la formulación alimentaria, es su alta susceptibilidad a la oxidación lipídica en presencia de oxígeno, luz, humedad y calor. La oxidación de los lípidos no sólo disminuye su valor nutricional, sino que también resulta en la formación de productos tóxicos, así como sabores no deseados (Al Juhaimi *et al.*, 2018). No

obstante, la estabilidad del aceite puede mejorarse mediante un proceso de encapsulación (Fuentes-Ortega *et al.*, 2017).

1.2 ÁCIDOS GRASOS POLIINSATURADOS

Los ácidos grasos son metabolitos que tienen funciones esenciales en el cuerpo humano. De éstos existen diversos, aunque sin duda en la actualidad los ácidos grasos poliinsaturados (AGP) se consideran los de mayor relevancia dado que, además de aportar energía, se pueden biotransformar, originando componentes bioactivos con variadas acciones fisiológicas (Sanhueza-Catalán *et al.*, 2015).

Desde el punto de vista nutricional, los AGP se pueden dividir en ácidos grasos esenciales y no esenciales. El ácido omega-3 y el ácido omega-6 son ácidos grasos esenciales, los cuales no pueden ser sintetizados por el cuerpo humano y deben obtenerse a través de los alimentos; mientras que los ácidos grasos no esenciales, el omega-9, sí son producidos en el cuerpo (Guil-Guerrero *et al.*, 2004).

Estudios recientes han demostrado que el omega-3 y el omega-6 desempeñan un papel importante en el funcionamiento de las células inmunes. El ácido omega-3 presenta propiedades antiinflamatorias y se cree que su consumo disminuye el riesgo de enfermedad coronaria del corazón, presión arterial alta, artritis reumatoide, colitis ulcerativa, diabetes mellitus, cáncer y enfermedad de Alzheimer. Por su parte, el ácido omega-6 presenta propiedades pro-inflamatorias y posee una buena cantidad de actividades farmacológicas, incluyendo propiedades benéficas en el tratamiento del cáncer (Bakry *et al.*, 2016; Buchanan *et al.*, 2021).

Mencionada la importancia de introducir a la dieta humana el aceite de ajonjolí, se describe en seguida el proceso de encapsulación y los diversos métodos por los que el aceite de ajonjolí puede ser aislado con la finalidad de proteger sus propiedades y que estén disponibles para el consumo humano.

1.3 ENCAPSULACIÓN Y MÉTODOS

La encapsulación es un proceso en el que compuestos sólidos, líquidos o gases tales como sabores, enzimas, microorganismos, vitaminas, minerales, colorantes y lípidos (Özbek & Ergönül, 2017), son atrapados por una capa homogénea o heterogénea con la finalidad de protegerlos contra las condiciones ambientales adversas (Figura 1). Además, se puede utilizar para la estabilización, protección y ampliación de la vida útil de compuestos sensibles, así como para muchas aplicaciones en la industria alimentaria, incluyendo la liberación controlada y el mejoramiento de las características sensoriales, enmascarando los sabores, colores y olores (Jannasari *et al.*, 2019; Otálora *et al.*, 2016). Así mismo, la encapsulación puede mezclar compuestos incompatibles, separando componentes dentro de una mezcla que de otro modo reaccionarían entre sí y, por último, pero no menos importante, mejorando el aspecto visual y el concepto de marketing del producto encapsulado final (Jeyakumari *et al.*, 2016).

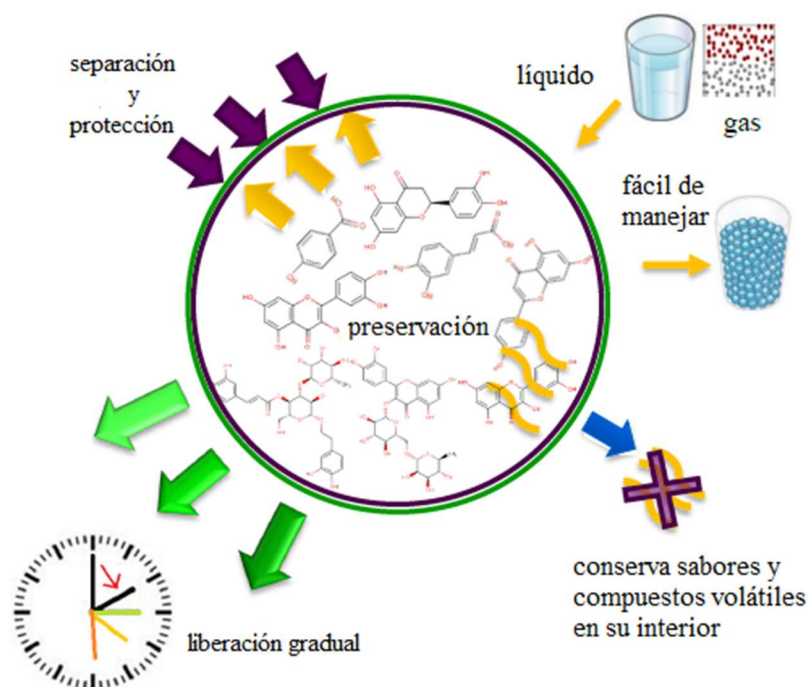


Figura 1. Propiedades de los productos microencapsulados (Macías-Cortés *et al.*, 2020).

La sustancia que es encapsulada puede ser llamada el material del núcleo, el agente activo, relleno, fase interna o fase de carga útil. La sustancia que está encapsulando se puede llamar el recubrimiento, la membrana, el material de pared, la fase externa o la matriz (Poornima & Sinthya, 2017).

Se pueden caracterizar diferentes tipos de encapsulados: reservorio, matriz y matriz recubierta, como se observa en la Figura 2. El tipo *reservorio* tiene una capa alrededor del material del núcleo. El tipo *matriz* tiene el agente activo disperso sobre el material portador y también se puede encontrar en la superficie. Una combinación del tipo depósito y tipo matriz da un tercer encapsulado llamado *matriz recubierta*, en el que el agente activo es una cápsula cubierta por una capa adicional (Ray *et al.*, 2016).

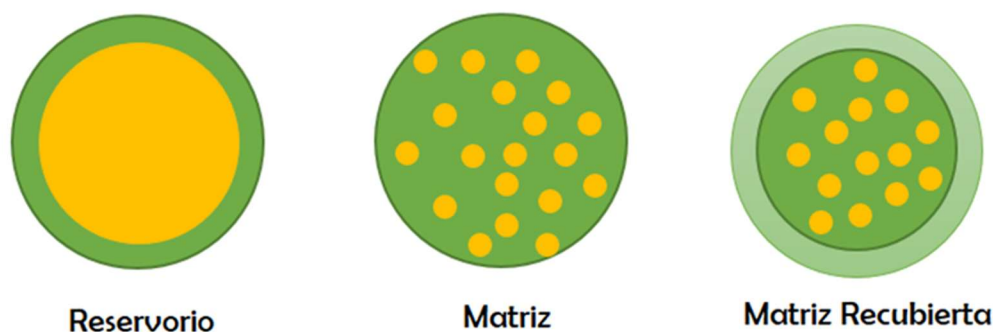


Figura 2. Tipos de encapsulados (Zuidam & Nedovic, 2010).

El tamaño de las cápsulas generadas puede ir desde unos pocos nanómetros hasta unos pocos milímetros. De acuerdo a Wang *et al.* (2015), la clasificación de las cápsulas se divide en tres categorías: *nanocápsulas* ($<0.2\mu\text{m}$), *microcápsulas* (0.2 a $5,000\mu\text{m}$) y *macrocápsulas* ($>5,000\mu\text{m}$). En términos de construcción y forma, las cápsulas se clasifican en dos grupos: microcápsulas y microesferas. Los componentes bioactivos son diferentes en peso molecular, polaridad, solubilidad, etc., lo que conlleva a la aplicación de diferentes enfoques de encapsulación con el fin de satisfacer los requisitos específicos, moleculares y fisicoquímicos (Augustin & Hemar, 2009).

La selección de un método de encapsulación apropiado depende de las propiedades físicas y químicas tanto del núcleo como del material de pared, el tipo de estructura que deben tener las cápsulas, el mecanismo de liberación del núcleo y los costos (Khan *et al.*, 2016). Los principales métodos de encapsulación son el secado por aspersión, extrusión, coacervación, liofilización, emulsificación, polimerización, lecho fluidificado y **gelación iónica**. Algunos de estos métodos son expuestos a continuación.

1.3.1 Emulsificación

La emulsificación es una técnica de encapsulación muy utilizada y se puede realizar a temperatura ambiente, lo que resulta interesante para los compuestos termosensibles. Es ampliamente usada en la industria farmacéutica, cosmética y alimentaria como una forma de establecer una barrera protectora al compuesto activo encapsulado, permitiendo su liberación en sitios específicos y una mayor estabilidad durante el almacenamiento (E Silva *et al.*, 2019). Es un sistema de dispersión de dos líquidos inmiscibles, usualmente aceite en agua, uno de los cuales es dispersado en pequeñas gotas esféricas (fase dispersa, interna o discontinua) dentro de otro (fase continua, externa o medio de dispersión).

Las emulsiones pueden clasificarse según la distribución espacial relativa de la fase oleosa y acuosa. Un sistema que consiste en gotitas de aceite dispersas en una fase acuosa se denomina *emulsión aceite en agua (O/W)*, mientras que un sistema en el que gotas de agua están dispersadas en una fase de aceite se llama *emulsión de agua en aceite (W/O)* (Lu *et al.*, 2016).

Sin embargo, las emulsiones son sistemas termodinámicamente inestables y requieren la adición de emulsionantes y/o estabilizadores, así como el uso de energía (proceso de homogenización) para lograr la estabilidad cinética (McClements *et al.*, 2007). La Figura 3 ilustra el proceso de incorporación de la fase dispersa en la fase continua para obtener una emulsión.

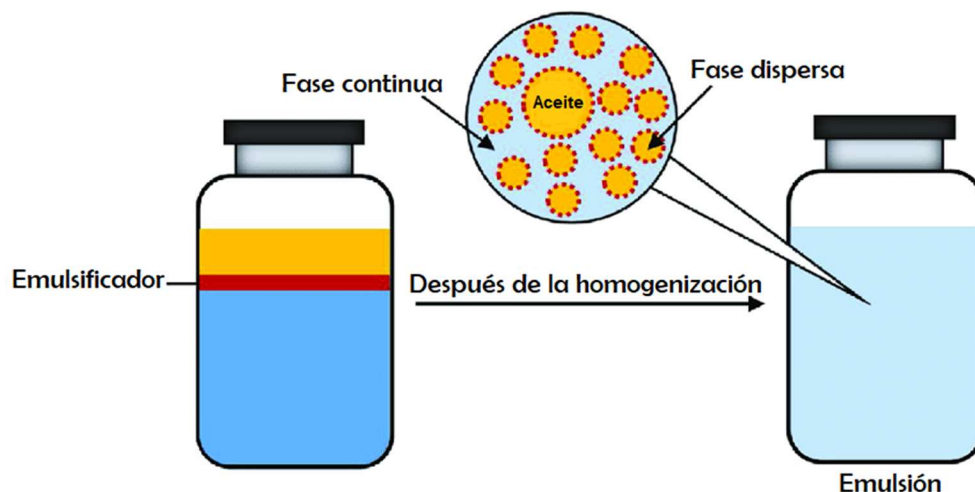


Figura 3. Emulsificación de una emulsión (Akbari *et al.*, 2018).

Las emulsiones O/W son comúnmente utilizadas junto con otros métodos de encapsulación, como el secado por aspersión y gelificación iónica, porque permite una pre-inmovilización del activo en un sistema bifásico termodinámicamente estable (E Silva *et al.*, 2019).

1.3.2 Secado por aspersión

Tradicionalmente, el secado por aspersión se considera uno de los métodos más populares de encapsulación debido a su precio razonable, simplicidad y flexibilidad (Arpagaus *et al.*, 2018). Esta técnica es usada para encapsular principalmente lípidos, sabores y pigmentos (AbdManaf *et al.*, 2015). Es una operación unitaria por la cual un producto líquido se dispersa en un gas caliente para obtener un polvo. El gas típicamente empleado es el aire o, más raramente, un gas inerte como el nitrógeno (Poornima & Sinthya, 2017).

Este proceso consiste en la formación de una solución, emulsión o suspensión que contiene el material del núcleo y de la pared, seguida de la aspersión en una cámara de secado con aire caliente circulante. Debido al contacto continuo con el aire caliente, el agua se evapora instantáneamente y el material encapsula el núcleo (Sharma & Borah, 2021). Las cápsulas se recogen después de caer en el fondo del secador. En el procedimiento, la temperatura de entrada y salida en la

cámara de secado debe ser la adecuada, ya que, si la temperatura de entrada es demasiado baja, el agua no se evaporará por completo en poco tiempo y el polvo secado por aspersión todavía estará húmedo y el rendimiento de encapsulación disminuiría. Por otro lado, si la temperatura es demasiado alta, se podrían producir grietas en las microcápsulas (Ray *et al.*, 2016).

El secado por aspersión posee ventajas sobre otros métodos: gran disponibilidad del equipo, amplia variedad de agentes encapsulantes pueden ser empleados, producción potencialmente a gran escala, equipo simple, buena eficiencia (Sharma & Borah, 2021) y la producción de micropartículas de polvo con baja actividad de agua (a_w), simplificando el transporte, manejo y almacenamiento, asegurando la calidad microbiológica (Gouin, 2004).

Sin embargo, la razón principal que limita esta técnica es que el uso de productos termosensibles es muy escaso, ya que la alta temperatura requerida conduce a la destrucción o volatilización del producto. Otras desventajas son la producción de polvo de microcápsula fina (aglomeración), la limitada gama de materiales de pared para la microencapsulación y que además deben tener una buena solubilidad en agua (Bakry *et al.*, 2016).

1.3.3 Extrusión

Es un método físico para la encapsulación de sabores y aceites alimentarios. Además, se ha utilizado para encapsular algunos aceites vegetales y esenciales para las industrias de alimentos y pesticidas (Soliman *et al.*, 2013)

La extrusión se basa en un gel polisacárido que inmoviliza el núcleo cuando está en contacto con un ion multivalente. Consiste en incorporar el núcleo en una solución de alginato de sodio, seguida de una mezcla que se somete a extrusión por goteo a través de una pipeta o jeringa de calibre reducido en una solución de endurecimiento, como el cloruro de calcio (Bamidele & Emmambux, 2020).

La principal ventaja de este proceso es la vida útil muy larga de los compuestos de sabor debido a la provisión de una barrera casi impermeable contra el oxígeno. Uno de los inconvenientes de este método es la formación de partículas bastante grandes que limitan el uso en aplicaciones donde la sensación en la boca es un factor crucial. Adicionalmente, la gama de materiales de pared disponibles para la extrusión es muy limitada (Fangmeier *et al.*, 2019).

1.3.4 Liofilización

Es un método que implica la deshidratación de material congelado bajo un proceso de sublimación al vacío (Do Amaral *et al.*, 2019). Este método es ampliamente utilizado para la deshidratación de prácticamente todos los materiales sensibles al calor y aromas como los aceites. También se utiliza para mejorar la estabilidad y el almacenamiento a largo plazo de los medicamentos lábiles (Sharma & Borah, 2021).

En primer lugar, el aceite se disuelve en agua y se congela (entre -90°C y -40°C) y a continuación se reduce la presión circundante y se añade suficiente calor para permitir que el agua congelada en el material se sublime directamente de la fase sólida a la fase gaseosa (Heinzelmann *et al.*, 2000).

Un proceso exitoso de liofilización preserva la mayoría de las propiedades iniciales de la materia prima como forma, dimensiones, apariencia, sabor, color, textura y actividad biológica. La eficiencia de la protección o liberación controlada depende principalmente de la composición y estructura del material de pared. Los materiales de pared más utilizados son la goma arábiga, maltodextrina, almidones emulsionantes, proteínas de suero, etc. (Ceballos *et al.*, 2012).

Las ventajas de la liofilización en términos de encapsulación de aceite son la disminución del deterioro de los compuestos sensibles al calor (ácidos grasos insaturados, tocoferoles, etc.), humedad controlable de los productos finales y la reconstrucción más fácil del aceite micro encapsulado (Özbek & Ergönül, 2017).

Las principales desventajas de la liofilización son el alto consumo de energía y los elevados costos de operación y mantenimiento. Además, durante el procesamiento se forma una barrera con una estructura porosa abierta entre el agente activo y su entorno. Esta pared altamente porosa ofrece una pobre protección cuando se requiere una liberación prolongada de un activo (Indiartho *et al.*, 2021).

1.3.5 Coacervación

El método de coacervación, que también se llama separación de fases, es considerado por muchos investigadores como la principal técnica de encapsulación. Ésta implica la separación de una fase líquida de material de recubrimiento de una solución polimérica, seguida por el recubrimiento de esa fase como una capa uniforme alrededor de las partículas de núcleo suspendidas (Poornima & Sinthya, 2017).

La coacervación se origina cuando la energía de la superficie del material a encapsular y los agentes encapsulantes se acoplan mediante la alteración de varios parámetros fisicoquímicos del sistema, tales como la temperatura, la fuerza iónica, el pH y la polaridad. A continuación, el material de revestimiento se solidifica a través de calor, reticulación, o técnicas de eliminación de disolventes. Las cápsulas a menudo se recogen a través de filtración o centrifugación, se lavan en un disolvente adecuado, y por último se secan a través de algunas técnicas estándar como el secado por aspersion, liofilización o secado en lecho fluidizado para producir partículas discretas que fluyan libremente (Dong *et al.*, 2008; Jyothi *et al.*, 2010).

Esta técnica puede dividirse en dos tipos: coacervación simple y coacervación compleja. La coacervación simple implica un solo material polimérico. La coacervación compleja es un sistema trifásico en el que intervienen el disolvente, el material bioactivo y el material de revestimiento. El proceso consiste básicamente en cuatro pasos principales: (a) preparación de las soluciones de polímero; (b) el material bioactivo es emulsionado en las soluciones de polímeros;

(c) con los cambios de pH, las cargas de los polímeros se modifican convirtiéndose en opuestas, permitiendo la interacción electrostática entre ellos. En este momento, el material bioactivo es encapsulado por la deposición del complejo formado; y (d) la cubierta compleja se solidifica enfriando el sistema o utilizando un reticulante y, en consecuencia, se produce la separación de fases y la recolección de las partículas (Mohanty & Bohidar, 2003; Yeo *et al.*, 2001).

Las técnicas de coacervación ofrecen ventajas como una alta eficiencia de encapsulado, temperaturas de operación más bajas y liberación controlada del núcleo activo. Sin embargo, esta técnica se prefiere sólo para los compuestos hidrofóbicos (Mhatre & Gurav, 2020).

1.3.6 Gelación iónica

El proceso de gelación iónica es uno de los enfoques más sencillos para la encapsulación y estabilización de aceites químicamente inestables, así como para el control de la reacción oxidativa y la entrega de compuestos activos. Así mismo, la gelación iónica es una herramienta útil para enmascarar sabores, colores y olores, que a su vez conducen a una vida útil prolongada y a la protección de los componentes activos bajo factores ambientales (Homar *et al.*, 2007).

La gelación iónica es un método químico basado en interacciones iónicas entre polímeros de carga opuesta, o entre un polímero y un polication o polianión, que es altamente recomendable para agentes hidrofóbicos bioactivos. El alginato (Figura 4) se ha convertido en el material de elección para la encapsulación por gelación iónica (De Oliveira *et al.*, 2014; Saravanan & Rao, 2010).

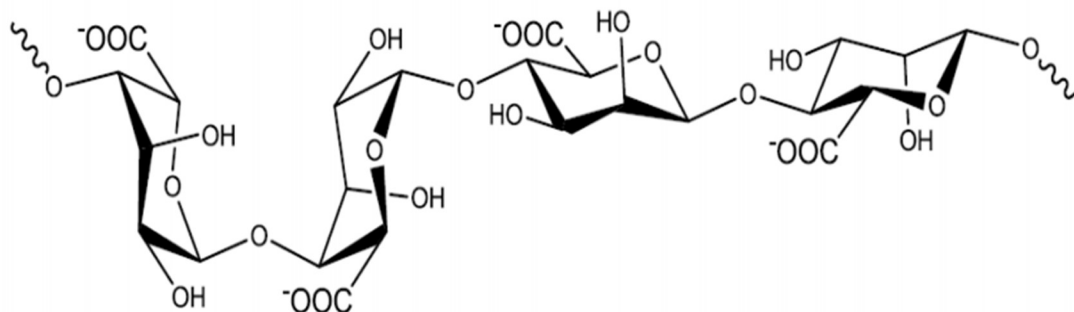


Figura 4. Estructura química del alginato (Avendaño-Romero *et al.*, 2013).

El alginato es un polímero aniónico natural extraído de algas marrones. Su amplio uso se debe a su biocompatibilidad, bajo costo y no toxicidad. Está compuesto de dos estructuras monoméricas: ácido β -D-manurónico (M) y de ácido α -L-gulurónico (G) (Figura 5), que se agrupan en bloques de secuencias MM, MG, unidos por bloques glucosídicos $\beta(1-4)$; y los bloques GG, GM, unidos por los enlaces glucosídicos $\alpha(1-4)$ (Figura 6) (Avendaño-Romero *et al.*, 2013; De Oliveira *et al.*, 2014; Saravanan & Rao, 2010).

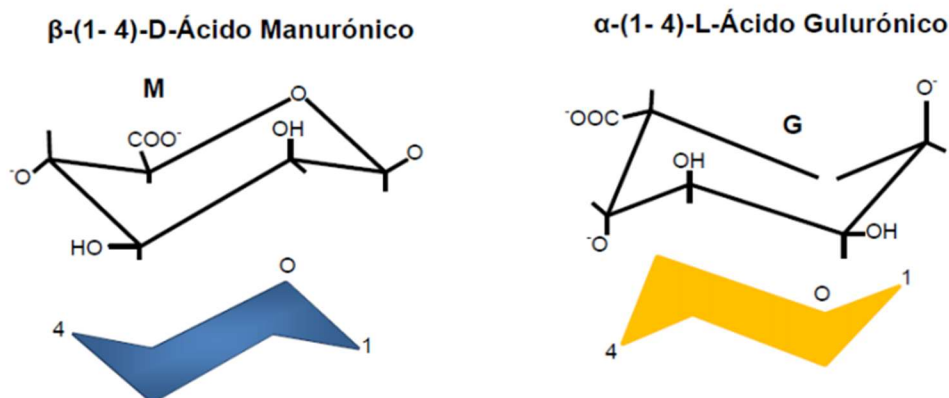


Figura 5. Ácidos urónicos componentes del ácido algínico (Avendaño-Romero *et al.*, 2013).

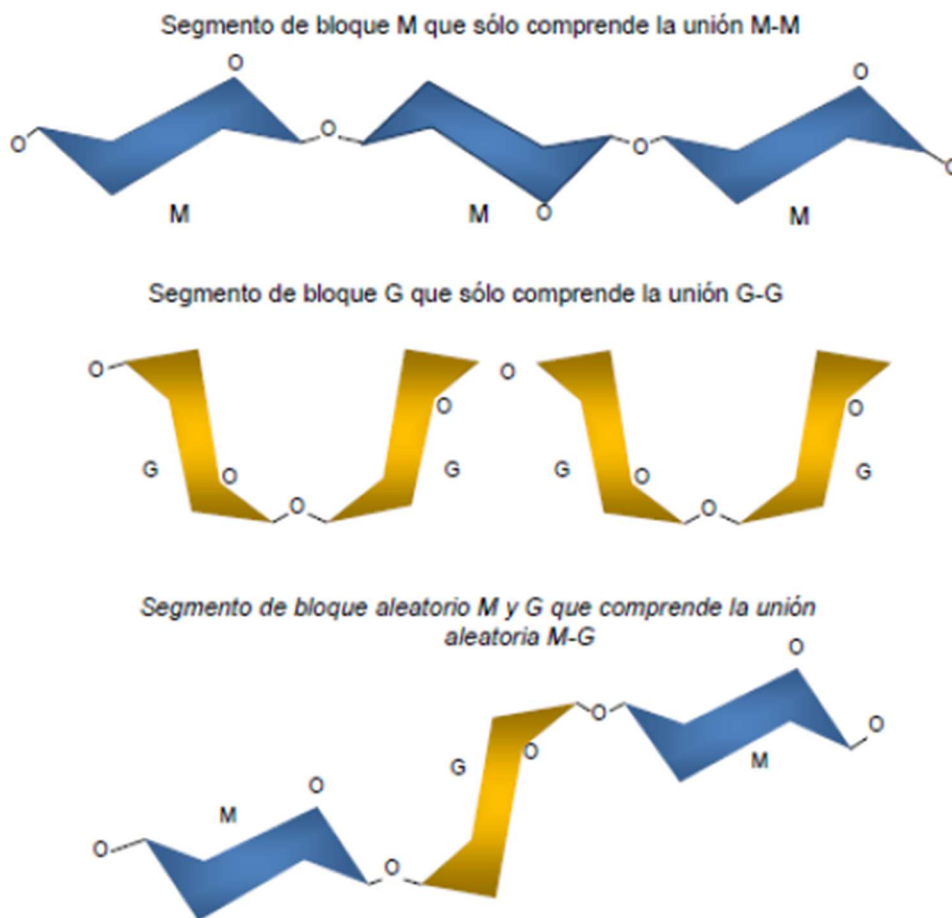


Figura 6. Segmentos de bloques de homopolímeros (Avendaño-Romero *et al.*, 2013).

La formación de microesferas por gelificación iónica resulta de la producción de una emulsión de aceites esenciales en una solución de alginato. Posteriormente, la emulsión es goteada en una solución de calcio (Ca^{2+}) donde se produce la gelatinización en la superficie de la gota hasta que la formación completa de la microesfera ocurre. De este procedimiento resulta la formación de un grano de hidrogel con el bioactivo atrapado en su interior (Traffano-Schiffo *et al.*, 2018).

La gelación y reticulación del polímero se consiguen mediante el intercambio químico de iones de sodio con cationes divalentes lo que provoca el apilamiento de los grupos urónicos, creando una estructura reticulada conocida como “caja de huevos” (Figura 7). Esta estructura se caracteriza por tener un 99% de agua y

presenta características similares a los sólidos ya que conservan su forma y son resistentes al estrés físico. Las reacciones químicas entre los grupos urónicos del alginato y el catión pueden ser temporales o permanentes. Si se busca formar una solución viscosa y tixotrópica, entonces la concentración de calcio debe ser baja; si se emplean concentraciones altas, el polímero gelifica produciendo microsferas que precipitan y forman asociaciones permanentes (George & Abraham, 2006).

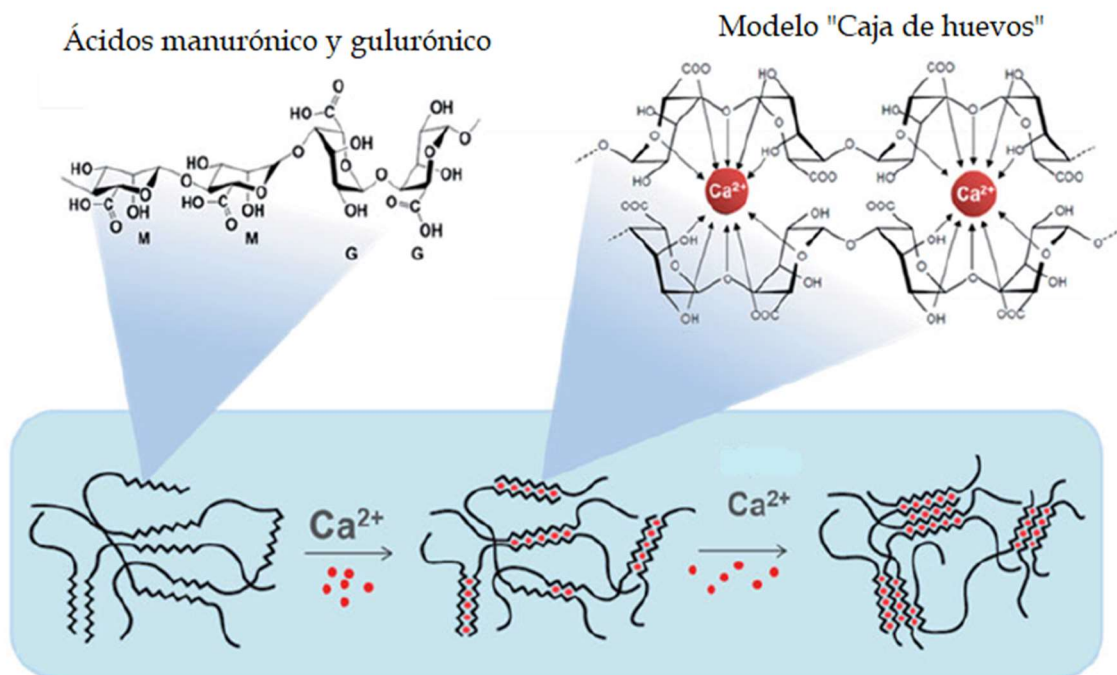


Figura 7. Mecanismo de gelación del alginato en presencia de iones de calcio (Ca²⁺) (Martins *et al.*, 2017).

La naturaleza de la matriz de hidrogel que rodea el bioactivo puede ser diseñada para mejorar su estabilidad física y química, así como para controlar su liberación y disponibilidad. Por lo general, las perlas de hidrogel con un diámetro de partícula superior a 1 mm se preparan utilizando una jeringa con una aguja o una pipeta. Las perlas de hidrogel adecuadas para su utilización en los alimentos suelen construirse a partir de biopolímeros de calidad alimentaria, como proteínas y/o polisacáridos, utilizando una variedad de enfoques (Chen *et al.*, 2006; Shewan & Stokes, 2013).

La calidad del proceso de encapsulación depende del aumento de la capacidad de carga, la eficiencia de la encapsulación y el rendimiento obtenido de las microesferas. Sin embargo, se ha reportado que la estructura interna de las perlas formadas sólo con alginato de sodio como material de pared en la encapsulación de aceites es extremadamente porosa, con tamaños de poros relativamente grandes (Bannikova *et al.*, 2018; Menin *et al.*, 2018).

1.3.6.1 Mecanismos de gelación iónica

En la encapsulación de aceite por alginato como material de pared, los iones Ca^{2+} pueden llegar a las cadenas de alginato por diferentes rutas. Dependiendo del camino tomado por el Ca^{2+} , tres posibles mecanismos de gelación pueden ocurrir: externa, interna o inversa (Martins *et al.*, 2017).

La encapsulación de aceite basada en la gelación externa consiste en añadir una emulsión de aceite en alginato en un baño de solución de CaCl_2 . Los iones Ca^{2+} migran del baño acuoso a la gota de emulsión, dando como resultado que las cadenas de alginato se entrelacen progresivamente y se formen cápsulas polinucleares. Por este método, los iones Ca^{2+} primero cruzan la superficie de la cápsula que conduce a una fusión de las cadenas de polímero y a la formación de una superficie menos permeable a la difusión del Ca^{2+} . Esto da lugar a una membrana con una superficie muy interconectada y un interior menos interconectado (Aguilar *et al.*, 2015).

En la gelación interna el aceite se emulsiona en una solución de alginato suplementada con CaCO_3 , una forma de calcio insoluble en agua. La emulsión se añade entonces en forma de gotas en un baño de aceite/ácido acético. Los iones H^+ , derivados de la disociación ácido acético, se difunden de la fase oleosa a la emulsión disminuyendo su valor de pH. Los iones H^+ reaccionan con el CaCO_3 que disocian los iones calcio. Los iones de Ca^{2+} liberados cruzan las cadenas de alginato dando lugar a la formación de cápsulas polinucleares. En este método, la reacción entre el ácido y el carbonato libera CO_2 , que conduce a la formación de

abundantes cavidades en la matriz de Ca-alginato. Como las cápsulas están inmersas en un baño de aceite, son necesarios pasos de enjuague precisos que hacen que la aplicación de este método a gran escala sea bastante difícil (Chan *et al.*, 2006; Zhang *et al.*, 2007).

El método de gelación inversa consiste básicamente en producir una emulsión a partir de una solución de aceite y cloruro de calcio, y añadirla gota a gota en un baño de alginato agitado. Al entrar en contacto con la solución de alginato, los iones Ca^{2+} se liberan gradualmente del núcleo de la emulsión formando la membrana (Martins *et al.*, 2015).

Revisados algunos de los métodos de encapsulación, es importante tener en cuenta que algunos de los materiales de pared no satisfacen todas las propiedades requeridas y por esto se vuelve necesario utilizarlos a menudo en combinación con otros materiales de revestimiento con otras propiedades. Los biopolímeros han sido estudiados por varios años como agentes encapsulantes y en breve se detallan sus propiedades.

1.4 BIOPOLÍMEROS COMO MATERIAL DE PARED

Los principales materiales encapsulantes utilizados son carbohidratos (almidón y sus derivados, maltodextrinas, jarabes de maíz, sacarosa, dextrana, ciclodextrinas, carboximetilcelulosa, metilcelulosa, etilcelulosa, nitrocelulosa, acetilcelulosa); gomas (arábica, mezquite, guar, xantana, carragenina); lípidos (ceras, parafinas, grasas, ácido esteárico, tristearina, mono y diglicéridos) y proteínas (gelatina, proteína de soya, caseinatos, suero de leche, zeína, gluten, caseína). Las proteínas y los polisacáridos son dos de los biopolímeros funcionales más importantes añadidos en los productos alimentarios basados en la emulsión para controlar la estabilidad, la textura, tiempo de conservación, y la apariencia general de emulsiones de alimentos (Desai & Jin Park, 2005; Sun & Gunasekaran, 2010).

Los polisacáridos son polímeros constituidos por unidades monoméricas o bloques de moléculas que se repiten en un número determinado de veces y se unen mediante enlaces glucosídicos. Los polisacáridos son abundantes en la naturaleza y forman el principal constituyente del material de la pared celular de las plantas (por ejemplo, celulosa o pectina). Los extractos de polisacáridos vegetales han sido ampliamente utilizados en aplicaciones alimentarias y farmacéuticas debido a sus valiosas propiedades funcionales relacionadas con su composición química, masa molar, características de ramificación y grupos funcionales (Jannasari *et al.*, 2019).

Comúnmente, los polisacáridos naturales son conocidos como los ladrillos básicos para la fabricación de hidrocoloides. Químicamente los hidrocoloides están constituidos por cadenas largas, con alto peso molecular y tienen la propiedad de formar dispersiones en el agua, produciendo sistemas coloidales de diferentes estructuras. Cada molécula de polímero disuelto de un hidrocoloide interactúa fuertemente a través de enlaces de hidrógeno con las moléculas de agua circundantes y con cualquier molécula vecina de hidrocoloide. La presencia de una gran cantidad de grupos hidroxilos (-OH) en sus estructuras aumentan notablemente la afinidad por la adsorción al agua, lo que hace que sean hidrofílicos. Estas macromoléculas tienden a superponerse y unirse en redes entrelazadas. Como resultado, la mayoría de los hidrocoloides funcionan como modificadores de la viscosidad y espesantes en medios acuosos a concentraciones relativamente bajas (Saha & Bhattacharya, 2010; Varela & Fiszman, 2011).

En la elección del portador o material de pared, se debe tener en cuenta que éste tiene una influencia directa en la estabilidad de almacenamiento, protección y liberación controlada del material del núcleo, al cual se desea encapsular y proteger (Pang *et al.*, 2014). El material de pared debe poseer las siguientes características (Chang *et al.*, 2018; Özbek & Ergönül, 2017; Pereira *et al.*, 2018; Veiga *et al.*, 2019):

- ✓ Capacidad de abarcar grandes cantidades de ácidos grasos esenciales, protegiéndolos contra la degradación química (como la oxidación o hidrólisis)

durante el almacenamiento, para tener una liberación en un sitio específico y a una la velocidad controlada.

- ✓ Compatibilidad con la matriz alimentaria objetivo sin ningún cambio adverso en los atributos tecno funcionales y sensoriales del producto final.
- ✓ Ser de calidad alimentaria, biodegradable, barato, sin sabor, soluble en disolventes típicos, y no reactivo con el núcleo cargado.
- ✓ Tener una baja viscosidad con alto contenido, baja higroscopicidad y buenas características emulsionantes.
- ✓ Disponer de propiedades favorables de la cubierta (formación de la película) como la resistencia, estabilidad, flexibilidad e impermeabilidad.

Sin embargo, la mayoría de los materiales de pared no tienen todas las propiedades deseadas. Una práctica común consiste en mezclar dos o más materiales. Tales materiales se pueden seleccionar entre una amplia variedad de polímeros naturales y sintéticos (Silva *et al.*, 2014).

Los polímeros naturales, las gomas y los mucílago han recibido atención debido a su disponibilidad, potencial biodegradabilidad y alta capacidad de hidratación. Estos polímeros son en su mayoría polisacáridos hidrosolubles y se encuentran comúnmente en las plantas. Además, los polímeros naturales ofrecen otras ventajas que compiten con los sintéticos, como el bajo costo, no son tóxicos y pueden ser modificados químicamente para obtener las características de interés (Prajapati *et al.*, 2013).

1.4.1 Proteínas

En años recientes, el uso de proteínas como materiales de pared ha incrementado significativamente. En los productos encapsulados, las proteínas funcionan como materiales de recubrimiento y al mismo tiempo como fuente de aminoácidos, en virtud de que poseen la capacidad de estabilizar sistemas coloidales, de modificar las propiedades reológicas del medio, de retener agua y aceite en el sistema y de formar geles y espumas. Las propiedades funcionales de las proteínas son

atribuidas principalmente a que adquieren una estructura flexible y cambiante dependiente de las condiciones del medio, la presencia de micro-dominios hidrofóbicos e hidrofílicos distribuidos a través de su estructura (propiedad anfifílica) y la carga neta de la proteína (Ben-Harb *et al.*, 2018).

Proteínas como la proteína de trigo, la proteína de leche, la proteína de suero de leche y la gelatina se utilizan con frecuencia en diferentes aplicaciones como la microencapsulación de diferentes ingredientes y la liberación de fármacos. Las proteínas de suero se utilizan principalmente como hidrogeles y en sistemas de nanopartículas para la encapsulación y liberación controlada de diferentes activos. También se utiliza en la formación de coacervados complejos con varios polisacáridos bajo diferentes condiciones (Bylaitė *et al.*, 2001; Shinde *et al.*, 2011).

La gelatina es otra proteína, la cual se deriva de la hidrólisis del colágeno, y se utiliza como estabilizador o emulsionante en los alimentos. En el sector farmacéutico es un excipiente importante. Así mismo, se usa como recubrimiento de vitaminas, pastillas, tabletas y se estima que alrededor del 90% de toda la gelatina de grado farmacéutico se aplica en la producción de cápsulas de gelatina blanda y dura (Wittich, 2005).

1.4.2 Pectinas

Las pectinas son heteropolisacáridos que se encuentran frecuentemente en las paredes celulares de las plantas, frutas y verduras y son la clase más compleja de polisacáridos de la pared celular vegetal. Estas se clasifican como *pectinas de alto metoxilo* y *pectinas de bajo metoxilo*. Las pectinas alto metoxilo gelifican bajo condiciones ácidas y permiten que los geles se preparen con mayores contenidos de azúcar, propiedad que es ampliamente aprovechada para la elaboración de productos de confitería, mermeladas, galletas, etc. Por otra parte, las pectinas de bajo metoxilo muestran una reactividad notablemente mayor hacia los iones de calcio y son las más utilizadas al momento de realizar el proceso de gelificación iónica. Mientras más bajo sea el grado de metoxilación de la pectina, la formación

de geles será más compacta y la presencia de calcio será necesaria (Arias-Pillajo, 2021; Chumbes-Montes, 2020; Solís-Orellana, 2016).

Tradicionalmente se emplean por sus propiedades espesantes, estabilizantes y gelificantes, y como aditivo alimentario. Su uso farmacéutico se debe a las características hidrocoloidales que posee, así mismo también presenta o produce un mecanismo sinergia e incrementa el mecanismo de diversos principios activos. Sin embargo, la acción de la pectina depende mucho de las condiciones exactas del producto, el pH, la fuerza iónica, la composición y la fuente de ésta, por lo que no todos los tipos de pectinas son adecuados para la gelificación debido a su estructura química (García-Gutiérrez *et al.*, 2004).

1.4.3 Quitosano

El quitosano es un polímero natural derivado de la desacetilación de la quitina, la cual es obtenida de los caparazones de crustáceos como el camarón, langosta y cangrejo (Nwe *et al.*, 2011). Es un polisacárido lineal químicamente compuesto de D-glucosamina (unidad desacetilada) y N-acetil-D-glucosamina (unidad acetilada) distribuida aleatoriamente y que puede polimerizarse por medio de una formación de enlaces cruzados en la presencia de aniones y polianiones (Morales & Ruiz, 2016).

Es un biopolímero soluble, en la mayoría de los ácidos en solución acuosa, gracias a su carácter policationico proveniente de la protonación de los grupos amino que aumentan la polaridad a lo largo de su cadena y el grado de repulsión electrostática, lo cual permite formar estructuras micro y nanoparticuladas, hidrogeles y películas biológicas. Además, es un material biodegradable, biocompatible, no tóxico y dispone de actividad antimicrobiana, lo que resulta ideal para la elaboración de películas destinadas a la industria alimenticia y biomédica. No obstante, una desventaja del quitosano es que presenta deficiencias en algunas de sus propiedades fisicoquímicas haciendo necesaria la modificación química o el mezclado con algún otro material para promover la formación de una red

tridimensional y de esta manera mejorar dichas propiedades y obtener un polímero natural más estable (Espinosa-Cavazos *et al.*, 2020).

1.4.4 Mucílagos

El mucílago es un constituyente común de las plantas que se puede extraer de semillas o tallos suaves. Varias partes de la planta (paredes celulares, exudados de árboles, semillas, tubérculos/raíces, algas) tienen células superficiales que contienen gomas, mucílagos y compuestos proteicos (Izydorczyk *et al.*, 2005).

La estructura química en general corresponde a polisacáridos heterogéneos con un alto contenido en galactosa, manosa, glucosa y derivados de osas (principalmente ácidos urónicos). El hidrogel de mucílago es un conjunto altamente hidratado de polisacáridos hidrofílicos que forma una película similar al gel alrededor de las semillas y raíces de muchas plantas. En comparación con otros hidrocoloides polisacáridos, el mucílago muestra una capacidad superior de retención de agua y propiedades de hinchazón que en la naturaleza es fundamental para la supervivencia de las plantas en ambientes áridos. Estas notables propiedades del mucílago natural se utilizan ampliamente en aplicaciones de administración de fármacos, así como en el acondicionamiento del suelo y el diseño de la estructura de los alimentos (Di-Marsico *et al.*, 2018; Fernandes & de las Mercedes, 2017; Haseeb *et al.*, 2016).

El mucílago es parcialmente soluble en agua, puede dispersarse e hincharse en agua para formar coloides gelatinosos. La literatura revela que los mucílagos tienen una amplia gama de aplicaciones en preparaciones farmacéuticas como diluyentes, aglutinantes, desintegrantes en tabletas, espesantes en líquidos orales, suspensivos, emulsionantes, matrices de liberación prolongada, entre otros. Varios estudios han demostrado que el mucílago se ha relacionado con actividades de promoción de la salud como antiulceroso, antiinflamatorio, citoprotector y con actividades para reducir el colesterol (Galati *et al.*, 2001; Trombetta *et al.*, 2006).

La aplicación de mucílagos posee ventajas económicas y funcionales, ya que son de fácil acceso, bajo costo y buena funcionalidad. Entre los mucílagos más estudiados se encuentran el de nopal, pitahaya, cactus, aloe vera, pimienta, okra, linaza, chía y tamarindo (Alpizar Reyes, 2019).

1.4.4.1 Mucílago de aloe vera

El *Aloe barbadensis* (Aloe vera) es considerado como una fuente potencial y valiosa de gomas e hidrocoloides, presentes en el mucílago de dicha planta. El uso extendido del mucílago de aloe vera como fuente de ingredientes funcionales se debe principalmente al considerable número de propiedades beneficiosas atribuidas a esta planta (Kiran & Rao, 2016).

El mucílago de aloe vera es el extracto acuoso de las células de hidroparénquima presentes en las hojas suculentas de la planta aloe vera. Este mucílago consiste en aproximadamente 98.5%-99.5% de agua, mientras que los sólidos restantes están compuestos principalmente de polisacáridos (~60% w/w), en particular de acemanano y sustancias pécticas. El acemanano, considerado como el principal componente bioactivo del mucílago de aloe vera, es un polisacárido conformado principalmente de unidades manosas parcialmente acetiladas y unidas por enlaces β -(1→4) glucosídicos. Por otra parte, las sustancias pécticas son el principal componente de las paredes celulares, constituidas en su mayoría por un porcentaje muy elevado de unidades de ácido galacturónico (~90-95%) (McConaughy *et al.*, 2008; Ni *et al.*, 2004).

1.4.4.2 Mucílago de chía

La chía (*Salvia hispanica L.*) es una planta herbácea originaria del sur de México y su uso puede ser como semilla entera, harina, aceite de semilla y mucílago. El mucílago que posee la semilla de chía se localiza en tres capas que forman la cubierta de la semilla y se pueden eliminar fácilmente después de la hidratación,

además tienen la capacidad de retener agua 27 veces su peso en agua (Da Silva Marineli *et al.*, 2014; Us-Medina *et al.*, 2017).

El mucílago de la semilla de chíá es un heteropolisacárido aniónico soluble en agua, conformado por β -D-xilosa, α -D-glucosa, y ácido 4-O-metil- α -D-glucurónico; es altamente viscoso incluso en baja concentración, y exudado cuando la semilla está en contacto con el agua. Además, el mucílago presenta propiedades funcionales que son buscadas por la industria alimentaria, tales como: alta capacidad de retención de agua; emulsionante y espesante; estabilizador en la formación de espuma; buena fuente de fibra y tiene excelente capacidad de retención de agua y aceite. Debido a estas características, el mucílago es un polímero prometedor para ser utilizado como material de pared (Cámara *et al.*, 2020; Timilsena *et al.*, 2016).

1.4.4.3 Mucílago de nopal

El nopal es un cactus que crece y se cosecha en regiones áridas y semiáridas de todo el mundo con potenciales aplicaciones industriales. Varias especies de nopal se cosechan rutinariamente, siendo *Opuntia ficus-indica* la especie de mayor importancia comercial (Sáenz *et al.*, 2004).

El mucílago de nopal se ha utilizado en la microencapsulación de ácido gálico y como material de pared para la microencapsulación de extractos de pulpa de fruta y pigmentos de piel de *Escontria chiotilla* y *Stenocereus queretaroensis* por la tecnología de secado por aspersion. La importancia del mucílago se debe a que su composición es una mezcla de polisacáridos que contienen residuos de arabinosa, galactosa, ácido galacturónico, ramnosa, xilosa y pectina. Este subproducto del procesamiento del nopal es una fuente relativamente barata de polisacáridos naturales, que se pueden utilizar en combinación con otro tipo de biopolímeros para establecer matrices poliméricas biodegradables (Macías-Cortés *et al.*, 2020).

1.4.4.4 Mucílago de okra

Abelmoschus esculentus (L.) Moech es una especie frutal conocida popularmente como “okra”. Su mucílago es un polisacárido ácido que posee alta cantidad de ramnosa (22%), galactosa (25%), ácido galacturónico (27%), aminoácidos (11%) y baja cantidad de arabinosa, manosa y xilosa (Ameena *et al.*, 2010; Sinha *et al.*, 2015).

El mucílago de okra se utiliza como espesante, emulsión estabilizadora, suspensivo y aglutinante en la industria alimentaria y farmacéutica. En este caso, su uso también ofrece ventajas de biocompatibilidad y no toxicidad. El mucílago está constituido principalmente por pectina. Se han reportado estudios sobre la caracterización química, fisicoquímica y reológica de la goma de mucílago y okra, así como sobre sus modificaciones estructurales, aplicaciones farmacéuticas y como biofloculantes. Se estudiaron películas de mucílago de okra con carboximetilcelulosa para evaluar los parámetros de mecánica física y la actividad antibacteriana. Otros estudios han relacionado las películas de mucílago de okra para verificar las propiedades termoplásticas y se han reportado otras aplicaciones (Ghori *et al.*, 2014; Khathuriya *et al.*, 2015; Lee *et al.*, 2015; Mohammadi *et al.*, 2018).

1.4.4.5 Mucílago de tamarindo

Un polímero barato y derivado naturalmente es el mucílago de tamarindo (TM) obtenido de las semillas de *Tamarindus indica* L., un árbol común de la India y el Sudeste Asiático. El tamarindo es una fruta en forma de vaina, la cual puede contener 3-12 semillas y son materia prima para producir polisacárido, adhesivo y aceite. La composición química de estas semillas es: agua 11.3 %, proteína 13.3 %, grasa 5.4 %, carbohidratos 57.1 %, ceniza 4.1 % y fibra cruda 8.8 %. Adicionalmente, la semilla incluye una gran cantidad de aminoácidos esenciales, como isoleucina, leucina, lisina, metionina, fenilalanina y valina, lo que hace que incrementa su valor agregado como aditivo en la industria alimentaria debido a su aporte nutricional (Patel *et al.*, 2009; Panigrahi *et al.*, 1989).

Estudios realizados han reportado que la semilla de tamarindo contiene alrededor del 72% de mucílago, el cual puede obtenerse como subproducto de la industria de la pulpa de tamarindo. La estructura química del mucílago de tamarindo está compuesta de β -(1,4)-D-glucano ramificado con cadenas α -(1,4)-d-xilopyranosa y enlaces (1,6) [β -D-galactopiranosil-(1,2)- α -D-xilopyranosil] a residuos de glucosa, conteniendo unidades de glucosa, xilosa y galactosa (Figura 8); con un peso molecular de 720-880 kDa (Alpizar Reyes, 2019; Sharma *et al.*, 2014).

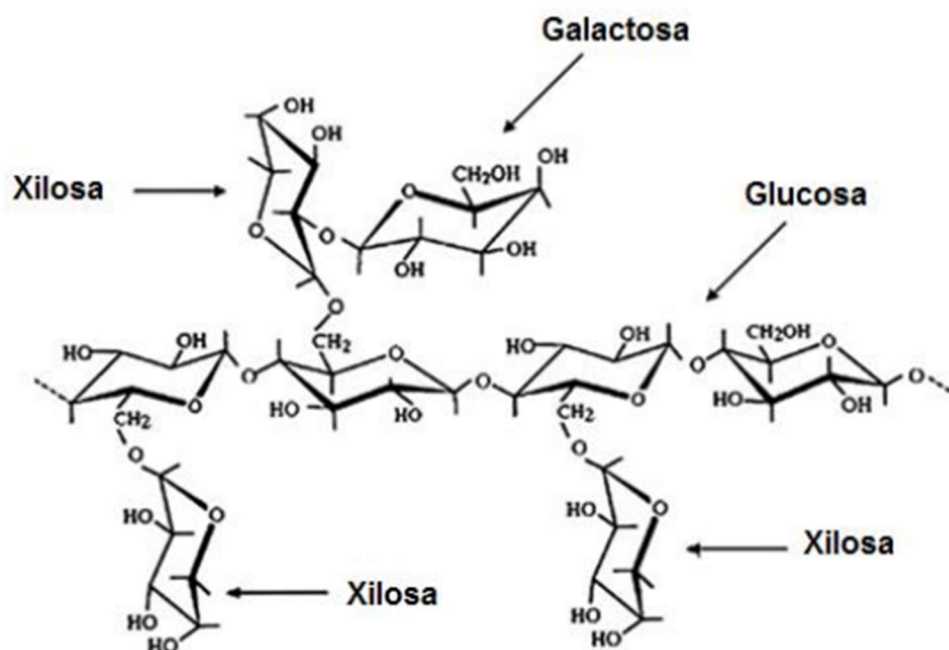


Figura 8. Estructura del mucílago de la semilla de tamarindo (Khounvilay & Sittikijyothin, 2012).

La importancia del mucílago de tamarindo se debe a que posee alta capacidad de retención de agua y puede formar un gel de alta viscosidad con una amplia tolerancia al pH y con estabilidad térmica y al cizallamiento. Además, tiene propiedades mucoadhesivas y biocompatibilidad. Debido a su excelente estabilidad, su aplicación es más amplia en la industria alimentaria en comparación con otras gomas industriales. Así mismo, se emplea como agente de suspensión

estabilizante, gelatinizante, espesante, emulsionante y también se puede usar como modificador de almidón, portador de medicamentos y agente aglutinante en la industria alimentaria y farmacéutica (Deveswaran *et al.*, 2010; Pongsawatmanit *et al.*, 2006).



JUSTIFICACIÓN

2 JUSTIFICACIÓN

En la última década, la industria química se ha enfocado en desarrollar productos que sean de utilidad al ser humano con una visión de minimizar el impacto ambiental mediante el uso de nuevas tecnologías que sean sustentables y sostenibles con el ambiente. En el caso específico de la industria alimentaria, esta ha dado un giro radical en torno al tipo de alimentos que desarrollan, en donde el consumidor se interesa cada vez más por aquellos productos que de alguna manera le brinden algún beneficio en su salud, Es por ello que los procesos alimentarios hoy en día se enfocan cada vez más en utilizar insumos de origen natural, biodisponibles, de bajo costo y con un aporte nutricional para mejorar la calidad y estilo de vida.

El consumo de ácidos grasos poliinsaturados (Omega 3 y Omega 6) es de vital importancia, debido a los aportes benéficos que le brinda a la salud humana, ya que previene enfermedades cardiovasculares, controla la presión arterial y reduce niveles altos de colesterol y triglicéridos. El aceite de ajonjolí posee un alto contenido de estos ácidos grasos, haciéndolo un producto atractivo para el consumo humano. Sin embargo, la principal problemática de este producto es su carácter lábil a factores ambientales como la luz, humedad, oxígeno y temperatura. 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 este aceite, la industria alimentaria ha recurrido a la tecnología de encapsulación para retardar mecanismos degradativos empleando diferentes agentes encapsulantes como los biopolímeros.

En ese sentido, los mucílagos surgen como una opción potencial de aplicación en la industria alimentaria; los mucílagos son fuentes de hidrocoloides totalmente naturales, con aportes calóricos bajos ideales para el desarrollo de alimentos funcionales, además poseen propiedades emulsionantes, espumantes, espesantes

y encapsulantes que los hacen atractivos para el proceso de encapsulación por gelación iónica. Se ha demostrado en diversos estudios que algunos biopolímeros como el alginato de sodio (AS) y mucílago de tamarindo (MT) cuentan con estas propiedades fisicoquímicas que les permite tener una mayor retención de aceites cuando son empleados como agentes encapsulantes.

Por lo anterior, en este trabajo se dispone a encapsular aceite de ajonjolí empleando AS y MT para posteriormente evaluar las propiedades encapsulantes que posee el alginato de sodio puro y en mezcla con el mucílago de tamarindo para encapsular mediante la tecnología de gelación iónica al aceite de ajonjolí, para retardar reacciones no deseadas y garantizar una mayor calidad y estabilidad de este encapsulado.



HIPÓTESIS

3 HIPÓTESIS

Las diferentes propiedades fisicoquímicas del alginato de sodio y mucílago de tamarindo conformarán un efecto sinérgico para mejorar las propiedades encapsulantes de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí en comparación con geles de alginato de sodio puro.



OBJETIVOS

4 OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar las propiedades encapsulantes del alginato de sodio y del mucílago de tamarindo en formación de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí empleando la tecnología de gelación iónica.

4.2 OBJETIVOS PARTICULARES

- Extraer el aceite de ajonjolí mediante un proceso de prensado en frío.
- Extraer el mucílago de tamarindo por un método convencional de extracción acuosa.
- Formular hidrogeles de aceite de ajonjolí utilizando como agentes encapsulantes alginato de sodio puro y una mezcla de alginato de sodio-mucílago de tamarindo.
- Determinar las propiedades físicas de los diferentes tipos de hidrogeles conformados.
- Determinar la eficiencia de encapsulamiento de los dos tipos de perlas de hidrogel formulados.
- Determinar la estabilidad térmico-oxidativa del aceite de ajonjolí encapsulado mediante un análisis de formación de peróxidos.



MATERIALES Y MÉTODOS

5 MATERIALES Y MÉTODOS

5.1 MATERIALES

Para la extracción del aceite de ajonjolí (AA), se emplearon semillas de sésamo de la variedad café, que fueron adquiridas de un centro comercial de la ciudad de Toluca, Estado de México.

El tamarindo fue adquirido en un centro comercial de la ciudad de Toluca, Estado de México, del cual fueron extraídas las semillas de manera manual.

El alginato de sodio comercial (AS) fue amablemente obsequiado por FMC Health & Nutrition (Ciudad de México, México) (Protanal® RF 6650 Alginato). Este biopolímero tiene una pureza del 90%, con un alto contenido de ácido gulurónico (65%) y una viscosidad de entre 400 y 600mPas en una solución al 1% a 20 °C, según el proveedor.

El agua desionizada, reactivos y solventes utilizados grados analíticos, fueron adquiridos en la compañía Sigma Aldrich S.A. de C.V., Toluca, Estado de México.

5.2 MÉTODOS

5.2.1 Extracción del aceite de ajonjolí

Se empleó el método de prensado en frío para extraer el aceite de ajonjolí. Se colocaron aproximadamente 350 g de semilla dentro de un émbolo de 40 cm de largo por 10 cm de diámetro, y éste a su vez se colocó en una prensa hidráulica Tamer (modelo PHT-20, Shanghái, China) ejerciendo una presión gradual sobre el pistón de $8.8 \times 10^8 \text{ N/m}^2$ a condiciones ambientales ($\sim 20^\circ\text{C}$). El aceite extraído se recolectó en un frasco de vidrio color ámbar para evitar su posible deterioro y se

almacenó en un refrigerador comercial a -5 °C aproximadamente (Fuentes-Ortega *et al.*, 2017).

5.2.2 Extracción del mucílago de tamarindo

Para la extracción del mucílago de tamarindo (MT) se utilizó el método descrito por Alpizar-Reyes *et al.* (2017a). Del tamarindo se retiró toda la cáscara y la pulpa para así obtener únicamente la semilla. Ésta se molió en un molino de martillos PULVEX 100 MINI 2HP (Ciudad de México, México). Posteriormente, se tomaron 20 g de la semilla de tamarindo molida y se incorporaron en 1000 mL de agua bidestilada a 80 °C. La mezcla resultante se dejó en agitación continua durante 40 min a 400 rpm. Se dejó reposar 24 h a condiciones ambientales (~20°C). Transcurrido este tiempo, la mezcla fue tratada en una centrífuga de alta velocidad marca Hermle Z323 K (Hermle, Alemania) durante 8 min a 300 rpm y finalmente el sobrenadante se decantó.

Más adelante, el mucílago extraído fue alimentado a un flujo de 40 mL/min por medio de un dosificador a un secador por aspersion Nichols/Niro a nivel planta piloto (Turbo Spray PLA, Nueva York, EUA), a una temperatura de entrada del aire de 135 ± 5 °C, inyectando aire comprimido a 4 bar. El producto recolectado en el fondo del secador se almacenó en bolsas herméticas.

5.2.3 Preparación de dispersiones e hidrogeles por gelación iónica

Se prepararon dispersiones acuosas madre de AS (2% w/v) y MT (2% w/v) con agua desionizada y se mantuvieron durante la noche en agitación a 20 °C para garantizar una hidratación completa de los biopolímeros. Los agentes encapsulantes utilizados fueron AS puro y una mezcla de y AS-MT (relación de masa de 1:1). Posteriormente, se agregaron 10 g de aceite de ajonjolí por cada 100 g de dispersiones acuosas madre de biopolímero bajo agitación continua con un homogeneizador Ultra-Turrax T50 (IKA®-Werke Works Inc., Wilmington, NC, EUA) a 6400 rpm durante 10 min (Rodea-González *et al.*, 2012). Después, se extrajo una

muestra de cada dispersión homogeneizada en una jeringa de 10 mL unida con una punta de aguja de 0.70 mm de diámetro (calibre 22) y se goteó en una solución acuosa de 100 mL de cloruro de calcio, CaCl_2 , (2.5% w / v) contenida en un vaso de precipitados con agitación de 250 rpm mediante un agitador mecánico para evitar la aglomeración de las perlas. La punta de la aguja se fijó a 30 cm por encima de la superficie de la solución de reticulación. La tasa de goteo se fijó en 20 gotas por minuto. La solución gelificante (solución AA-AS-MT/ CaCl_2) se agitó durante 60 min a 20 °C para completar la gelificación y producir las perlas de hidrogel. Finalmente, la solución gelificante se lavó con agua desionizada y se filtró a través de una malla de 355 μm para después ser deshidratados en un horno de convección forzada a 45 °C durante 24 h. Las perlas de hidrogel se almacenaron en matraces de color ámbar hasta su uso posterior.

5.2.4 Caracterización de las perlas de hidrogel

La caracterización de las perlas de hidrogel se basa en la evaluación del desempeño establecido por el porcentaje de rendimiento (Y , por sus siglas en inglés), eficiencia de encapsulación (EE) y carga útil (CU), estos factores determinan la calidad del proceso de encapsulación.

5.2.5 Estudio de la morfología de las perlas de hidrogel

La morfología de la superficie de los hidrogeles por microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) se adquirió usando un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-IT100 (Jeol Co. Ltd., Tokio, Japón) con una aceleración de voltaje de 8 kV. Las muestras se montaron sobre tubos de aluminio circulares con cinta adhesiva de doble cara, recubiertos durante 5 s con oro. Se presentaron micrografías a x30 aumentos. El factor de esfericidad (SF , por sus siglas en inglés) se utilizó para indicar la esfericidad de las perlas de hidrogel, como lo describe Chan (2011), donde un valor igual a cero indica una esfera perfecta y valores más altos indican un mayor grado de distorsión de la forma. El SF se calculó usando la siguiente ecuación (Chan, 2011):

$$SF = \frac{D_{\max} - D_{per}}{D_{\max} + D_{per}} \quad (1)$$

donde D_{\max} es el diámetro máximo que pasa a través del centroide de la perla de hidrogel (mm) y D_{per} es el diámetro perpendicular con respecto a D_{\max} que pasa a través del centroide de la perla de hidrogel (mm). Todas las muestras se analizaron por triplicado para determinar la media y el error estándar. El tamaño y la forma de las perlas se determinaron basándose en la medición de 50 perlas por muestra.

5.2.6 Rendimiento del proceso de encapsulación (Y)

El rendimiento es la tasa entre la cantidad de perlas obtenidas y la cantidad de dispersión AA-AS-MT utilizada en el proceso de encapsulación. El rendimiento del proceso de encapsulación se calculó utilizando la siguiente ecuación (Benavides *et al.*, 2016):

$$Y(\%) = \frac{M_b}{M_d} \times 100 \quad (2)$$

donde:

M_b = Peso de las perlas de hidrogel obtenidas.

M_d = Peso de la dispersión AA-AS-MT utilizada.

5.2.7 Eficiencia de encapsulación (EE)

La cantidad de aceite superficial en las perlas de hidrogel se midió como el aceite extraído después de agitar a 250 rpm por medio de un agitador mecánico en n-hexano (C_6H_{14}) sin romper la estructura de las perlas en un tiempo de 60 s, asumiendo que este tiempo fue adecuado para extraer el aceite libre de la superficie del hidrogel (Rodea-González *et al.*, 2012; Vasile *et al.*, 2016). Se agitó

aproximadamente 1 g de perlas en un matraz con 20 mL de n-hexano durante 60 s. El sobrenadante se transfirió a un tubo previamente pesado y el aceite de la superficie se determinó por diferencias de peso después de la evaporación del solvente en atmósfera de nitrógeno a temperatura ambiente (Vasile *et al.*, 2016). El aceite total de las perlas de hidrogel se determinó mediante el método propuesto por Rodea-González *et al.* (2012) con modificaciones. Brevemente, se colocó 1 gramo de perlas en 20 mL de n-hexano y se sonicó (Sonics Vibra Cell VCX 130 PB, Sonics & Materials, Inc., Newtown, CT, EUA) al 70% de amplitud y frecuencia de 20 kHz durante 10 min. Luego se extrajo el aceite de ajonjolí con un sistema de extracción Soxhlet durante 6 h a temperatura ambiente. El solvente con el aceite de ajonjolí se secó en una estufa de secado por convección forzada (Riossa, modelo E-51, Ciudad de México, México) por evaporación del solvente a 60-80 °C hasta lograr peso constante. El peso de aceite de ajonjolí recogido después de la extracción se tomó como el contenido de aceite total en las perlas. La carga útil se calculó de la siguiente manera (Velázquez-Gutiérrez *et al.*, 2020):

$$CU(\%) = \frac{O_{total}}{W_{perlas}} \times 100 \quad (3)$$

Finalmente, la eficiencia de encapsulación se calculó a partir de la ecuación que a continuación se presenta (Rodea-González *et al.*, 2012):

$$EE(\%) = \frac{(O_{total} - O_{sup})}{O_{total}} \times 100 \quad (4)$$

donde el aceite total (O_{total}) es el aceite de ajonjolí contenido en el interior y en la superficie de las perlas de hidrogel, mientras que el aceite superficial (O_{sup}) es el aceite de ajonjolí correspondiente al contenido de aceite no encapsulado que se encuentra en la superficie de las perlas y W_{perlas} es el peso de las perlas que se usó.

5.2.8 Estabilidad oxidativa del aceite de ajonjolí encapsulado y libre

Para la evaluación de la oxidación del aceite de ajonjolí, las perlas de hidrogel y el aceite de ajonjolí sin encapsular se almacenaron a 25, 35 y 45 °C durante 21 días con la finalidad de alcanzar el equilibrio con una actividad acuosa (a_w) de 0.329, 0.318 y 0.313, determinadas en Greenspan (1997) para una solución saturada de cloruro de magnesio ($MgCl_2$). Las perlas y el aceite libre se esparcieron en bandejas de 3.5 cm de diámetro (superficie de 9.6 cm²) y se colocaron en recipientes sellados. Las muestras no fueron expuestas a la luz durante el almacenamiento (Escalona-García *et al.*, 2016). La oxidación de lípidos se evaluó durante 8 semanas a través del índice de peróxido (PV, por sus siglas en inglés) expresado en miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo de aceite (mEq / kg de aceite).

Para obtener el valor peróxido del aceite encapsulado se utilizó la metodología de Shantha & Decker (1994) con ligeras modificaciones. Con la finalidad de extraer el aceite de las perlas, se trituraron 0.5 g de éstas para posteriormente dispersarlas en 1 mL de agua desionizada y formar una emulsión. Enseguida, 0.3 mL de la emulsión reconstituida se mezclaron con 1.5 mL de solución isooctano/isopropanol 3:2 (v/v) en tu tubo de ensayo y se agitó tres veces por 10 s con un Vortex 3 Orbital Shakers (IKA, Alemania). Posteriormente, la muestra se separó usando una centrifuga 5810R (Eppendorf, Hamburgo, Alemania) a 3150×g por 10 min para tomar 0.2 mL de la fase orgánica. Rápidamente, se adicionaron 2.8 mL de solución metanol/1-butanol 2:1 (v/v) y se hicieron reaccionar con 15 µL de tiocianato de amonio 3.94 M y 15 µL de solución de iones hierro (Fe^{2+}) 0.072 M agitando en el Vortex de 2 a 4 s. La solución de iones hierro se obtuvo después de filtrar una mezcla de 25 mL de $BaCl_2$ 0.132 M con 25 mL de $FeSO_4$ 0.144 M, ambas soluciones preparadas en HCl 0.4 M. Después de este procedimiento, se obtuvieron muestras coloreadas, las cuales se dejaron reposar en la oscuridad durante 20 min y, finalmente, se determinó la absorbancia de las muestras a 510 nm (longitud de onda óptima para trabajar con el complejo rojo formado: tiocianato férrico) usando un espectrofotómetro UV/Vis modelo Genesys 10 (Thermo

Scientific, Waltham, MA, EUA). Para determinar las concentraciones de hidroperóxidos en el aceite se empleó una curva estándar de hidroperóxidos de cumeno (Niu *et al.*, 2016). Por otro lado, el aceite sin encapsular no tuvo que ser extraído por lo que se utilizó de manera directa y con la metodología anteriormente descrita.

5.2.9 Análisis cinético de la oxidación de lípidos

Como ya se mencionó, la oxidación de lípidos implica muchas etapas. Sin embargo, en este trabajo sólo se analizó la formación de hidroperóxidos. Para lograr esto, los datos de peroxidación lipídica del aceite de ajonjolí encapsulado y libre almacenado a 25, 35 y 45 °C se ajustaron al modelo cinético de cero, primer y segundo orden, utilizando las ecuaciones (5), (6), y (7), respectivamente (Levenspiel, 1999; Charoen *et al.*, 2015):

$$C_{HP} = -K_{HP}t + C_{HP_0} \quad (5)$$

$$\ln C_{HP} = \ln C_{HP_0} - K_{HP}t \quad (6)$$

$$1/C_{HP} = K_{HP}t + (1/C_{HP_0}) \quad (7)$$

donde C_{HP_0} es el índice de peróxido inicial en el día 0 una vez que las muestras se acondicionaron a la a_w y temperaturas requeridas; C_{HP} es el índice de peróxido después de t (tiempo) a una temperatura dada; K_{HP} es la constante de velocidad de formación de hidroperóxido, que se obtuvo de la pendiente de una gráfica de hidroperóxido de lípidos frente al tiempo. El efecto de las temperaturas de prueba (25, 35 y 45 °C) sobre la formación de hidroperóxido se evaluó mediante una relación de Arrhenius, que ha demostrado su aplicabilidad para describir la dependencia de la temperatura de la velocidad de reacción (Pu & Sathivel, 2011).

La energía de activación aparente se obtuvo de la ecuación (Fogler, 2006):

$$\ln K_{HP} = \left(-\frac{Ea}{RT} \right) + \ln A_{HP} \quad (8)$$

donde K_{HP} es la constante de velocidad aparente de formación de hidroperóxido; Ea es la energía de activación aparente; T es la temperatura absoluta (K); R es la constante universal de los gases (8.314 J / mol K); y A_{HP} es el factor de frecuencia.

5.2.10 Cinética de liberación del aceite de ajonjolí extraído en los diferentes sistemas de perlas de hidrogel

La cinética de liberación del aceite de ajonjolí extraído de las perlas de hidrogel se llevó a cabo a 25 °C y una actividad de agua de 0.329. Para cada sistema se lavó 1 g de perlas durante 60 s con n-hexano con el objetivo de eliminar el aceite de la superficie. Posteriormente, se colocó 1 g de perlas de hidrogel de cada sistema en 12 vasos de precipitados que contenían 20 mL de n-hexano y se agitó lentamente, y las perlas de los vasos de precipitados se retiraron a intervalos de 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 60, 90, 120 y 180 min por filtración. Los sobrenadantes de cada vaso de precipitados se colocaron en un horno a 35 °C para evaporar el disolvente, así como el exceso de disolvente en las perlas. Finalmente, la liberación del aceite se cuantificó por diferencia de peso entre las perlas y el aceite obtenido de la eliminación del residuo de disolvente después del secado en un horno de convección forzada.



RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Caracterización de las perlas de hidrogel

Las perlas de hidrogel obtenidas se evaluaron de acuerdo con el rendimiento (Y%), la eficiencia de encapsulación (EE%) y la carga útil (CU%), del proceso de encapsulación. La Tabla 1 muestra los resultados de la caracterización de las perlas de hidrogel para los sistemas AS y AS-MT.

Tabla 1. Caracterización de las perlas de hidrogel para los sistemas AS y AS-MT.

	AS	AS-MT
Tamaño (mm)	2.15± 0.10 ^a	3.45± 0.05a ^c
SF (adimensional)	0.059± 0.002 ^a	0.072± 0.003 ^b
Rendimiento (Y%)	70.50 ± 0.42 ^a	75.94 ± 1.12 ^a
Aceite superficial (%)	7.78 ± 0.16 ^c	5.11 ± 0.24 ^a
Eficiencia de encapsulación (EE%)	73.45 ± 0.35 ^a	84.63 ± 2.03 ^a
Carga útil (CU%)	55.01 ± 0.07 ^a	75.94 ± 0.94 ^a

SF: factor de esfericidad; AS: alginato de sodio; MT: mucílago de tamarindo; AS-MT: mezcla de alginato de sodio y mucílago de tamarindo

Los valores son medias ± error estándar, de tres repeticiones. Los superíndices con letras diferentes en la misma fila indican diferencias significativas ($p \leq 0.05$).

Los dos tipos de formulaciones de perlas presentaron altos porcentajes de rendimiento para el proceso de encapsulación de aceite de ajonjolí: 70.50% para el AS y 75.94% para el AS-MT. Los altos rendimientos obtenidos pueden explicarse por el hecho de que no hubo una pérdida considerable de la dispersión durante su transferencia a la jeringa, y del mismo modo durante el proceso de goteo a través de la misma.

Las perlas de hidrogel mostraron un aumento significativo en el porcentaje de rendimiento para el sistema AS-MT. Esto posiblemente se deba a la compleja

interacción que se produce entre ambos biopolímeros con iones calcio, formando redes reticuladas más fuertes y robustas en el proceso de esterificación, en comparación con las interacciones que se forman entre el AS y los iones calcio.

Otro parámetro crítico que normalmente se considera es el aceite superficial. Representa la fracción de aceite no encapsulado en contacto con agentes pro oxidantes presentes en el medio ambiente. Se reconoce que un alto porcentaje de aceite superficial desencadena la oxidación de lípidos (Menin *et al.*, 2018). Es de destacar que el porcentaje de aceite superficial de las perlas AS es mayor en comparación con las perlas de hidrogel AS-MT. Una posible explicación de este fenómeno radica en que las perlas de AS presentan una mayor porosidad, resultado de la rápida evaporación del agua en la superficie, lo que facilita la migración de las moléculas de aceite desde el interior a la superficie de las perlas. Además, estos resultados infieren que la distribución del tamaño de los poros de las perlas AS es mayor que la de las perlas de hidrogel AS-MT, lo que facilita la difusión del aceite desde el interior de las perlas a su superficie.

La conformación de los poros en la estructura de las perlas va a depender del proceso de secado durante la deshidratación de los hidrogeles, la selección de los materiales de pared y sus composiciones en el proceso de encapsulación por gelificación iónica.

Por otro lado, las perlas de hidrogel AS-MT mostraron una eficiencia de encapsulación de 84.63%. Este valor resultó ser superior al de las perlas AS, que presentaron un valor de 73.45 %. Los altos valores de eficiencia de encapsulación se pueden atribuir a la alta capacidad de retención de aceite del MT que tiene un alto contenido de proteína (aproximadamente 14%) que es la parte no polar a la que se le atribuye la interacción con el aceite (Alpizar-Reyes *et al.*, 2017b; Alpizar-Reyes *et al.*, 2020).

La mayor capacidad de retención de aceite está relacionada con la presencia de cadenas apolares de los residuos de proteínas en el biopolímero, así como con sus

características conformacionales que les permiten unirse a unidades de hidrocarburos del aceite de ajonjolí. Menin *et al.* (2018) también informaron una alta eficiencia de encapsulación para el aceite de linaza encapsulado en perlas de pectina.

En la Tabla 1 se muestran los porcentajes de carga útil de los sistemas estudiados. La carga útil es un parámetro que depende de la capacidad de extracción del aceite, es decir, es una medida del peso del aceite de ajonjolí que es capaz de contener una perla, en función de la cantidad de biopolímero utilizado. Como puede observarse, la carga útil de las perlas de AS presentó un valor bajo en comparación con las perlas de hidrogeles de AS-MT, 55.01% y 75.94% respectivamente. Esto se puede explicar por el hecho de que el proceso de secado de las perlas de AS por convección forzada modificó su microestructura, siendo menos robustas y altamente porosas, favoreciendo la liberación del aceite extraído.

La microestructura de las perlas de hidrogel AS-MT después del secado aparentemente fue más compleja debido a la interacción que tuvo lugar entre los biopolímeros, retrasando la liberación de aceite de ajonjolí de su interior. De hecho, se sabe que dependiendo del tipo de secado que se utilice en la deshidratación de las perlas, muchas de sus características estructurales pueden verse afectadas (Garti & McClements, 2012). Menin *et al.* (2018) exhibieron cargas útiles más altas (> 68%) cuando utilizaron el secado en lecho fluidizado para la deshidratación de perlas de aceite de linaza con pectina como agente encapsulante.

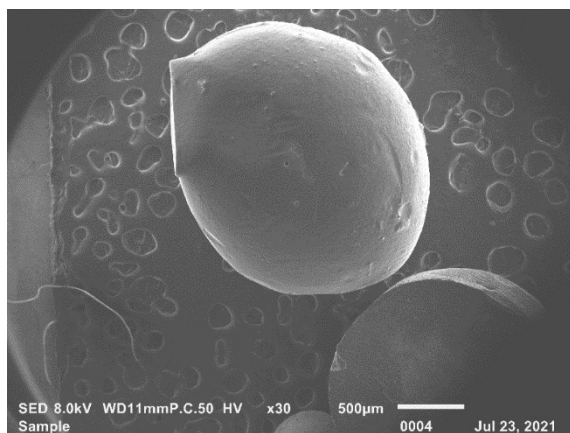
6.2 Morfología, tamaño y forma de las perlas de hidrogel

La micrografía obtenida de la microscopía electrónica de barrido (Figura 9a) de las perlas de AS muestra partículas secas con forma ligeramente esférica. Después del proceso de secado, las perlas de AS conservaron una estructura cuasi-esférica con pequeñas irregularidades en la superficie. La preservación de la estructura tridimensional de las perlas después de la pérdida de agua puede atribuirse al alto contenido de bloques G de ácido gulurónico. La estructura de los bloques G se

retícula con el calcio, lo que hace posible la gelificación iónica de una estructura similar a una "caja de huevos" (egg box, por sus siglas en inglés). Mientras que los bloques M no pueden establecer vínculos similares debido a su estructura "lineal" (Ramos *et al.*, 2018). Por lo tanto, el contenido de bloques G es una de las variables del proceso que permite redes estructurales más fuertes en la formación del gel.

Por otro lado, en la Figura 9b se muestra la micrografía de una perla de hidrogel AS-MT, la cual presentó menos esfericidad y fue más irregular que la perla de AS (Figura 9a). Esto se debe a la estabilidad mecánica más débil de la red MT-calcio en comparación con la del AS-calcio. De modo que las perlas de hidrogel AS-MT después del proceso de secado dan lugar a una esfera ligeramente alargada y una forma menos esférica que las perlas AS. En general, las perlas de hidrogel secas de AS-MT mostraron algunos colapsos y grietas.

(a)



(b)

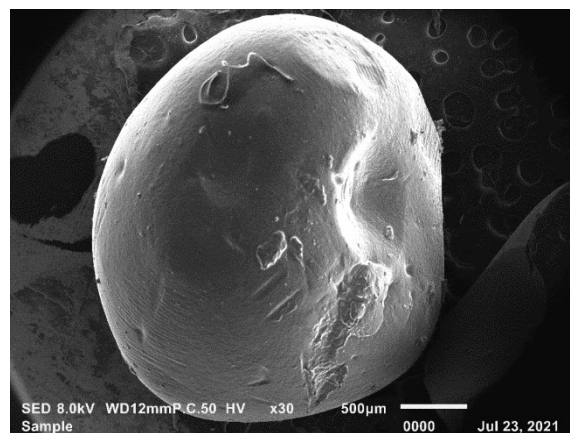


Figura 9. Micrografías de la morfología externa de las perlas de hidrogel; a) AS, b) AS-MT.

En el sistema donde se incorpora el MT como material de pared, éste se incrusta en la matriz del gel, actuando como “soporte estructural”, y controlando así las fracturas en las perlas después del secado, aunque como se aprecia no se consiguió completamente. La Tabla 1 muestra el tamaño de las perlas de hidrogel secas, las cuales se encuentran entre 2.15 ± 0.10 mm y 3.45 ± 0.05 mm. La

diferencia en tamaño de los dos tipos de perlas de hidrogel, AS y AS-MT, puede estar asociada con la alta capacidad de retención de agua de MT en la formación de redes tridimensionales de hidrogeles, incrementando así su tamaño en comparación con los hidrogeles formulados solamente con AS.

De acuerdo con Chan (2011), las perlas de hidrogel deben tener un factor de esfericidad $SF < 0.05$ para ser consideradas esféricas. Las perlas de hidrogel AS exhibieron valores de SF ligeramente superiores a 0.05, mientras que las de hidrogel AS-MT tuvo valores de SF superiores a 0.07. Esto se puede explicar por las diferencias en la viscosidad de las dispersiones (datos no reportados, sensorialmente se notaban más viscosas las dispersiones de AS-MT) que pueden alterar la fluidez durante el goteo, afectando la forma de la gota. Durante la reticulación con calcio, la forma de la perla tiende a permanecer, pero el efecto sobre la forma no es evidente. Para las perlas secas, el efecto del contenido de aceite en la forma se vuelve notable (Benavides et al., 2016).

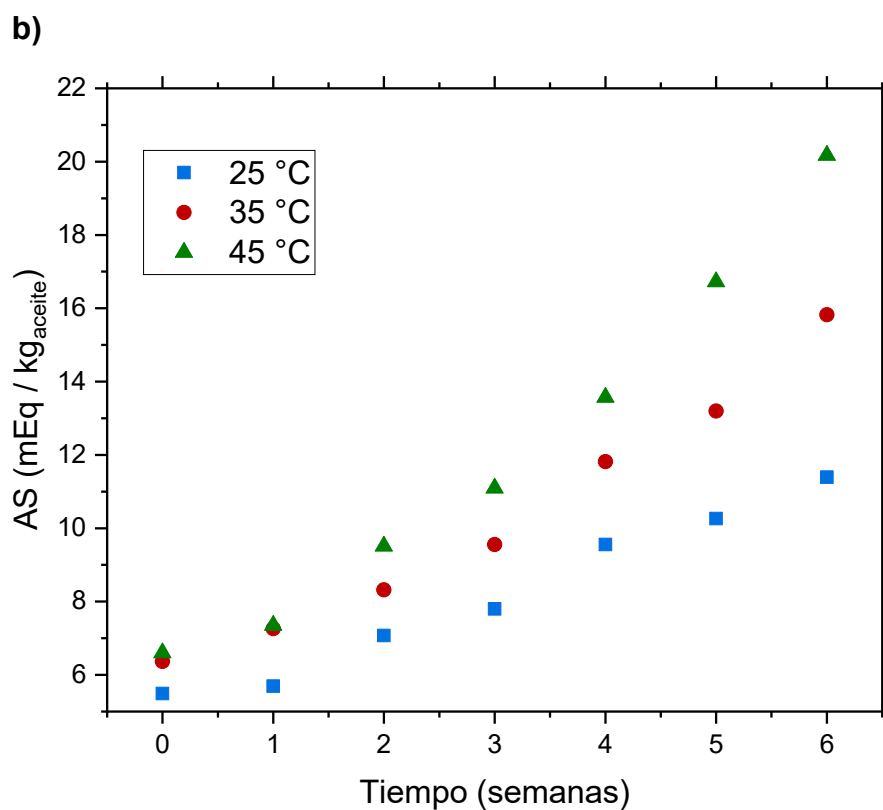
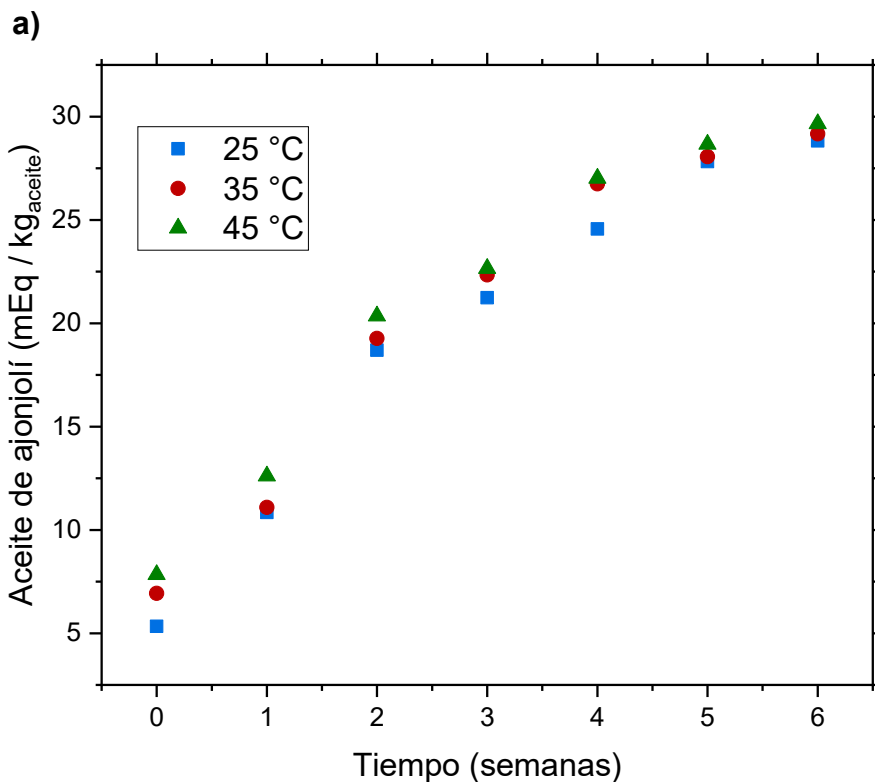
6.3 Oxidación de lípidos

En la Figura 10 se muestran las cinéticas de oxidación del aceite de ajonjolí (AA) sin encapsular, del aceite contenido en perlas de AS y de las perlas de AS-MT almacenadas durante seis semanas (en condiciones de oscuridad) a 25, 35 y 45 °C y actividades de agua de 0.329, 0.318 y 0.313, respectivamente. En la semana 0, el AA libre presentó valores de peróxido bajos entre 5.03 ± 0.03 y 7.50 ± 0.05 meq HP/kg aceite, mientras que el AA encapsulado con AS varió entre 5.14 ± 0.40 y 7.05 ± 0.55 meq HP/kg aceite, y para el sistema AS-MT el valor peróxido se encontró entre 5.07 ± 0.30 y 6.01 ± 0.22 meq HP/kg aceite. De esta forma, los resultados indicaron que el proceso de encapsulación no ejerció un impacto negativo sobre la degradación oxidativa del aceite de ajonjolí de manera significativa. Además, la estabilidad oxidativa de un aceite vegetal depende de la calidad de la materia prima, de las condiciones de procesamiento y almacenamiento; el aceite de ajonjolí se considera un aceite con alta presencia de

antioxidantes naturales como tocoferoles, sesamol y otros lignanos (Corso *et al.*, 2010).

A las seis semanas y a cualquier temperatura de almacenamiento, el AA libre difiere significativamente del AA encapsulado con picos de valores de peróxido (concentración máxima de HP) entre 28.30 ± 0.15 meq HP/kg de aceite y 29.68 ± 0.10 meq HP/kg de aceite. Las perlas de AS mostraron variaciones entre 11.50 ± 0.10 y 21.3 ± 0.28 meq HP/kg de aceite. Las perlas de hidrogel AS-MT alcanzaron valores de peróxido máximos de entre 10.86 ± 0.08 y 17.80 ± 0.21 meq HP/kg de aceite. Adicionalmente, se observó que a tiempos de almacenamiento más largos, el índice de peróxido disminuyó continuamente y esto se debe a que los hidroperóxidos reaccionaron para formar productos secundarios de oxidación de lípidos (carbonilos y aldehídos) (Timilsena *et al.*, 2016).

Independientemente de la temperatura de almacenamiento, la influencia térmica sobre la estabilidad oxidativa se observa en la Figura 10. Se puede apreciar que a temperaturas más altas se promueve la formación de peróxidos, desde la etapa de iniciación, propagación y hasta la descomposición de los radicales hidroperoxilo. Las reacciones oxidativas que involucran a los ácidos grasos poliinsaturados (PUFA) conducen a problemas sensoriales inaceptables para los consumidores, pérdida de valor nutricional y en ocasiones pueden causar trastornos de salud (Alpizar-Reyes *et al.*, 2020).



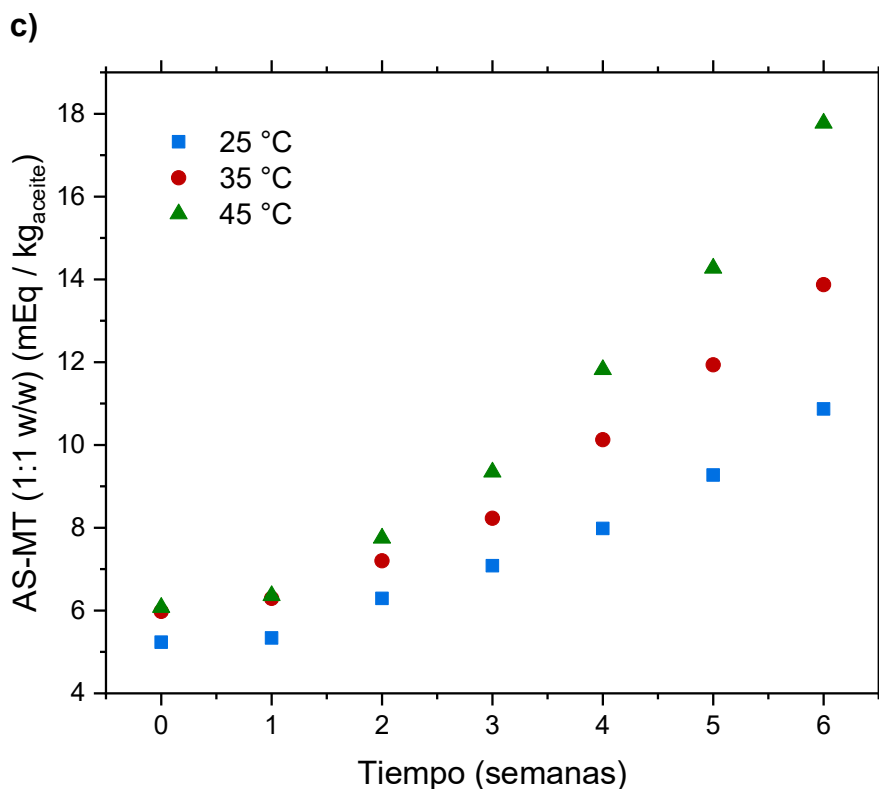


Figura 10. Oxidación de lípidos de: a) aceite de ajonjolí libre (AA); b) perlas de AS; c) perlas de hidrogel AS-MT (1:1 w/w), almacenadas durante seis semanas, a 25, 35 y 45 °C. Se muestran los valores medios (n = 3).

En cuanto al efecto del tiempo de almacenamiento, el valor máximo de peróxido que puede alcanzar el aceite de ajonjolí para el consumo humano según la Comisión del CODEX Alimentarius debe ser menor a 10 mEq / kg de aceite (Stan, 1999). En la primera semana de almacenamiento, las muestras de AA sin encapsular ya se encontraban por arriba del valor peróxido permitido, lo que evidencia su fácil inestabilidad oxidativa. Así mismo, el valor del índice máximo de peróxido se alcanzó en la sexta semana de almacenamiento, independientemente de la temperatura de almacenamiento.

Cuando se encapsuló AA usando AS, el valor máximo permitido de peróxido se alcanzó en la cuarta semana para los hidrogeles almacenados a 25 °C, para los hidrogeles almacenados a 35 °C fue a la tercera semana, y los hidrogeles almacenados a 45 °C fue a la segunda semana. El mayor efecto de protección

contra la oxidación del AA se alcanzó con la mezcla AS-MT como material de pared. Debido a la presencia del MT aumentó el efecto protector, cuyos valores límite permisibles de peróxido se encontraron hasta la quinta semana para las perlas de hidrogeles AS-MT a 25 °C y entre la cuarta y tercera semana para las perlas almacenadas a 35 y 45 °C, respectivamente.

El efecto protector que el MT proporciona al AA en los hidrogeles puede explicarse por el hecho de que el MT modifica la estructura del gel y reduce su porosidad. Este hecho posiblemente se deba a la fuerte interacción electrostática que ocurre entre el MT y el AS durante el proceso de gelificación iónica, promoviendo la formación de un complejo robusto en la superficie de las perlas de hidrogel. Además, el MT está compuesto por antioxidantes capaces de captar radicales libres, destacando una alta concentración de ácido ascórbico, entre otros compuestos, que retardan la oxidación.

6.4 Cinética de oxidación del AA libre y encapsulado

Se utilizó el método integral para determinar el orden de reacción de la formación de hidroperóxidos (HP) por oxidación de AA libre y encapsulado. Los datos experimentales (Figura 10) se ajustaron a las ecuaciones (5) - (7). Todos los sistemas mostraron un mejor ajuste a la cinética de orden cero ($r^2 \geq 0.950$) hasta alcanzar su concentración máxima de HP a lo largo del tiempo. Esto significa que la velocidad de formación de hidroperóxidos no depende de la concentración y sólo depende de los efectos térmicos.

Los valores de peróxido se representaron gráficamente en función del tiempo de almacenamiento (Figura 10) para obtener las constantes de velocidad de reacción aparentes de la formación de hidroperóxido tanto para el aceite libre como para el AA encapsulado (K_{HP}). La Tabla 2 resume los parámetros cinéticos calculados del aceite libre y la oxidación de AA encapsulado.

Tabla 2. Parámetros cinéticos de orden cero de perlas de hidrogel AA y AA libre.

	Modelo cinético $C_{HP} = K_{HP}t + C_{HP_0}$	K_{HP} (meq hidroperóxidos/ kg aceite • semana)	R^2
T = 25 °C			
AA	$C_{HP} = 3.869t + 6.528$	3.869 ± 0.15^a	0.974
AS	$C_{HP} = 1.138t + 4.646$	1.138 ± 0.09^c	0.981
AS-MT (1:1 w/w)	$C_{HP} = 1.071t + 4.057$	1.071 ± 0.19^b	0.989
T = 35 °C			
AA	$C_{HP} = 4.205t + 7.268$	4.205 ± 0.38^a	0.973
AS	$C_{HP} = 1.706t + 5.025$	1.706 ± 0.11^c	0.979
AS-MT (1:1 w/w)	$C_{HP} = 1.543t + 4.210$	1.543 ± 0.24^b	0.977
T = 45 °C			
AA	$C_{HP} = 4.333t + 8.571$	4.333 ± 0.28^a	0.954
AS	$C_{HP} = 2.521t + 4.248$	2.521 ± 0.32^b	0.981
AS-MT (1:1 w/w)	$C_{HP} = 2.260t + 3.310$	2.260 ± 0.19^b	0.974

AA libre: aceite de ajonjolí libre; AS: alginato de sodio; MT: mucílago de tamarindo; C_{HP_0} : índice de peróxido inicial en el tiempo (t) cero; C_{HP} : índice de peróxido después del tiempo (t); K_{HP} : constante de velocidad de formación de hidroperóxidos; R^2 : coeficiente de determinación lineal.

Los datos se presentan como medias \pm SD (n = 3). Los valores con letras diferentes en la misma columna indican diferencia significativa ($p \leq 0.05$).

Como se puede observar, los valores de las constantes de velocidad de reacción aparente (K_{HP}) aumentaron a medida que aumentaba la temperatura a una actividad específica del agua, independientemente de la temperatura de almacenamiento. Las constantes de velocidad de reacción del AA no encapsulado fueron significativamente ($p \leq 0.05$) más altas que las de las perlas AS y ambas fueron significativamente más altas que (K_{HP}) de las perlas de hidrogel recubiertas con AS-MT.

Los valores de las constantes de velocidad mayores de formación de HP (K_{HP}) indican una mayor difusión de oxígeno en AA libre, mientras que la difusión de

oxígeno se retrasó a través de la matriz de biopolímero de los materiales de pared de las perlas de hidrogel de AA, lo que indica que la proporción de MT en la mezcla de las perlas de hidrogel AS-MT logran la mayor protección del AA contra la oxidación.

Los valores de la energía de activación aparente para todos los sistemas estudiados se calcularon según la ecuación (8) ($R^2 \geq 0.94$). El valor de la energía de activación aparente (E_a) del aceite libre fue de 4.50 ± 1.13 kJ/mol, de las perlas de AS fue de 29.43 ± 1.02 kJ/mol y para las perlas de hidrogel del sistema AS-MT fue de 31.36 ± 1.05 kJ/mol.

De acuerdo con el concepto de energía de activación, las perlas de hidrogel AS-MT tienen los valores de E_a más altos, lo que significa que se requiere más energía para que la reacción de oxidación del aceite comience dentro de la matriz (Fogler, 2006). A su vez, se requiere prácticamente la misma energía para la formación de peróxidos en el aceite de ajonjolí libre y en las perlas AS. Los valores calculados de energía de activación para las perlas de hidrogel AA sugieren que la oxidación fue un proceso controlado por la difusión del oxígeno.

6.5 Cinética de liberación del AA extraído en sistemas de perlas de hidrogel AS y AS-MT

La Figura 11 muestra los perfiles de extracción de aceite de ajonjolí de las perlas de hidrogel AS, AS-MT en un disolvente no polar sometido a diferentes tiempos de agitación. La liberación de aceite se evaluó mediante sucesivas extracciones del aceite con n-hexano después de agitar. El aceite migró mucho más rápido desde el interior de la perla a la superficie en el sistema AS que en el de AS-MT, lo que indica que la adición de mucílago de tamarindo mejora la retención de lípidos.

En todos los sistemas, el mecanismo de liberación de AA de las perlas de hidrogel aparentemente fue controlado por difusión de la matriz encapsulante, esto se evidenció por los valores de energía de activación aparente obtenidos en el estudio de oxidación de lípidos de las perlas. Cuando el mecanismo de transporte se

controla únicamente por difusión, se relaciona con las características estructurales de los materiales de la pared que forman la matriz de las perlas de hidrogel (Chan, 2011). Lo anterior se puede explicar en términos de que, durante el proceso de extracción del aceite de las perlas, estas no presentaron rompimiento o disolución de la matriz protectora (AS o AS-MT), esto evidenció que no hubo otros mecanismos de liberación (Velázquez-Gutiérrez *et al.*, 2020).

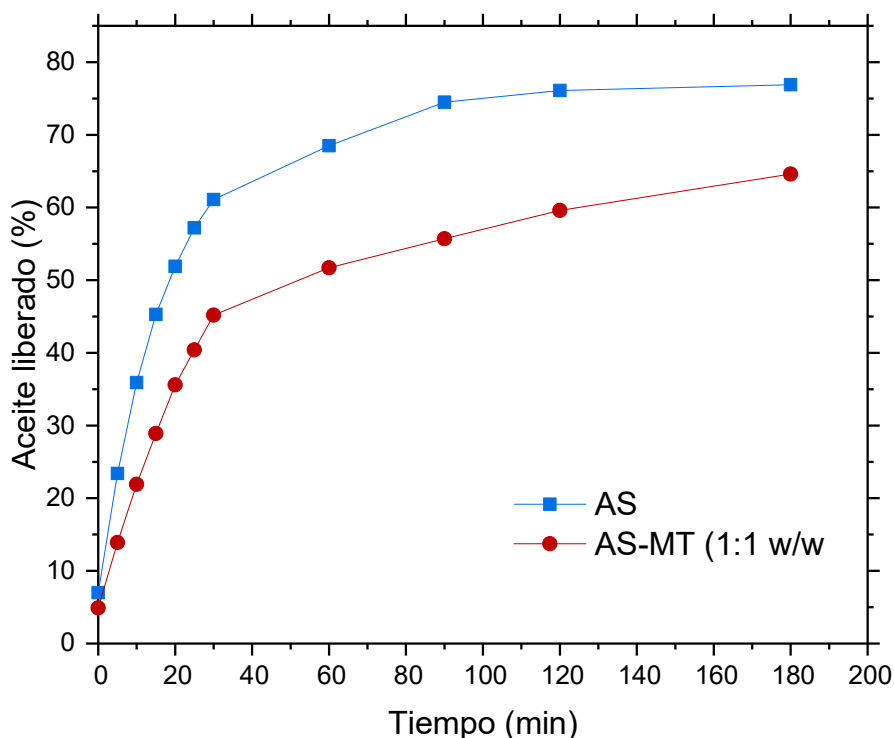


Figura 11. Perfiles de liberación acumulativa de las perlas de hidrogel AS y AS-MT (1:1 w/w) a 25 °C. Se muestran los valores medios (n = 3). AS: alginato de sodio; MT: mucílago de tamarindo.

Se ha documentado que la estructura interna de las perlas formadas sólo con AS como material de pared en la encapsulación de aceites es extremadamente porosa, con tamaños de poro relativamente grandes (Bannikova *et al.*, 2018; Menin *et al.*, 2018). Estas características estructurales promueven una extracción de aceite más

rápida, lo que se demostró en su perfil de liberación que fue mayor en comparación con los perfiles de la mezcla AS-MT.

En el caso de las perlas de hidrogel AS-MT, las moléculas de aceite quedaron atrapadas en la matriz de estos biopolímeros debido a que se formó una alta tortuosidad en su estructura interna, como resultado de la formación de un complejo entre el AS y el MT. Estos resultados indican claramente que el MT ejerció una mayor retención de aceite en la estructura interna de las perlas.



CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Las perlas de hidrogel AS-MT (1:1 w/w) después del proceso de secado dan lugar a una forma esférica irregular en comparación con las perlas de AS. Las perlas de hidrogel AS-MT se caracterizan por un alto rendimiento (> 83,34%) y eficiencia de encapsulación (> 75,44%), y aceite superficial limitado (< 6,20%) en comparación con los hidrogeles formulados solamente con AS.

Las características estructurales de los hidrogeles conformados solamente con AS promovieron perfiles de liberación del aceite más altos respecto a los hidrogeles formulados con AS-MT.

En el caso de las perlas de hidrogel AS-MT, las moléculas de aceite quedaron atrapadas en la matriz de estos biopolímeros debido posiblemente a que se formó una alta tortuosidad en su estructura interna, como resultado de la formación de un complejo entre el AS y el MT.

El mayor efecto de protección contra la oxidación del AA se alcanzó cuando el MT participa como material de pared, debido a la fuerte interacción electrostática que ocurre entre el MT y el AS durante el proceso de gelación iónica, promoviendo la formación de un complejo robusto en la superficie de las perlas de hidrogel.

La obtención de energías de activación más altas para el sistema AS-MT, demostró que requiere más energía para que la reacción de oxidación del AA comience, en comparación con el sistema formado únicamente por AS.

El método de gelación iónica resultó ser una opción competitiva para encapsular y proteger el aceite de ajonjolí en comparación con los métodos más comunes como el secado por aspersión, la liofilización, el secado en lecho fluidificado y la coacervación.



REFERENCIAS

REFERENCIAS

- AbdManaf, M., Jai, J., Raslan, R., Subuki, I., & Mustapa, A. N. (2015). Microencapsulation methods of volatile essential oils-a review. **Advanced Materials Research** 1113, 679-683. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1113.679>
- Aguilar, K. C., Tello, F., Bierhalz, A. C., Romo, M. G. G., Flores, H. E. M., & Grosso, C. R. (2015). Protein adsorption onto alginate-pectin microparticles and films produced by ionic gelation. **Journal of Food Engineering** 154, 17-24. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.12.020>
- Akbari, S., Abdurahman, N. H., Yunus, R. M., Fayaz, F., & Alara, O. R. (2018). Biosurfactants—a new frontier for social and environmental safety: a mini review. **Biotechnology Research and Innovation** 2(1), 81-90. <https://doi.org/10.1016/j.biori.2018.09.001>
- Al Juhaimi, F., Özcan, M.M., Ghafoor, K., Babiker, E.E., & Hussain, S. (2018). Comparison of cold-pressing and soxhlet extraction systems for bioactive compounds, antioxidant properties, polyphenols, fatty acids and tocopherols in eight nut oils. **Journal of Food Science and Technology** 55, 3163-3173. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3244-5>
- Alpizar Reyes, E. (2019). *Extracción, caracterización y evaluación del mucílago de la semilla de tamarindo como agente encapsulante del aceite de ajonjolí (Sesamum indicum L.* [Tesis de Doctorado, Universidad Autónoma del Estado de México]. <http://ri.uaemex.mx/handle/20.500.11799/104805>
- Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramírez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017a). Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed

mucilage powder as a novel hydrocolloid. **Journal of Food Engineering** 209, 68-75. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2017.04.021

Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Romero-Romero, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramírez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017b). Thermodynamic sorption properties and glass transition temperature of tamarind seed mucilage (*Tamarindus indica* L.). **Food and Bioproducts Processing** 101, 166-176. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2016.11.006>

Alpizar-Reyes, E., Varela-Guerrero, V., Cruz-Olivares, J., Carrillo-Navas, H., Alvarez-Ramirez, J., & Pérez-Alonso, C. (2020). Microencapsulation of sesame seed oil by tamarind seed mucilage. **International Journal of Biological Macromolecules** 145, 207-215. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.12.162>

Ameena, K., Dilip, C., Saraswathi, R., Krishnan, P. N., Sankar, C., & Simi, S. P. (2010). Isolation of the mucilages from Hibiscus rosasinensis linn. and Okra (*Abelmoschus esculentus* linn.) and studies of the binding effects of the mucilages. **Asian Pacific Journal of Tropical Medicine** 3(7), 539-543. [https://doi.org/10.1016/S1995-7645\(10\)60130-7](https://doi.org/10.1016/S1995-7645(10)60130-7)

Arias-Pillajo, M. C. (2021). *Elaboración y caracterización fisicoquímica de películas formuladas a partir de alginato-gelatina y alginato-pectina* [Tesis de Licenciatura, Universidad Central del Ecuador] <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/22526>

Arpagaus, C., Collenberg, A., Rütli, D., Assadpour, E., & Jafari, S. M. (2018). Nano spray drying for encapsulation of pharmaceuticals. **International Journal of Pharmaceutics** 546(1-2), 194-214. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2018.05.037>

- Aslam, M., Shabbir, M. A., Pasha, I., Shukat, R., Siddique, U., Manzoor, M. F., & Ayub, S. (2020). Protective effect of sesame (*sesamum indicum*) seed oil against hypercholesterolemic in sprague-dawley male rats. ***Food Science and Technology*** 1, 1-5. <https://doi.org/10.1590/fst.35320>
- Augustin, M. A., & Hemar, Y. (2009). Nano-and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. ***Chemical Society Reviews*** 38(4), 902-912.
- Avendaño-Romero, G., López-Malo, A., & Paolu, E. (2013). Propiedades del alginato y aplicaciones en alimentos. ***Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos*** 7(1), 87-96.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils—A review. ***Food and Chemical Toxicology*** 46(2), 446–475. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106>
- Bakry, A. M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M., Mousa, A., & Liang, L. (2016). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive review of benefits, techniques, and applications. ***Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*** 15(1), 143-182. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12179>
- Bamidele, O. P., & Emmambux, M. N. (2020). Encapsulation of bioactive compounds by “extrusion” technologies: a review. ***Critical Reviews in Food Science and Nutrition*** 60, 1-19. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1793724>
- Banerjee, S., Chattopadhyay, P., Ghosh, A., Goyary, D., Karmakar, S., & Veer, V. (2013). Influence of process variables on essential oil microcapsule properties by carbohydrate polymer-protein blends. ***Carbohydrate Polymers*** 93(2), 691–697. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.028>

- Bannikova, A., Evteev, A., Pankin, K., Evdokimov, I., & Kasapis, S. (2018). Microencapsulation of fish oil with alginate: In-vitro evaluation and controlled release. *Food Science and Technology* 90, 310-315. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.12.045>
- Benavides, S., Cortés, P., Parada, J., & Franco, W. (2016). Development of alginate microspheres containing thyme essential oil using ionic gelation. *Food chemistry* 204, 77-83. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.02.104>
- Ben-Harb, S., Panouille, M., Huc-Mathis, D., Moulin, G., Saint-Eve, A., Irlinger, F., Bonnarne, P., Michon, C., & Souchon, I. (2018). The rheological and microstructural properties of pea, milk, mixed pea/milk gels and gelled emulsions designed by thermal, acid, and enzyme treatments. *Food Hydrocolloids* 77, 75-84. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.09.022>
- Beyki, M., Zhavah, S., Khalili, S. T., Rahmani-Cherati, T., Abollahi, A., Bayat, M., Tabatabaei, M., & Mohsenifar, A. (2014). Encapsulation of Mentha piperita essential oils in chitosan-cinnamic acid nanogel with enhanced antimicrobial activity against Aspergillus flavus. *Industrial Crops and Products* 54, 310–319. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.01.033>
- Bligh, E.G., & Dyer, W. J. (1959). A rapid method of total lipid extraction and purification. *Canadian Journal of Biochemistry and Physiology* 37(8), 911–917. <https://doi.org/10.1139/o59-099>
- Borchani, C., Besbes, S., Blecker, C. H., & Attia, H. (2010). Chemical characteristics and oxidative stability of sesame seed, sesame paste, and olive oils. *Journal of Agricultural Science and Technology* 12(5), 585-596.
- Buchanan, C. D., Lust, C. A., Burns, J. L., Hillyer, L. M., Martin, S. A., Wittert, G. A., & Ma, D. W. (2021). Analysis of major fatty acids from matched plasma and

- serum samples reveals highly comparable absolute and relative levels. ***Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids*** 102268. <https://doi.org/10.1016/j.plefa.2021.102268>
- Burt, S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. ***International Journal of Food Microbiology*** 94(3), 223-253. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2004.03.022>
- Bylaitė, E., Venskutonis, P. R., & Mapdpirienė, R. (2001). Properties of caraway (*Carum carvi* L.) essential oil encapsulated into milk protein-based matrices. ***European Food Research and Technology*** 212(6), 661-670.
- Câmara, A. K. F. I., Geraldi, M. V., Okuro, P. K., Júnior, M. R. M., da Cunha, R. L., & Pollonio, M. A. R. (2020). Satiety and in vitro digestibility of low saturated fat Bologna sausages added of chia mucilage powder and chia mucilage-based emulsion gel. ***Journal of Functional Foods*** 65, 103753. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2019.103753>
- Ceballos, A. M., Giraldo, G. I., & Orrego, C. E. (2012). Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. ***Journal of Food Engineering*** 111(2), 360-365. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.02.010>
- Chan, E. S. (2011). Preparation of Ca-alginate beads containing high oil content: Influence of process variables on encapsulation efficiency and bead properties. ***Carbohydrate Polymers*** 84(4), 1267-1275. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.01.015>
- Chan, L. W., Lee, H. Y., & Heng, P. W. (2006). Mechanisms of external and internal gelation and their impact on the functions of alginate as a coat and delivery

- system. **Carbohydrate Polymers** 63(2), 176-187.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2005.07.033>
- Chang, H. W., Tan, T. B., Tan, P. Y., Abas, F., Lai, O. M., Wang, Y., Wang, Y., Nehdi, I. A., & Tan, C. P. (2018). Microencapsulation of fish oil using thiol-modified β -lactoglobulin fibrils/chitosan complex: A study on the storage stability and in vitro release. **Food Hydrocolloids** 80, 186-194.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.02.002>
- Charoen, R., Jangchud, A., Jangchud, K., Harnsilawat, T., & McClements, D.J. (2015). The physical characterization and sorption isotherm of rice bran oil powders stabilized by food-grade biopolymers. **Drying Technology** 33 (4), 479-492. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.962142>
- Chen, L., Remondetto, G. E., & Subirade, M. (2006). Food protein-based materials as nutraceutical delivery systems. **Trends in Food Science & Technology** 17(5), 272-283. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2005.12.011>
- Chumbes-Montes, M. M. (2020). *Hidrólisis acida de la cascara de maracuya (Passiflora edulis) para la obtención de pectina como agente gelificante* [Tesis de Licenciatura, Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión] <http://repositorio.unjfsc.edu.pe/handle/UNJFSC/4411>
- Corso, M.P., Fagundes-Klena, M.R., Silva, E.A., Filho, L.C., Santos, J.N., Freitas, L.S., & Dariva, C. (2010). Extraction of sesame seed (*Sesamun indicum* L.) oil using compressed propane and supercritical carbon dioxide. **The Journal of Supercritical Fluids** 52, 56-61. doi:10.1016/j.supflu.2009.11.012.
- Da Silva Marineli, R., Moraes, É. A., Lenquiste, S. A., Godoy, A. T., Eberlin, M. N., & Maróstica Jr, M. R. (2014). Chemical characterization and antioxidant

- potential of Chilean chia seeds and oildi (*Salvia hispanica* L.). **Food Science and Technology** 59(2), 1304-1310. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.04.014>
- De Oliveira, E. F., Paula, H. C. B., & de Paula, R. C. M. (2014). Alginate/cashew gum nanoparticles for essential oil encapsulation. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces** 113, 146-151. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2013.08.038>
- Desai, K. G. H., & Jin Park, H. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. **Drying technology** 23(7), 1361-1394. <https://doi.org/10.1081/DRT-200063478>
- Deveswaran, R., Bharath, S., Furtado, S., Abraham, S., Basavaraj, B. V., & Madhavan, V. (2010). Isolation and evaluation of tamarind seed polysaccharide as a natural suspending agent. **International Journal of Pharmaceutical & Biological Archives** 1(4), 360-363.
- Di-Marsico, A., Scrano, L., Amato, M., Gámiz, B., Real, M., & Cox, L. (2018). Mucilage from seeds of chia (*Salvia hispanica* L.) used as soil conditioner; effects on the sorption-desorption of four herbicides in three different soils. **The Science of the Total Environment** 625, 531–538. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.12.078>
- Do Amaral, P.H.R., Andrade, P.L., de Conto, L.C. (2019). Microencapsulation and its uses in food science and technology: A review. En Fabien Salaün (Ed.), *Microencapsulation-Processes, Technologies and Industrial Applications* (pp. 1-18). IntechOpen Limited, London, UK.
- 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), 41-47. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2007.11.007>

- E Silva, K. F. C., da Silva Carvalho, A. G., Rabelo, R. S., & Hubinger, M. D. (2019). Sacha inchi oil encapsulation: Emulsion and alginate beads characterization. *Food and Bioproducts Processing* 116, 118-129. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.05.001>
- Escalona-García, L.A., Pedroza-Islas, R., Natividad, R., Rodríguez-Huezo, M.E., Carrillo-Navas, H., & Pérez-Alonso, C. (2016). Oxidation kinetics and thermodynamic analysis of chia oil microencapsulated in a whey protein concentrate-polysaccharide matrix. *Journal of Food Engineering* 175, 93-103. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.12.009>
- Espinosa-Cavazos, K. G., Sáenz-Galindo, A., & Castañeda-Facio, A. O. (2020). Películas de quitosano propiedades y aplicaciones. *Afinidad: Revista de Química Teórica y Aplicada* 77(591), 203-208.
- Fangmeier, M., Lehn, D. N., Maciel, M. J., & de Souza, C. F. V. (2019). Encapsulation of bioactive ingredients by extrusion with vibrating technology: Advantages and challenges. *Food and Bioprocess Technology* 12(9), 1472-1486.
- Fernandes, S., & de las Mercedes, M. (2017). Addition of chia seed mucilage for reduction of fat content in bread and cakes. *Food Chemistry* 227, 237–244. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.075>
- Fogler, H.S. (2006). *Elements of Chemical Reaction Engineering*, fourth ed., pp. 79-142 Upper Saddle River, New Jersey.
- Franz, C., & Novak, J. (2010). Sources of Essential Oils. En K. Hüsnü Can Baser & Gerhard Buchbauer (Eds.), *Handbook of Essential Oils Science, Technology, and Applications* (pp.39). Taylor and Francis Group.

<https://www.taylorfrancis.com/books/mono/10.1201/9781420063165/handbook-essential-oils-husnu-baser-gerhard-buchbauer>.

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

Galati, E. M., Monforte, M. T., Tripodo, M. M., d'Aquino, A., & Mondello, M. R. (2001). Antiulcer activity of *Opuntia ficus indica* (L.) Mill.(Cactaceae): ultrastructural study. *Journal of Ethnopharmacology* 76(1), 1-9.
[https://doi.org/10.1016/S0378-8741\(01\)00196-9](https://doi.org/10.1016/S0378-8741(01)00196-9)

García-Gutiérrez, C., González-Maldonado, M. B., Ochoa-Martínez, L. A., & Medrano-Roldán, H. (2004). Microencapsulación de jugo de cebada verde mediante secado por aspersión. *Ciencia y Tecnología Alimentaria* 4(4), 262-266.

Garti, N., & McClements, D. J. (2012). Encapsulation technologies and delivery systems for food ingredients and nutraceuticals. Philadelphia: Woodhead Publishing Limited.

George, M., & Abraham, T. E. (2006). Polyionic hydrocolloids for the intestinal delivery of protein drugs: alginate and chitosan—a review. *Journal of Controlled Release* 114(1), 1-14.
<https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2006.04.017>

Gharby, S., Harhar, H., Bouzoubaa, Z., Asdadi, A., El Yadini, A., & Charrouf, Z. (2017). Chemical characterization and oxidative stability of seeds and oil of

- sesame grown in Morocco. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* 16(2), 105-111. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2015.03.004>
- Ghori, M. U., Alba, K., Smith, A. M., Conway, B. R., & Kontogiorgos, V. (2014). Okra extracts in pharmaceutical and food applications. *Food Hydrocolloids* 42(3), 342-347. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.04.024>
- Gouin, S. (2004). Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in Food Science & Technology* 15(7-8), 330-347. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2003.10.005>
- Greenspan, L. (1977). Humidity Fixed Points of Binary Saturated Aqueous Solutions. *Journal of Research of the National Bureau of Standards* 81A(1), 89-96. <https://doi.org/10.6028/jres.081A.011>
- Guil-Guerrero, J. L., Díaz Delgado, A., Matallana González, M. C., & Torija Isasa, M. E. (2004). Fatty acids and carotenes in some ber (*Ziziphus jujuba* Mill) varieties. *Plant Foods for Human Nutrition* 59(1), 23-27. <https://doi.org/10.1007/s11130-004-0017-2>
- Haseeb, M., Hussain, M., Yuk, S., Bashir, S., & Nauman, M. (2016). Polysaccharides based superabsorbent hydrogel from Linseed: Dynamic swelling, stimuli responsive on–Off switching and drug release. *Carbohydrate Polymers* 136, 750–756. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.09.092>
- Heinzelmann, K., Franke, K., Velasco, J., & Marquez-Ruiz, G. (2000). Microencapsulation of fish oil by freeze-drying techniques and influence of process parameters on oxidative stability during storage. *European Food Research and Technology* 211(4), 234-239.

- Homar, M., Šuligoj, D., & Gašperlin, M. (2007). Preparation of microcapsules with self-microemulsifying core by a vibrating nozzle method. ***Journal of Microencapsulation*** 24(1), 72-81.
<https://doi.org/10.1080/02652040601058525>
- Hosseini, S. M., Hosseini, H., Mohammadifar, M. A., Mortazavian, A. M., Mohammadi, A., Khosravi-Darani, K., Shojaee-Aliabadi, S., Dehghan, S., & Khaksar, R. (2013). Incorporation of essential oil in alginate microparticles by multiple emulsion/ionic gelation process. ***International Journal of Biological Macromolecules*** 62, 582–588.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.09.054>
- Indiarto, R., Asyifaa, A. H., Adiningsih, F. C. A., Aulia, G. A., & Achmad, S. R. (2021). Conventional and advanced food-drying technology: A current review. ***International Journal of Scientific & Technology Research*** 10(1), 99-107.
- Izydorczyk, M., Cui, S. W., & Wang, Q. (2005). Polysaccharide gums: structures, functional properties, and applications. ***Food Carbohydrates: Chemistry, Physical Properties, and Applications*** 293, 299.
- Jannasari, N., Fathi, M., Moshtaghian, S. J., & Abbaspourrad, A. (2019). Microencapsulation of vitamin D using gelatin and cress seed mucilage: Production, characterization and *in vivo* study. ***International Journal of Biological Macromolecules*** 129, 972-979.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.02.096>
- Jeyakumari, A., Zynudheen, A.A., & Parvathy, U. (2016). Microencapsulation of bioactive food ingredients and controlled release - A review. ***MOJ Food Processing & Technology*** 2(6), 1-9.
<https://doi.org/10.15406/mojfpt.2016.02.00059>

Jyothi, N. V. N., Prasanna, P. M., Sakarkar, S. N., Prabha, K. S., Ramaiah, P. S., & Srawan, G. Y. (2010). Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. *Journal of Microencapsulation* 27(3), 187-197. <https://doi.org/10.3109/02652040903131301>

Khan, M. G., Gauttam, V., Chandel, H. S., Ali, A., & Tariq, K. (2016). Development of microencapsulation: A review of literature. *International Journal of Scientific Study* 5(4), 264-268. <https://doi.org/10.17354/ijss/2017/376>

Khathuriya, R., Nayyar, T., Sabharwal, S., Jain, U.K., & Taneja, R. (2015). Recent Approaches and Pharmaceutical Applications of Natural Polysaccharides: a Review. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research* 6(12), 4904–4919. [http://dx.doi.org/10.1016/0958-5011669\(92\)90020-J](http://dx.doi.org/10.1016/0958-5011669(92)90020-J).

Khounvilay, K., & Sittikijyothin, W. (2012). Rheological behaviour of tamarind seed gum in aqueous solutions. *Food Hydrocolloids* 26(2), 334-338. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.03.019>

Kiran, P., & Rao, P. S. (2016). Development and characterization of reconstituted hydrogel from Aloe vera (*Aloe barbadensis* Miller) powder. *Journal of Food Measurement and Characterization* 10(3), 411-424.

Lee, C. S., Chong, M. F., Robinson, J., & Binner, E. (2015). Optimisation of extraction and sludge dewatering efficiencies of bio-flocculants extracted from *Abelmoschus esculentus* (okra). *Journal of Environmental Management* 157, 320-325. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2015.04.028>

Levenspiel, O. (1999). *Chemical Reaction Engineering*, third ed., pp. 38-82 New York

- Lu, W., Kelly, A. L., & Miao, S. (2016). Emulsion-based encapsulation and delivery systems for polyphenols. *Trends in Food Science & Technology* 47, 1-9. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2015.10.015>
- Macías-Cortés, E., Gallegos-Infante, J. A., Rocha-Guzmán, N. E., Moreno-Jiménez, M. R., Medina-Torres, L., & González-Laredo, R. F. (2020). Microencapsulation of phenolic compounds: Technologies and novel polymers. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* 19(2), 491-521. <https://doi.org/10.24275/rmiq/Alim642>
- Martins, E., Renard, D., Adiwijaya, Z., Karaoglan, E., & Poncelet, D. (2017). Oil encapsulation in core-shell alginate capsules by inverse gelation. I: dripping methodology. *Journal of Microencapsulation* 34(1), 82-90. <https://doi.org/10.1080/02652048.2017.1284278>
- Martins, E., Renard, D., Davy, J., Marquis, M., & Poncelet, D. (2015). Oil core microcapsules by inverse gelation technique. *Journal of Microencapsulation* 32(1), 86-95. <https://doi.org/10.3109/02652048.2014.985342>
- McClements, D. J., Decker, E. A., & Weiss, J. (2007). Emulsion-based delivery systems for lipophilic bioactive components. *Journal of Food Science* 72(8), 109-124. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.00507.x>
- McConaughy, S. D., Stroud, P. A., Boudreaux, B., Hester, R. D., & McCormick, C. L. (2008). Structural characterization and solution properties of a galacturonate polysaccharide derived from Aloe vera capable of in situ gelation. *Biomacromolecules* 9(2), 472-480. <https://doi.org/10.1021/bm7009653>

- Menin, A., Zanoni, F., Vakarelova, M., Chignola, R., Donà, G., Rizzi, C., Mainente, F., & Zoccatelli, G. (2018). Effects of microencapsulation by ionic gelation on the oxidative stability of flaxseed oil. **Food Chemistry** 269, 293-299. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.06.144>
- Mhatre, S., & Gurav, N. (2020). Enhancing bioavailability of probiotics using microencapsulation. **The Bombay Technologist** 67(1), 1-9.
- Mohammadi, H., Kamkar, A., & Misaghi, A. (2018). Nanocomposite films based on CMC, okra mucilage and ZnO nanoparticles: Physico mechanical and antibacterial properties. **Carbohydrate Polymers** 181, 351-357. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.10.045>
- Mohammed, B., & Hamidu, G. A. (2018). Growth and yield performance of sesame (*Sesamum indicum* L.) varieties at varying levels of inter-row spacing in northern part of Sokoto, Nigeria. **Asian Journal of Research in Crop Science** 1(2), 1-14. <https://doi.org/10.9734/AJRCS/2018/40304>
- Mohanty, B., & Bohidar, H. B. (2003). Systematic of alcohol-induced simple coacervation in aqueous gelatin solutions. **Biomacromolecules** 4(4), 1080-1086. <https://doi.org/10.1021/bm034080l>
- Morales, M. E., & Ruiz, M. A. (2016). Microencapsulation of probiotic cells: Applications in nutraceutic and food industry. En: Grumezescu, A.M. (Ed.); *Nutraceuticals* (pp. 627-668). Academic Press, Cambridge, MA, USA.
- Ni, Y., Turner, D., Yates, K. Á., & Tizard, I. (2004). Isolation and characterization of structural components of Aloe vera L. leaf pulp. **International Immunopharmacology** 4(14), 1745-1755. <https://doi.org/10.1016/j.intimp.2004.07.006>

- Nwe, N., Furuike, T., Osaka, I., Fujimori, H., Kawasaki, H., Arakawa, R., Tokura, S., Stevens, W. F., Kurozumi, S., Takamori, Y., Fukuda, M., & Tamura, H. (2011). Laboratory scale production of ¹³C labeled chitosan by fungi *Absidia coerulea* and *Gongronella butleri* grown in solid substrate and submerged fermentation. ***Carbohydrate Polymers*** 84(2), 743-750.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.023>
- Otálora, M. C., Carriazo, J. G., Iturriaga, L., Osorio, C., & Nazareno, M. A. (2016). Encapsulating betalains from *Opuntia ficus indica* fruits by ionic gelation: Pigment chemical stability during storage of beads. ***Food Chemistry*** 202, 373-382. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.01.115>
- Özbek, Z. A., & Ergönül, P. G. (2017). A review on encapsulation of oils. ***Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*** 13(2), 293-309.
<https://doi.org/10.18466/cbayarfbe.313358>
- Pang, S. F., Yusoff, M. M., & Gimbin, J. (2014). Assessment of phenolic compounds stability and retention during spray drying of *Orthosiphon stamineus* extracts. ***Food Hydrocolloids*** 37, 159-165.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.10.022>
- Panigrahi, S., Bland, B., & Carlaw, P. M. (1989). The nutritive value of tamarind seeds for broiler chicks. ***Animal Feed Science and Technology*** 22(4), 285-293. [https://doi.org/10.1016/0377-8401\(89\)90072-2](https://doi.org/10.1016/0377-8401(89)90072-2)
- Patel, B., Patel, P., Bhosale, A., Hardikar, S., Mutha, S., & Chaulang, G. (2009). Evaluation of tamarind seed polysaccharide (TSP) as a mucoadhesive and sustained release component of nifedipine buccoadhesive tablet & comparison with HPMC and Na CMC. ***International Journal of PharmTech Research*** 1(3), 404-10.

- Pereira, K. C., Ferreira, D. C. M., Alvarenga, G. F., Pereira, M. S. S., Barcelos, M. C. S., & Costa, J. D. (2018). Microencapsulation and release controlled by the diffusion of food ingredients produced by spray drying: A review. ***Brazilian Journal of Food Technology*** 21, e2017083. <https://doi.org/10.1590/1981-6723.08317>
- Pongsawatmanit, R., Temsiripong, T., Ikeda, S., & Nishinari, K. (2006). Influence of tamarind seed xyloglucan on rheological properties and thermal stability of tapioca starch. ***Journal of Food Engineering*** 77(1), 41-50. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.06.017>
- Poornima, K., & Sinthya, R. (2017). Application of various encapsulation techniques in food industries. ***International Journal of Latest Engineering Research and Applications*** 2(10), 37-41.
- Prajapati, V. D., Jani, G. K., Moradiya, N. G., & Randeria, N. P. (2013). Pharmaceutical applications of various natural gums, mucilages and their modified forms. ***Carbohydrate Polymers*** 92(2), 1685-1699. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.11.021>
- Pu, J., & Sathivel, S. (2011). Kinetics of lipid oxidation and degradation of flaxseed oil containing crawfish (*Procambarus clarkia*) astaxanthin. ***Journal of the American Oil Chemists Society*** 88 (5), 595-601.
- Ramos, P.E., Silva, P., Alario, M.M., Pastrana, L.M., Teixeira, J.A., Cerqueira, M.A., & Vicente, A.A. (2018). Effect of alginate molecular weight and M/G ratio in beads properties foreseeing the protection of probiotics. ***Food Hydrocolloids*** 77, 8–16. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.08.031>.

- Ray, S., Raychaudhuri, U., & Chakraborty, R. (2016). An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. ***Food Bioscience*** 13, 76-83. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.12.009>
- Rodea-González, D.A., Cruz-Olivares, J.C., Román-Guerrero, A., Rodríguez-Huezo, M.E., Vernon-Carter, E.J., & Pérez-Alonso, C. (2012). Spray-dried encapsulation of chia essential oil (*Salvia hispanica* L.) in whey protein concentrate-polysaccharide matrices. ***Journal of Food Engineering*** 111, 102-109. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.01.020>
- Sáenz, C., Sepúlveda, E., & Matsuhiro, B. (2004). Opuntia spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. ***Journal of Arid Environments*** 57(3), 275-290. [https://doi.org/10.1016/S0140-1963\(03\)00106-X](https://doi.org/10.1016/S0140-1963(03)00106-X)
- Saha, D., & Bhattacharya, S. (2010). Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. ***Journal of Food Science and Technology*** 47(6), 587-597. <https://doi.org/10.1007/s13197-010-0162-6>.
- Sanhueza Catalán, J., Durán Agüero, S., & Torres García, J. (2015). Los ácidos grasos dietarios y su relación con la salud. ***Nutrición Hospitalaria*** 32(3), 1362-1375. <https://dx.doi.org/10.3305/nh.2015.32.3.9276>
- Saravanan, M., & Rao, K. P. (2010). Pectin–gelatin and alginate–gelatin complex coacervation for controlled drug delivery: Influence of anionic polysaccharides and drugs being encapsulated on physicochemical properties of microcapsules. ***Carbohydrate Polymers*** 80(3), 808-816. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.12.036>
- Sarve, A., Sonawane, S. S., & Varma, M. N. (2015). Ultrasound assisted biodiesel production from sesame (*Sesamum indicum* L.) oil using barium hydroxide as

a heterogeneous catalyst: Comparative assessment of prediction abilities between response surface methodology (RSM) and artificial neural network (ANN). ***Ultrasonics Sonochemistry*** 26, 218-228.

<https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2015.01.013>

Shantha, N.C., & Decker, E.A. (1994). Rapid, sensitive, iron-based spectrophotometric method for determination of peroxide values of food lipids. ***Journal of the American Oil Chemists' Society*** 77 (2), 421-424.

<https://doi.org/10.1093/jaoac/77.2.421>

Sharma, M., Mondal, D., Mukesh, C., & Prasad, K. (2014). Preparation of tamarind gum based soft ion gels having thixotropic properties. ***Carbohydrate Polymers*** 102, 467-471. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.11.063>

Sharma, R., & Borah, A. (2021). Prospect of microcapsules as a delivery system in food technology: A review. ***The Pharma Innovation Journal*** 10(5), 182-191. <https://doi.org/10.22271/tpi.2021.v10.i5c.6195>

Shewan, H. M., & Stokes, J. R. (2013). Review of techniques to manufacture microhydrogel particles for the food industry and their applications. ***Journal of Food Engineering*** 119(4), 781-792.

<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.06.046>

Shinde, U., & Nagarsenker, M. (2011). Microencapsulation of eugenol by gelatin-sodium alginate complex coacervation. ***Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*** 73(3), 311. <https://doi.org/10.4103/0250-474X.93524>

Silva, P. T. D., Fries, L. L. M., Menezes, C. R. D., Holkem, A. T., Schwan, C. L., Wigmann, É. F., Bastos, J. O., & Silva, C. D. B. D. (2014). Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. ***Ciência Rural*** 44(7), 1304-1311.

<https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20130971>

Sinha, P., Ubaidulla, U., & Nayak, A. K. (2015). Okra (*Hibiscus esculentus*) gum-alginate blend mucoadhesive beads for controlled glibenclamide release. *International Journal of Biological Macromolecules* 72, 1069-1075. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.10.002>

Soliman, E. A., El-Moghazy, A. Y., El-Din, M. M., & Massoud, M. A. (2013). Microencapsulation of essential oils within alginate: formulation and in vitro evaluation of antifungal activity. *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences* 3(1), 48-55. <https://doi.org/10.4236/jeas.2013.31006>

Solís Ávila, K., Martínez Ramírez, V. M., & Martín Carbajal, M. D. L. L. (2019). Michoacán: grado de concentración de la producción de ajonjolí, 2003-2016. *Economía y Sociedad* (40), 29-55.

Solís-Orellana, C. (2016). Comparación de dos materiales encapsulantes por el método de gelificación iónica normal e inversa [Tesis de Licenciatura, Escuela Agrícola Panamericana] <https://bdigital.zamorano.edu/handle/11036/5784>

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

Sun, C., & Gunasekaran, S. (2010). Rheology and Oxidative Stability of Whey Protein Isolate-Stabilized Menhaden Oil-in-Water Emulsions as a Function of Heat Treatment. *Journal of Food Science* 75(1), C1-C8. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2009.01387.x>

Timilsena, Y. P., Adhikari, R., Barrow, C. J., & Adhikari, B. (2016). Microencapsulation of chia seed oil using chia seed protein isolate-chia seed

gum complex coacervates. ***International Journal of Biological Macromolecules*** 91, 347-357.

<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.05.058>

Traffano-Schiffo, M. V., Castro-Giraldez, M., Fito, P. J., Perullini, M., & Santagapita, P. R. (2018). Gums induced microstructure stability in Ca (II)-alginate beads containing lactase analyzed by SAXS. ***Carbohydrate Polymers*** 179, 402-407. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.09.096>

Trombetta, D., Puglia, C., Perri, D., Licata, A., Pergolizzi, S., Lauriano, E. R., De Pasquale, A., Saija, A., & Bonina, F. P. (2006). Effect of polysaccharides from *Opuntia ficus-indica* (L.) cladodes on the healing of dermal wounds in the rat. ***Phytomedicine*** 13(5), 352-358.

<https://doi.org/10.1016/j.phymed.2005.06.006>

Us-Medina, U., Ruiz-Ruiz, J. C., Quintana-Owen, P., & Segura-Campos, M. R. (2017). *Salvia hispanica* mucilage-alginate properties and performance as an encapsulation matrix for chia seed oil. ***Journal of Food Processing and Preservation*** 41(6), e13270. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13270>

Varela, P., & Fiszman, S. M. (2011). Hydrocolloids in fried foods. A review. ***Food Hydrocolloids*** 25(8), 1801-1812.

<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.01.016>

Vasile, F.M., Romero, A.M., Judis, M.A., & Mazzobre, M.F. (2016). *Prosopis alba* exudate gum as excipient for improving fish oil stability in alginate–chitosan beads. ***Food Chemistry*** 190, 1093-1101.

<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.06.071>

- Veiga, R. D. S. D., Aparecida Da Silva-Buzanello, R., Corso, M. P., & Canan, C. (2019). Essential oils microencapsulated obtained by spray drying: a review. *Journal of Essential Oil Research*, 31(6), 457-473
- Velázquez-Gutiérrez, S. K., Alpizar-Reyes, E., Cruz-Olivares, J., Barrera-Pichardo, J. F., Rodríguez-Huezo, M. E., & Pérez Alonso, C. (2020). Ionic gelation encapsulation of sesame oil with sodium alginate-nopal mucilage blends: Encapsulation efficiency and oxidative stability. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* 19(1), 241-254.
- Wang, B., Sheng, H., Shi, Y., Hu, W., Hong, N., Zeng, W., Ge, H., Yu, X., Song, L., & Hu, Y. (2015). Recent advances for microencapsulation of flame retardant. *Polymer Degradation and Stability* 113, 96-109.
- Wittich, W. J. (2005). *New Automated Industrial Technologies for Improving Chemical Penetration of Bovine Pieces in the Raw Material Processing and Conditioning Areas of Gelatine Manufacture* [Tesis de Maestría, University of Canterbury] <http://dx.doi.org/10.26021/1601>
- Yeo, Y., Baek, N., & Park, K. (2001). Microencapsulation methods for delivery of protein drugs. *Biotechnology and Bioprocess Engineering* 6(4), 213-230.
- Zhang, H., Tumarkin, E., Sullan, R. M. A., Walker, G. C., & Kumacheva, E. (2007). Exploring microfluidic routes to microgels of biological polymers. *Macromolecular Rapid Communications* 28(5), 527-538. <https://doi.org/10.1002/marc.200600776>
- Zuidam, N. J., & Nedovic, V. (2010). Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing. Springer, New York, USA.