

## Microencapsulación de aceite de chía y aceite de ajonjolí empleando esporopolenina como agente encapsulante

### *Microencapsulation of chia oil and sesame oil using sporopollenin as encapsulating agent*

César Pérez-Alonso<sup>1\*</sup>, Julian Cruz-Olivares<sup>1</sup>,  
Rosálva Leal-Silva<sup>1</sup> y Erik Alpizar-Reyes<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universidad Autónoma del Estado de México

<sup>2</sup> Universidad de Bío-Bío, Chile

\*cpereza@uaemex.mx

### Resumen

El objetivo de este trabajo fue evaluar a la esporopolenina derivada de *Lycopodium clavatum* L. como agente encapsulante estudiando las propiedades encapsulantes y las tasas de liberación del aceite de chía y aceite de ajonjolí. Se formularon cuatro tipos de encapsulados empleando el proceso de microencapsulación al vacío con una relación peso de material encapsulado a agente encapsulante 1:3 para incorporar los aceites utilizando el biopolímero sin purificar y purificado. Las micrografías de todos los sistemas encapsulantes mostraron estructuras de sólidos en forma semiesférica de tamaño uniforme (~20  $\mu\text{m}$ ) con cavidades en forma de nanocanales. La esporopolenina purificada presentó mayor porcentaje de encapsulamiento para el aceite de chía (42.3%) y aceite de ajonjolí (29.1%) respecto a la esporopolenina sin purificar. Los perfiles de liberación de los aceites se ajustaron adecuadamente al modelo tipo ley de potencia, evidenciando que el mecanismo de liberación de los aceites se da por difusión efectiva aparente, cuyos valores de difusividad se encuentran en el orden de  $2 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$  mostrando que el método de encapsulamiento y la estructura de la esporopolenina influyen de manera directa en este parámetro de transporte. Estos resultados muestran que la esporopolenina podría ser útil como agente encapsulante de compuestos bioactivos. Adicionalmente, se requieren estudios más robustos para demostrar su eficacia como agente encapsulante en otras tecnologías de encapsulación.

### Palabras clave

Biopolímero, difusión efectiva aparente, eficiencia de encapsulamiento, encapsulación al vacío, *Lycopodium clavatum* L., perfiles de liberación.

## Abstract

The objective of this work was to evaluate the sporopollenin derived from *Lycopodium clavatum* L. as an encapsulating agent in the encapsulating properties and release rates of chia oil and sesame oil. Four types of encapsulates were formulated using the vacuum microencapsulation process with a weight ratio of encapsulated material to encapsulating agent 1:3 to incorporate the oils using the unpurified and purified biopolymer. Micrographs of all encapsulant systems showed solid hemispherical structures of uniform size (~20  $\mu\text{m}$ ) with nanochannel-like cavities. Compared to unpurified sporopollenin, the purified sporopollenin presented a higher encapsulation percentage for chia oil (42%) and sesame oil (29%). The oil release profiles were adequately adjusted to the power-law type model, showing that the oil release mechanism is due to apparent effective diffusion, whose diffusivity values are in the order of  $2 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$ , showing that the method of encapsulation and the structure of the sporopollenin directly influence this transport parameter. These results show that sporopollenin could be helpful as an encapsulating agent for bioactive compounds. Additionally, more robust studies are required to demonstrate its efficacy as an encapsulating agent in other encapsulation technologies.

## Keywords

Apparent effective diffusion, biopolymer, encapsulation efficiency, *Lycopodium clavatum* L., release profiles, vacuum encapsulation.

## Introducción

El consumo de aceites grasos poliinsaturados ha tenido un crecimiento exponencial en los últimos años, gracias a los beneficios que estos alimentos funcionales le brindan a la salud del ser humano. Entre este tipo de aceites, el de chía, es el que ha recibido mayor atención tanto por la comunidad científica como por los consumidores; este contiene cerca de un 83% de ácidos grasos poliinsaturados, entre los que destacan los ácidos grasos linoleico (omega-6) y  $\alpha$ -linolénico (omega-3) en una proporción en masa respecto al aceite del 17-26% y 50-57%, respectivamente (Bordón et al., 2021). La presencia de omega-3 y omega-6 en el organismo del ser humano se ha relacionado con la disminución de triglicéridos en sangre y mejora los niveles de colesterol, lo que lleva a un menor riesgo de sufrir problemas cardiovasculares (Us et al., 2018). Por otra parte, el aceite de ajonjolí por su alto contenido nutricional es el que más se consume a nivel mundial, se utiliza como aditivo alimentario en la cocina culinaria y por su efecto terapéutico como antiinflamatorio. El principal ácido graso que constituye a este aceite es el ácido linoleico (42-54%) (Wen-ting et al., 2021; Zhilei et al., 2022). Ambos tipos de aceites son susceptibles a degradarse por la presencia de factores ambientales como la temperatura, humedad y oxígeno. Una alternativa de brindarle protección a estos compuestos bioactivos es mediante la tecnología de encapsulación; esta se puede definir como el recubrimiento de pequeñas gotas o partículas en una película continua de material biopolimérico conocido como agente encapsulante; es decir, la encapsulación está involucrada en la conversión de líquidos a sólidos, donde el agente encapsulante modifica las propiedades de partícula, brinda protección ambiental y controlan las tasas de liberación de los diferentes materiales encapsulados (aceites, colorantes, vitaminas, fármacos, microorganismos, etcétera), y generalmente los productos encapsulados presentan tamaños de partícula entre 1 y 1000  $\mu\text{m}$  (Qianyu et al., 2018; Geranpour et al., 2020). Por tanto, la selección del agente encapsulante es una etapa importante en la

tecnología de encapsulación. La esporopolenina derivada de (*Lycopodium clavatum* L.) es un biopolímero complejo, se produce de manera natural como un componente de las paredes de esporas/polen de las plantas (Barrier et al., 2010; Corliss et al., 2028; Thomasson et al., 2020). Este biopolímero ya ha sido reconocido como un material de base biológica más resistente que otros tipos de polímeros naturales como las proteínas, gomas, mucílagos, pectinas debido a su resistencia y durabilidad en tratamientos ácidos, alcalinos y térmicos. La esporopolenina preserva su integridad estructural en procesos de extracción, presenta morfología semiesférica, con estructura porosa y distribución de tamaño de partícula uniforme, es resistente a sustancias químicas y ataques biológicos, además es térmicamente estable hasta 335 °C (Diego et al., 2012; Uddin et al., 2018; Mohammed et al., 2021). Esta especie de espора en particular ha sido empleada para microencapsular diferentes tipos de fármacos y aceites comestibles (Mundargi et al., 2016; Dyab et al., 2018; Thomasson et al., 2020; Meligi et al., 2021; Mohammed et al., 2021). La hipótesis de este trabajo fue probar que la espора de la especie *Lycopodium clavatum* L. presenta características particulares que la hacen viable para ser considerada como agente encapsulante del aceite de chía y del aceite de ajonjolí. Por lo anterior, el objetivo de este trabajo fue encapsular mediante la técnica al vacío aceite de chía o aceite de ajonjolí utilizando esporopolenina como agente encapsulante y evaluar las propiedades encapsulantes y las tasas de liberación de los aceites encapsulados.

## Materiales y métodos

### Materiales

Para la extracción de los aceites a encapsular se utilizaron semillas de ajonjolí y chía obtenidas de un centro comercial en la ciudad de Toluca, Estado de México. La espора utilizada fue de la especie *Lycopodium clavatum* L. y todos los reactivos fueron grado analítico adquiridos en la empresa Sigma-Aldrich S.A. de C.V. (Toluca, Estado de México, México). El agua empleada en todos los experimentos fue agua destilada.

### Métodos

#### *Extracción de los aceites*

Para la extracción del aceite de chía y aceite de ajonjolí se utilizó el método de prensado en frío. Se colocaron 300 g de semillas (ajonjolí o chía) dentro de un émbolo de acero inoxidable de 40 cm de largo por 10 cm de diámetro, y éste a su vez se introdujo en una prensa hidráulica Tamer (modelo PHT-20, Shangai, China) ejerciendo una presión gradual sobre el pistón, hasta alcanzar 9 toneladas de presión a temperatura ambiente (~20 °C). El aceite extraído se filtró y recolectó en un vaso de precipitado y posteriormente fue envasado en frascos de vidrio color ámbar y almacenados en 4 °C en un refrigerador comercial (Alpizar et al., 2020).

#### *Purificación de esporopolenina*

El proceso de purificación de la esporopolenina se dividió en cinco etapas con el objeto de eliminar el material orgánico contenido en la superficie y en el interior de cada espора empleando la metodología descrita por Barrier et al. (2010) con ligeras modificaciones. Brevemente, 50 g de esporas se lavaron con acetona a reflujo constante mediante agitación mecánica a una velocidad de 300 rpm durante 4 h y a temperatura ambiente (~20 °C). La mezcla resultante se filtró y se

dejó secar a temperatura ambiente toda la noche con una estufa de convección forzada (FELISA, Ciudad de México) (Etapa 1). Posteriormente, las esporas fueron colocadas en una solución de KOH 1M con agitación de 300 rpm a reflujo constante durante 24 h para su posterior filtrado (Etapa 2). La etapa 3 consistió en realizar a cabo una serie de lavados a las esporas, cada lavado se llevó a cabo a una agitación de 300 rpm por un lapso de 30 min y su respectivo filtrado, con un total de cinco lavados con agua destilada a 60 °C y cinco con etanol a 30 °C. Después de los lavados, las muestras se dejaron secar a temperatura ambiente durante 12 h con una estufa de convección forzada (FELISA, Ciudad de México). Después de la etapa 3, las esporas fueron sometidas a un nuevo lavado con ácido ortofosfórico a temperatura ambiente con una agitación de 500 rpm y reflujo constante, este lavado se mantuvo durante un lapso de siete días consecutivos. Después, las esporas fueron lavadas y filtradas con una solución de HCl 2M y un subsecuente lavado con una solución de NaOH 2M, éstos se realizaron a temperatura ambiente con una agitación de 300 rpm durante una hora cada lavado y un filtrado para cada solución (Etapa 4). Posteriormente se realizaron lavados como los descritos en la etapa 3 empleando agua y acetona. Finalmente, las esporas se secaron a 45 °C por convección forzada hasta que alcanzaron peso contante (Etapa 5) y de esta manera se obtuvieron esporas libres de esporoplasma las cuales se les denominó “esporas purificadas”.

### *Encapsulación de aceites en la esporopolenina*

Se encapsularon los aceites en una relación peso de 1:3 material encapsulado a agente encapsulante y empleando dos matrices de esporopolenina, i) sin purificar y, ii) purificada; para ambas matrices se empleó el método de encapsulación al vacío de acuerdo al método descrito por Barrier et al. (2010). Dos gramos de esporopolenina se incorporaron en un matraz aforado de 50 mL, a estas esporas se fue añadiendo aceite con ayuda de una pipeta Pasteur hasta tener 6 g de aceite, el sistema se colocó en un Vortex durante 5 min a 500 rpm. Posteriormente, el sistema fue llevado al vacío aplicando 25 hPa durante 2 h a temperatura ambiente para favorecer la difusión del aceite en el interior de la esporopolenina.

### *Morfología de las microcápsulas mediante microscopía electrónica de barrido*

La topología de la superficie externa de las microcápsulas de aceite de chía y de aceite de ajonjolí se obtuvieron empleando un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-6510 (Jeol Co. Ltd., Tokio, Japón) con filamento de tungsteno y se aplicó una aceleración de voltaje de 1 a 15 kV en su modalidad de alto vacío.

### *Propiedades encapsulantes*

Los cuatro tipos de microcápsulas obtenidas fueron evaluadas respecto al aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento.

El aceite superficial en las microcápsulas se determinó con base al método propuesto por Alpizar et al. (2020). Se dispersó un gramo de microcápsulas en 10 mL de *n*-hexano con agitación continua a 200 rpm durante un minuto. La suspensión se filtró y posteriormente se lavó el residuo tres veces con 5 mL de *n*-hexano. Las microcápsulas se secaron a 45 °C en una estufa

de convección hasta peso constante. El aceite superficial de las microcápsulas se determinó calculando la diferencia entre la masa de cápsulas inicial y el peso de la muestra obtenida después del secado.

El contenido de aceite total se midió de acuerdo con el método descrito por Alpizar et al. (2020). Se preparó una suspensión con 2 g de microcápsulas y 180 mL de *n*-hexano. A esta suspensión se le extrajo el aceite empleando un equipo Soxhlet (VLP-SER 148/6) durante 6 h. Posteriormente, el solvente fue eliminado de la mezcla aceite-hexano mediante un rotavapor y se cuantificó el peso del aceite obtenido de la suspensión, al cual se le denominó aceite total.

El porcentaje de eficiencia de encapsulamiento (*EE*) se determinó con la siguiente expresión:

$$EE(\%) = \frac{(O_{total} - O_{superficial})}{O_{total}} \times 100 \quad (1)$$

donde el aceite total ( $O_{total}$ ) contempla la suma del contenido de aceite dentro de las microcápsulas y en la superficie de éstas, mientras que el aceite de la superficie ( $O_{superficial}$ ) es el que correspondió al contenido de aceite no encapsulado que se encuentra en la superficie de las partículas de esporopolenina.

### *Perfiles de liberación del aceite contenido en la esporopolenina*

Los perfiles de liberación del aceite de chía y aceite de ajonjolí en las esporas se obtuvieron a 25 °C utilizando vasos de precipitados de 50 mL que contenían un gramo de esporas (previamente lavadas con *n*-hexano por 60 s para remover el aceite superficial). Posteriormente, se adicionaron 20 mL de *n*-hexano a la cantidad de esporas, la mezcla se sometió a agitación mecánica lenta y los aceites se eliminaron por filtración a diferentes intervalos de tiempo (de 0 a 240 min). Para evaporar el solvente, los sobrenadantes y las esporas se colocaron en un horno a 35 °C y el aceite liberado se calculó por la diferencia entre el peso del aceite eliminado con solvente después del secado y el peso de las esporas.

### *Cinéticas de liberación de los aceites encapsulados*

Para explicar los perfiles de liberación de los aceites, los datos experimentales de las cinéticas de liberación se ajustaron al modelo de Higuchi y al modelo Ley de Potencia, también conocido como modelo de Korsmeyer-Peppas (Mohammed et al., 2021):

Modelo de Higuchi

$$Q = K t^{0.5} \quad (2)$$

Modelo de Korsmeyer-Peppas

$$Q = K t^n \quad (3)$$

Donde  $Q$  es la cantidad de aceite liberado en el tiempo  $t$ ; el parámetro  $K$  es una constante adimensional y relaciona las características estructurales y geométricas de la esporopolenina, y  $n$  es el factor difusional que indica el mecanismo de liberación del aceite (Mohammed et al., 2021).

Posteriormente se procedió a calcular los coeficientes de difusión efectivo aparente para los diferentes sistemas encapsulantes estudiados mediante la siguiente expresión (Beirão-da-Costa et al., 2012):

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 6 \left( \frac{D_{ef}}{\pi r^2} \right)^{0.5} - \frac{3D_{ef}}{r^2} \quad (4)$$

donde  $M_t$  es la masa de aceite liberado en el tiempo  $t$ ;  $M_\infty$  es la masa de aceite liberado en el tiempo  $\infty$ ;  $D_{ef}$  es el coeficiente de difusión efectivo aparente y  $r$  es el radio de la microcápsula.

### Análisis estadístico

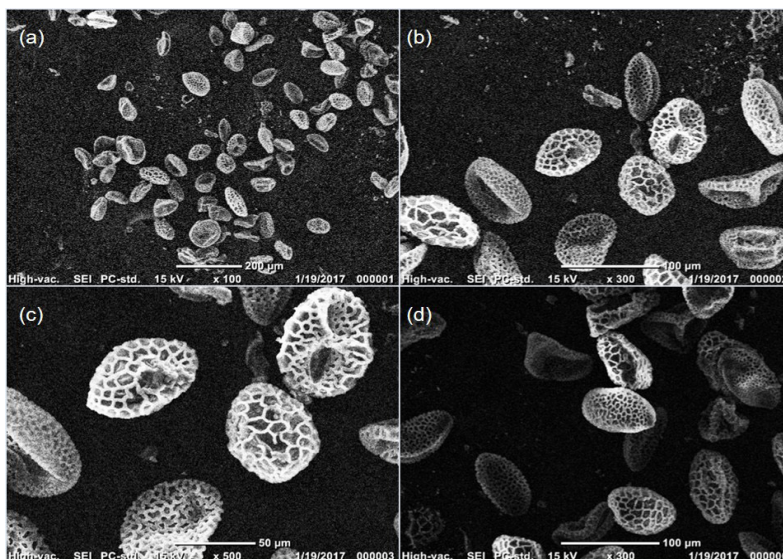
El análisis estadístico se realizó por triplicado para cada muestra para todas las pruebas y los datos se muestran como media  $\pm$  desviación estándar. Los datos se analizaron mediante un análisis de varianza de una vía (ANOVA) y la prueba de Tukey a un nivel de significación  $p \leq 0.05$  utilizando el software Minitab versión 16.0 (Minitab Inc., State College, PA, EUA).

## Resultados y discusión

### Morfología de las microcápsulas de aceite de chía y aceite de ajonjolí

#### Figura 1.

Imágenes tomadas mediante microscopía electrónica de barrido mostrando la morfología de: (a) Microcápsulas de aceite de chía con esporopolenina sin purificar; (b) Microcápsulas de aceite de chía con esporopolenina purificada; (c) Microcápsulas de aceite de ajonjolí con esporopolenina sin purificar; (d) Microcápsulas de aceite de ajonjolí con esporopolenina purificada.



En la figura 1 se muestran las imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido de la estructura microscópica de la esporopolenina no purificada y purificada en la encapsulación de los aceites. Las micrografías de todos los sistemas encapsulantes mostraron un material sólido de forma semiesférica de tamaño uniforme de aproximadamente 20  $\mu\text{m}$  con cavidades en forma de nanocanales (Diego et al., 2013).

### Propiedades encapsulantes de la esporopolenina

En la tabla 1 se muestran las propiedades encapsulantes de la esporopolenina sin purificar y purificada en el encapsulamiento de los aceites de chía y ajonjolí, respectivamente. Como se puede apreciar en el caso del aceite superficial, se observa en todos los casos que la esporopolenina sin purificar contiene mayor cantidad de aceite que su contraparte la esporopolenina purificada. Lo anterior posiblemente se deba a que tanto el aceite de chía como el aceite de ajonjolí tuvieron cierta interacción con la materia orgánica presente en la superficie externa de la esporopolenina favoreciendo una mayor retención de aceite. También es importante mencionar que estos porcentajes son significativamente mayores respecto a los que se han obtenido utilizando otro tipo de agentes encapsulantes como el mucílago de tamarindo, mucílago de nopal, alginato de sodio, goma de mezquite y concentrado de proteína de suero de leche, así como otro tipo de tecnologías de encapsulación como el secado por aspersión y gelificación iónica, donde los porcentajes de aceite superficial han sido menores al 5% (Alpizar et al., 2020; Velázquez et al., 2020; Bordón et al., 2021).

Con respecto a la capacidad que tiene la esporopolenina de retener el aceite tanto en su interior como en su superficie (aceite total), la tabla 1 muestra que la cantidad de aceite que se encuentra en la esporopolenina es alta, teniendo un intervalo entre 0.70 y 0.75 g de aceite / g de espora. Aunque en todos los casos se deduce por los resultados obtenidos en el porcentaje de aceite superficial, que la estructura interna de la esporopolenina que está constituida por nanocanales entre 200 y 300 nm de longitud no es capaz de retener en su interior una cantidad de aceite significativo, haciendo que estos migren fácilmente a la superficie externa de las esporas. La migración de cualquiera de los aceites del interior al exterior del biopolímero se puede deber a características físicas relacionadas al tamaño y forma de los nanocanales y a posibles grupos funcionales específicos en el interior que no guardan una interacción química asociativa con los grupos funcionales de los aceites (Barrier et al., 2011).

La eficiencia de encapsulamiento es un parámetro fundamental que dictamina la eficacia que tiene un biopolímero para ser considerado un buen agente encapsulante, es decir, proporciona y cuantifica la cantidad real de aceite que retiene en su estructura interna el biopolímero y que le proveerá protección durante su procesamiento, distribución y almacenamiento. En la tabla 1 se observa que la esporopolenina purificada tuvo mayor capacidad de retención de aceite, esto era de esperarse debido a que en el proceso de purificación se elimina la materia orgánica que se encuentra en la estructura interna de las esporas, favoreciendo que las cavidades de las esporas tengan mayor área específica para encapsular una mayor cantidad de aceite que las esporas sin purificar. También se aprecia que el método de encapsulación al vacío favoreció la inclusión del aceite en el interior de las esporas (Thomasson et al., 2020). Otro aspecto relevante de mencionar es que el aceite de chía tiene mayor afinidad con las esporas que el aceite de ajonjolí, ya que los porcentajes de encapsulamiento son mayores con el aceite de chía, el cual es más rico en omega-3, mientras que el aceite de ajonjolí es rico en omega-6.

Sin embargo, para todos los sistemas estudiados, la eficiencia de encapsulamiento resultó estar por debajo del 50%, mientras que existen otros tipos de biopolímeros como gomas, proteínas y almidones que le confieren eficiencias de encapsulamiento a aceites como los que se utilizaron en este trabajo por arriba del 80% (Velázquez et al., 2020; Bordón et al., 2021). Por ende, la esporopolenina para ser considerada un excelente agente encapsulante, tendría que mejorar su eficacia mediante la modificación química de su estructura, o bien, utilizarla en otros tipos de métodos de encapsulamiento, o en combinación con otros tipos de polímeros para incrementar su capacidad de encapsulamiento mediante una sinergia entre biomateriales.

**Tabla 1.**

Encapsulación de los aceites por el método al vacío.

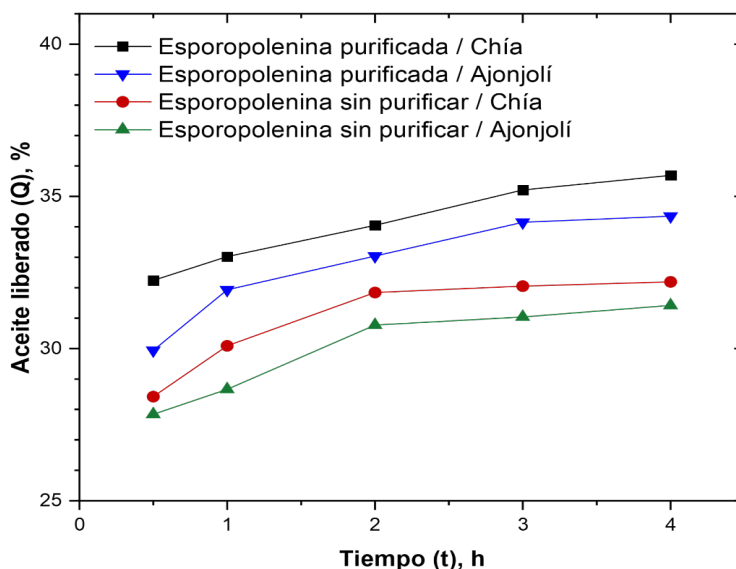
Aceite	Agente encapsulante	Aceite superficial (%)	Aceite total (g/g espora)	Eficiencia de encapsulamiento (%)
Chía	Esporopolenina purificada	54.5 ± 1.4 <sup>a</sup>	0.71 ± 0.1 <sup>a</sup>	42.3 ± 0.7 <sup>a</sup>
Chía	Esporopolenina sin purificar	69.0 ± 2.0 <sup>b</sup>	0.70 ± 0.2 <sup>b</sup>	29.7 ± 1.6 <sup>b</sup>
Ajonjolí	Esporopolenina purificada	62.7 ± 1.8 <sup>c</sup>	0.74 ± 0.7 <sup>c</sup>	29.1 ± 2.1 <sup>c</sup>
Ajonjolí	Esporopolenina sin purificar	72.2 ± 3.6 <sup>d</sup>	0.75 ± 0.4 <sup>d</sup>	25.5 ± 1.8 <sup>d</sup>

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

## Perfiles de liberación de los aceites encapsulados en la esporopolenina

**Figura 2.**

Perfiles de liberación de los aceites encapsulados en la esporopolenina.





En la figura 2 se muestran los perfiles de liberación de los aceites encapsulados en la esporopolenina sin purificar y purificada. Los perfiles presentan un comportamiento ascendente conforme se incrementa el tiempo, es decir, desde un punto de vista matemático se tiene una forma exponencial. Los sistemas conformados con la esporopolenina sin purificar liberan menor cantidad de aceite, ya sea de ajonjolí o de chía, al parecer la topología externa en combinación con la materia orgánica que se encuentra en la superficie y en el interior de este polímero retarda la tasa de liberación del aceite del interior al exterior de las esporas.

Para explicar los posibles mecanismos de liberación de los aceites en las esporas, se utilizaron dos modelos cinéticos de liberación, el modelo matemático de Higuchi y el modelo matemático de Ley de Potencia, ambos modelos se encuentran descritos en la tabla 2. De acuerdo al modelo de Korsmeyer-Peppas los valores de  $n$  indican los siguientes mecanismos de liberación: para  $n \leq 0.43$ , el mecanismo de liberación dominante es la difusión de Fick (transporte caso I);  $0.43 \leq n < 0.85$  indica la combinación simultánea de dos mecanismos, la difusión y el hinchamiento del biopolímero (transporte no Fickiano o anómalo), y cuando  $n \geq 0.85$  el mecanismo corresponde a una cinética de liberación de orden cero (transporte caso II) (Cortés et al., 2019).

En la tabla 2 se aprecia que el modelo matemático que mejor describe los perfiles de liberación es el modelo tipo ley de potencia, ya que los factores de correlación cuadráticos resultaron ser más grandes que los valores obtenidos mediante el modelo de Higuchi. Por ende, para el caso del modelo tipo ley de potencia, se puede observar que el valor del parámetro  $n$  oscila entre 0.04 y 0.06 aproximadamente. Estos valores son menores a 0.43, lo que significa que la liberación de los aceites se da mediante el mecanismo de transporte de materia por difusión tipo Fick de carácter difusivo efectivo aparente. Resultados similares fueron obtenidos en la encapsulación del ácido fólico y metformina empleando a la esporopolenina como agente encapsulante (Mohammed et al., 2021; Meligi et al., 2021).

**Tabla 2.**

Modelos matemáticos que describen los perfiles de liberación de los sistemas encapsulantes.

Modelo	Esporopolenina purificada /Aceite de Chía	Esporopolenina purificada / Aceite de Ajonjolí	Esporopolenina sin purificar / Aceite de Chía	Esporopolenina sin purificar/ Aceite de Ajonjolí
Ley de potencia $Q = K t^n$	$n=0.05 \pm 0.005^a$ $K=0.221 \pm 0.001^a$ $R^2=0.99$	$n=0.07 \pm 0.003^b$ $K=0.184 \pm 0.006^b$ $R^2=0.98$	$n=0.06 \pm 0.004^c$ $K=0.180 \pm 0.001^c$ $R^2=0.94$	$n=0.06 \pm 0.001^c$ $K=0.174 \pm 0.009^d$ $R^2=0.96$
Higuchi $Q = K t^{0.5}$	$n=0.50 \pm 0.020^a$ $K=4.6E-4 \pm 1E-6^a$ $R^2=0.98$	$n=0.50 \pm 0.010^a$ $K=5.6E-4 \pm 2E-6^b$ $R^2=0.94$	$n=0.50 \pm 0.050^a$ $K=4.8E-4 \pm 1E-6^c$ $R^2=0.87$	$n=0.50 \pm 0.080^a$ $K=4.9E-4 \pm 2E-6^c$ $R^2=0.93$

Q: Aceite liberado, %;  $t$ : Tiempo, h;  $K$ : Constante, adimensional;  $n$ : factor difusional, adimensional.  $R^2$ : Coeficiente de determinación.

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

Con base en estos resultados, se asumió que los dos aceites (chía y ajonjolí) se liberaron predominantemente por difusión efectiva aparente, vea la tabla 2. Por lo tanto, se aplicó la segunda ley de Fick para partículas esféricas asumiendo que: (1) los aceites se dispersan uniformemente por toda la matriz de la esporopolenina; (2) la tasa de liberación de los aceites está gobernada por el transporte de materia de estos aceites por los nanocanales de la matriz que constituye la esporopolenina; (3) no hubo contribución del transporte de materia por convección y (4) las dimensiones de las micropartículas permanecen constantes (diámetros de 20  $\mu\text{m}$ , aproximadamente).

Los valores de los coeficientes de difusión efectivo aparente se presentan en la tabla 3. Como se puede apreciar; éstos se encuentran en el orden de  $2 \times 10^{-14}$   $\text{m}^2/\text{s}$ , éstos resultan relativamente muy pequeños, lo que hace inferir que el tamaño de poro de la esporopolenina se encuentra en el orden de los nanómetros, por lo que la resistencia al transporte de materia es relativamente alta. Resultados similares han sido reportados para el encapsulamiento del aceite esencial de orégano, donde se empleó inulina, gelatina y sacarosa como agentes encapsulantes empleando el secado por aspersión como método de encapsulación (Beirão-da-Costa et al., 2012).

**Tabla 3.**

Coefficientes de difusión efectivo aparente de los sistemas encapsulados.

Sistema encapsulante	Coefficiente de difusión efectivo aparente $D_{ef}$ ( $\text{m}^2/\text{s}$ )
Esporopolenina purificada / Chía	$2.22\text{E-}14 \pm 1.1\text{E-}16^a$
Esporopolenina sin purificar / Chía	$2.27\text{E-}14 \pm 1.8\text{E-}16^b$
Esporopolenina purificada / Ajonjolí	$2.25\text{E-}14 \pm 1.5\text{E-}16^c$
Esporopolenina sin purificar / Ajonjolí	$2.29\text{E-}14 \pm 1.6\text{E-}16^d$

$D_{ef}$ : Coeficiente de difusión efectivo aparente,  $\text{m}^2/\text{s}$ .

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

## Conclusiones

El proceso de purificación es relevante en el tratamiento de la esporopolenina, ya que al eliminar la materia orgánica de su interior, favorece la eficiencia de encapsulamiento, y disminuye el porcentaje de aceite superficial, donde lo deseable es tener la menor cantidad posible. Los porcentajes de eficiencia de encapsulamiento presentaron valores por debajo del 50%, los cuales son significativamente menores a los reportados por otros tipos de agentes encapsulantes como gomas, almidones, maltodextrinas, mucílagos. La liberación de los aceites de la esporopolenina presentó perfiles de liberación que se ajustan adecuadamente a un modelo tipo ley de potencia, donde el mecanismo de transporte de materia se da por difusión. En términos generales, se puede concluir que esta especie de espóra tiene características y propiedades que la hacen atractiva como agente encapsulante en el proceso de encapsulación de aceites grasos poliinsaturados como lo es el aceite de chía y aceite de ajonjolí, y que sería atractivo utilizarlo en combinación con otro tipo de biopolímero y con otras técnicas de encapsulación como el secado por aspersión o la gelificación iónica.

## Fuente de financiamiento

Universidad Autónoma del Estado de México mediante el proyecto con clave 6160/2020/CIB.

## Referencias

- Alpizar, E., Varela, V., Cruz, J., Carrillo, H., Álvarez, J. y Pérez, 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>
- Barrier, S., Diego, A., Thomasson, M., Madden, L., Pointon, J., Wadhawan, J., Beckett, S., Atkin, S. y Mackenzie, G. (2011). Viability of plant spore exine capsules for microencapsulation. *Journal of Materials Chemistry*, 21, 975-981. <https://doi.org/10.1039/C0JM02246B>
- Barrier, S., Rigby, A., Diego, A., Thomasson, M., Mackenzie, G. y Atkin, S. (2010). Sporopollenin exines: a novel natural taste masking material. *LWT - Food Science and Technology*, 43, 73-76. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.07.001>
- Beirão da Costa, S., Duarte, C., Bourbon, A., Pinheiro, A., Serra, A., Martins M., Januário, M., Vicente, A., Delgadillo, I., Duarte, C. y Beirão da Costa, M. (2012). Effect of the matrix system in the delivery and in vitro bioactivity of microencapsulated oregano essential oil. *Journal of Food Engineering*, 110, 190-199. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.05.043>
- Bordón, M., Alasino, N., Villanueva, A., Carrera, C., Pedroche, J., Millán, M., Ribotta, P. y Martínez, M. (2021). Scale-up and optimization of the spray drying conditions for the development of functional microparticles based on chia oil. *Food and Bioprocess Technology*, 130, 48–67. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2021.08.006>
- Corliss, M., Boka, C., Gillissen, J., Potroz, M., Jung, H., Tan, E., Mundargi, R. y Cho, N. (2018). Preserving the inflated structure of lyophilized sporopollenin exine capsules with polyethylene glycol osmolyte. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 61, 255–264. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.12.023>
- Cortés, S., Acuña, P., Rodríguez, M., Román, A., Varela, V. y Pérez C. (2019). Effect of chia mucilage addition on oxidation and release kinetics of lemon essential oil microencapsulated using mesquite gum – Chia mucilage mixtures. *Food Research International*, 116, 1010-1019. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.09.040>
- Diego, A., Cousson, P., Reynaud, E., Huang, Y., Lorch, M., Binks, B., Queneau, Y., Boa, A., Atkin, S., Beckett, S. y Mackenzie, G. (2012). Sequestration of edible oil from emulsions using new single and double layered microcapsules from plant spores. *Journal of Materials Chemistry*, 22, 9767–9773. <https://doi.org/10.1039/C2JM00103A>
- Diego, A., Maillet, L., Banoub, J., Lorch, M., Rigby, A., Boa, A., Atkin, S. y Mackenzie, G. (2013). Protein free microcapsules obtained from plant spores as a model for drug delivery: ibuprofen encapsulation, release and taste masking. *Journal of Materials Chemistry B*, 1, 707–713. <https://doi.org/10.1039/C2TB00228K>
- Dyab, A., Mohamed, M., Meligi, N. y Mohamed, S. (2018). Encapsulation of erythromycin and bacitracin antibiotics into natural sporopollenin microcapsules: antibacterial, cytotoxicity, *in vitro* and *in vivo* release studies for enhanced bioavailability. *RSC Advances*, 8, 33432-33444. <https://doi.org/10.1039/C8RA05499A>
- Geranpour, M., Assadpour, E. y Jafari, S. (2020). Recent advances in the spray drying encapsulation of essential fatty acids and functional oils. *Trends in food science and technology*, 102, 71-90. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.05.028>

- Meligi, N., Dyab, A. y Paunov, V. (2021). Sustained in vitro and in vivo delivery of metformin from plant pollen-derived composite microcapsules. *Pharmaceutics*, 13, 1048. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics13071048>
- Mohammed, A., Dyab, A., Taha, F. y El-Mageed, Al. (2021). Encapsulation of folic acid (vitamin B9) into sporopollenin microcapsules: physico-chemical characterisation, in vitro controlled release and photoprotection study. *Materials Science and Engineering C*, 128, 112271. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2021.112271>
- Mundargi, R., Tan, E., Seo, J. y Cho N. (2016). Encapsulation and controlled release formulations of 5-fluorouracil from natural *Lycopodium clavatum* spores. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 89, 102-108. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.01.022>
- Qianyu, Y., Nicolas, G. y Cordelia S. (2018). Microencapsulation of active ingredients in functional foods: from research stage to commercial food products. *Trends and Food Science and Technology*, 78, 167-179. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.05.025>
- Thomasson, M., Diego, A., Barrier, S., Martin, J., Amedjou, E., Atkin, S., Queneau, Y., Boa, A. y Mackenzie, G. (2020). Sporopollenin exine capsules (SpECs) derived from *Lycopodium clavatum* provide practical antioxidant properties by retarding rancidification of an  $\omega$ -3 oil. *Industrial Crops and Products*, 154, 112714. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112714>
- Uddin, M., Liyanage, S., Abidi, N. y Gill H. (2018). Physical and biochemical characterization of chemically-treated pollen shells for potential use in oral delivery of therapeutics. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 107, 3047-3059. <https://doi.org/10.1016/j.xphs.2018.07.028>
- Us, U., Julio, L., Segura, M., Ixtaina, V. y Tomás, M. (2018). Development and characterization of spray-dried chia oil microcapsules using by-products from chia as wall material. *Powder Technology*, 334, 1-8. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.04.060>
- Velázquez, S., Alpizar, E., Cruz, J., Barrera, J., Rodríguez, M. y Pérez, 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), 349-362. <https://doi.org/10.24275/rmiq/Alim1642>
- Wen-ting, Y., Xue-ting, M., Shi-jia, L., Xue-de, W., Hua-min, L. y Rui, S. (2021). Comparison of key aroma-active compounds between roasted and cold-pressed sesame oils. *Food Research International*, 150, Part A, 110794. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110794>
- Zhilei, Z., Xijun, W. y Hailong, L., (2022). Vision transformer for quality identification of sesame oil with stereoscopic fluorescence spectrum image. *LWT – Food Science and Technology*, 158, 113173. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2022.113173>