



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DEL ESTADO DE MÉXICO  
FACULTAD DE QUÍMICA**



---

**“EFECTO DE LA ESTRUCTURA DE PERLAS DE  
HIDROGEL COMPUESTAS POR BIOPOLÍMEROS Y  
ACEITE DE AJONJOLÍ EN SU CAPACIDAD DE  
ADSORCIÓN DE HUMEDAD”**

**TESIS**

Que para obtener el título de:

**INGENIERO QUÍMICO**

Presenta:

**DANIELA HERNÁNDEZ CONCHA**

Director de tesis:

**DR. CÉSAR PÉREZ ALONSO**

Asesor adjunto:

**M. EN C. JOSÉ FRANCISCO BARRERA PICHARDO**

TOLUCA, MÉXICO, NOVIEMBRE 2024

## AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma del Estado de Mexico por financiar esta tesis mediante el proyecto con clave 7043/2024CIB, “Evaluación y efecto de microcápsulas de jugo de *Averrhoa carambola* (Fruto estrella) como colorante y saborizante natural en la producción de alimentos funcionales”.

## ÍNDICE

<b>NOMENCLATURA</b> .....	<b>7</b>
<b>RESUMEN</b> .....	<b>8</b>
<b>1 INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>9</b>
<b>2 ANTECEDENTES</b> .....	<b>11</b>
2.1 ACEITES ESENCIALES.....	11
2.2 AJONJOLÍ.....	11
2.2.1 ORIGEN Y ZONAS PRODUCTORAS .....	12
2.2.2 INFORMACIÓN NUTRICIONAL.....	13
2.2.3 VENTAJAS DE LA SEMILLA DE AJONJOLÍ .....	14
2.2.4 COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS PRESENTES EN EL AJONJOLÍ.	15
2.2.5 VENTAJAS DEL ACEITE DE AJONJOLÍ .....	15
2.3 MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN .....	16
2.3.1 MÉTODOS FÍSICOS.....	19
2.3.2 MÉTODOS QUÍMICOS .....	22
2.3.3 MÉTODOS FISICOQUÍMICOS .....	26
2.4 AGENTES ENCAPSULANTES / MATERIALES DE PARED .....	32
2.4.1 CARBOHIDRATOS .....	34
2.4.2 LÍPIDOS.....	35
2.4.3 PROTEÍNAS .....	35
2.4.4 CELULOSAS.....	36
2.4.5 GOMAS Y MUCÍLAGOS.....	37
2.5 ISOTERMAS DE SORCIÓN (ADSORCIÓN / DESORCIÓN).....	42
2.6 MODELOS MATEMÁTICOS APLICADOS AL FENÓMENO DE ADSORCIÓN .....	44
2.6.1 MODELOS TEÓRICOS .....	46
2.6.2 MODELOS SEMI EMPÍRICOS .....	47
2.6.3 MODELOS EMPÍRICOS .....	47
2.7 PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES .....	48
2.7.1 ENTALPÍA DIFERENCIAL .....	48
2.7.2 ENTROPÍA DIFERENCIAL .....	49
2.7.3 ENERGÍA LIBRE DE GIBBS.....	50

<b>3</b>	<b>JUSTIFICACIÓN</b> .....	<b>51</b>
<b>4</b>	<b>HIPÓTESIS</b> .....	<b>52</b>
<b>5</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>52</b>
5.1	OBJETIVO GENERAL .....	52
5.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	52
<b>6</b>	<b>METODOLOGÍA</b> .....	<b>53</b>
6.1	MATERIALES .....	53
6.2	MÉTODOS .....	53
6.2.1	EXTRACCIÓN DE ACEITE DE AJONJOLÍ Y MUCÍLAGO DE NOPAL ..	53
6.2.2	FORMULACIÓN DE DISPERSIONES .....	54
6.2.3	PRODUCCIÓN DE HIDROGELES EN FORMA DE ESFERAS .....	54
6.2.4	ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DE LOS HIDROGELES .....	55
6.2.5	AJUSTE DEL PROCESO DE ADSORCIÓN DE VAPOR DE AGUA EN LAS MICROCÁPSULAS A PARTIR DEL MODELO GAB .....	56
6.2.6	PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES (ENTALPÍA, ENTROPÍA Y ENERGÍA LIBRE DE GIBBS) .....	56
6.2.7	MORFOLOGÍA DE LOS HIDROGELES POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO .....	57
6.2.8	PROPIEDADES DE ADSORCIÓN .....	57
<b>7</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	<b>60</b>
7.1	ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DE LOS HIDROGELES .....	60
7.2	PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES .....	63
7.2.1	ENTALPÍA DIFERENCIAL .....	63
7.2.2	ENTROPÍA DIFERENCIAL .....	65
7.2.3	ENERGÍA LIBRE DE GIBBS .....	67
7.3	MORFOLOGÍA DE LOS HIDROGELES .....	68
7.4	PROPIEDADES DE ADSORCIÓN .....	70
7.4.1	ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA .....	70
7.4.2	RADIO DE PORO .....	71
<b>8</b>	<b>CONCLUSIONES</b> .....	<b>74</b>
<b>9</b>	<b>REFERENCIAS</b> .....	<b>76</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Nutrientes en la semilla de ajonjolí, (U.S. DEPARTMENT OF AGRICULTURE, 2019). .....	13
<b>Tabla 2.</b> Ecuaciones para isoterma de sorción. ....	45
<b>Tabla 3.</b> Formulación de los sistemas AS-MN. ....	54
<b>Tabla 4.</b> Actividad de agua de las soluciones de diferentes sales a las temperaturas de estudio. ....	55
<b>Tabla 5.</b> Parámetros calculados del modelo GAB para el sistema AS-MN 1:0. ....	62
<b>Tabla 6.</b> Parámetros calculados del modelo GAB para el sistema AS-MN 1:2. ....	62
<b>Tabla 7.</b> Área superficial específica para el sistema AS-MN 1:0. ....	70
<b>Tabla 8.</b> Área superficial específica para el sistema AS-MN 1:2. ....	71
<b>Tabla 9.</b> Radio de poro (nm) estimado del sistema AS-MN 1:0 a diferentes temperaturas y contenidos de humedad. ....	72
<b>Tabla 10.</b> Radio de poro (nm) estimado del sistema AS-MN 1:2 a diferentes temperaturas y contenidos de humedad. ....	73

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Semilla de ajonjolí, (Fideicomiso de Riesgo Compartido, 2017).....	12
<b>Figura 2.</b> Ejemplos de ácidos grasos saturados, monoinsaturados y poliinsaturados, Fuente: propia a partir de (Naranjo, 2020). .....	15
<b>Figura 3.</b> Tipos de microencapsulados. Fuente: (Reyna, et al., 2015). .....	18
<b>Figura 4.</b> Representación gráfica de las partes de un secador por aspersion. Fuente: (Ayala, 2019).....	21
<b>Figura 5.</b> Representación gráfica de la formación de cápsulas en el proceso de polimerización interfacial. Fuente: (Li, et al., 2009).....	23
<b>Figura 6.</b> Creación del complejo de inclusión entre la ciclodextrina y la molécula huésped. Fuente: (Astray, et al., 2009). La forma toroidal de las CDs les permite aceptar diversas moléculas en el interior de su cavidad (Crini, 2014).....	25
<b>Figura 7.</b> Ejemplos de CI que forma la CD (anfitrión) con el sustrato (molécula huésped). Fuente: (Pellicer, 2016). .....	26
<b>Figura 8.</b> Coacervación simple. Fuente: (Brignone, et al., 2020).....	27
<b>Figura 9.</b> Representación del proceso de coacervación compleja. Fuente: (Ayala, 2019)..	27
<b>Figura 10.</b> Representación gráfica del método de gelación iónica externa. Fuente: (Brignone, et al., 2020).....	29
<b>Figura 11.</b> Diagrama comparativo entre la gelación iónica externa (A) e interna (B). Fuente: (Ortiz-Romero, et al., 2021). .....	30
<b>Figura 12.</b> Estructura del alginato: (a) monómeros del alginato, (b) configuración de la cadena y (c) orden de los bloques. Fuente: (Hongu, et al., 2005). .....	39
<b>Figura 13.</b> Ejemplificación de la interacción entre un catión divalente y los monómeros G del alginato. Fuente: (Wang, et al., 2022). .....	39
<b>Figura 14.</b> Propuesta de la estructura parcial del mucílago de <i>Opuntia ficus-indica</i> . Fuente: (García Nauto, 2017). .....	41
<b>Figura 15.</b> Isotermas de adsorción y desorción e histéresis. Fuente: Elaboración propia a partir de (Choque-Quispe, et al., 2018). .....	42

<b>Figura 16.</b> Isotermas de adsorción experimentales y estimadas para el sistema AS-MN 1:0 @ 25, 35 y 45 °C. ....	61
<b>Figura 17.</b> Isotermas de adsorción experimentales y estimadas para el sistema AS-MN 1:2 @ 25, 35 y 45 °C. ....	61
<b>Figura 18.</b> Entalpía diferencial de sorción del sistema AS-MN 1:0.....	64
<b>Figura 19.</b> Entalpía diferencial de sorción del sistema AS-MN 1:2.....	65
<b>Figura 20.</b> Entropía diferencial de sorción del sistema AS-MN 1:0 .....	66
<b>Figura 21.</b> Entropía diferencial de sorción del sistema AS-MN 1:2 .....	66
<b>Figura 22.</b> Energía libre de Gibbs del sistema AS-MN 1:0.....	67
<b>Figura 23.</b> Energía libre de Gibbs del sistema AS-MN 1:2.....	68
<b>Figura 24.</b> Micrografía de hidrogel de Alginato de sodio puro .....	69
<b>Figura 25.</b> Micrografía de hidrogel de la mezcla AS-MN 1:2 .....	69

## NOMENCLATURA

- PUFAs:** Ácidos grasos poliinsaturados
- AS:** Alginato de sodio
- MN:** Mucílago de nopal
- AEs:** Aceites esenciales
- EE:** Eficiencia de encapsulación
- O/W:** Aceite-en-agua
- W/O:** Agua-en-aceite
- CI:** Complejo de inclusión
- CDs:** Ciclodextrinas
- pI:** Punto isoeléctrico
- CaCl<sub>2</sub>:** Cloruro de calcio
- µm:** Micrómetro
- GE:** Gelación externa
- GI:** Gelación interna
- PM:** Peso molecular
- MC:** Metilcelulosa
- kDa:** Kilodalton
- a<sub>w</sub>:** Actividad de agua
- RVP:** Presión relativa de vapor
- s.s.:** Sólido seco
- M<sub>0</sub>:** Humedad de la monocapa molecular (kg H<sub>2</sub>O/100 kg s.s.)
- M:** Contenido de humedad de equilibrio (kg agua/100 kg s.s.)
- a<sub>sp</sub>:** Superficie de adsorción (m<sup>2</sup>/g b.s.)
- nm:** Nanómetro
- r<sub>c</sub>:** Radio crítico
- r<sub>p</sub>:** Radio de poro o Tamaño de poro efectivo de sorción

## RESUMEN

El presente trabajo tuvo como finalidad analizar el efecto que tiene la estructura física de perlas de hidrogel obtenidas mediante la técnica de gelación iónica conformada con biopolímeros, alginato de sodio y mucílago de nopal, como agentes encapsulantes, y aceite de ajonjolí como material encapsulado, en la capacidad de adsorción de humedad.

Se obtuvieron dos sistemas de encapsulados, el primero empleó alginato de sodio (AS) como único agente encapsulante y el segundo una mezcla de alginato de sodio con mucílago de nopal (MN) para encapsular el aceite de sésamo. Se formularon dos dispersiones con los biopolímeros en una proporción 1:0 AS-MN (AS puro) y la segunda dispersión con una mezcla de AS-MN en una relación 1:2 en peso.

Las isothermas de adsorción fueron determinadas experimentalmente a 25, 35 y 45 °C, en un intervalo de actividad acuosa  $a_w$  comprendido entre 0.105 y 0.846, y los datos obtenidos se ajustaron satisfactoriamente al modelo de GAB, mediante un análisis de regresión no lineal, obteniendo un módulo de desviación relativa media menor al 5%. Posteriormente, se evaluaron las propiedades termodinámicas diferenciales (entalpía, entropía y energía libre de Gibbs), las propiedades de adsorción de los hidrogeles y los resultados se relacionaron con su morfología.

Se encontró que las isothermas de adsorción de vapor de agua son sigmoideas de tipo II. Por otra parte, las perlas de hidrogel con la mezcla biopolimérica presentó valores más altos de contenido de humedad en el equilibrio en comparación de los hidrogeles de alginato de sodio puro, lo cual se atribuyó a las propiedades estructurales de la mezcla, pues el mucílago de nopal posee más sitios polares, ocasionando una mayor captación de la humedad.

La entalpía diferencial dependía grandemente del contenido de humedad y se observó que la energía necesaria para la adsorción incrementó a bajos contenidos de humedad. Respecto a la entropía diferencial, se pudo afirmar que cuando la entropía disminuye y el contenido de humedad de equilibrio es bajo, el número de sitios activos es alto, por lo que se requiere menor energía para que las moléculas de agua se adsorban en la monocapa del hidrogel. Caso contrario, cuando se incrementa el contenido de humedad, se requiere de mayor energía para enlazar las moléculas de agua en las multicapas del sólido.

Los resultados evidenciaron que los hidrogeles producidos únicamente con AS presentan morfologías más esféricas, con texturas más suaves y con mayor porosidad en comparación con las perlas de hidrogel de la mezcla AS-MN. Estas características estructurales favorecieron para que estos sistemas encapsulantes tuvieran mayor estabilidad física, es decir, menor exposición a fenómenos deteriorativos como reacciones microbiológicas, cambios de color y morfológicos, ya que el contenido de humedad en la monocapa fue menor que los de la mezcla AS-MN, atribuidos a la mayor capacidad de adsorción de humedad que tiene el mucílago de nopal debido a sus propiedades hidrófilas.

# 1 INTRODUCCIÓN

En el tiempo actual, existe una demanda creciente de alimentos funcionales con compuestos bioactivos que están diseñados para mejorar las condiciones nutrimentales del ser humano y al mismo tiempo favorezcan su salud. Dentro de estos compuestos bioactivos, se encuentran los aceites grasos insaturados, como el aceite de ajonjolí, que contiene ácidos grasos poliinsaturados (PUFAs), los cuales ayudan a reducir el colesterol en la sangre y el riesgo de enfermedades cardiovasculares, otorga efectos antidiabéticos y previene la aterosclerosis (Kurt, 2018; Suarez, 2001).

Sin embargo, el manejo del aceite de ajonjolí durante su procesamiento resulta difícil debido a que es un material termolábil, también durante su conservación y almacenamiento se vuelve un reto, ya que es químicamente inestable en presencia de oxígeno, luz, humedad y calor, por lo que su estabilidad puede ser incrementada a través de una solución tecnológica que resuelva adecuadamente estos efectos.

Una de las alternativas más empleadas para almacenar y preservar compuestos bioactivos es la tecnología de encapsulación, entre las que se resalta el método de gelación iónica. Dicha técnica ha logrado el enmascaramiento de colores o sabores desagradables, así como la conservación e incorporación de componentes en los alimentos. Esto es posible ya que dicho proceso disminuye la degradación de aceites esenciales a través de materiales de pared, por ejemplo los hidrocoloides, quienes se encargan de proteger de los fenómenos deteriorativos al material encapsulado.

Actualmente, el alginato de sodio (AS) y el mucílago de nopal (MN) son hidrocoloides de gran interés ya que debido a sus propiedades cuentan con numerosas aplicaciones en distintos sectores industriales. Ambos se encuentran abundantemente en la naturaleza; el AS tiene la capacidad de formar geles, mientras que el MN se comporta como agente espesante, gelificante y emulsificante, por lo que la combinación de ambos hidrocoloides resulta en una excelente alternativa para considerarlos como agentes encapsulantes en el encapsulamiento de aceites, como es el caso del aceite de ajonjolí.

Por otra parte, la estabilidad física, química y microbiológica de los hidrogeles producidos por gelación iónica depende de la temperatura ambiente, el contenido de agua y la actividad del agua, los cuales impactan en la vida útil de estos sistemas alimentarios. Dichos factores se pueden relacionar para dar paso a isotermas de adsorción de vapor de agua, las cuales representan de manera gráfica, el contenido en humedad de un producto en equilibrio con el medio ambiente contra la actividad del agua del material, a una temperatura constante. El estudio de estas isotermas permite establecer las condiciones ideales para la manipulación y conservación de los alimentos. Además, proporcionan información sobre las individualidades estructurales de un alimento, como sus propiedades termodinámicas, el área

superficial específica, el radio del poro, la cristalinidad, etc. (Velázquez-Gutiérrez et al., 2021).

Por lo anterior, en este trabajo se establecerá a partir de un estudio de termodinámica de adsorción la estabilidad física de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado con AS y mezclas de AS-MN obtenidas mediante la tecnología de gelación iónica.

## 2 ANTECEDENTES

### 2.1 ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales (AEs) son productos naturales que se caracterizan principalmente por su compleja composición química, rica en terpenos, terpenoides y fenoles y su carácter fuertemente aromático. Generalmente, son líquidos e incoloros a temperatura ambiente, además de ser poco solubles en agua, pero altamente solubles en alcohol, solventes orgánicos y aceites fijos (Falleh, et al., 2020; Sánchez, 2006).

Estas mezclas que contienen compuestos volátiles se obtienen de plantas (sus flores, capullos, semillas, hojas, ramitas, corteza, hierbas, madera, frutos y raíces), pues provienen del metabolismo secundario de ellas, es decir, se producen al momento de activarse mecanismos de defensa como respuesta a factores ambientales y ecológicos (Usano-Alemaný et al., 2014; Rodríguez et al., 2012; Burt, 2004).

Los AEs son utilizados desde la antigüedad en diversas aplicaciones, pues existe evidencia de manuscritos chinos y egipcios, así como referencias bíblicas que están relacionadas con estos compuestos (González-García, 2022). Por ejemplo, en el pasado, el doctor suizo Paracelso empleó estas sustancias como medicamentos y las llamó la “quinta esencia”, la cual, según su definición, ésta era la fracción extraíble más sublime y posible técnicamente de obtener de una planta, constituyendo la droga requerida para el uso farmacéutico (Rodríguez et al., 2012).

Posteriormente, entre los siglos XVI y XVII la mayor parte de AEs que se disponen hoy en día se prepararon por primera vez en las farmacias de todo el mundo (Sánchez, 2006).

De acuerdo con Usano-Alemaný et al. (2014), más del 90 % de la producción de aceites esenciales es empleada como materia prima en la industria de la cosmética (perfumes y productos de belleza para el cabello y la piel), alimentaria (saborizantes y aromatizantes), farmacéutica (antimicrobianos principalmente) y herboristería (aromaterapia).

### 2.2 AJONJOLÍ

El Ajonjolí, cuyo nombre científico es *Sesamum indicum L.*, es una planta dicotiledónea, es decir, que contiene en sus semillas un par de cotiledones. Esta planta crece en forma vertical y llega a medir entre uno y dos metros, además, sus hojas tienen una venación ramificada y el lapso en el que desarrollan su raíz, tallos y hojas dura de tres a cuatro meses (Fernandes, 2018; Rodríguez, 2011).

El ajonjolí o sésamo es uno de los cultivos de semillas oleaginosas más antiguos que se conocen por el hombre. Manley et al. (1974) describieron que el aceite

extraído de la semilla de sésamo tiene un sabor suave y un alto contenido de grasas no saturadas (aproximadamente 85 %). El mayor interés de las oleaginosas es la obtención de aceites y grasas comestibles, aunque también se aprovechan sus vitaminas, proteínas y minerales, que son primordiales en la salud del ser humano (Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, 2017; Cruz, 2003).

### 2.2.1 ORIGEN Y ZONAS PRODUCTORAS

Se considera que el ajonjolí tiene su origen en África Central, específicamente en Etiopía, y se cultiva en mayor proporción en India, Japón y China, y en menor medida en Centroamérica y Sudamérica (Novales, 2003). Actualmente la mayor demanda de esta semilla radica en Japón, Estados Unidos así como en Europa (Revista de Comercio Exterior, 2023), ya que es empleada como condimento y en la obtención de aceite, debido a su sabor, olor y estabilidad (Vaca-Moran, et al., 2009).

De acuerdo con Tejada (2018), los mayores productores de ajonjolí en Latinoamérica son México y Venezuela, le siguen países de Centroamérica como Guatemala, Nicaragua y Honduras, y de Sudamérica como Bolivia, Paraguay y Colombia.

En cuanto a su producción en México, el ajonjolí se cultiva en 12 estados del país, siendo los principales productores Guerrero, Sinaloa y Michoacán. Datos proporcionados por la Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural (2022), reportaron que en el 2020, la producción nacional de ajonjolí superó las 51 mil toneladas.

Asimismo, México genera el 0.9 % de la producción mundial de ajonjolí y se ubica en el puesto 17 como productor mundial de esta semilla (Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, 2022).

Actualmente la principal demanda de la semilla de sésamo resulta de la industria alimentaria, siendo el 70 % de lo que se produce mundialmente destinado a la fabricación de aceites y harinas (Fideicomiso de Riesgo Compartido, 2017).



**Figura 1.** Semilla de ajonjolí, (Fideicomiso de Riesgo Compartido, 2017).

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

## 2.2.2 INFORMACIÓN NUTRICIONAL

El sésamo se caracteriza por su gran valor nutrimental y su aceite tiene mejores cualidades comparado con el de otras semillas, además, posee compuestos antioxidantes que previenen el deterioro de las células (Publicaciones Semana, 2021; Fideicomiso de Riesgo Compartido, 2017).

Por ejemplo, las semillas de ajonjolí tienen un alto valor energético dietético de 6355 kcal kg<sup>-1</sup> y son una fuente rica en aceite y proteínas (Najeeb, et al., 2011). Tunde-Akintunde & Akintunde (2004) indican que la composición química de la semilla contiene 44 % de aceite mientras que entre el 19 al 25 % son proteínas.

Por otro lado, Elleuch, et al. (2007) establecieron los siguientes valores: 44 – 58 % de aceite, 18 – 25 % de proteína, 13.5 % carbohidratos y alrededor del 5 % de “ceniza”, el cual es el residuo inorgánico que permanece después de que el agua y la materia orgánica se eliminan por calentamiento en presencia de agentes oxidantes, esto facilita una medida de la cantidad total de minerales que contiene un alimento (McClements, 2001).

Beshawa, et al., (2022) afirman que las semillas de sésamo también son una excelente fuente de minerales como fósforo, hierro, magnesio, calcio, manganeso, cobre y zinc. Finalmente, Najeeb, et al. (2011) establecieron que el ajonjolí contiene varios elementos nutricionales, incluyendo hierro, magnesio, manganeso, cobre y calcio e importantes vitaminas como la B1 (tiamina) y E (tocoferol).

A continuación se muestra en la Tabla 1 la cantidad de algunos componentes en la semilla de sésamo como minerales, vitaminas, lípidos, etc. por cada 100 g.

**Tabla 1.** Nutrientes en la semilla de ajonjolí, (U.S. DEPARTMENT OF AGRICULTURE, 2019).

Componente	Cantidad x 100g
Agua	4.69 g
Energía	2400 kJ
Proteína	17.7 g
Lípidos totales	49.7 g
Ceniza	4.45 g
Carbohidratos	23.4 g
Fibra dietética total	11.8 g
Azúcares	0.3 g
Calcio, Ca	975 mg
Hierro, Fe	14.6 mg
Magnesio, Mg	351 mg
Fósforo, P	629 mg
Potasio, K	468 mg
Sodio, Na	11 mg
Zinc, Zn	7.75 mg

Cobre, Cu	4.08 mg
Manganeso, Mn	2.46 mg
Selenio, Se	34.4 µg
Vitamina C, ácido ascórbico total	0 mg
Tiamina	0.791 mg
Niacina	4.52 mg
Vitamina B-6	0.79 mg
Total de ácidos grasos saturados	6.96 g
Total de ácidos grasos monoinsaturados	18.8 g
Total de ácidos grasos poliinsaturados	21.8 g
Colesterol	0 mg
Leucina	1.36 g
Lisina	0.569 g
Ácido glutámico	3.96 g

### 2.2.3 VENTAJAS DE LA SEMILLA DE AJONJOLÍ

Dentro de las ventajas que provee la semilla de ajonjolí se encuentra que contribuye a una buena nutrición, disminuye los niveles de colesterol y fortalece el sistema cardiovascular gracias a los ácidos grasos que posee, como el Omega 6 y Omega 3 (De Mera, 2017; Franco & Pineda, 2008). Otras de sus bondades, es que estas semillas se usan ampliamente para tratar infecciones de las vías respiratorias, diarrea y otras enfermedades intestinales y de la vejiga (Abbas, et al., 2022).

Kurt (2018) menciona que la ingesta de sésamo (50 g de polvo de semillas de sésamo al día durante cinco semanas) afectó positivamente las hormonas sexuales, el estado antioxidante y los lípidos en la sangre de mujeres después de su menopausia, además, afirma que el polvo de las semillas es útil en la amenorrea, dismenorrea, úlceras y hemorroides sangrantes.

Las semillas poseen un buen aporte de calcio, el cual predomina en su cáscara. Adicionalmente disponen de fósforo, hierro y magnesio, aunque en menor medida. Igualmente, se beneficia la función intestinal en el hombre debido a su alto contenido en fibra (González, 2020). Además, son ricas en metionina (C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>S), la cual es un aminoácido esencial que el cuerpo humano no puede producir, por lo que debe ser añadido en la dieta para ser aprovechado, puesto que su alto contenido en azufre resulta beneficioso para la piel, las uñas y el cabello (Secretaría de Agroindustria, 2015).

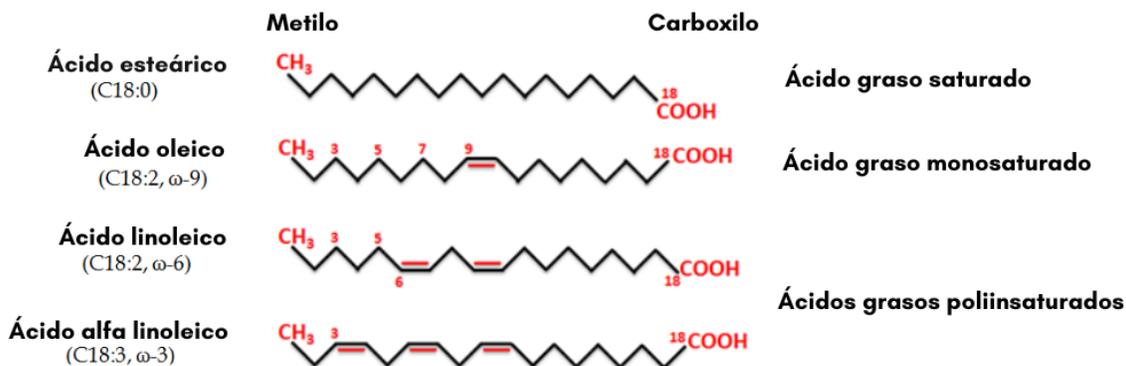
Finalmente, la forma de consumo para aprovechar los nutrientes de la semilla de sésamo es remojada o molida al momento de ingerirla (Alimentos Argentinos – MAGyP, 2015).

## 2.2.4 COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS PRESENTES EN EL AJONJOLÍ

Las semillas de sésamo están constituidas con ácidos grasos, que son cadenas hidrocarbonadas las cuales tienen un grupo metilo ( $\text{CH}_3$ ) y carboxilo ( $\text{COOH}$ ) en sus extremos, siendo este último grupo el responsable de caracterizar a los ácidos grasos como ácidos débiles (Chancasanampa & Mucha, 2019).

Estos ácidos se pueden clasificar de acuerdo con la longitud de su cadena de átomos de carbono (corta -6 átomos-, mediana -8 a 12-, larga -14 a 18- y 20 o más átomos) o bien, por el número de dobles enlaces que contienen en su cadena hidrocarbonada (sin doble enlace presente -ácidos grasos saturados-, un doble enlace -monoinsaturados-, y dos o más dobles enlaces, -ácidos grasos poliinsaturados-) (Serra, et al., 2020).

Por otro lado, los ácidos grasos más abundantes presentes en el aceite de ajonjolí incluyen: ácido oleico (43 %), ácido linoleico (35 %), ácido palmítico (11 %) y ácido esteárico (7 %), los cuales representan al 96 % del total de ácidos grasos (Najeeb, et al., 2011).



**Figura 2.** Ejemplos de ácidos grasos saturados, monoinsaturados y poliinsaturados. Fuente: propia a partir de (Naranjo, 2020).

## 2.2.5 VENTAJAS DEL ACEITE DE AJONJOLÍ

Debido al alto nivel de ácidos grasos monoinsaturados y poliinsaturados (PUFA) contenidos en el aceite de ajonjolí, la calidad de éste se mejora para el consumo humano. Además, estos ácidos grasos ayudan a reducir el colesterol y el riesgo de padecimientos que afectan al corazón o a los vasos sanguíneos, incluso ayudan a prevenir la aterosclerosis, la cual es una enfermedad causada por la acumulación de lípidos en el revestimiento interior de una arteria reduciendo en forma variable el flujo sanguíneo al miocardio (Kurt, 2018; Suarez, 2001).

Por otro lado, el aceite extraído del ajonjolí es más duradero, en comparación con otros aceites esenciales, frente al enranciamiento oxidativo, debido a la presencia de compuestos antioxidantes como los lignanos (Abbas, et al., 2022).

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Aunque el aceite de sésamo no solo se utiliza como aceite de cocina y potenciador del sabor, también se emplea como solvente y vehículo para fabricar productos como margarina, productos farmacéuticos, medicamentos, jabones y lubricantes (Jiang, et al., 2019).

Cabe destacar que, los antioxidantes de éste pueden reducir el riesgo de tener cáncer, se utilizan como suplementos dietéticos para curarlo, así como para tratar enfermedades del corazón (Heydari, et al., 2021; Najeeb, et al., 2011).

Otros beneficios que otorga el aceite de ajonjolí en la salud del ser humano son los siguientes: Efectos antidiabéticos, su consumo permite mejorar los niveles de glucosa en la sangre de los pacientes con diabetes debido a la presencia de sesamina en el aceite (Sigüencia & Saritama, 2022); actividad hepatoprotectora, el aceite esencial de sésamo ejerce efectos positivos para cuidar el hígado (Sigüencia & Saritama, 2022), ya que el sesamol contenido en la semilla es un regulador metabólico que reduce la actividad de las enzimas hepáticas (Hemalatha, et al., 2013).

A pesar de las diversas ventajas que provee el aceite de sésamo, es importante rescatar que, la oxidación de los lípidos (ácidos grasos poliinsaturados del aceite) ha sido identificada como el proceso responsable de deteriorar los alimentos ricos en grasas y alterar las propiedades de los mismos (Serra, et al., 2020).

La oxidación del aceite de sésamo no sólo disminuye su valor nutricional, sino que puede repercutir en la generación de productos tóxicos, así como malos olores y sabores (Velazquez-Gutiérrez, et al., 2021), conduciendo directamente a la baja aceptación de los alimentos por parte de los consumidores.

Además, se considera que la exposición de los ácidos grasos que contiene el aceite ante algunos factores como la luz, el oxígeno del aire, la humedad y el calor afectan la estabilidad química del mismo, por lo que ésta se puede mejorar mediante técnicas de encapsulación (Fuentes-Ortega, et al., 2017), con la finalidad de protegerlo contra los efectos adversos del medio ambiente y facilitar su manipulación, procesamiento y almacenamiento (Velazquez-Gutiérrez, et al., 2021).

### **2.3 MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN**

La encapsulación puede definirse como un proceso cuyo objetivo es atrapar un compuesto bioactivo dentro de un material portador, conocido como agente encapsulante, con el fin de desarrollar una barrera termodinámica y física eficaz contra las condiciones ambientales perjudiciales, como el vapor de agua, el oxígeno, la luz, las enzimas o el pH. Estas sustancias activas quedan retenidas en lo que pueden ser micropartículas o nanopartículas de biopolímeros, o una mezcla de ellos, para conservar sus características principales (Eghbal & Choudhary, 2018; Soukoulis & Bohn, 2017).

Este proceso es razonablemente nuevo, aunque su desarrollo ha permitido que las distintas técnicas de encapsulación sean aplicadas en varios campos industriales, entre ellos el farmacéutico, agroquímico, cosmético y alimenticio principalmente (Pino & Aragüez, 2021; Suganya & Anuradha, 2017).

Por ejemplo, de acuerdo con Ortiz-Romero, et al. (2021), diferentes ingredientes activos se encuentran en reducidas concentraciones en una amplia variedad de alimentos, como frutas, verduras, raíces, aceites, etc. Estos componentes tienen la capacidad de mejorar el metabolismo de las personas, lo que conlleva a estar más saludables (Gámez-Villazana, 2020), no obstante, en vista de su alta reactividad a condiciones ambientales, su administración directa en productos alimenticios es restringida. En este sentido, añadir los ingredientes bioactivos en forma encapsulada, ayuda a prolongar la vida útil de los productos (Anbinder, et al., 2011).

Otro campo de aplicación consiste en la encapsulación de aceites esenciales, ya que constituye una tecnología que está siendo empleada en la industria alimentaria para prevenir la volatilización de estos aceites, mejorar su estabilidad oxidativa y prolongar la durabilidad de estos compuestos biológicos (Mohammed, et al., 2020; González-Molina, et al., 2010).

Esto es posible, ya que el proceso es capaz de transformar productos en estado líquido a sólido, por ejemplo, convirtiendo los aceites en polvo, como puede ser a través de la técnica de secado por aspersión, donde el polvo puede ser incorporado a los productos alimenticios sin cambiar la calidad sensorial del mismo (Chew, et al., 2019; Suganya & Anuradha, 2017).

Es entonces que el proceso de encapsulación sirve para conservar un componente activo o núcleo por una pared matricial con el fin de protegerlo contra fenómenos fisicoquímicos, así como para prolongar su funcionalidad y sus características físicas, químicas y biológicas. Dicha pared aparta al compuesto bioactivo del entorno en que se encuentra hasta que es liberado, de forma controlada, como consecuencia a las condiciones del medio, por ejemplo, temperatura, presión, pH, etc. (Pino & Aragüez, 2021; Rodríguez, et al., 2016).

Por otro lado, los materiales encapsulados pueden ser tan variados como aceites poliinsaturados, probióticos, vitaminas, medicamentos, antioxidantes, acidulantes, agroquímicos, etc. (Suganya & Anuradha, 2017; Luna-Guevara, et al., 2016).

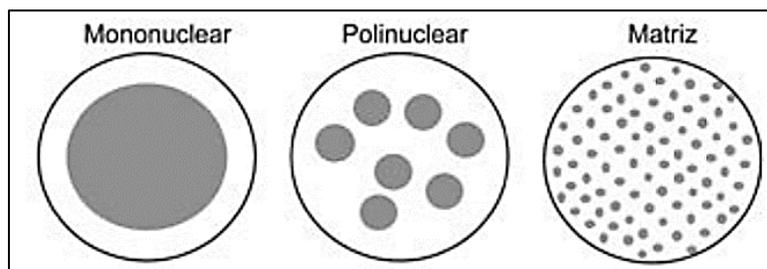
Asimismo, en su concepto más simple, la cápsula es una microesfera con una pared homogénea que la rodea, y se constituye, por una parte, de un núcleo o fase interna (Sifuentes-Pacaya, 2022), que es la sustancia que se encuentra al interior de la microcápsula; por otra parte, existe una cubierta, agente encapsulante, material de pared o membrana, que sella el componente dentro de la cápsula (Rios-Aguirre & Gil-Garzón, 2021).

Adicionalmente, el tamaño de partícula de las microcápsulas depende de los métodos de encapsulación empleados. En su mayor proporción, son esferas diminutas con diámetros que van de los micrómetros a milímetros (Choudhury, et al., 2021; Sandoval-Peraza, et al., 2016). Por ejemplo, de acuerdo con Lengyel, et al., (2019) el tamaño de las microcápsulas oscila entre 1 y 1000  $\mu\text{m}$ , mientras que el de las nanocápsulas va de 1 nm a 1  $\mu\text{m}$  (Yokoyama, 2018).

Por esta razón, debido a que existe una variedad de microcápsulas que difieren en tamaño, composición y función, sus características resultan en última instancia del objetivo final que va a cubrir el producto encapsulado (Parvathy & Jeyakumari, 2012).

Por ejemplo, Rios-Aguirre & Gil-Garzón (2021) establecieron que la cápsula adquiere distintas formas, dependiendo de aspectos como las características físicas y químicas de los materiales de pared, las variables de secado, etc.

En la Figura 3 se observan ejemplos de tipos de partículas de acuerdo con su morfología, las cuales pueden ser: a) mononucleares, con la membrana envolviendo al núcleo; b) polinucleares, poseen más de un núcleo al interior de la membrana, y c) tipo matriz, donde el núcleo se dispone de forma homogénea en la membrana (Reyna, et al., 2015).



**Figura 3.** Tipos de microencapsulados. Fuente: (Reyna, et al., 2015).

Respecto al material de pared o agente encapsulante, éste es seleccionado entre diferentes tipos de biopolímeros o polímeros sintéticos, con base en las propiedades que se desean obtener para la microcápsula (Pino & Aragüez, 2021). Por ejemplo, dentro de los polímeros naturales se emplean carbohidratos, gomas, proteínas, lípidos, mientras que polímeros sintéticos se pueden utilizar poliésteres alifáticos, poliortoésteres, polialquilcianoacrilatos, etc. (Torres, 2022; Valenzuela, et al., 2013).

Por otro lado, Veloso & Della Rocca (2015) argumentan que esta pared crea un entorno que puede interactuar con el exterior de forma controlada, por lo que el polímero más adecuado dependerá de sus composición química así como del ambiente en el que se libere.

En resumen, los propósitos del proceso de encapsulación se pueden enlistar en los siguientes puntos:

- I. Recubrir y proteger al componente bioactivo de la acción de agentes medioambientales como el oxígeno, temperatura, luz, humedad, pH, etc.
- II. Controlar la liberación de los elementos del núcleo, incrementando la solubilidad y biodisponibilidad de las sustancias encapsuladas.
- III. Enmascarar olores y sabores indeseables.
- IV. Facilitar el empaquetado, transportación y comercialización de AEs.
- V. Mejorar condiciones de manejo de los compuestos bioactivos.
- VI. Evitar la oxidación principalmente, y, en consecuencia, prolongar la vida útil de estos productos (Pino & Aragüez, 2021; Aksoylu & Günç, 2017).

Ahora bien, existen varios métodos para la encapsulación, algunos de ellos son:

- a) Métodos físicos: Secado por aspersión, extrusión, recubrimiento por aspersión, enfriamiento por aspersión, liofilización, co-cristalización.
- b) Métodos químicos: Polimerización interfacial, inclusión molecular
- c) Métodos fisicoquímicos: Gelación iónica, coacervación, atrapamiento en liposomas o micelas inversas (Alfaro, 2022; Reyna, et al., 2015; Casanova, et al., 2015).

### **2.3.1 MÉTODOS FÍSICOS**

Son procesos que se caracterizan por el uso de altas temperaturas, presiones o ambos, y en los que no se llevan a cabo reacciones químicas de las sustancias (Valdivia-Rivera, et al., 2021; Ayala, 2019). Las técnicas más representativas de este grupo son:

#### **2.3.1.1 SECADO POR ASPERSIÓN**

Se trata de un proceso de encapsulación muy comúnmente aprovechado en el campo alimenticio y sirve para producir polvos sueltos secos sin una trituración previa (Jaskulski, et al., 2018). Además, es económico y flexible, ya que usa equipo que está fácilmente disponible y permite obtener partículas de polvo de buena calidad. Sin embargo, las altas temperaturas de trabajo durante el proceso de secado, pueden inducir la degradación del calor y alterar los productos que son termosensibles (Alvarenga, et al., 2014).

El secado por aspersión es una operación unitaria donde una corriente de fluido a granel se convierte en partículas sólidas discretas, mediante la dispersión de la corriente, por un proceso conocido como atomización, en gotitas individuales. Éstas entran en contacto íntimo con un medio de secado gaseoso caliente, lo que provoca la evaporación veloz y casi completa de la humedad y, consecuentemente, el secado (O'Sullivan, et al., 2019; Fabela-Morón, 2017).

Esta operación unitaria convierte diversos líquidos (por ejemplo, aceites grasos esenciales, sabores, emulsiones, probióticos, vitaminas, antioxidantes, etc.) en sustancias en estado sólido con tamaño, estructura, permeabilidad, cristalinidad,

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

densidad y composición química adaptables (Assadpour & Jafari, 2019; Arpagaus, et al., 2018).

La técnica de secado por aspersión o atomización comenzó en 1872 cuando se realizó el secado por atomización líquida por primera vez. Fue hasta la década de 1920 que este equipo surgió a escala industrial. En aquellos años los secadores por pulverización se utilizaban principalmente en las industrias alimentaria y química, por ejemplo, para producir leche en polvo y detergentes (Çelik, et al., 2021). Pero, más adelante en la historia con el comienzo de los conflictos bélicos globales, por necesidades militares se produjeron alimentos, medicinas y granulados de plástico a gran escala mediante el uso de esta tecnología, debido a que eran livianos y fáciles de transportar por su bajo contenido en agua (Jaskulski, et al., 2018).

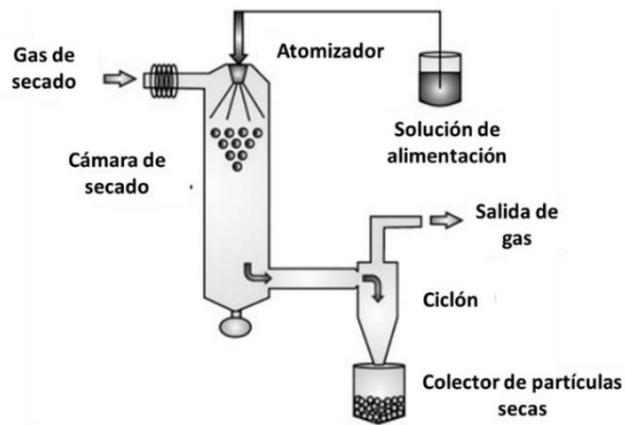
De acuerdo con Rueda & Balcazar (2022) hoy en día, esta tecnología se usa preferentemente para secar un intervalo muy amplio de materiales térmicamente sensibles, como alimentos (leche en polvo, café, especias, saborizantes, almidón, quesos), productos químicos (catalizadores, fertilizantes, pigmentos, jabón y detergentes en polvo) y productos farmacéuticos (antibióticos, vitaminas, enzimas fungicidas, entre otros).

A pesar de ser ampliamente utilizado, tiene algunas desventajas, como una eficiencia térmica relativamente baja de una instalación de secado por aspersión, la necesidad de instalar un complejo sistema de desempolvado a la salida del medio de secado, así como la falta de posibilidad de recuperación de calor del material secado (Jaskulski, et al., 2018).

El proceso de secado por atomización se ilustra en la figura 4. Las etapas de este proceso pueden variar de acuerdo con el autor y ellas implican: (a) atomización de la alimentación líquida, (b) conversión gota a partícula y (c) separación del producto del aire:

- a) El primer paso consiste en bombear una solución a un atomizador, que rompe la alimentación líquida en una pulverización de finas gotitas. Esto se realiza con la finalidad de aumentar la superficie de la emulsión inicial, optimizando así las transferencias de calor y masa, entre el gas de secado calentado y las partículas líquidas, provocando una rápida evaporación del agua y secando el fluido en cuestión de segundos.
- b) A continuación, las gotitas se expulsan a una cámara de gas de secado donde se produce la vaporización de la humedad, lo que da lugar a la formación de partículas secas. Para el secado del medio, el gas empleado durante el proceso suele ser nitrógeno u otro gas elegido, en función de la sensibilidad o inestabilidad de la alimentación en presencia de oxígeno. En general, existen dos tipos de condiciones de flujo de aire de alimentación-secado: a contraflujo o co-corriente.
- c) En el último paso las partículas secas se separan del aire de secado, donde las partículas se recuperan en un filtro ciclónico que se encuentra fuera del

secador con un depósito para su recolección (Mohammed, et al., 2020; Santos, et al., 2018).



**Figura 4.** Representación gráfica de las partes de un secador por aspersión. Fuente: (Ayala, 2019).

Por otra parte, a pesar de las altas temperaturas de entrada de dicho proceso, las cuales rondan entre los 220 a 250 °C, la temperatura del núcleo encapsulado está muy por debajo de este intervalo debido al secado rápido (Geranpour, et al., 2020). Además, como resultado de la rápida extensión del área de contacto de fase, la evaporación de la humedad es intensa, sin conducir a un aumento significativo en la temperatura del material seco. Por lo que esto evita el sobrecalentamiento del polvo y conserva su calidad gracias al breve tiempo de secado (Jaskulski, et al., 2018).

En cuanto al tiempo de procesamiento, tan solo es de unos segundos, lo cual resulta beneficioso pues protege los ingredientes sensibles al calor, como son los ácidos grasos. Finalmente, otra de las bondades de este proceso es su capacidad de reducir la cantidad de aceite en la superficie de las partículas (aceite no encapsulado) y posteriormente el incremento en la eficiencia de encapsulación (EE) (Geranpour, et al., 2020).

### 2.3.1.2 EXTRUSIÓN

Este proceso consiste en mezclar el ingrediente bioactivo en una solución hidrocoloide con el agente encapsulante y posteriormente hacerla pasar por una boquilla para su extrusión (Silva, et al., 2018). Luego, las gotitas formadas se recogen en una solución de baño que endurece el recubrimiento y encapsula el material del núcleo en el recubrimiento. Finalmente, el material duro resultante se rompe en trozos pequeños, se separa y se seca (Kłosowska, et al., 2023).

El principal objetivo del proceso de extrusión en esta aplicación es producir un gránulo firme, denso y cristalino, el cual proteja al núcleo de que se evapore u oxide por un amplio lapso, pero que sea capaz de liberar sencillamente al activo de forma controlada. De acuerdo con Harrington, et al., (2022), es un hecho que un gránulo

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

más denso es más estable y resguarda mejor al ingrediente bioactivo. Por el contrario, un extrudado menos denso, tiende a dejar ir al material encapsulado de forma prematura, reduciendo de forma considerable su ciclo de vida.

De acuerdo con Segura (2020), el alginato de calcio se usa a menudo como material de pared y esta técnica permite generar una cápsula menos permeable que la que se obtiene mediante el secado por aspersión.

Además, esta tecnología es versátil con una amplia gama de productos que no pueden ser producidos fácilmente por ningún otro proceso. Otros de los beneficios que ofrece esta técnica es que los aceites esenciales obtenidos son más estables y con menor contenido superficial (Bamidele & Emmambux, 2021; Pino & Aragüez, 2021).

Por otro lado, el proceso de extrusión implica altas temperaturas (que van del rango de los 80 a 150 °C) aplicadas por un corto tiempo (1 min), sin embargo, esto es uno de los inconvenientes de la tecnología, ya que la mayoría de los compuestos bioactivos son termolábiles, es decir, aquellos que se alteran fácilmente por la acción del calor (Bamidele & Emmambux, 2021).

Adicionalmente, es un proceso de mayor costo a comparación del secado por atomización y las partículas que produce son de mayor tamaño (200 a 2000  $\mu\text{m}$ ), por lo que su uso se ve limitado (Pino & Aragüez, 2021).

### **2.3.2 MÉTODOS QUÍMICOS**

Estos procesos involucran reacciones químicas de polimerización para obtener la cubierta de la microcápsula. Para esta clase de métodos, es necesario partir de un monómero que reaccione dentro de la interfase, que puede ser entre una fase acuosa y una oleosa, con el fin de sintetizar un polímero (Savale, 2016).

Además, a fin de que este tipo de métodos tengan lugar, se debe formar una emulsión -donde dos líquidos inmiscibles son mezclados y permanecen así gracias a un emulsionante (Zschimmer & Schwarz, 2022)-. La fase que se percibe en menor proporción (fase dispersa o discontinua), es dispersada en una en mayor proporción (fase dispersante o continua) (Guillén-Rico, 2010).

Existen dos tipos de emulsiones, la emulsión se conoce como aceite-en-agua (O/W) cuando la fase dispersa es la hidrófoba, mientras que se conoce como agua-en-aceite (W/O) cuando la fase dispersa es la hidrófila (Ayala, 2019).

Con el fin de realizar estas mezclas homogéneas, se emplean agitadores magnéticos o mecánicos para evitar la aglomeración no deseada y crear un movimiento giratorio de las partículas consiguiendo un recubrimiento uniforme; además de utilizar surfactantes o agentes espesantes, ya que estas sustancias sirven para estabilizar las gotas situándose entre las dos fases, evitando así que el sistema se vuelva inestable. Es decir, dichos emulsionantes pueden aumentar la

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

viscosidad de la fase continua, disminuir el tamaño de gota haciéndola más uniforme o reducir la tensión superficial, etc. (Zschimmer & Schwarz, 2022; Ayala, 2019).

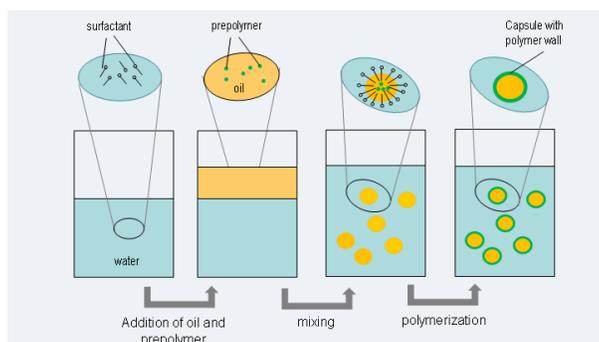
### 2.3.2.1 POLIMERIZACIÓN INTERFACIAL

La polimerización interfacial es un proceso por el que se hace polimerizar un monómero en la interfase de dos sustancias inmiscibles, es decir, esta técnica implica la formación de encapsulados a partir de una reacción química entre una fase dispersante (que puede ser agua, glicerol, alcohol etílico, cloroformo y ciclohexano) y una fase dispersa (grasas animales, aceites vegetales y aceites sintéticos) (Kłosowska, et al., 2023; Sachen, et al., 2006).

Primero, la fase dispersa se mezcla con el principio activo suspendido o disuelto y el monómero encapsulante, hasta obtener una emulsión O/W. Los monómeros se difunden entre la fase O/W, y la reacción da lugar a una membrana polimérica que es insoluble en aceite (Kłosowska, et al., 2023). Dicha técnica se ha empleado considerablemente en la elaboración de cápsulas de proteínas y enzimas (Brignone, et al., 2020).

Se pueden describir tres pasos principales en el proceso. Cabe mencionar que esta técnica puede utilizarse para formar microcápsulas a partir de una emulsión O/W como W/O (Li, et al., 2009). Por ejemplo, en la figura 5 se muestra una representación esquemática de los pasos necesarios para formar microcápsulas con núcleo de aceite (O/W):

- I. Formación de la microemulsión: se forma añadiendo gradualmente la fase oleosa (con un prepolímero, en color amarillo) a la fase acuosa (con tensioactivo, en color azul) y se mezcla.
- II. Luego, ocurre la formación de la pared de la microcápsula (color verde) mediante polimerización interfacial.
- III. Como un tercer paso, para separar las microcápsulas, esto se puede llevar a cabo por centrifugación, lavar las cápsulas con agua desionizada las veces que sean necesarias y secarse para obtener el producto final (Ji, et al., 2021; Li, et al., 2009)



**Figura 5.** Representación gráfica de la formación de cápsulas en el proceso de polimerización interfacial. Fuente: (Li, et al., 2009).

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Algunas de las razones por las que se emplea esta técnica es la generación de microcápsulas con una alta concentración del ingrediente activo de interés, la versatilidad para encapsular núcleos de agua y de aceite (Nogueira, 2010), accesible escalabilidad del proceso, los monómeros empleados se encuentran disponibles comercialmente y son económicos, además de que los polímeros forman paredes encapsulantes firmes (Ayala, 2019).

Otra ventaja muy provechosa de este método es que únicamente entre el 5 al 15 % de la masa total de la cápsula corresponde a la pared formada, es decir, que el porcentaje del núcleo es mayor (Munevar, 2017).

Algunos monómeros solubles en agua que se utilizan en la polimerización interfacial son los siguientes: la piperazina (dietilendiamina), la m-PDA (m-fenilendiamina) (Akin & Temelli, 2011), y la m-fenilendiamina (1,3-diaminobenceno) (Song, et al., 2017). Por otra parte, en cuanto a los monómeros miscibles en la fase orgánica, habitualmente es utilizado el ácido benceno-1,3,5-tricarboxílico cloruro (Akin & Temelli, 2011), así como otros cloruros de acilo o isocianatos (Díez, 2014). Gracias a estos compuestos se consiguen coberturas de poliéster, poliamidas (nylon), poliuretanos, poliureas, polisulfonamidas, policarbonatos y polisulfonatos (Brignone, et al., 2020).

### **2.3.2.2 INCLUSIÓN MOLECULAR**

Este método se produce por la interacción de dos compuestos, donde una molécula de tamaño reducido se asocia en la cavidad de otra de mayor tamaño a través de enlaces de hidrógeno o fuerzas de Van der Waals; esta segunda molécula se emplea como agente encapsulante, que puede ser la ciclodextrina, constituyendo un “complejo de inclusión” (CI) (Bratovcic & Suljagic, 2019; Parra, 2011).

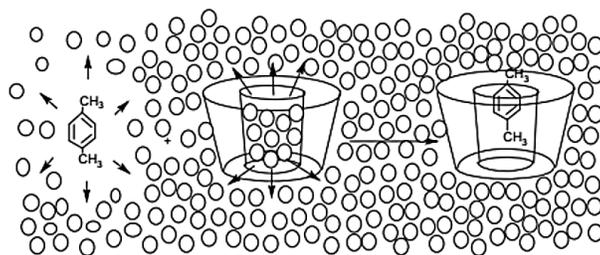
Este proceso se aplica en la encapsulación de colores para productos cárnicos y microorganismos (El-Kader & Hashish, 2020), así como para encapsular compuestos orgánicos volátiles (AEs y vitaminas), enmascarar olores, sabores y conservar aromas (Bratovcic & Suljagic, 2019).

Las ciclodextrinas (CDs) son moléculas de monosacáridos cíclicos de seis, siete u ocho miembros de glucosa, producidas a partir del almidón. Tienen cavidades huecas de aproximadamente 5 a 8 Angstroms que pueden contener alrededor de 6 a 17 moléculas de agua. Estos compuestos son populares para la encapsulación debido a su capacidad para alojar y estabilizar moléculas en su cavidad (Steiner, et al., 2018), de hecho, las CDs de 7 miembros ( $\beta$ -ciclodextrina) son las más comunes, accesibles y económicas para emplearse en la inclusión molecular (Domínguez, et al., 2018).

Otra de las razones por las que se emplea la  $\beta$ -ciclodextrina se debe a que, por un lado posee una superficie externa de carácter hidrofílico y por otra parte un hueco

hidrofóbico interno capaz de contener por completo o gran parte de distintos compuestos aromáticos (Sánchez, 2021).

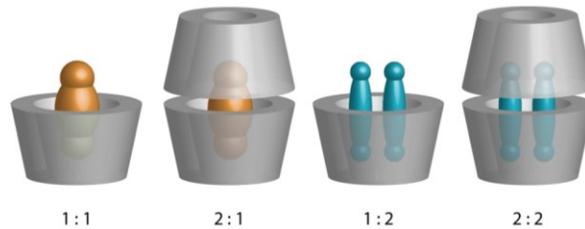
Ahora bien, en solución acuosa, las CDs pueden interactuar con compuestos hidrofóbicos después de que estos reemplacen a las moléculas de agua que ocupan la cavidad ligeramente polar de la CD, por lo que la combinación resultante se conoce como complejo de inclusión (CI) (Wang, et al., 2014). Algunos de los factores principales a tomar en cuenta para formar el CI son: el tipo de CD (ya que difieren en el tamaño de la cavidad), el nivel de hidrofobicidad de la molécula huésped y el tipo de molécula huésped (Da Rocha Neto, et al., 2018).



**Figura 6.** Creación del complejo de inclusión entre la ciclodextrina y la molécula huésped. Fuente: (Astray, et al., 2009). La forma toroidal de las CDs les permite aceptar diversas moléculas en el interior de su cavidad (Crini, 2014).

La notable capacidad de encapsulación de las CDs da como resultado un tipo de relación huésped-anfitrión, que permite modificar y/o mejorar las propiedades fisicoquímicas y biológicas de la molécula huésped, lo que ha dado lugar a aplicaciones en la agricultura y el medio ambiente (Ferino-Pérez, et al., 2019).

Por ejemplo, la encapsulación de moléculas en el interior de las ciclodextrinas tiene varias ventajas dentro de las que se encuentran su uso en pesticidas, productos farmacéuticos (sirviendo como mecanismos de transporte de compuestos bioactivos), procesamiento de alimentos (para preservar compuestos lipofílicos susceptibles a la luz, oxígeno o temperatura, o estabilizando aromas, vitaminas y aceites esenciales), etc. (Saha, et al., 2016; Pellicer, 2016). Otra ventana de aplicación para esta técnica consiste en nanopartículas basadas en CDs para la remediación medioambiental. Recientemente se ha empleado el lavado de suelos con soluciones acuosas a base de CDs para solubilizar contaminantes. Estas moléculas se utilizan como aditivos que mejoren la eficacia y reduzcan el periodo de tratamiento en comparación con la aplicación de agua sola o tensioactivos convencionales (Crini, 2014).



**Figura 7.** Ejemplos de CI que forma la CD (anfritrón) con el sustrato (molécula huésped). Fuente: (Pellicer, 2016).

### 2.3.3 MÉTODOS FISICOQUÍMICOS

En este tipo de métodos no ocurre una degradación de los ingredientes activos a encapsular, ya que estas técnicas no involucran reacciones químicas en el proceso de formación de la corteza, sino que ésta se forma a través de los cambios en las características físicas y químicas de la solución, como temperatura, solubilidad, densidad, entre otras, que ocasionan la sedimentación del compuesto diluido en el medio acuoso o en la fase discontinua (Ayala, 2019).

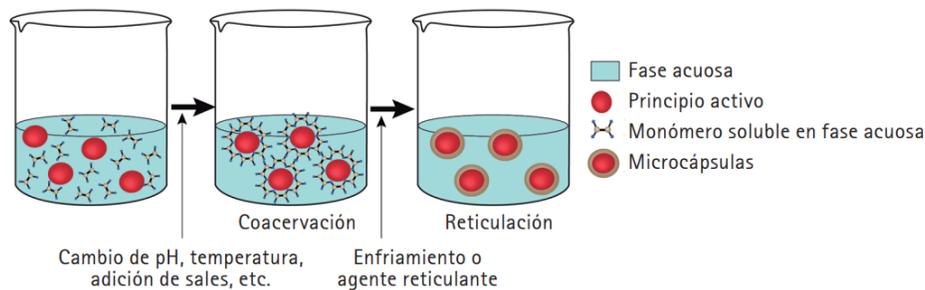
#### 2.3.3.1 COACERVACIÓN

La coacervación es un fenómeno coloidal donde ocurre una separación de fases estimulada por la modificación de las características del medio, ya sea cambiando el pH, fuerza iónica, temperatura, solubilidad, o añadiendo una solución salina iónica, etcétera, bajo condiciones controladas (Timilsena, et al., 2019).

El mecanismo consiste en que, si se parte de una solución de un coloide en un disolvente apropiado, diversos cambios en el medio pueden suscitar la reducción de la solubilidad del coloide. Como resultado, una gran parte del coloide puede separarse en una nueva fase. Por lo tanto, el sistema monofásico original se convierte en dos fases (Moulik, et al., 2022). Una es rica y la otra pobre en concentración de coloide. La fase rica en coloides en estado disperso aparece como gotitas de líquido amorfo denominadas “coacervados”. Al reposar, éstas pueden depositarse alrededor del principio activo para formar la pared de las cápsulas resultantes (Agnihotri, et al., 2012).

Ahora bien, el proceso de coacervación se ha clasificado en simple y complejo (Ocak, et al., 2011). Al realizar la distinción entre ambos mecanismos, Ayala (2019) afirma que, la formación de microcápsulas para los dos procesos son similares, excepto por la forma en que se llevan a cabo las distintas separaciones de fases.

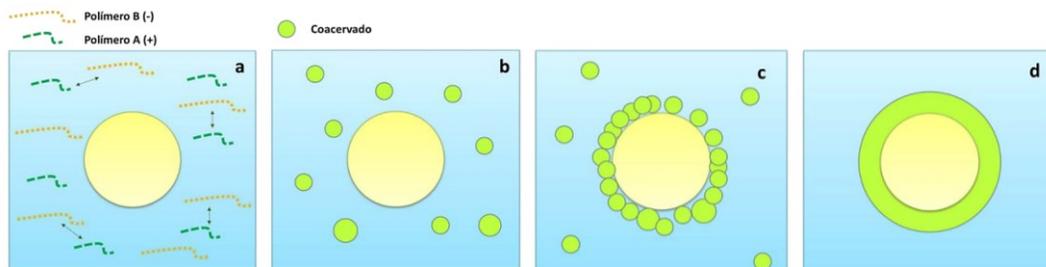
En la coacervación simple, un solo polímero se hace sedimentar por la acción de electrolitos (sulfato de sodio), o es disuelto por la adición de un disolvente no miscible en agua (etanol), variando la temperatura, o bien, por la adición de un agente de solvatación, para que ocurra la separación de fases (Ocak, et al., 2011; Timilsena, et al., 2019).



**Figura 8.** Coacervación simple. Fuente: (Brignone, et al., 2020).

Por otro lado, el proceso de coacervación compleja es un sistema trifásico en el que intervienen el disolvente, el material activo (núcleo) y el material de pared (Timilsena, et al., 2019). La separación se consigue mediante fuerzas de atracción de dos polímeros de carga opuesta -usualmente proteínas y polisacáridos (Xiao, et al., 2014)-, en solución o en forma coloidal (Ocak, et al., 2011). Se puede considerar que este proceso consta de los siguientes pasos:

- Creación de una solución acuosa con dos polímeros diferentes (normalmente una proteína y un polisacárido), por encima de la temperatura gelificación y a un pH superior al punto isoeléctrico (pI) de la proteína.
- Emulsificación del material hidrófobo (aceite) en la solución acuosa anterior. Luego, los dos polímeros estabilizan la emulsión.
- Separación en dos fases líquidas (una fase rica en polímeros insolubles y una fase acuosa pobre en ambos polímeros) por las interacciones electrostáticas entre polímeros de carga opuesta.
- Gelificación de las paredes gracias a la deposición de la fase rica en polímeros alrededor de las gotas del material hidrófobo, inducida por enfriamiento controlado.
- Endurecimiento de las paredes de la microcápsula con un agente reticulante. Luego, las cápsulas se secan para obtener una muestra en polvo (Xiao, et al., 2014; Barbosa-Cánovas, et al., 2006).



**Figura 9.** Representación del proceso de coacervación compleja. Fuente: (Ayala, 2019).

La coacervación puede clasificarse a su vez de acuerdo con la clase de solvente, es decir, en separación de fases acuosa y no acuosa, dependiendo de si se utiliza agua como disolvente. Sin embargo, la separación acuosa es la más común porque

los elementos que componen el sabor (como material del núcleo) son hidrófobos por naturaleza (Brignone, et al., 2020; Barbosa-Cánovas, et al., 2006).

Las principales bondades de este proceso de encapsulamiento son la formulación de cápsulas del tamaño de hasta 4  $\mu\text{m}$  y que puede contener hasta el 90 % del material a encapsular, logrando conservar idealmente las características del elemento objetivo (Mendoza, 2018). Asimismo, esta técnica es superior a otras formas de encapsulamiento, debido a la controlada liberación de los materiales activos, su baja temperatura y reducidas pérdidas por evaporación o degradación térmica (Taneja & Singh, 2012). Además, cuenta con condiciones de preparación sencillas como el uso de un solvente atóxico y la baja agitación durante la operación (Ozkan, et al., 2019).

Por el contrario, esta tecnología presenta algunas limitaciones. Para secar coacervados complejos frecuentemente se utiliza el secado por atomización (Stabrauskiene, et al., 2024). Y, aunque el secado puede producir polvo coacervado con buenas propiedades fisicoquímicas, los parámetros de secado como una temperatura alta, la fuerza mecánica y la presión, pueden romper estos coacervados, ocasionando que la protección del compuesto bioactivo en el polvo sea ineficaz. En este sentido, existen los agentes reticulantes y protectores que mejoran las propiedades térmicas y mecánicas de los coacervados complejos durante el secado y el almacenamiento (Muhoza, et al., 2023).

Otra desventaja del proceso, es que los coacervados complejos de proteínas y polisacáridos que se forman son estables en un intervalo muy estrecho de pH, fuerza iónica y temperatura. Por ello, alcanzar el punto final correcto y estabilizar el coacervado formado antes de la reticulación requiere una supervisión cuidadosa del proceso (Eratte, et al., 2018).

### **2.3.3.2 GELACIÓN IÓNICA**

El método de gelación iónica demostró ser eficaz para la encapsulación del aceite de ajonjolí en matrices biopoliméricas (Velázquez-Gutiérrez, et al., 2021).

La gelación iónica es otro método de encapsulación ampliamente utilizado, pues se aprovecha en la producción de ingredientes alimentarios con aceites ricos en ácidos grasos poliinsaturados (Cerqueira, et al., 2019), debido a que, a través de este proceso, es posible estabilizar aceites químicamente inestables, así como controlar las reacciones oxidativas que puedan sufrir algunos compuestos bioactivos (Velázquez-Gutiérrez, et al., 2020). Por lo que, en el presente trabajo de tesis, se empleará la técnica de gelación para obtener perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado en matrices biopoliméricas, de acuerdo con la metodología descrita por Velázquez-Gutiérrez et al. (2021).

Dicho método de encapsulación comprende la formación de partículas por interacción iónica entre un biopolímero, como el alginato de sodio, y una solución

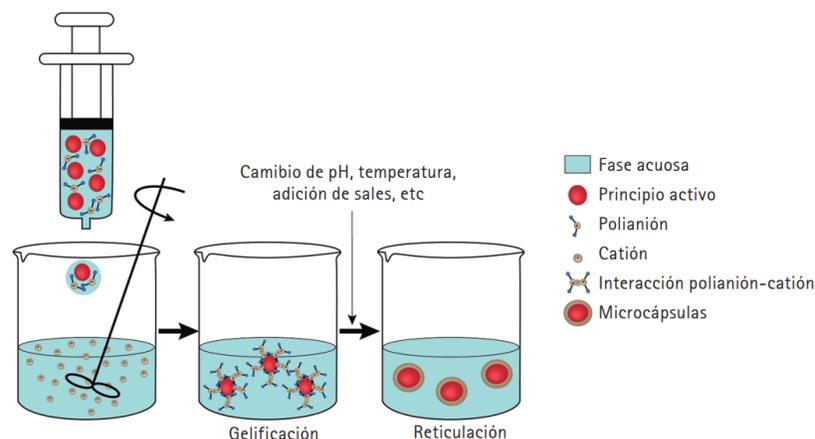
electrolítica, como la solución de cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ) (Cerqueira, et al., 2019), dando como resultado la formación de una perla de hidrogel con el bioactivo atrapado dentro (Velazquez-Gutiérrez, et al., 2021).

Agregando a lo anterior, es un método que se puede realizar mediante atomización, extrusión o procesos de pulverización electrostática (De Moura, et al., 2019).

Existen algunos factores que contribuyen a la obtención de las perlas y su esfericidad a través de esta técnica de encapsulación. El primero es la viscosidad de la solución de goteo; a menor viscosidad, la tensión superficial aumenta, lo que ayuda a que el producto resultante sea esférico. El segundo es la altura de goteo, la cual se relaciona directamente con el tiempo que transcurre al caer la gota para lograr una correcta encapsulación (Ortega-Pelaez, 2020; Contreras & Torres, 2022).

En cuanto al tamaño de las esferas obtenidas, dicha técnica permite obtener una amplia gama de tamaños con relativa facilidad. De acuerdo con Valdivia-Rivera, et al., (2021), el valor medio del tamaño de las partículas oscila en los  $500\ \mu\text{m}$ . Aunque conforme a Castañón-Rodríguez, et al., (2020) y Martín, et al., (2009), en general, el tamaño obtenido se encuentra entre  $400\ \mu\text{m}$  y  $1\ \text{mm}$ .

La gelificación iónica puede clasificarse de dos formas: gelación externa (GE) y gelación interna (GI). La primera es la más sencilla y habitualmente usada, radica en realizar una mezcla del material que se va a encapsular y un biopolímero cargado (por ejemplo, una solución de alginato), el cual se empleará como material de pared. Esta mezcla se gotea en una solución salina aniónica (por ejemplo, solución de  $\text{CaCl}_2$ ) mediante la aguja de una jeringa o por extrusión. Cuando las gotas caen en el baño de iones de calcio, se obtiene una cápsula de gel de alginato cálcico que es insoluble en agua, pero permeable (Castromonte, et al., 2020; Yun, et al., 2020).



**Figura 10.** Representación gráfica del método de gelación iónica externa. Fuente: (Brignone, et al., 2020).

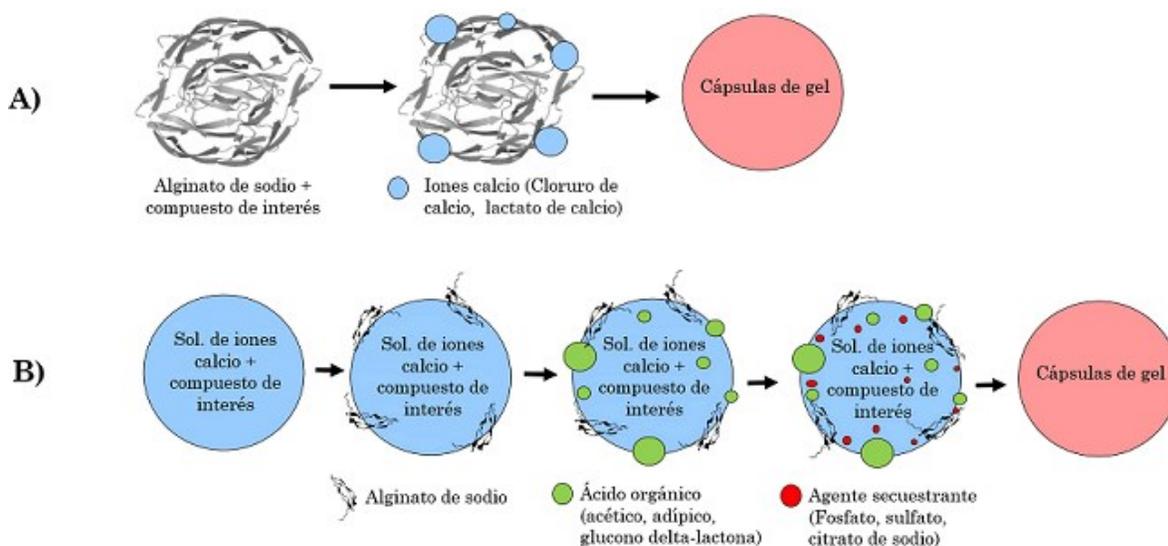
Por otro lado, el mecanismo de GI, implica la mezcla del núcleo, un biopolímero cargado y una solución salina aniónica, como el  $\text{CaCl}_2$  (Yun, et al., 2020). Para formar las perlas de hidrogel, los cationes se liberan del interior de la fase de

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

alginato. Es decir, la sustancia bioactiva se mezcla con la solución de calcio y se deja caer en una solución de alginato; luego, el calcio se libera por acidificación del medio a través de un ácido orgánico, como el etanoico o hexanodioico. Además, se suele añadir un agente quelante, el cual se une con el calcio libre retrasando el proceso de gelación (Rajmohan & Bellmer, 2019; Lupo, et al., 2012).

Un agente quelante (también llamado agente secuestrante) se refiere a aquel compuesto químico que tiene la propiedad de asociarse a los iones de los metales, formando complejos estables, solubles e inocuos (Grupo Pochteca, 2014). El proceso de quelación tiene como propósito evitar reacciones oxidativas, la precipitación de los metales en las soluciones acuosas, u otros efectos indeseados en los procesos de producción, y, éste ocurre al unirse el agente secuestrante con los metales, creando así un quelato (Hydro Environment, 2023).

Respecto a las microestructuras de los productos obtenidos, éstas pueden ser compactas, rugosas o craqueladas, dependiendo de las concentraciones de biopolímero y sal aniónica así como de las condiciones de secado posteriores (Yun, et al., 2020).



**Figura 11.** Diagrama comparativo entre la gelación iónica externa (A) e interna (B). Fuente: (Ortiz-Romero, et al., 2021).

Cabe mencionar que el tamaño y la morfología de las nanopartículas deseadas pueden modularse mediante el control adecuado de los parámetros críticos de procesamiento como el pH, la concentración y proporciones molares de las soluciones, así como su temperatura (Ali, et al., 2018; Anandhakumar, et al., 2017).

En cuanto al tamaño de partícula obtenido por esta técnica, puede ser mayor a 2000  $\mu\text{m}$  cuando se realiza por GE, además esta ruta permite una gran eficiencia al momento de encapsular AEs. En contraste, la GI permite producir partículas de aproximadamente 50  $\mu\text{m}$  (Martín, et al., 2009) y es más comúnmente utilizada para encapsular microorganismos, ya que se consiguen partículas no rugosas y de

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

dimensión uniformes, logrando que sea más improbable que se originen conglomerados y no existan fisuras o huecos (Ortiz-Romero, et al., 2021; Ji, et al., 2019).

Por otro lado, las eficiencias de encapsulación de los productos obtenidos mediante los métodos de GE y GI son similares (Yun, et al., 2020). Las perlas de hidrogel pueden alcanzar altas eficiencias de hasta 98 %, dependiendo de las concentraciones del alginato sódico, cloruro cálcico y del ingrediente bioactivo que se encapsula (Tzatsi & Goula, 2021).

Por ejemplo, de acuerdo con el estudio de Rajmohan & Bellmer (2019), las perlas de proteína de espirulina con alginato de sodio por GE tenían una eficacia en torno al 78 %, mientras que las perlas de GI tenían una eficacia alrededor del 23 %. Otro estudio que demostró una eficiencia del 95.62 % fue la encapsulación de aceite de hígado de bacalao (una fuente esencial de ácidos grasos  $\omega$ -3) (Elsebaie, et al., 2022). Finalmente, la encapsulación de aceite de linaza (fuente de PUFAs) mediante gelación iónica a través de la tecnología de extrusión por boquilla vibratoria, utilizando pectina como material de cubierta, fue del 98 % (Menin, et al., 2018).

Por lo que se refiere a los beneficios de la gelación iónica, una de las ventajas más predominantes es que se lleva a cabo en condiciones extremadamente suaves, ya que no utiliza altas temperaturas, agitación vigorosa o disolventes orgánicos, por lo que se puede destinar para la encapsulación de moléculas que se degradarían fácilmente en tales condiciones (Brignone, et al., 2020; De Moura, et al., 2019). Además, se obtienen partículas sintetizadas altamente estables, y el proceso es sencillo y rentable (Anandhakumar, et al., 2017).

Muchas investigaciones en gelación iónica tienen como objetivo el desarrollo de nuevos sistemas de administración de fármacos (Martinis, et al., 2018). Por ejemplo, hidrogeles de alginato se aplican en tratamientos de cicatrización de heridas mediante la construcción de apósitos. Se ha demostrado que la biodisponibilidad de los fármacos encapsulados en hidrogeles de alginato es mayor que la del fármaco libre aplicado directamente en el lugar de la lesión, aumentando así la eficacia de la cicatrización (Hariyadi & Islam, 2020).

Esta técnica también se ha adoptado para prevenir la anemia, ya que a partir de encapsular el hierro, los beneficios que ofrece al ser humano son mejorar su biodisponibilidad, reducir alteraciones organolépticas de productos fortificados y disminuir las enfermedades gastrointestinales que provoca el uso de suplementos (Ortiz-Romero, et al., 2021).

Otra ventaja de este método es que tiene importancia en el campo de la industria alimenticia tal como el encubrimiento de sabores y colores indeseados, así como la preservación y añadidura de ingredientes (Ortiz-Romero, et al., 2021).

Finalmente, la gelación iónica permite una mayor carga de aceite en comparación con el secado por aspersión, donde la carga habitual de este último método es tan solo del 10 al 30 % con respecto a los sólidos totales (Cerqueira, et al., 2019).

Sin embargo, el método tiene la desventaja de ser difícil de escalar y se obtienen cápsulas porosas que pueden permitir que el material activo escape de su interior (Valdivia-Rivera, et al., 2021). Para que este método sea más eficaz, se puede aplicar a la mezcla de alginato sódico, almidón o glicerol y cambiar las propiedades de la cápsula, lo que puede resultar en una disminución de la porosidad (Schoebitz, et al., 2013).

Además, es necesario aplicar métodos combinados (es decir, sistema de emulsión, material de recubrimiento) para bioactivos hidrofílicos, ya que este proceso tiene aplicabilidad directa para bioactivos hidrofóbicos o de baja solubilidad (De Moura, et al., 2019b), además de que las partículas obtenidas por esta técnica son de mayor tamaño y menor estabilidad principalmente en compuestos hidrofílicos (De Moura, et al., 2018a).

En conclusión, es importante destacar que la naturaleza de la matriz de hidrogel que rodea al bioactivo puede diseñarse para mejorar su estabilidad tanto física como química (Velazquez-Gutiérrez, et al., 2021), por ejemplo, diversos estudios muestran que la estructura interna de las perlas formadas únicamente con el alginato de sodio como material de pared en la encapsulación de aceites es extremadamente porosa, con tamaños de poro relativamente grandes (Menin, et al., 2018). Sin embargo, en combinación con otros biomateriales, como el mucílago de nopal, es posible mejorar la rigidez del gel, este hecho se evaluará posteriormente en el capítulo 2.4 de Agentes encapsulantes.

## **2.4 AGENTES ENCAPSULANTES / MATERIALES DE PARED**

Los biopolímeros son polímeros naturales que provienen de organismos vivos por lo que son biodegradables y renovables (Souza, et al., 2021). Estos derivan principalmente de origen animal (gelatina), plantas (algas), o microorganismos (bacterias y hongos). Actualmente, estos compuestos pueden combinarse con otras moléculas sintéticas modificando así su resistencia y flexibilidad (Rodríguez-Gómez, et al., 2020).

La industria farmacéutica y de alimentos, por ejemplo, se han favorecido de las características de los biopolímeros, pues tienen diversas aplicaciones, desde cambiar la reología de los alimentos (consistencia, viscosidad, suavidad), ser empleados como estabilizantes y emulsionantes debido a su facultad de interactuar con el agua, el enmascaramiento de olores y sabores, hasta la formulación de materiales que funcionan como agentes encapsulantes para la conservación de compuestos bioactivos (Mohammadinejad, et al., 2020; Rodríguez-Gómez, et al., 2020).

El material de pared o agente encapsulante es empleado para proteger el núcleo de la cápsula de factores que puedan deteriorarlo, también sirve para evitar que interaccione prematuramente el núcleo con otros componentes o para impedir las pérdidas por volatilidad. Es por ello, por lo que la elección de un biopolímero como material de pared es muy importante para la eficacia de la encapsulación y la propia estabilidad de la cápsula (Mora, et al., 2021; Lupo, 2014).

Algunos de los criterios que se deben considerar para su adecuada selección son características como la capacidad de formación de película, no interaccionar con el material encapsulado (núcleo), pH, solubilidad, capacidad emulsionante, porosidad del producto y aplicación final de las microcápsulas, entre otras (Mora, et al., 2021; Ribeiro & Veloso, 2021).

De esta forma, los materiales de recubrimiento se pueden elegir de una gran cantidad de polímeros sintéticos o naturales (Sandoval, et al., 2011). Como se menciona anteriormente, los materiales de pared se pueden emplear individualmente o de manera combinada con otros materiales (ya sea eliminadores de oxígeno, antioxidantes, surfactantes, agentes secuestrantes o tensioactivos), a fin de generar sinergias favorables y lograr las propiedades necesarias de las que carecen al usarse individualmente (Veloso & Della Rocca, 2015; Lupo, 2014).

Los biopolímeros típicamente accesibles y apropiados para la encapsulación de AEs comprenden los siguientes (Lupo, 2014):

- ✓ Carbohidratos: maltodextrinas, ciclodextrinas y polisacáridos, entre otros.
- ✓ Lípidos: ceras, parafina, ácido esteárico, monoglicéridos, diglicéridos, cera de abejas, aceites, grasas y emulsionantes.
- ✓ Proteínas: proteínas lácteas, proteínas de soja, gelatinas, gluteína, caseína y albúmina.
- ✓ Celulosas: Carboximetil celulosa, metil celulosa, etil celulosa, nitrocelulosa, acetilcelulosa.
- ✓ Gomas: goma arábiga, goma xantana, agar, algas marinas (alginato de sodio, carragenina) (Parra, 2011); Sandoval, et al., 2011).

De igual forma, Sandoval, et al., (2011) afirma que el agente encapsulante debe poseer ciertas características que se alineen con las propiedades fisicoquímicas del producto a encapsular, así como su modo de empleo, requerimientos para su almacenaje y método al que será sometido.

Dentro de las particularidades de un agente encapsulante ideal se encuentran:

- ✓ Garantizar el mayor recubrimiento del núcleo contra efectos medioambientales (luz, potencial de hidrógeno, oxígeno, humedad, calor).
- ✓ Evitar ser soluble y no reaccionar con el material del núcleo.
- ✓ Ser poco viscoso a altas concentraciones.

- ✓ Absorber nada o lo mínimo de la humedad del ambiente con el fin de favorecer el manejo e impedir aglomeraciones del material de pared.
- ✓ Facilitar la liberación de disolventes y demás elementos empleados durante la técnica de encapsulamiento.
- ✓ Capaz de emulsionar y estabilizar el ingrediente activo a proteger.
- ✓ Sabor desabrido.
- ✓ Ser económicamente accesible (Parra, 2011; Astray, et al., 2009; Bastos, et al., 2009).

Actualmente, entre los polímeros naturales, las gomas y mucílagos se han destacado en cuanto a su disponibilidad, potencial de biodegradabilidad, y alta capacidad de hidratación, para su uso en aplicaciones de la industria farmacéutica e industrias cosméticas (Prajapati, et al., 2013). Estos polímeros se encuentran normalmente en las plantas y la mayoría son solubles en agua. En comparación con los polímeros sintéticos, los naturales suelen ser de menor costo, químicamente inertes, no tóxicos y pueden ser químicamente alterados para obtener las características de interés deseadas (Kulkarni, et al., 2002).

#### **2.4.1 CARBOHIDRATOS**

Dentro de los materiales de pared más usados se encuentran los carbohidratos, como almidones, maltodextrinas, sacarosa y sólidos de jarabe de maíz, los cuales son usados para la encapsulación de ingredientes alimentarios (Fathi, et al., 2014). También se consideran una cubierta adecuada para métodos que se llevan a cabo con altas temperaturas, gracias a que son térmicamente estables, en contraste con los lípidos o proteínas, los cuales se pueden fundir o cambiar sus propiedades al exponerse a mayores temperaturas (De Boer, et al., 2019). No obstante, la mayoría de los carbohidratos carecen de propiedades emulsionantes y suelen presentar propiedades interfaciales pobres, por lo que deben ser modificados químicamente para mejorar su actividad superficial, o bien, ser combinados con otros polímeros encapsulantes como proteínas (Farfán & Murillo, 2021; Mora, et al., 2021).

Por ejemplo, las maltodextrinas, son una buena alternativa en términos de costos y beneficio, pues se emplean en varios procesos de microencapsulación al ser capaces de formar películas sin que aumente significativamente la viscosidad de las soluciones encapsulantes, no tienen olor ni color, además, brindan una generosa estabilidad oxidativa (Mora, et al., 2021; Ribeiro & Veloso, 2021). No obstante, las maltodextrinas, se distinguen por su poca capacidad emulsionante, lo que ocasiona una poca retención de los compuestos volátiles (Sandoval, et al., 2011).

Estos biopolímeros pueden emplearse en combinación con otros compuestos, como proteínas, gomas y lípidos, para mejorar o aportar nuevas características a los productos, desde aumentar o reducir la solubilidad y la dispersabilidad, además de mejorar la eficacia de la encapsulación y reducir los costes de procesamiento (Ribeiro & Veloso, 2021).

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Respecto a los almidones, estos son utilizados frecuentemente en la microencapsulación de ingredientes alimenticios gracias a la liberación controlada que permiten de compuestos volátiles, esto es porque, debido a sus propiedades, la propagación de dichos compuestos disminuye con un peso molecular (PM) elevado, lo que conlleva a una disminución en el contenido de agua y maleabilidad en los almidones (Torres, 2007). Por otro lado, cuando el almidón es modificado químicamente, sus propiedades emulsificantes mejoran y su viscosidad disminuye; sin embargo, ofrece baja protección contra la oxidación durante el almacenamiento (Sandoval, et al., 2011).

Finalmente, se debe tener especial cuidado con el uso de carbohidratos de bajo PM, debido a que pueden ocasionar problemas de apelmazamiento, colapso y recristalización del carbohidrato amorfo en su almacenaje (Gharsallaoui, et al., 2007).

## **2.4.2 LÍPIDOS**

Los lípidos más utilizados en procesos de encapsulación son parafinas, ceras, monoglicéridos, diglicéridos, grasas, aceites, ácido esteárico y tristearina; cada uno de ellos puede recubrir partículas individuales y así obtener una encapsulación uniforme (Farfán & Murillo, 2021).

Desde años anteriores, los lípidos se usan en la encapsulación de ingredientes activos como AEs, enzimas, péptidos antimicrobianos, etc., que tienen complicaciones al momento de incorporarlos a un alimento, ya sea por su solubilidad, hidrofobicidad, estabilidad o volatilidad, etc. (Gómez & Pérez, 2020). Para dar solución a este problema, se ha investigado la síntesis de sistemas basados en lípidos, a través del desarrollo de emulsiones, siendo las emulsiones simples o convencionales las más comunes (Farfán & Murillo, 2021).

Por ejemplo, uno de los usos que se les confiere a las emulsiones simples es controlar la digestión, liberación y absorción de sustancias lipofílicas dentro del aparato digestivo. Lo cual es útil para controlar la liberación de fármacos y algunos componentes bioactivos lipofílicos como fitoesteroles, carotenoides, antioxidantes liposolubles, vitaminas, entre otros (Farfán & Murillo, 2021).

## **2.4.3 PROTEÍNAS**

Las proteínas son alimentos hidrocoloides ampliamente utilizados como encapsulantes (Cieza & Vilchez, 2019), las de origen animal más comúnmente usadas para la encapsulación incluyen gelatina, caseína y proteína de suero. Las proteínas derivadas de plantas incluyen proteína de soya, gliadina y zeína (De Boer, et al., 2019).

Estas presentan buenas propiedades funcionales, las cuales permiten que sean una buena opción como material de pared para la encapsulación por secado por

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

atomización, principalmente, ya que suelen producir micropartículas con superficies lisas y sin abolladuras (Labuschagne, 2018). Asimismo, son aprovechadas para encapsular ingredientes activos hidrofóbicos (Mora, et al., 2021). Además, tienen una gran capacidad para formar películas, geles, y emulsiones (Sandoval-Peraza, et al., 2016).

Gracias a su doble afinidad polar-no polar, la proteína logra ubicarse en la interfase aceite-agua con los grupos hidrofílicos orientados hacia la fase de agua y los grupos hidrofóbicos hacia la fase de aceite, disminuyendo así la tensión interfacial y formando la emulsión (Zayas, 1997). Asimismo, estos biopolímeros pueden construir la barrera protectora alrededor de la gota de aceite para evitar la fusión de la emulsión y mantener la estabilidad de la emulsión formada (Meng & Cloutier, 2014).

También, poseen elevadas propiedades de cohesión para los componentes de sabor. Proteínas como el caseinato de sodio, por ejemplo, son una buena opción debido a su conformación molecular, alta difusividad y las fuertes características anfifílicas que tienen las caseínas, lo cual logra una mejor distribución alrededor de la superficie encapsulada (Gharsallaoui, et al., 2007).

Algunas de sus desventajas son su elevado costo y su limitada solubilidad en agua fría, por lo que se vuelve necesario eliminar una cantidad mucho mayor de agua debido al menor contenido de sólidos y, a su vez, se reduce el contenido de ingrediente activo (Desai & Jin Park, 2005). Una de las soluciones más comunes a este inconveniente, consiste en combinar proteínas con carbohidratos (como las maltodextrinas), donde la proteína funciona como emulsionante y formador de película, mientras que el carbohidrato como material formador de la pared (Labuschagne, 2018).

#### **2.4.4 CELULOSAS**

Dentro de los polímeros más aprovechados en la microencapsulación de sustancias se encuentran las celulosas como la etilcelulosa, metilcelulosa, acetilcelulosa, entre otras. Estos polisacáridos son especiales para encapsular vitaminas que se pueden disolver en agua, ya que este biopolímero por sí mismo es soluble en agua (Hernández-Torres, et al., 2016).

Debido a la hidrofobicidad de los AEs, un material de pared como la celulosa, que sea de carácter anfifílico, emulsionante, y con propiedades de formación de película, es una buena opción para mejorar la eficiencia de encapsulación de aceites esenciales y la estabilidad de la emulsión de alimentación para el secado por aspersión (Zhang, et al., 2016).

Por ejemplo, las alquilcelulosas, como la metilcelulosa (MC), la etilcelulosa y la etil(hidroxietil)celulosa son polímeros anfifílicos típicos, con la capacidad tanto de emulsionar como de formar una película (Karlberg, et al., 2005). La MC se ha

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

empleado junto con maltodextrina, como materiales de recubrimiento, para preparar microcápsulas de aceite de pescado mediante secado por atomización. Los resultados muestran que la MC posee buenas propiedades emulsionantes y que la microencapsulación aumenta la estabilidad y la concentración de dicho aceite en el polvo final (Kolanowski, et al., 2004).

#### **2.4.5 GOMAS Y MUCÍLAGOS**

Las gomas (agar, alginatos, xantana, carragenina, arábica, acacia) y los mucílagos son hidrocoloides de origen vegetal y microbiano. Estos son complejos polímeros, compuestos por monosacáridos, quienes se pueden asociar a algunas proteínas presentes en los mucílagos (Ribeiro & Veloso, 2021).

El uso de gomas vegetales en la industria alimentaria data de muchas décadas (Morales, et al., 2021). Estos polímeros se obtienen de las plantas, a través de la exudación natural producida en respuesta a situaciones de estrés, como una lesión mecánica o un ataque microbiano, o pueden ser extraídos de diferentes tejidos mediante un proceso de extracción adecuado (Rodrigues, et al., 2020).

Estos polisacáridos son comúnmente asociados con una fracción de proteína cuya incorporación a los alimentos ejerce una gran influencia en su propiedades fisicoquímicas y nutricionales, incluso exhibe beneficios que promueven la salud en los consumidores. Gracias a su habilidad para formar películas y geles, estas sustancias se han empleado en procesos de microencapsulación de productos naturales como colorantes, aromas y compuestos bioactivos. Además, la encapsulación de estos biopolímeros ha sido reportada con resultados prometedores cuando se utilizan mezclas de polisacáridos vegetales y alginato, ya que mejoran la conservación del compuesto encapsulado (Barrón, et al., 2022; Morales, et al., 2021; Ribeiro & Veloso, 2021).

Actualmente, la demanda de productos naturales en la industria alimenticia está aumentando, por lo que las gomas y los mucílagos están adquiriendo popularidad gracias a su uso como fibra dietética, espesante, emulsionante, agente estabilizador y excipiente de fármacos (De Campo, et al., 2017).

Sin embargo, cuando estos hidrocoloides se encuentran a altas concentraciones, ocasionan un aumento en la viscosidad de la solución, por lo que su uso puede verse limitado (Ribeiro & Veloso, 2021). Por otro lado, muchas veces se presenta el inconveniente de que algunas gomas son relativamente caras, por lo que los costos de producción se elevan. Por consiguiente, se han explorado otras opciones, como el mucílago de nopal (Otálora, et al., 2015), o las mezclas de dichos hidrocoloides pero con polímeros más económicos, destacando las maltodextrinas (Mahdavi, et al., 2016).

#### **2.4.5.1 GOMA ARÁBIGA**

La goma arábica o acacia posee una estructura y propiedades bioquímicas únicas, pues se compone de una mezcla heterogénea de proteínas y polisacáridos hiperramificados (Atgié, et al., 2019).

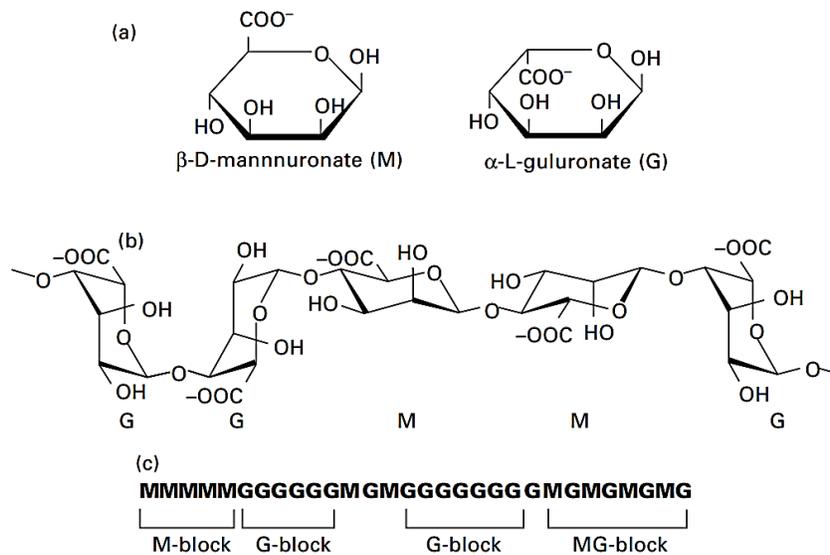
Al combinarse ambas estructuras le otorgan a este biopolímero la habilidad de estabilizar emulsiones de aceite en agua, ya que los polisacáridos se ubican en la interfase y las proteínas se orientan hacia la fase de agua (Ayala, 2019).

Además, este polímero es muy soluble en agua, es capaz de formar soluciones de baja viscosidad incluso a concentraciones altas y se utiliza como estabilizador, emulsionante, espesante, humectante, agente antioxidante, entre otras aplicaciones (Prasad, et al., 2022). Sin embargo, su uso se ve limitado ya que es susceptible a impurezas (Labuschagne, 2018) y por su costo elevado, es recomendable utilizar mezclas de goma acacia con maltodextrinas para que resulte más accesible (Sandoval, et al., 2011).

#### **2.4.5.2 ALGINATO**

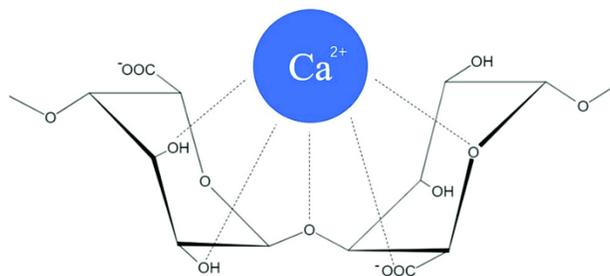
Respecto al alginato, este es un biopolímero lineal polianiónico compuesto por dos monómeros: ácidos D-manúrico (M) y L-gulurónico (G), los cuales están acomodados en una estructura como se aprecia en la figura 12 (Bušić, et al., 2018). Este agente encapsulante de grado alimenticio, el cual es obtenido típicamente de algas pardas, sirve principalmente para formar esferas, hidrogeles, micro y nanopartículas, además es biodegradable y atóxico (Cieza & Vilchez, 2019).

Su PM suele ser de entre 32 a 400 kDa dependiendo de la fuente, especie o proceso de extracción; además, a mayor PM, propiedades como la velocidad de gelificación, resistencia a la ruptura, así como viscosidad y elasticidad del alginato, se ven mejoradas de forma significativa (Hu, et al., 2021).



**Figura 12.** Estructura del alginato: (a) monómeros del alginato, (b) configuración de la cadena y (c) orden de los bloques. Fuente: (Hongu, et al., 2005).

Ahora bien, para preparar microcápsulas, el alginato es capaz de formar hidrogeles mediante la unión de cationes divalentes y la dimerización de las cadenas G. Este mecanismo se conoce como el modelo de la "caja de huevos", donde la unión de cadenas G en lados opuestos crea un hueco en forma de diamante que contiene una cavidad hidrófila que une el  $\text{Ca}^{2+}$  a los átomos de oxígeno de los grupos carboxilo por coordinación múltiple (Wang, et al., 2022). Cabe mencionar que también se puede llegar a dicha configuración utilizando otros cationes divalentes, como  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ , etc. (Doderó, et al., 2019).



**Figura 13.** Ejemplificación de la interacción entre un catión divalente y los monómeros G del alginato. Fuente: (Wang, et al., 2022).

Dentro de las ventajas que ofrece este material son la biocompatibilidad, ser química y térmicamente estable, abundancia en la fuente, costo relativamente bajo y condiciones de gelificación suaves, por lo que los hidrogeles de alginato se han visto empleados para la cicatrización de heridas, administración de fármacos (Bušić, et al., 2018), o bien, para enmascarar sabores indeseables de ciertos compuestos (Rathod & Kairam, 2018).

De acuerdo con Aceval, et al. (2019) por sus propiedades de gelación iónica y biocompatibilidad, el alginato de sodio (AS) es considerado como un polímero aniónico natural tan versátil, que se emplea como agente de encapsulación de compuestos bioactivos. Cabe destacar que, las técnicas de encapsulación que comprenden el AS como elemento del material de pared, son la coacervación y la gelación iónica (López, et al., 2012).

Sin embargo, existen limitaciones asociadas con los compuestos bioactivos hidrofílicos encapsulados con alginatos, como son mecanismos de liberación por explosión y pérdida por difusión durante la formación del gel y almacenamiento (Aceval, et al., 2019). Además, el uso de este polímero da como resultado la formación de matrices porosas, las cuales son susceptibles a desintegrarse en presencia de un exceso de iones monovalentes y agentes quelantes de  $\text{Ca}^{2+}$  (Rodrigues, et al., 2017). En consecuencia, muchos investigadores han mezclado alginato con diferentes polímeros, como polisacáridos naturales extraídos de plantas y sus semillas, entre los que se encuentra el mucílago de nopal, con el propósito de mejorar las propiedades de las partículas (Rodrigues, et al., 2020).

#### **2.4.5.3 MUCÍLAGO DE NOPAL**

El nopal es una planta del orden *Caryophyllales* y familia *Cactaceae*. Debido a su variabilidad genética, existen más de 300 especies del género *Opuntia*, siendo la más abundante la *Opuntia ficus-indica* (Gheribi & Khwaldia, 219).

Se trata de una fuente natural de polisacáridos, que crece en condiciones climáticas muy diversas, sobre todo en países áridos y semiáridos como México, Chile, Brasil, Estados Unidos, Túnez, Marruecos, Italia, España, Irán e Israel (Salehi, et al., 2019).

La baba que excreta el nopal se conoce como mucílago (González, 2022), el cual es más abundante en los cladodios del nopal (19.4 % del peso seco de los cladodios para la variedad *Opuntia ficus-indica*), que en las otras partes de la planta, como las cáscaras de los frutos (4.1 %), la pulpa de los frutos (3.8 %) y las flores (18.3 %) (Gheribi & Khwaldia, 219). Dicha especie ha sido la más estudiada en el mundo ya que el mucílago se emplea en la fabricación de películas comestibles, como aditivos mejoradores de la textura de alimentos, así como agente espesante, gelificante y emulsificante, siendo esta última propiedad esencial para considerarlo material de pared en el encapsulamiento de aceites (Alcántar, 2014).

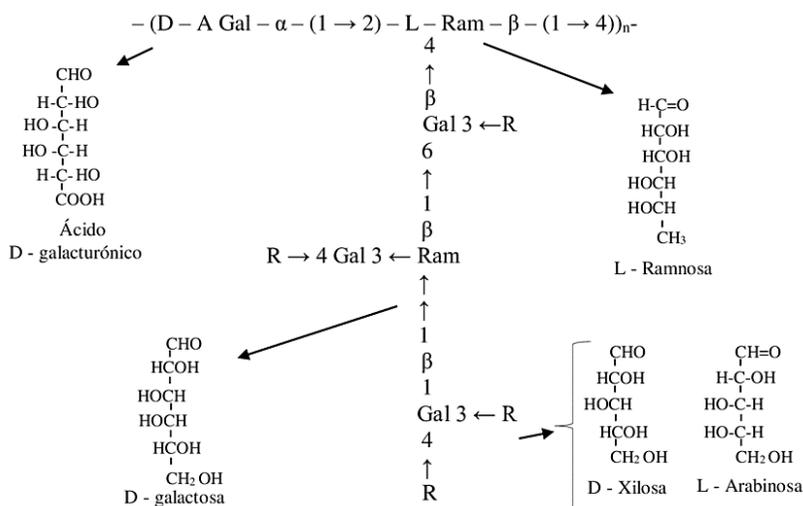
Además, de acuerdo con De Campo, et al., (2017) se recomienda para su uso en nanoencapsulación, ya que es comestible, biodegradable, no es tóxico y tiene un bajo costo, así como para alterar las propiedades reológicas de productos alimenticios.

En cuanto a su estructura química, el mucílago de nopal (MN) se considera un polisacárido heterogéneo soluble en agua, con PM que va de los  $2.3 \times 10^4$  a  $3 \times 10^6$  g/mol (González, 2022). Su estructura molecular primaria es larga, compleja y

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

altamente ramificada en azúcares (Alcántar, 2014), la cual es capaz de contener agua en proporciones considerables (Herrera, et al., 2021).

La composición porcentual aproximada de esta mezcla compleja de polisacáridos depende de diversos factores como la especie de nopal (Barrón, et al., 2022), la edad, las condiciones ambientales y el método de extracción, entre otros (Alcántar, 2014); y sus proporciones están dadas de la siguiente forma: L-arabinosa (24.6-42 %), D-galactosa (21-40.1 %), D-xilosa (22-22.2 %), L-ramnosa (7-13.1 %) y ácido D-galacturónico (8-12.7 %); también se encuentran presentes minerales como  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ , carbohidratos y fibra dietética soluble (González, 2022).



**Figura 14.** Propuesta de la estructura parcial del mucílago de *Opuntia ficus-indica*. Fuente: (García Nauto, 2017).

Actualmente, el mucílago de nopal es una sustancia de interés ya que debido a sus propiedades tiene distintas aplicaciones: 1) en la industria alimenticia, como retenedor de agua, espesante de alimentos, e incluso como agente encapsulante de ácidos grasos esenciales (Barrón, et al., 2022); 2) en aplicaciones farmacéuticas y en el área de la salud se ha utilizado por sus propiedades antioxidantes y terapéuticas, en la protección de la mucosa gástrica ulcerada, como analgésico y antiinflamatorio; 3) también es empleado en la industria cosmética, 4) en la construcción y pinturas, el mucílago se añade a la cal para actuar como adhesivo natural para restaurar y proteger edificios; 5) o en el tratamiento de aguas contaminadas con metales pesados, coliformes fecales y mal olor; donde algunas de estas aplicaciones se atribuyen a su viscosidad (Vargas-Rodríguez, et al., 2016).

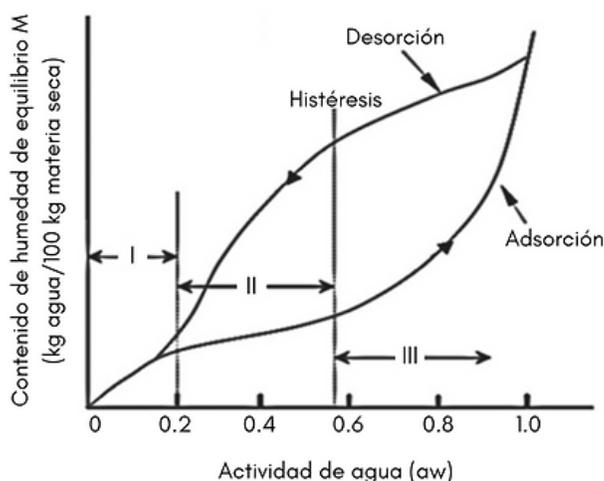
Por lo anteriormente descrito, en este proyecto se empleó el AS puro y mezclas de AS con MN como agentes encapsulantes, para establecer la estabilidad física de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado con dichos biopolímeros, mediante un estudio de adsorción de vapor de agua.

## 2.5 ISOTERMAS DE SORCIÓN (ADSORCIÓN / DESORCIÓN)

Las isotermas de sorción representan la relación entre el contenido de humedad de equilibrio de un material y la humedad relativa del entorno que lo rodea (Fredriksson & Thybring, 2018). Estas se han usado comúnmente para describir la relación que existe entre el contenido de humedad y la actividad de agua ( $a_w$ ) de productos alimenticios a una temperatura específica, ya que a partir de esta correlación se pueden evaluar y seleccionar condiciones apropiadas para procesos de secado, mezclado, embalaje y almacenamiento (Vasile, et al., 2020), y por lo tanto, la vida útil de dichos materiales (Esquerdo, et al., 2019).

Generalmente, las isotermas de sorción son obtenidas a través de un aumento (adsorción) o una disminución (desorción) del contenido de humedad en condiciones específicas dadas, a este fenómeno se le conoce como histéresis de sorción y puede aplicarse para muchos tipos de productos, como alimentos, polímeros, entre otros (Fredriksson & Thybring, 2018).

En la figura 15 se esquematiza dicho fenómeno: para el proceso de adsorción se puede observar el incremento de peso ocasionado por la ganancia de agua, cuando el producto seco se sitúa en distintas atmósferas, incrementando así la humedad relativa; por otro lado, en la desorción, el producto que se encuentra primeramente húmedo, va perdiendo peso por la expulsión de agua, cuando se expone a las mismas condiciones que el primer proceso (Ramírez & Cárdenas, 2021; Kurozawa, 2005).



**Figura 15.** Isotermas de adsorción y desorción e histéresis. Fuente: Elaboración propia a partir de (Choque-Quispe, et al., 2018).

La importancia de estos modelos matemáticos recae en que son de ayuda para estimar varias propiedades termodinámicas, como entalpía, entropía, compensación entalpía-entropía, energía libre de Gibbs, energía de activación, entre otras (Hoyos-Leyva, et al., 2018); así como para determinar la  $a_w$  en la que un

producto alimenticio es más estable, es decir, cuando posee una menor proporción de agua para llevarse a cabo alguna reacción química (Esquerdo, et al., 2019).

Las isotermas de los alimentos también se pueden clasificar en tres áreas señaladas por I, II y III en la Figura 15. La zona I, la cual se conoce como monocapa, representa el agua que está fuertemente ligada a través de puentes de hidrógeno con los grupos polares hidrofílicos de los alimentos, como son polisacáridos, proteínas, etc. Para la zona II, las moléculas de agua están organizadas en multicapas, se unen menos firmemente que en la primera zona y se encuentran típicamente en pequeños capilares. Finalmente en la zona III, las características del agua son semejantes a las del agua libre que se encuentra en huecos, grandes capilares o grietas; además, el agua de esta región se une de manera débil a los componentes alimenticios (Choque-Quispe, et al., 2018; Andrade, et al., 2011).

Estas isotermas son empleadas en cuatro etapas de los procesos alimenticios: secado, mezclado, embalaje y almacenamiento. Para la realización de modelos que representen las isotermas de materiales alimenticios, se debe hacer después de la etapa de secado (Anria, et al., 2019), sin embargo, en virtud de que las propiedades de los alimentos varían, no existe modelo matemático que se adapte para todos los escenarios (García-Pérez, 2007). Así que, es necesario valorar la modelación del material a través de diferentes ecuaciones, ya que cada uno de los modelos cuenta con diferente grado de aplicabilidad.

Ahora bien, la actividad del agua ( $a_w$ ), que es la medida del estado del agua en los alimentos, es un concepto frecuentemente utilizado cuando se habla de la seguridad y calidad de los alimentos (Labuza & Altunakar, 2020). Es un parámetro que ayuda a indicar el agua disponible en un material alimenticio, para que se lleven a cabo reacciones deteriorativas (Ramírez, 2021), y a controlar el desarrollo de microorganismos en los alimentos (Chirife & Buera, 1995).

La definición de  $a_w$  se basa en que, la presión de vapor del agua líquida en un alimento, debe ser igual a la presión de vapor del vapor de agua en el entorno que rodea al alimento. Es decir, la  $a_w$  puede obtenerse como la relación entre la presión de vapor del agua en un alimento ( $P$ ) y la presión de vapor del agua pura ( $P_0$ ) en las mismas condiciones de temperatura y presión (Roos, 2020).

Roos (2020) afirma que, en el equilibrio, la presión de vapor del agua líquida dentro del alimento y en la fase vapor es la misma, por lo que la  $a_w$  viene dada por la presión relativa de vapor (RVP).

Asimismo, los valores de la actividad del agua oscilan entre 0, que significa sequedad absoluta, y 1 que es agua pura (Novasina AG, 2021). De acuerdo con Ramírez (2021), mientras más se acerque el valor de  $a_w$  a cero, la vida útil del alimento será mayor, ya que habrá menor cantidad de agua libre para que los microorganismos se desarrollen.

Igualmente, la actividad del agua influye en las propiedades texturales de los alimentos, por ejemplo, los alimentos con alta  $a_w$  poseen una textura húmeda, jugosa, tierna o masticable. Por el contrario, cuando esta propiedad se reduce, se perciben atributos indeseables como dureza, sequedad o que son crujientes (Chirife & Fontana, Jr., 2020).

Cabe recalcar que, cuando se trata de la microencapsulación de compuestos activos, los principales factores que intervienen en la estabilidad de los sistemas encapsulados son la temperatura, la actividad del agua y el contenido de humedad (Escalona-García, et al., 2016). En especial, la  $a_w$  puede inducir cambios en la estructura de la pared de la cápsula, lo que puede conducir al colapso, contracción, pegajosidad, y estos efectos amenazan la estabilidad de los compuestos microencapsulados cuando no se encuentran en el rango adecuado de actividad de agua (Hoyos-Leyva, et al., 2018).

Por otra parte, medir la  $a_w$  de un alimento es importante, ya que permite describir la estabilidad microbiana, química y enzimática de productos perecederos como alimentos, semillas y productos farmacéuticos, controlar el apelmazamiento de polvos, proveer información sobre la adherencia de recubrimientos, entre otras aplicaciones (Rotronic AG, 2023).

Finalmente, de acuerdo con Pulla (2011), el conocimiento de las isothermas de absorción de agua permite examinar cómo influyen sobre los materiales alimenticios, ya que son útiles para delimitar las condiciones apropiadas para su manipulación y conservación. Además, ayuda a predecir el tiempo de secado, el tiempo de vida útil de productos deshidratados envasados en contenedores porosos, así como las condiciones de equilibrio para una combinación de materiales con diferentes actividades de agua. Por otro lado, brindan conocimiento sobre las propiedades estructurales de un alimento, como sus propiedades termodinámicas, el área de superficie específica, el radio de poro y la cristalinidad (Velazquez-Gutiérrez, et al., 2021).

## **2.6 MODELOS MATEMÁTICOS APLICADOS AL FENÓMENO DE ADSORCIÓN**

Las isothermas de sorción de alimentos se realizan con el fin de identificar la  $a_w$  de los alimentos según su contenido en humedad a una determinada temperatura (Choque-Quispe, et al., 2018). Con el objetivo de expresar matemáticamente dicha relación, se han desarrollado varios modelos, tales como no lineales, lineales, regresivos, constituidos en sus parámetros por dos, tres, cuatro y seis coeficientes de regresión parcial, que comprenden las tres zonas de la isoterma de sorción de humedad. Es importante considerar que, en muchos casos, el modelo que es apto para un determinado producto alimenticio no es apto para otro diferente, inclusive, cada modelo es útil o trabaja con intervalos específicos de  $a_w$  (Andrade, et al., 2011).

Por ello, los modelos más comunes que se han propuesto para describir la sorción en productos alimenticios, es decir, para el cálculo de la humedad de equilibrio  $M$  (Andrade, et al., 2011), se enlistan en la Tabla 2 con el significado de sus respectivos parámetros.

**Tabla 2.** Ecuaciones para isotermas de sorción.

Nombre del modelo	Modelo matemático	Parámetros	Referencias
BET (Brunauer, Emmett y Teller)	$M = \frac{M_0 \cdot C_B \cdot a_w}{(1 - a_w) \cdot (1 - a_w + C_B \cdot a_w)} \quad (1)$	$M_0$ : humedad de la monocapa molecular (kg H <sub>2</sub> O/100 kg de sólido seco (s.s.)) $C_B$ : energía constante relacionada con el calor neto de sorción	(Anria, et al., 2019; Andrade, et al., 2011)
GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer)	$M = \frac{M_0 \cdot C_G \cdot K \cdot a_w}{(1 - K \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + C_G \cdot K \cdot a_w)} \quad (2)$	$C_G$ y $K$ : constantes introducidas para equilibrar el ajuste numérico	(Ramírez & Cárdenas, 2021)
Caurie	$M = \exp \left[ a_w \ln(r) - \frac{1}{4.5X_s} \right] \quad (3)$	$r$ : constante característica del material $X_s$ : contenido de humedad de seguridad	(Choque-Quispe, et al., 2018)
Peleg	$M = A \cdot a_w^B + C \cdot a_w^D \quad (4)$	$A, B, C$ y $D$ : son constantes características para cada producto	(Guzmán-Hincapié & Zapata, 2018; Andrade, et al., 2011)
Halsey	$M = (D \cdot \ln(a_w))^E \quad (5)$	$D$ y $E$ : son parámetros matemáticos	(Ramírez & Cárdenas, 2021)
Henderson	$M = \left[ \frac{-\ln(1 - a_w)}{C} \right]^{\frac{1}{n}} \quad (6)$	$C$ y $n$ : son constantes característicos del producto	(Andrade, et al., 2011)
Smith	$M = B + A \cdot \ln(1 - a_w) \quad (7)$	$B$ y $A$ : son constantes del modelo y características para cada alimento	(Ramírez & Cárdenas, 2021)
Oswin	$M = A \cdot \left[ \frac{a_w}{(1 - a_w)} \right]^B \quad (8)$	$A$ y $B$ : son parámetros matemáticos	(Ramírez & Cárdenas, 2021)

Cabe señalar que, la actividad del agua ( $a_w$ ) es una característica adimensional y el contenido de humedad de equilibrio ( $M$ ) se representa por los kg agua/100 kg de sólido seco (s.s.) (Tapia, 2020). Ambos parámetros se identifican con esta misma nomenclatura en cada modelo matemático.

Éstos se dividen en ecuaciones teóricas, semi empíricas y empíricas, describiéndose a continuación (Sandoval, et al., 2002).

## 2.6.1 MODELOS TEÓRICOS

### 2.6.1.1 BET

El modelo de BET es el más utilizado en los sistemas alimentarios, fue propuesto por primera vez por Brunauer, Emmett y Teller (Ramírez & Cárdenas, 2021). Proporciona dos parámetros que se ajustan a una diversidad de materiales alimenticios, para un rango de  $a_w$  entre 0.05 y 0.35 (Alvarado-Yupanqui, et al., 2020), de acuerdo con Andrade, et al. (2011) se expresa como se define en la ecuación (1).

El contenido de humedad de la monocapa  $M_0$  hace referencia al contenido de humedad donde el agua, que se une a los compuestos polares e iónicos, comienza a comportarse como una fase líquida (kg agua/100 kg de sólido seco (s.s.)). Por otro lado, la energía constante que se relaciona con el calor neto de sorción ( $C_B$ ) es un parámetro característico del alimento y establece que el calor de sorción es exotérmico (Anria, et al., 2019; Dollimore, et al., 1976).

La aplicación principal de este modelo se relaciona con la estimación de áreas de superficie, así como para determinar las condiciones óptimas de humedad para una buena estabilidad de almacenamiento, especialmente para productos alimenticios deshidratados (Andrade, et al., 2011).

### 2.6.1.2 GAB

El modelo de GAB fue desarrollado por Guggenheim, Anderson y de Boer como una mejora al modelo de BET para la adsorción de la multicapa (Labuza & Altunakar, 2020). Esta relación de tres parámetros se usa para adecuar los datos de sorción en materiales con  $a_w$  de 0.1 a 0.9 y está dada por la ecuación (2).

De acuerdo con Labuza & Altunakar (2020) este modelo introdujo un grado de libertad adicional, la constante  $K$ , logrando que el modelo tenga mayor versatilidad; donde el valor varía entre 0.7 y 1, mientras que el de  $C_G$  se sitúa entre 1 y 20.

Las principales ventajas del modelo GAB son las siguientes: 1) tiene antecedentes viables teóricos, debido a que es un refinamiento adicional de las teorías de Langmuir y BET sobre la física de adsorción; 2) proporciona información descriptiva del comportamiento de sorción de casi todos los productos alimenticios ( $a_w < 0.9$ ); y 3) describe la mayor parte del efecto de la temperatura sobre las isothermas mediante ecuaciones tipo Arrhenius (Andrade, et al., 2011).

Al igual que el modelo de BET, predice el contenido de humedad en la monocapa, proporcionando un valor en el cual el alimento permanezca estable durante su almacenaje (Ramírez, 2018).

### **2.6.1.3 CAURIE**

Este modelo proporciona buenos resultados para varios alimentos principalmente deshidratados, en el intervalo  $a_w$  de 0.0 a 0.85 (Ramírez & Cárdenas, 2021). De acuerdo con Choque-Quispe, et al. (2018), se introduce el valor de  $X_s$  en la ecuación, el cual denota el contenido de humedad con el que se alcanzará la mayor estabilización del material mientras se almacene.

## **2.6.2 MODELOS SEMI EMPÍRICOS**

### **2.6.2.1 PELEG**

Este modelo es una ecuación empírica (4) sin base teórica, sin embargo, exhibe igual o superior idoneidad que la ecuación de Guggenheim, Anderson y De Boer. Se trata de un modelo con cuatro parámetros, donde B es menor a 1 y D es mayor a 1. El modelo de Peleg describió adecuadamente las isotermas de sorción de humedad de té verde instantáneo, granos de nuez, pistache, entre otros (Andrade, et al., 2011), y con rango de  $a_w$  entre 0.0 a 1.0 (Choque-Quispe, et al., 2018).

### **2.6.2.2 HALSEY**

El modelo de Halsey es utilizado para analizar isotermas de sorción de diversos alimentos, describiendo el comportamiento de productos que contienen almidón (Andrade, et al., 2011). Esta isoterma se ajusta al rango de  $a_w$  que va de 0.1 a 0.8 (Ramírez & Cárdenas, 2021). También evalúa la adsorción multicapa y describe su condensación a una distancia relativamente grande de la superficie (Al-Ghouti & Da'ana, 2020).

## **2.6.3 MODELOS EMPÍRICOS**

### **2.6.3.1 HENDERSON**

Este modelo se adecúa para sólidos heteroporosos y para la técnica de sorción multicapa (Al-Ghouti & Da'ana, 2020). De acuerdo con Cárdenas & Ramírez (2021), esta isoterma es muy frecuentemente empleada, ya que representa apropiadamente cómo se comportan productos alimenticios (como granos, cereales y frutas) para un intervalo de  $a_w$  que va de 0.1 a 0.75.

### **2.6.3.2 SMITH**

Este modelo presenta un buen ajuste entre 0.5 a 0.9 de  $a_w$  (Ramírez & Cárdenas, 2021).

### 2.6.3.3 OSWIN

Este modelo empírico se establece en la ecuación (8) y es apropiado para valores de actividad de agua de cero a 1.0; se ha empleado con alimentos amiláceos, carnes y verduras (Alvarado-Yupanqui, et al., 2020; Labuza & Altunakar, 2020).

## 2.7 PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES

Identificar las propiedades termodinámicas de los productos alimenticios es útil para comprender las particularidades del agua que es absorbida por éstos (Ramírez, 2018), la estructura del producto, las interacciones que ocurren entre la matriz y el agua (Carregari, et al., 2016); así como la energía requerida en el proceso a través de la entalpía, estado de excitación por la entropía y espontaneidad del proceso por la energía libre de Gibbs (Monte, et al., 2018).

Además, las funciones termodinámicas proporcionan información importante para diseñar los procesos de secado y almacenamiento que garanticen la estabilidad de los materiales (Rivero & Noguera, 2021), ya que a su vez se emplean para evaluar y escoger las mejores circunstancias para el correcto almacenaje y embalaje de alimentos que ayuden a preservar sus características como olores, sabores, texturas, nutrientes, entre otros (Ramírez, 2018).

### 2.7.1 ENTALPÍA DIFERENCIAL

La entalpía diferencial ( $\Delta H_{Dif}$ ) está relacionada con la fuerza de unión del agua a los compuestos alimentarios. Es similar al calor isostérico de sorción, lo que quiere decir que representa la energía necesaria para realizar un trabajo útil (Penteado, et al., 2021).

El calor isostérico de sorción es un parámetro termodinámico calculado a partir de la isoterma de sorción, y lleva al menos dos temperaturas (Khawas & Deka, 2017). Este valor implica la cantidad de energía requerida para cambiar la unidad de masa de un producto, de líquido a vapor, a una temperatura y  $a_w$  determinadas. Por ejemplo, la energía que se requiere para secar un material puede evaluarse mediante el calor isostérico (Arslan-Tontul, 2020).

De acuerdo con Carregari, et al. (2016), al graficar  $\ln(a_w)$  en función de  $(1/T)$  en una humedad de equilibrio fija, se puede obtener el calor isostérico neto de adsorción o entalpía de adsorción ( $q_{st}$ ). Esta pendiente puede determinarse a partir de la ecuación (9) de Clausius-Clapeyron. Entendiéndose por el  $q_{st}$  como la desigualdad entre el calor total de sorción ( $Q_{st}$ ) y el calor de vaporización del agua pura ( $\lambda$ ):

$$\left. \frac{\partial \ln a_w}{\partial (1/T)} \right|_M = -\frac{\Delta H_{Dif}}{R} = -\frac{Q_{st} - \lambda}{R} = -\frac{q_{st}}{R} \quad (9)$$

Donde:

$q_{st}$ : calor isostérico neto de sorción o entalpía de adsorción ( $\text{kJmol}^{-1}$ )

$Q_{st}$ : calor isostérico total de sorción ( $\text{kJmol}^{-1}$ )

$\lambda$ : calor de vaporización del agua ( $\text{kJmol}^{-1}$ )

$R$ : constante universal de los gases ( $8.314 \text{ kJmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ )

Cabe mencionar que, los valores negativos de entalpía, significan que hay fuerzas de unión implicadas en el proceso de sorción (Penteado, et al., 2021).

## 2.7.2 ENTROPÍA DIFERENCIAL

La entropía diferencial de sorción guarda relación con la fuerza de repulsión existente en un sistema y se asocia con los arreglos espaciales donde se encuentra la interfaz del agua y el sorbente; también representa la cantidad de sitios de sorción disponibles en un nivel de energía específico (Penteado, et al., 2021). Esta propiedad determina el grado de orden o desorden presente en el sistema absorbente de agua (Rojas-Diéguez, 2021).

La entropía de sorción ( $\Delta S$ ) se define como la desigualdad que existe entre la  $\Delta H_{Dif}$  y la energía libre de Gibbs ( $\Delta G$ ), en el equilibrio del sistema, a una determinada temperatura. Para obtener el valor de este parámetro se hace uso de la ecuación (12) (Guzmán-Hincapié & Zapata, 2018).

$$\Delta S = \frac{\Delta H_{Dif} - \Delta G}{T} \quad (10)$$

Siendo:

$$\Delta G = R \cdot T \cdot \ln(a_w) \quad (11)$$

Sustituyendo (11) en (10) queda:

$$\Delta S = \frac{\Delta H_{Dif}}{T} - R \cdot \ln(a_w) \quad (12)$$

Donde:

$\Delta G$ : energía libre de Gibbs ( $\text{kJmol}^{-1}$ )

$R$ : constante universal de los gases ( $8.314 \text{ kJmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ )

$T$ : temperaturas de reacción evaluadas en este estudio (K)

$a_w$ : actividad del agua para cada temperatura (adimensional)

### 2.7.3 ENERGÍA LIBRE DE GIBBS

De acuerdo con Shirkole, et al. (2019), el cambio en la energía libre de Gibbs ( $\Delta G$ ), muestra la afinidad de los sorbentes por el agua y provee un criterio para decidir si la sorción de humedad ocurre de forma espontánea ( $\Delta G < 0$ ) o no espontánea ( $\Delta G > 0$ ). Está expresada por la ecuación (13) y utiliza la misma nomenclatura descrita anteriormente:

$$\Delta G = -R \cdot T \cdot \ln(a_w) \quad (13)$$

La energía libre de Gibbs correlaciona la entalpía y entropía diferencial, correspondiendo cualitativamente, a la diferencia entre la energía total disponible (entalpía) y no disponible (entropía) (Penteado, et al., 2021).

### 3 JUSTIFICACIÓN

El aceite de ajonjolí es un aceite esencial de alto valor agregado en la industria, ya que tiene una gran aplicación en diversos campos, como la cosmética, farmacéutica y alimenticia. Este aceite se caracteriza por su gran valor nutricional, pues otorga beneficios al cuerpo humano, gracias a su actividad hepatoprotectora, antidiabética y antioxidante, entre otras.

Sin embargo, los componentes de este aceite son susceptibles a distintas condiciones ambientales como el pH, el oxígeno, la luz, temperatura, etc. Por ello, es necesario que este aceite se incorpore protegido, por una pared física, que impida su exposición o contacto con escenarios adversos del entorno que lo rodea. Para ello, se recurre a los métodos de encapsulación, los cuales consisten en proteger al compuesto activo de interés a través de un material que lo proteja, llamado agente encapsulante, el cual es comúnmente un polímero que se encuentra en la naturaleza.

Algunas técnicas y materiales de pared resultan convenientes para la encapsulación de AEs. Entre los métodos destaca la gelación iónica, la cual permite formar partículas por medio de la interacción iónica entre un polímero natural como el alginato de sodio (AS) y una solución de cloruro de calcio. Esta técnica es muy socorrida pues ayuda a estabilizar aceites y a evitar su degradación oxidativa. Con la ayuda de un biopolímero químicamente estable y biodegradable como el AS, se puede implementar como material de pared, ya que por sus propiedades, es capaz de formar un hidrogel cuando éste entra en contacto con una solución electrolítica. Este material suele ser económicamente accesible, sin embargo, debido a que las partículas obtenidas con dicho material de cubierta son permeables, se opta por combinarlo con otro tipo de polímeros, como el mucílago de nopal (MN). El MN es un polisacárido de gran interés por la comunidad científica, debido a que tiene diversas aplicaciones en varios campos, siendo una de las más destacadas la industria alimenticia, pues gracias a su carácter gelificante o emulsionante, permite aumentar la estabilidad de las perlas de hidrogel producidas, así como mejorar la textura y otras propiedades sensoriales de productos alimenticios.

Por estas razones, la mezcla de ambos polímeros se utilizó para encapsular el aceite de ajonjolí, para lograr así un aumento en la estabilidad de la cápsula, incrementar la eficiencia de la encapsulación y reducir costos del procesamiento.

A través de un estudio de las isotermas de sorción que se obtengan, de las perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado con la mezcla de los biopolímeros mencionados, se podrá determinar la estabilidad física de las partículas, así como medir otras propiedades termodinámicas diferenciales.

## **4 HIPÓTESIS**

La estructura física de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado en matrices biopoliméricas guarda un efecto directo con su capacidad de adsorción de humedad.

## **5 OBJETIVOS**

### **5.1 OBJETIVO GENERAL**

Analizar la estructura física de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado en matrices biopoliméricas y su efecto en la capacidad de adsorción de humedad.

### **5.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Extraer aceite de ajonjolí, mediante un proceso de prensado en frío, y el mucílago de nopal, mediante un proceso de extracción acuoso.
- Formular perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí utilizando alginato de sodio puro y una mezcla de alginato de sodio-mucilago de nopal como agentes encapsulantes.
- Obtener experimentalmente isothermas de adsorción de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado en matrices biopoliméricas mediante un método gravimétrico estático.
- Determinar las propiedades termodinámicas diferenciales del proceso de adsorción de vapor de agua en las perlas de hidrogel.
- Evaluar la estructura física de las perlas de hidrogel mediante microscopía electrónica de barrido.
- Determinar las propiedades de sorción de vapor de agua en las perlas de hidrogel.
- Correlacionar la estabilidad física de las perlas de hidrogel con su estructura física.

## 6 METODOLOGÍA

### 6.1 MATERIALES

Las semillas de ajonjolí de color marrón claro, cuyo aceite es el material activo por encapsular, se obtuvieron de un mercado de la ciudad de Toluca, Estado de México.

Los cladodios de nopales (*Opuntia ficus indica*) se consiguieron en un centro comercial de Toluca, Estado de México, y se eliminaron. El contenido de humedad inicial fue de  $93.40 \pm 0.10\%$ . El alginato de sodio (AS) se obtuvo de la tienda FMC Corporación, ubicada en Toluca, Estado de México, con el nombre de "Protanal RF 6650 *alginate*", el cual se empleó como agente encapsulante.

El agua destilada que se utilizó durante la experimentación fue provista por el Laboratorio de Ingeniería Química de la Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México. Finalmente, los solventes y reactivos empleados fueron de grado analítico, obtenidos por la compañía Sigma Aldrich S.A. de C.V., en Toluca, Estado de México.

### 6.2 MÉTODOS

#### 6.2.1 EXTRACCIÓN DE ACEITE DE AJONJOLÍ Y MUCÍLAGO DE NOPAL

Se aplicó para la extracción del aceite de sésamo un método mecánico (prensado en frío) a temperatura ambiente. Para ello, 300 g de semillas de ajonjolí fueron colocados dentro de un émbolo de 40 cm de largo por 10 cm de diámetro, y éste a su vez fue colocado en una prensa hidráulica Tamer (modelo PHT-20, Shanghai, China), suministrando paulatinamente una presión sobre el pistón, hasta conseguir nueve ton de presión a temperatura ambiente (Alpizar-Reyes, et al., 2020). Posteriormente, el aceite que se extrajo se colocó en un vaso de precipitado y después se traspasó a frascos de vidrio color ámbar y éstos se almacenaron en una cámara de refrigeración a 5 °C.

Respecto al mucílago de los cladodios de nopal (MN), éste se extrajo empleando un proceso basado en la metodología narrada por Cortés-Camargo, et al. (2017). Primero, los cladodios del nopal fueron cortados en rebanadas con un área de contacto y un espesor de 36 cm<sup>2</sup> y  $2 \pm 0.2$  mm, respectivamente. Segundo, las rebanadas se pesaron y fueron colocadas en un recipiente de 3.5 L de acero inoxidable donde se agregó agua destilada en una proporción 1:2.5 nopal-agua. Esta mezcla se mantuvo agitándose a una temperatura de 86 °C, durante 2.5 horas, con un agitador del modelo BDC-3030 (Caframo, Ontario, Canadá). Tercero, la fase acuosa (MN) fue separada del sólido a través de decantación empleando una malla metálica del número 100. Una vez filtrada la fase acuosa, se extendió en bandejas de aluminio y se secó a una temperatura de 65 °C, durante cuatro horas, usando un horno de convección modelo HCX II (San-son plus, Estado de México, México).

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Posteriormente, se estandarizó el tamaño del MN en polvo con un tamiz del número 40 de 420  $\mu\text{m}$ . Finalmente, cuando se obtuvo el MN seco, éste fue resguardado dentro de un recipiente de plástico para impedir que se humedeciera durante su almacenaje.

### 6.2.2 FORMULACIÓN DE DISPERSIONES

Se formularon dos tipos de dispersiones con los dos biopolímeros: MN y AS, en una relación de agente dispersante (agente encapsulante) respecto al aceite de ajonjolí (núcleo) de 5:1, con una fracción volumétrica dispersa ( $\varphi$ ) de 0.01, las dispersiones acuosas de los biopolímeros fueron preparadas con una concentración de 2% (p/v).

La primera dispersión se realizó en una proporción 1:0 AS-MN (AS puro), y la segunda dispersión con una mezcla de AS-MN en una relación 1:2. En la siguiente tabla se enlistan las formulaciones de los sistemas para 100 g de cada dispersión.

**Tabla 3.** Formulación de los sistemas AS-MN.

Sistema	Aceite de ajonjolí (g)	AS (g)	MN (g)	H <sub>2</sub> O (g)
1	1	2	0	97
2		1	2	96

Primero, para preparar la fase dispersante, se disolvió la mezcla de los biopolímeros en agua destilada 24 horas antes de elaborar la dispersión y se adicionó azida de sodio al 0.3 %, con base en el total de gramos de la dispersión, con el fin de impedir el desarrollo de microorganismos. Luego, se agregó la fase dispersa gota a gota a la fase dispersante y se mezcló en el homogeneizador Ultra-Turrax T50 basic (IKA-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) a 5,200 rpm por 10 min, mediante un baño de hielo, evitando que la temperatura aumentara los 30 °C.

### 6.2.3 PRODUCCIÓN DE HIDROGELES EN FORMA DE ESFERAS

Para obtener los hidrogeles de AS-MN se siguió la metodología propuesta por Chan (2011) con algunas variaciones. Las dispersiones fueron extruidas mediante una aguja de 0.55 mm y se añadieron en una solución de 100 mL de CaCl<sub>2</sub> contenida en un vaso de precipitado, agitando a 300 rpm con un agitador mecánico por 60 min, con el fin de llevar a cabo la gelación y obtener cápsulas esféricas. Luego, la mezcla fue filtrada y las cápsulas producidas fueron lavadas con agua destilada. Posteriormente, se colocaron en una estufa a 45 °C durante 24 horas. Finalmente, las esferas secas se conservaron en un desecador para usarse posteriormente.

## 6.2.4 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DE LOS HIDROGELES

Los hidrogeles que se obtuvieron se dispusieron en placas de Petri y se situaron en desecadores con pentóxido de fósforo ( $P_2O_5$ ), el cual es un polvo blanco de carácter higroscópico, a temperatura ambiente por 20 días con el fin de disminuir su contenido de humedad (aproximadamente 2 % en base seca -b.s.-).

Para determinar experimentalmente las isotermas de adsorción de los hidrogeles a 25, 35 y 45 ( $\pm 0.1$ ) °C, se empleó el método de celdas de equilibrio estático, en un rango de  $a_w$  comprendido entre 0.105 y 0.846.

Para ello, se prepararon soluciones saturadas de distintas sales y se colocaron al fondo de pequeños desecadores (cinco desecadores por solución), dentro del rango de  $a_w$  indicado anteriormente.

**Tabla 4.** Actividad de agua de las soluciones de diferentes sales a las temperaturas de estudio.

Soluciones saturadas	T (°C)		
	25	35	45
LiCl	0.115	0.108	0.105
KC <sub>2</sub> H <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	0.237	0.215	0.206
MgCl <sub>2</sub>	0.329	0.318	0.313
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.443	0.436	0.433
MgNO <sub>3</sub>	0.536	0.515	0.506
NaNO <sub>2</sub>	0.654	0.628	0.614
NaCl	0.765	0.743	0.734
KCl	0.846	0.821	0.806

Después, se pesó una muestra de un gramo de hidrogeles por desecador en una balanza analítica (Ohaus mod AP-210S), empleando papel filtro Whatman del número 1, como medio para posibilitar la transferencia de humedad. Estos desecadores fueron colocados en estufas de convección forzada (marca Riossa, México) a las temperaturas de operación señaladas. Luego, las muestras se pesaron cada cinco días hasta alcanzar el equilibrio entre las muestras analizadas y las soluciones saturadas. Posteriormente, el contenido de humedad en el equilibrio de cada tipo de hidrogel se determinó mediante secado al vacío, a 60 °C, durante 24 h.

Es pertinente resaltar que, se propuso que el contenido de humedad en equilibrio fuera determinado en cuanto tres mediciones de peso consecutivas presentaran una diferencia menor a 0.001 g. Finalmente, la  $a_w$  se definió con un medidor de

actividad acuosa (modelo serie 3 TE, Pullman, WA, EE. UU.). Cabe mencionar que, todos los experimentos se ejecutaron por triplicado.

### 6.2.5 AJUSTE DEL PROCESO DE ADSORCION DE VAPOR DE AGUA EN LAS MICROCÁPSULAS A PARTIR DEL MODELO GAB

Los datos experimentales de las isothermas se elaboraron a partir de los valores del contenido de humedad en equilibrio ( $M$ ), frente a los valores de  $a_w$ , para cada temperatura y fueron ajustados al modelo teórico de GAB (2), por medio de un análisis de regresión no lineal usando el software Polymath 6.1. Cabe mencionar que, los puntos de cada isoterma se obtuvieron a partir de un promedio aritmético de tres determinaciones realizadas.

Además, a partir de la siguiente ecuación (14) los modelos de cada isoterma se ajustaron usando el módulo de desviación relativa media ( $E \%$ ). Dicho parámetro es un valor absoluto que correlaciona los datos experimentales y calculados para  $M$  (Rosa, et al., 2010). De acuerdo con Pérez-Alonso, et al. (2006), se considera un ajuste fiable cuando  $E \%$  es igual o menor al 5 %.

$$E \% = \frac{100}{N} \sum \frac{|M_i - M_{Ei}|}{M_i} \quad (14)$$

donde:

$M_i$ : contenido de humedad experimental observado para  $a_{wi}$

$M_{Ei}$ : contenido de la humedad estimado a partir de cada modelo en  $a_{wi}$

$N$ : número de observaciones

### 6.2.6 PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES (ENTALPÍA, ENTROPÍA Y ENERGÍA LIBRE DE GIBBS)

Posteriormente, se determinaron las cualidades termodinámicas diferenciales con base en los procedimientos descritos por Velázquez-Gutiérrez et al. (2021).

En primer lugar, el calor isostérico neto de sorción, o entalpía diferencial, proporciona una magnitud de las variaciones de energía que se producen al combinarse las moléculas de agua y el sorbente durante el proceso de sorción. Asimismo, proporciona información útil sobre la disponibilidad de sitios polares para el vapor de agua (Hidar, et al., 2018).

Esta propiedad se calculó a partir de la ecuación (9) establecida por Clausius-Clapeyron, debido a que, cuando se grafica el  $\ln(a_w)$  vs  $1/T$  para valores de humedad específicos, se consigue una línea recta de cuya pendiente ( $-\Delta H/R$ ) se puede determinar el calor isostérico neto de sorción. Además, para dicho procedimiento se realiza el supuesto de que  $\Delta H$  es invariante con la temperatura (Mousa, et al., 2014).

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Por otro lado, para hallar la entropía diferencial de sorción ( $\Delta S$ ) de las esferas de gel, la cual guarda relación con las fuerzas de unión o repulsión en el sistema (Hidar, et al., 2018), se usó la ecuación (12). Por último, la energía libre de Gibbs ( $\Delta G$ ), la cual indica la espontaneidad del proceso (Monte, et al., 2018), se evaluó mediante la ecuación (13).

### 6.2.7 MORFOLOGÍA DE LOS HIDROGELES POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

La técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) ayuda a generar imágenes de materiales para valorar sus características morfológicas, estructurales e incluso químicas (Clavijo, 2013).

Debido a que las técnicas de extracción, limpieza y secado llegan a alterar la estructura de los hidrogeles esféricos obtenidos, se emplean las imágenes de SEM para evaluar su morfología (Ahmadi, et al., 2024). Para ello, se colocaron las perlas en un porta muestras cilíndrico de acero, sujetándolas con cinta adhesiva de carbono de doble cara. Las muestras estuvieron recubiertas de oro y corridas bajo condiciones estándar de operación usando un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-IT100 (Jeol Co. Ltd., Tokio, Japón) con una aceleración de voltaje de 8 kV.

### 6.2.8 PROPIEDADES DE ADSORCIÓN

Los fenómenos de sorción (adsorción y/o desorción) pueden analizarse en términos de funciones termodinámicas, que proporcionan información importante sobre la estabilidad y la microestructura de los alimentos (como el área de la superficie de adsorción y tamaño de poro) (Contreras-Villegas, 2019).

El área superficial específica de adsorción ( $a_{sp}$ ) es esencial para determinar las propiedades de unión del agua con los alimentos. La superficie de adsorción de las muestras se determinó en función del valor del contenido de humedad en la monocapa ( $M_0$ ) mediante la ecuación (15), siendo este valor obtenido con el modelo de GAB (Zhang, et al., 2022).

$$a_{sp} = M_0 \frac{1}{PM_{H_2O}} N_A A_{H_2O} = 3.53 \times 10^3 M_0 \quad (15)$$

donde:

$a_{sp}$ : superficie de adsorción ( $m^2/g$  b.s.)

$M_0$ : contenido de humedad monocapa (g agua/g b.s.)

$N_A$ : número de Avogadro ( $6.02 \times 10^{23}$  moléculas/mol)

$A_{H_2O}$ : área de la molécula de agua ( $1.06 \times 10^{-19}$   $m^2$ /molécula)

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

$PM_{H_2O}$ : peso molecular del agua (18 g/mol).

Por otra parte, la evaluación de la distribución del tamaño de los poros en materiales porosos es de gran importancia para procesos de secado (Rosa, et al., 2010).

Los diámetros de poro de los adsorbentes pueden variar en tamaño y forma. Siempre que la forma de los poros es cilíndrica, se describen mediante un radio, y de acuerdo con el tamaño del radio, los adsorbentes pueden clasificarse en microporos (2 nm), mesoporos (entre 2 y 50 nm) y macroporos (mayores a 50 nm) (Masciarelli, et al., 2020). Además, durante el proceso de adsorción, los microporos se llenan con la sustancia adsorbida. Por otro lado, en los mesoporos se produce adsorción monomolecular y polimolecular, y también es posible la condensación capilar (donde las moléculas de vapor se adsorben en las paredes de los materiales mesoporosos y luego se forma una película condensada adsorbida debido al efecto de depresión de la presión de vapor saturada del vapor confinado). Los macroporos, en cambio, transportan las sustancias adsorbidas desde la superficie de las partículas a los poros de menor diámetro (Ociecek & Zieba, 2020; Hattori, et al., 2013).

Dicha depresión de la presión de vapor saturado se describe mediante la ecuación de Kelvin (19) (Hattori, et al., 2013), la cual permite determinar la distribución del tamaño de poro en el intervalo de mesoporos -donde se produce la condensación capilar o el llenado de poros- (Moraes & Pinto, 2012). Por lo que se usó esta ecuación para el cálculo del radio crítico ( $r_c$ ) de los hidrogeles, suponiendo la forma cilíndrica de los capilares (Ociecek, et al., 2022):

$$\ln a_w = \frac{2\sigma V_M}{r_c RT} \quad (16)$$

Reordenando:

$$r_c = \frac{2\sigma V_M}{RT \ln a_w} \quad (17)$$

Donde:

$r_c$ : radio crítico (m)

$V_M$ : volumen molar del líquido (g/mol)

$\sigma$ : tensión superficial del líquido (N/m)

$R$ : constante universal de los gases (8.314 kJmol<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>)

$T$ : temperatura (K)

Sin embargo, esta ecuación no ofrece de forma directa el radio del poro, sino el tamaño del radio menos el espesor de la capa adsorbida existente cuando ocurre el

cambio de fase. Por lo tanto, para obtener el radio de poro, se tiene que sumar el radio del cuerpo más el de la capa adsorbida (Hernández, et al., 2005).

Diversos métodos intentan tener en cuenta el crecimiento de la película acoplando la ecuación de Kelvin con una isoterma estándar, o "curva  $t$ ", para describir el espesor de la película de precondensación en las paredes de los poros (Rosa, et al., 2010). De esta forma, se empleó la ecuación de Halsey (20) para predecir el grosor de la multicapa de agua adsorbida (Neagu, et al., 2020).

$$t = 0.354 \left[ \frac{-5}{\ln a_w} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (18)$$

Donde:

$t$ : espesor de la multicapa de agua adsorbida (nm)

Por último, el tamaño de poro efectivo de sorción ( $r_p$ ) se obtuvo entonces mediante la suma del radio crítico y el espesor de la multicapa a partir de la siguiente expresión de acuerdo con Neagu, et al. (2020):

$$r_p = r_c + t \quad (19)$$

## 7 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 7.1 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DE LOS HIDROGELES

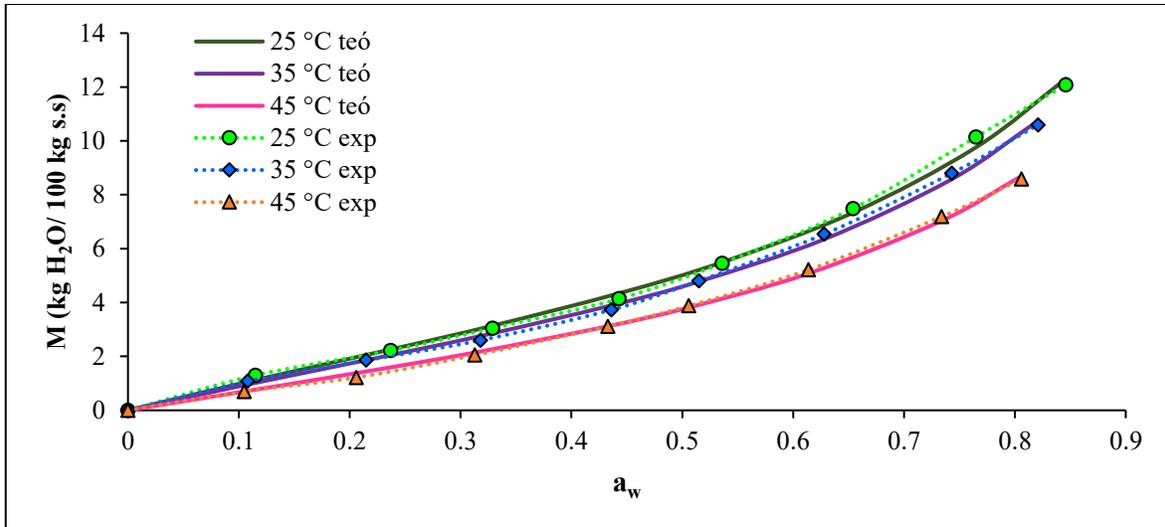
A partir de los datos experimentales obtenidos se graficaron la isotermas de adsorción de vapor de agua (Figura 16 y 17). Estas isotermas resultantes son sigmoideas tipo II, de acuerdo con la clasificación de BDDT -Brunauer, Deming, Deming y Teller, de 1940- (Coscarello, et al., 2023).

El efecto de la temperatura sobre las isotermas de adsorción en ambos sistemas puede observarse en estas figuras. Para un valor constante de la actividad del agua, hay una reducción en el contenido de humedad en el equilibrio, cuando aumenta la temperatura. Esto se puede deber a un aumento del grado de desorden molecular del agua adsorbida en la superficie del hidrogel, ya que, al variar la temperatura, también varía la excitación de las moléculas, así como la distancia y, por tanto, la atracción entre ellas (Garcia da Silva, 2020). Es decir, cuando la temperatura es baja, las fuerzas de atracción intermoleculares entre los sitios polares activos dentro de la película y las moléculas de vapor de agua son fuertes, debido a la menor energía cinética de las moléculas de vapor (UNAM, 2023). Sin embargo, a medida que aumenta la temperatura, también lo hace la energía cinética de las moléculas de vapor de agua entrantes y, por tanto, no se unen tan fuertemente a los sitios activos disponibles, lo que ocasiona una disminución de la captación de equilibrio (Bajpai, et al., 2017).

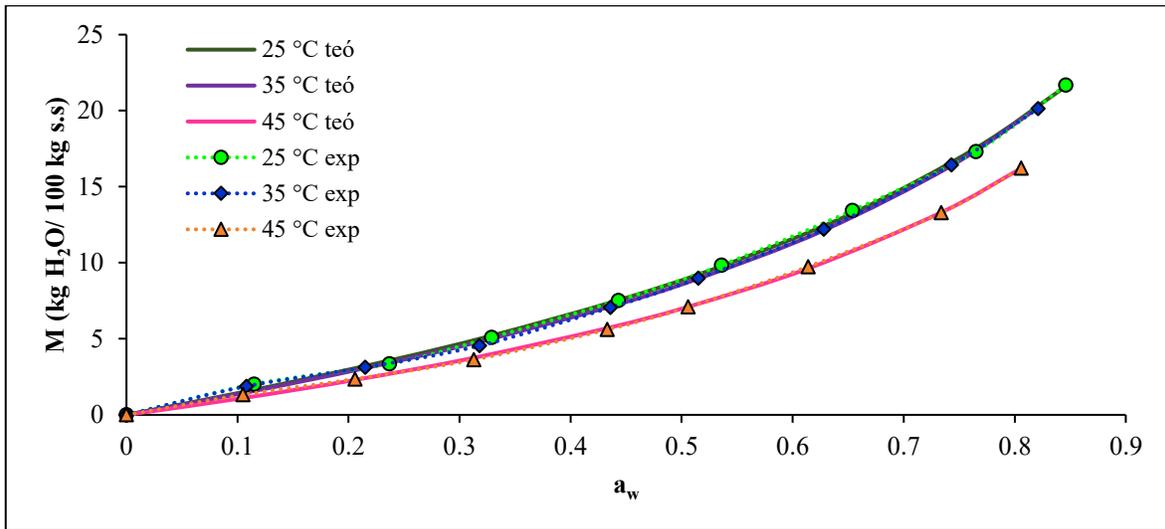
Este mismo comportamiento se observó en los estudios de Erbas et al. (2005) donde la sémola y la harina (dos productos amiláceos), adsorbieron más agua a bajas temperaturas que a altas temperaturas, así como en las microcápsulas de un sistema nutracéutico del estudio de Pavón-García et al. (2015), donde la tendencia del contenido de humedad de equilibrio fue disminuir al aumentar la temperatura.

Ahora, comparando entre ambos tipos de hidrogeles, los rangos del contenido de humedad de equilibrio  $M$  van de 0 a 14 kg H<sub>2</sub>O/100 kg s.s. para los hidrogeles con AS puro, mientras que para los hidrogeles con la mezcla AS-MN van de 0 a 25 kg H<sub>2</sub>O/100 kg s.s.

Se observa que poseen un valor mayor de  $M$  en los hidrogeles de la mezcla biopolimérica, que los de AS puro, debido a las características estructurales de la mezcla, ya que posee más sitios polares (o activos) debido a la presencia del mucílago de nopal, donde sus moléculas son capaces de unirse a más moléculas de vapor de agua (Herrera, et al., 2021), extendiendo así la capacidad de adsorber mayor cantidad de humedad, lo cual puede conllevar eventualmente a ser un sistema menos estable que los hidrogeles producidos únicamente con alginato de sodio (Velazquez-Gutiérrez, et al., 2021).



**Figura 16.** Isothermas de adsorción experimentales y estimadas para el sistema AS-MN 1:0 @ 25, 35 y 45 °C.



**Figura 17.** Isothermas de adsorción experimentales y estimadas para el sistema AS-MN 1:2 @ 25, 35 y 45 °C.

Posteriormente se ajustaron mediante una regresión no lineal los datos experimentales de la isothermas de ambos sistemas (AS-MN 1:0 y AS-MN 1:2) a 25, 35 y 45 °C, con el modelo de GAB.

En las Tablas 5 y 6 se presenta un resumen de los resultados obtenidos a partir del modelo de GAB, con sus respectivas constantes, además de los valores de  $r^2$  y del % E para cada sistema.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

En general, este modelo presentó un buen ajuste de los datos experimentales, dando coeficientes de correlación ( $r^2$ ) superiores a 0.99 y un % E en promedio para las tres temperaturas inferior al 5 %.

Los datos que se obtuvieron por medio del software Polymath fueron los siguientes:

**Tabla 5.** Parámetros calculados del modelo GAB para el sistema AS-MN 1:0.

<b>T (°C)</b>	<b>M<sub>0</sub></b>	<b>C</b>	<b>k</b>	<b>r<sup>2</sup></b>	<b>Varianza</b>	<b>% Error</b>
<b>25</b>	4.6075	2.7990	0.8032	0.9977	0.0501	3.9202
<b>35</b>	4.1287	2.7623	0.8200	0.9983	0.0291	3.6603
<b>45</b>	3.6073	2.2919	0.8202	0.9986	0.0154	3.2038

**Tabla 6.** Parámetros calculados del modelo GAB para el sistema AS-MN 1:2.

<b>T (°C)</b>	<b>M<sub>0</sub></b>	<b>C</b>	<b>k</b>	<b>r<sup>2</sup></b>	<b>Varianza</b>	<b>% Error</b>
<b>25</b>	12.5741	1.5507	0.7036	0.9993	0.0495	3.9177
<b>35</b>	11.6430	1.5395	0.7287	0.9993	0.0418	3.9136
<b>45</b>	10.4165	1.3190	0.7237	0.9996	0.0150	3.2152

Recordando que el contenido de humedad en la monocapa ( $M_0$ ) es el contenido de humedad necesario (óptimo) para alcanzar una alta estabilidad de almacenamiento y para mantener la calidad general de los productos deshidratados (Prasantha, 2018). Se aprecia en las tablas 5 y 6, así como en la figura 16 que, los valores de este parámetro se encuentran entre los intervalos de 4.6 a 3.6 para el sistema 1, y de 12.5 a 10.4 para el sistema 2, estos valores indican que el  $M_0$  no se ve afectado significativamente por el incremento de la temperatura en ambos sistemas (ver figura 16).

También se observa que a una misma temperatura, el  $M_0$  es mayor para los hidrogeles conformados por la mezcla AS-MN, que para aquellos de AS puro, lo cual se debe a la estructura química del mucilago de nopal, que es capaz de adsorber mayor cantidad de agua que el alginato puro. En el sistema 1, es posible que la estructura de “caja de huevos” que caracteriza al AS, obstaculice la adsorción de moléculas de agua al no hallar éstas espacio para unirse a los grupos funcionales polares del AS tan fácilmente. Mientras que, en el segundo sistema, la estructura del MN es una cadena mucho más larga, por lo que la presencia de varios grupos polares (hidroxilo y carboxilo), proporciona más sitios para la unión de moléculas de vapor de agua en comparación con la pared de AS puro (Bajpai, et al., 2017; Pongjanyakul & Puttipatkhachorn, 2007).

En cuanto al valor de C, éste tiende a permanecer constante en el rango de 2.7 a 2.2 para el sistema 1, y de 1.5 a 1.3 para el sistema 2.

El parámetro C representa la fuerza de unión de las moléculas de agua a los sitios de unión primarios en la superficie de la muestra (monocapa). Cuanto más altos son

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

los valores de  $C$ , más fuertes son los enlaces entre las moléculas de agua de la monocapa y los puntos de unión de la superficie del sorbente, por lo que, este valor también se relaciona con el calor isostérico de sorción (Talens, et al., 2018). Aunque otras fuentes indican que el valor de  $C$  únicamente es de carácter empírico y sin ningún significado físico concreto (Ambros, et al., 2018).

Los resultados expuestos en las Tablas 5 y 6 muestran que se obtuvieron valores de  $C$  más bajos para los hidrogeles de la mezcla de AS-MN, con respecto a los hidrogeles de AS puro, lo cual indica una menor cantidad de calor liberado por aquellos hidrogeles de AS-MN durante el proceso de adsorción. De acuerdo con Ociecek & Zieba (2020), las fuertes interacciones exotérmicas entre el adsorbente y el adsorbato pueden dar lugar a una disminución de la temperatura del proceso y a valores de  $C$  más elevados, tal como se muestra en este estudio.

Por otra parte, el parámetro  $K$  también permanece constante en el rango de temperaturas de 25 a 45 °C para ambos sistemas, siendo de 0.8 para el sistema AS-MN 1:0 y de 0.7 para el sistema AS-MN 1:2. Dichos valores se sitúan entre 0.7 y 1, como lo marca la literatura (Labuza & Altunakar, 2020), además de que, por ser menores a 1, sugieren que las moléculas de agua en la superficie de la monocapa se encuentran bien acomodadas y más fuertemente unidas que las presentes en las multicapas (Tavares, et al., 2023).

De acuerdo con Ociecek & Zieba (2020), los valores del parámetro  $K$  sirven para corregir las propiedades de las moléculas que constituyen la multicapa en relación con la fase líquida; analizando los valores de  $K$  obtenidos, se muestra que fueron muy similares en los dos tipos de hidrogeles, lo que permite hipotetizar que el estado energético de las moléculas de agua que constituyen el sistema multicapa fue similar para ambos sistemas.

## **7.2 PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DIFERENCIALES**

El calcular las propiedades termodinámicas (entalpía diferencial, entropía diferencial y energía libre de Gibbs) tiene como fin el proporcionar una comprensión de las propiedades del agua y de los requisitos energéticos asociados al comportamiento de sorción (McMinn & Magee, 2003). Estas propiedades termodinámicas fueron calculadas a partir del modelo de GAB.

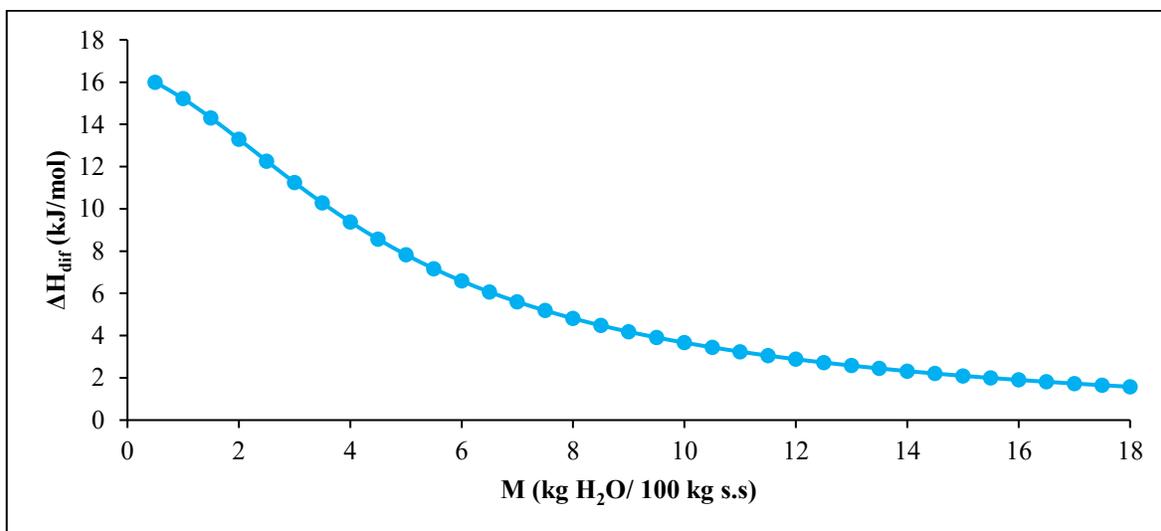
### **7.2.1 ENTALPÍA DIFERENCIAL**

Se puede apreciar en las figuras 18 y 19 el comportamiento de la entalpía diferencial ( $\Delta H_{Dif}$ ) con respecto al contenido de humedad. Se observa que para ambos sistemas encapsulados, la entalpía comienza con valores más altos, pero que, conforme aumenta el contenido de humedad, la entalpía va disminuyendo.

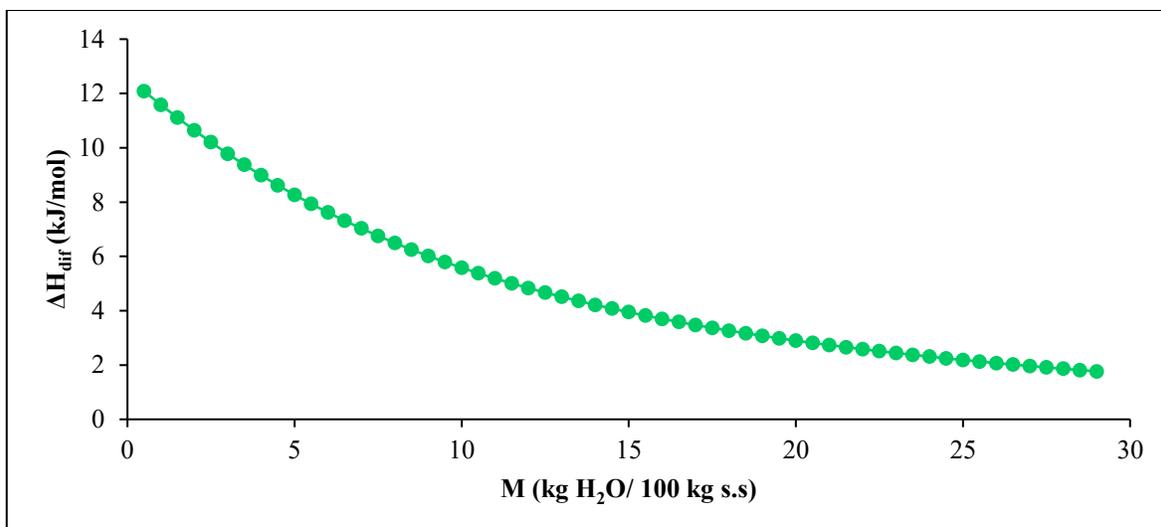
Este comportamiento se puede describir de la siguiente manera: en el sistema 1 de AS puro en la pared del gel, se percibe que, al comienzo del proceso de adsorción, a un contenido de humedad de 1.5 kg H<sub>2</sub>O/100 kg s.s., la  $\Delta H_{Dif}$  es de **-14.3029 kJ/mol**, mientras que para el mismo valor de M, pero en el sistema 2 que corresponde a la mezcla de AS-MN en la película, la  $\Delta H_{Dif}$  es de **-11.1077 kJ/mol**. Analizando tal comportamiento, se puede afirmar que requiere de mayor energía una mol de gel conformada por AS puro para adsorber una molécula de agua, que la que requeriría una mol de gel conformada por la mezcla. Sin embargo, a partir de un contenido de humedad de 4.5 hasta 18 H<sub>2</sub>O/100 kg s.s, en ambos sistemas, el comportamiento anteriormente observado se invierte, es decir que, en la región de las multicapas, los geles conformados por la mezcla AS-MN necesitan más energía para adsorber agua (Alpizar-Reyes, et al., 2018).

De acuerdo con el trabajo de Togrul & Arslan (2006), a bajos contenidos de humedad, el agua se adsorbe en los sitios de unión más fuertes de la superficie externa del sólido. A medida que aumenta el contenido de humedad, el material tiende a hincharse, abriendo nuevos sitios de unión para que se fijen las moléculas de agua. Dado que el calor isostérico de sorción o entalpía diferencial es la cantidad de energía necesaria para eliminar el agua del sólido, cuanto mayor sea dicho valor, más fuertemente se unirá el agua (Ciro, et al., 2008).

Además, a partir de las gráficas presentadas, se demostró que la entalpía diferencial disminuye con el aumento de la cantidad de agua absorbida, lo que es indicativo de una menor interacción con el agua, es decir, de una menor energía de enlace. Por lo tanto, se puede afirmar que el calor isostérico depende fuertemente del contenido de humedad, donde la energía necesaria para la adsorción aumenta a bajo contenido de humedad de equilibrio (Alamri, et al., 2018).



**Figura 18.** Entalpía diferencial de adsorción del sistema AS-MN 1:0



**Figura 19.** Entalpía diferencial de adsorción del sistema AS-MN 1:2.

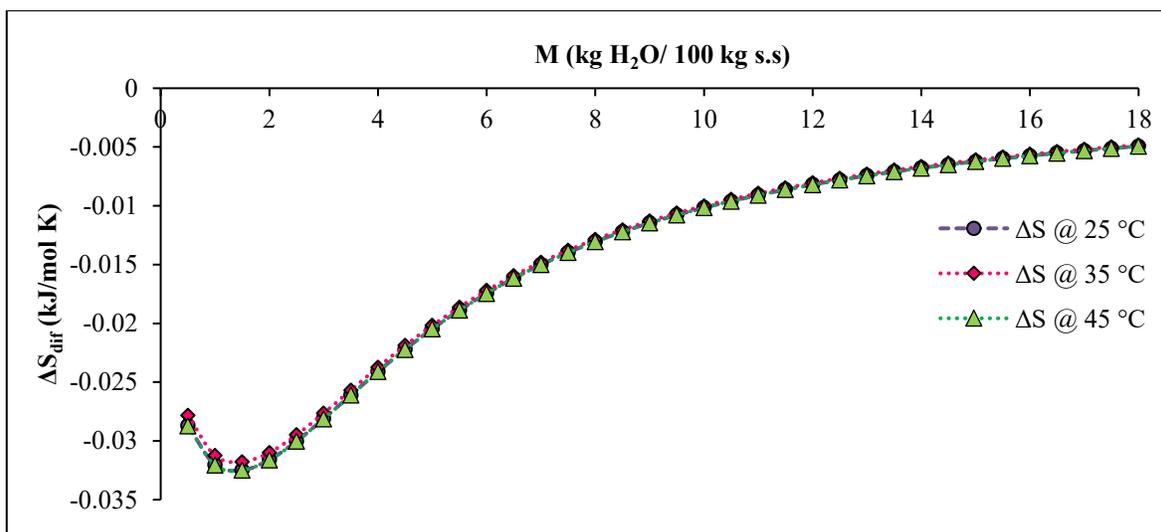
## 7.2.2 ENTROPÍA DIFERENCIAL

Las figuras 20 y 21 muestran la entropía diferencial en ambos sistemas como función del contenido de humedad a 25, 35 y 45 °C. Estos gráficos muestran un primer comportamiento donde se puede apreciar que los valores de  $\Delta S_{Dif}$  son muy similares a las temperaturas de 25, 35 y 45 °C para cada uno de los sistemas, por lo que se puede afirmar que el cambio en la temperatura no afecta dicha propiedad diferencial.

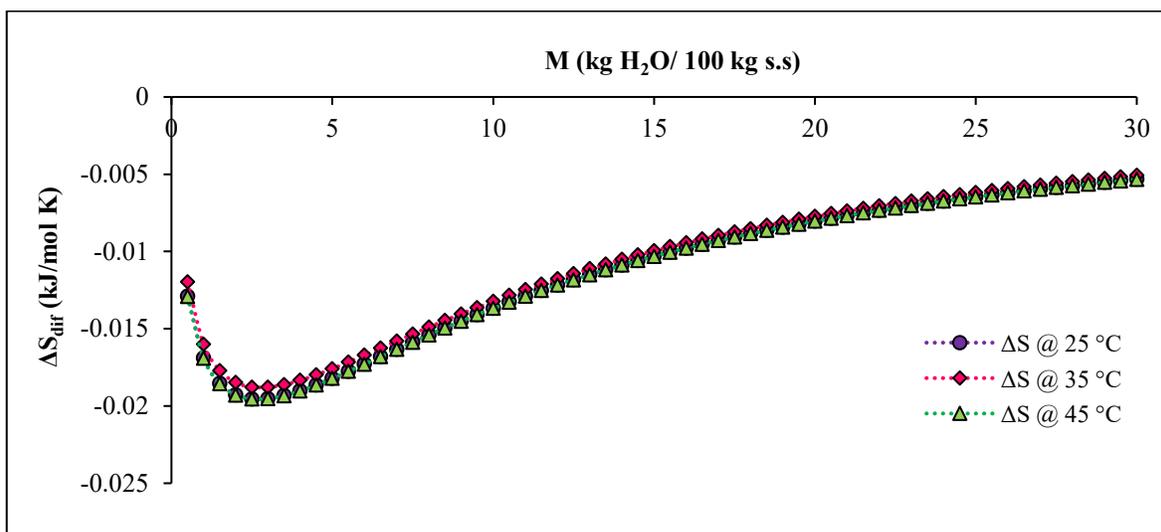
En cambio, en un segundo comportamiento, ambos sistemas, muestran inicialmente una disminución en la  $\Delta S_{Dif}$  conforme comienza a incrementarse el contenido de humedad en el equilibrio hasta alcanzar un mínimo. Posteriormente, a partir de un contenido de humedad de 2 kg H<sub>2</sub>O/100 kg s.s para el sistema de AS puro, y a partir de 3.5 kg H<sub>2</sub>O/100 kg s.s en el sistema de la mezcla de AS-MN, los valores de  $\Delta S_{Dif}$  empezaron a incrementarse conforme el contenido de humedad en el equilibrio aumentaba.

Para tratar de analizar el segundo comportamiento, es importante mencionar que, la entropía diferencial de un material es proporcional al número de sitios de adsorción disponibles en un nivel de energía específico (Hssaini, et al., 2022). En este sentido, el segundo comportamiento observable, describe que la disminución de la entropía diferencial se debe a que, cuando el contenido de humedad en el equilibrio es bajo, el número de sitios de adsorción disponibles es alto y se requiere menor energía para que las moléculas de agua se adsorban en la monocapa del sólido (Alvarado, 2012); mientras que, cuando se incrementa el contenido de humedad en el equilibrio, se tienen menos sitios activos en el sólido, y por ende se requiere de mayor energía para enlazar mayor número de moléculas de agua en las

multicapas del sólido (Mazian, et al., 2023). Por lo tanto, los geles pueden adsorber fácilmente moléculas de agua en el rango de 0.5 a 1.5 de contenido de humedad (Gu, et al., 2021). En otras palabras, la disminución de  $\Delta S_{Dif}$  indica una restricción en la movilidad de las moléculas de agua porque los sitios disponibles se saturaron (Mendonça-Esquerdo, et al., 2019).



**Figura 20.** Entropía diferencial de adsorción del sistema AS-MN 1:0



**Figura 21.** Entropía diferencial de adsorción del sistema AS-MN 1:2

### 7.2.3 ENERGÍA LIBRE DE GIBBS

Los valores de energía libre de Gibbs evidenciaron la espontaneidad del proceso de adsorción de vapor de agua sobre la superficie de los hidrogeles. Los valores negativos de  $\Delta G$  (Figuras 22 y 23) indicaron que el comportamiento de los hidrogeles siguió un proceso espontáneo, en el que el sólido no requiere la adición de energía del entorno para que se produzca el fenómeno físico (adsorción) (Shirkole, et al., 2019).

Además,  $\Delta G$  aumenta con el contenido de humedad en el equilibrio, así como la temperatura, para los hidrogeles en todos los rangos de contenido de humedad, lo que indica que, cuanto menor es la temperatura, más espontáneo es el proceso de adsorción (Bastioğlu, et al., 2017).

Por otro lado, en los sistemas de estudio del presente trabajo, no existe un entrecruzamiento de  $\Delta G$  con la temperatura, es decir, las curvas en ambos sistemas no muestran una tendencia en la cual se crucen entre ellas, lo cual indicaría que, a altos contenidos de humedad, se volvería un proceso endotérmico -en lugar de exotérmico-, debido a la disolución de los agentes encapsulantes en el agua. Por lo que se puede afirmar que todo el proceso de adsorción de agua es exotérmico únicamente (Collazos-Escobar, et al., 2020).

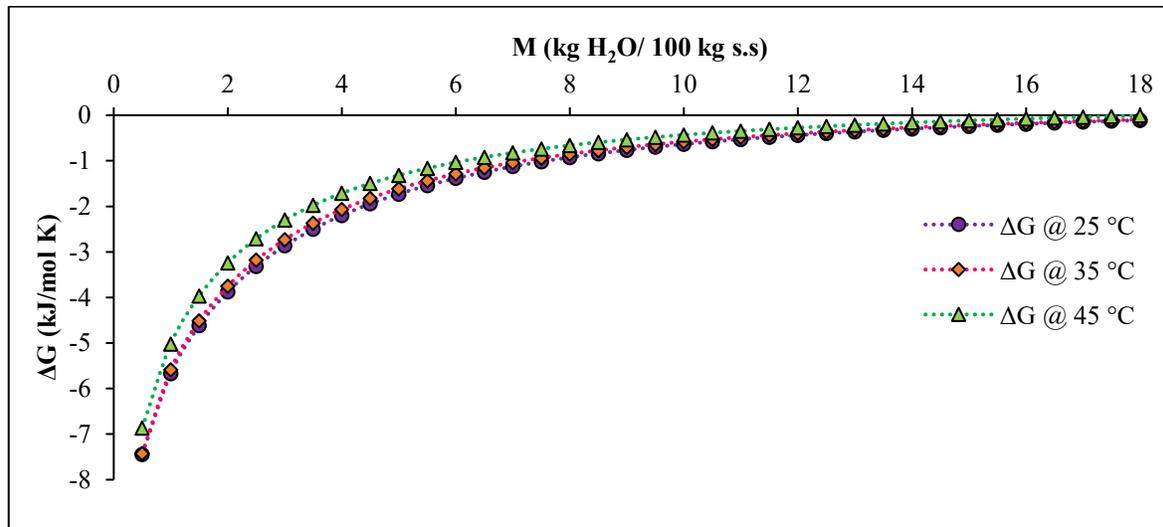


Figura 22. Energía libre de Gibbs del sistema AS-MN 1:0

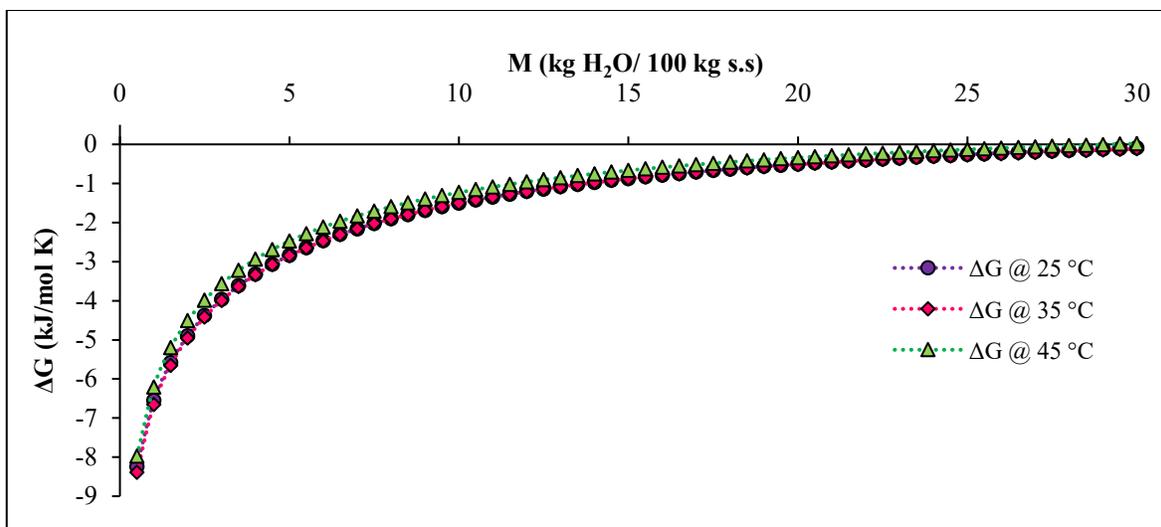


Figura 23. Energía libre de Gibbs del sistema AS-MN 1:2

### 7.3 MORFOLOGÍA DE LOS HIDROGELES

Las muestras de perlas de hidrogel de los sistemas AS-MN 1:0 y AS-MN 1:2 se analizaron con la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés), con el objetivo de conocer y analizar sus estructuras físicas, generadas por los agentes encapsulantes y por el proceso de encapsulación (gelación iónica).

De las figuras 24 y 25 se contempla que los hidrogeles de ambos sistemas tuvieron una forma semiesférica con pequeñas grietas superficiales. De acuerdo con la literatura, los hidrogeles con una tendencia más esférica presentan mayor estabilidad debido a la reducción del área superficial, que conlleva a un mejor ordenamiento de las moléculas de vapor de agua en la monocapa de las perlas de hidrogel (Polekkad , et al., 2021).

Comparando los dos sistemas, los hidrogeles de AS puro (Figura 24) muestran paredes relativamente colapsadas o ligeras grietas y algunas protuberancias, a pesar de su esfericidad, en comparación con los hidrogeles conformados por la mezcla biopolimérica; esto se debe a que el AS propicia la formación de paredes porosas que son susceptibles a colapsarse en medios acuosos (Marszałek, 2022).

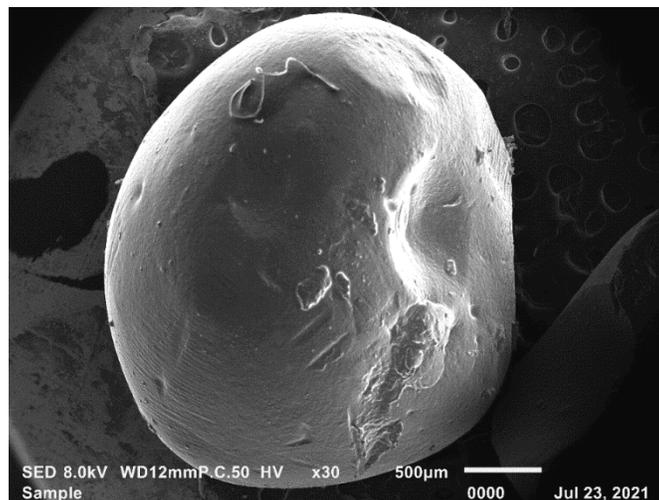
Por otra parte, los hidrogeles de la mezcla AS-MN (Figura 25) tienen una apariencia lisa, un tanto más alargada (oblicua) y por ello menos esférica que las de AS puro. Esto se puede deber a dos situaciones. La primera de ellas es que, las perlas de la mezcla adquieren dicha forma porque, durante el proceso de gelación iónica, poseen una menor estabilidad mecánica en la estructura que forma el MN con el calcio, en contraste con la del alginato-calcio (Velázquez-Gutiérrez, et al., 2020). Como se refiere en el apartado 2.4.5.2, el alginato posee cadenas de ácido L-gulurónico (G) que, al ocurrir la dimerización, forma la “caja de huevos” que crea una estructura propicia para que los iones de  $\text{Ca}^{2+}$  se unan fácilmente a los átomos

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

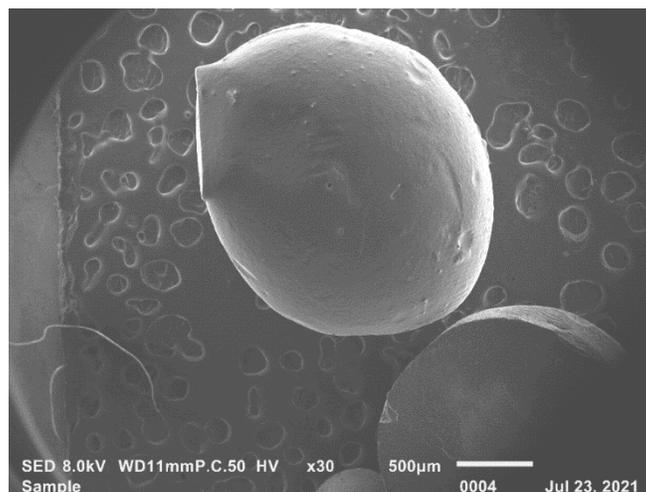
de O<sub>2</sub> de los grupos carboxilo (Wang, et al., 2022). Por lo que, la presencia de dichos dímeros, proporciona configuraciones más fuertes en la formación del hidrogel.

De modo que, al secarse las perlas, la prevalencia en la esfericidad va a depender también de la interacción entre los biopolímeros y la solución de CaCl<sub>2</sub>.

La segunda razón, es que la esfericidad de los hidrogeles también se puede asociar a distintos factores durante el proceso de encapsulación. Dicho atributo se puede explicar con la información del apartado 2.3.3.2, donde se menciona que la viscosidad de la fase dispersa (aceite de ajonjolí), al gotear sobre la fase dispersante (AS o mezcla de biopolímeros), así como la altura con la que gotea la primera fase sobre la segunda, se relacionan directamente con la tensión superficial y el tiempo que transcurre para lograr una correcta encapsulación (Contreras & Torres, 2022).



**Figura 24.** Micrografía de hidrogel de AS puro.



**Figura 25.** Micrografía de hidrogel de la mezcla AS-MN 1:2.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

## 7.4 PROPIEDADES DE ADSORCIÓN

### 7.4.1 ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA

Las tablas 7 y 8 muestran los resultados que se obtuvieron para el área superficial específica en los dos sistemas de hidrogeles. Se aprecia que para ambos sistemas, el  $a_{sp}$  disminuye conforme aumenta la temperatura. Dicho comportamiento indica que los sitios activos en la monocapa son menos prevalentes a altas temperaturas (León-Martínez, et al., 2010). Además, concuerda con lo enunciado por Quirijns, et al. (2005), quienes establecieron que, a medida que aumenta el contenido de humedad, la mayoría de los sitios activos se ocupan y la adsorción se produce en sitios menos activos. En otras palabras, dicho comportamiento se debe a la disminución de sitios activos para que puedan enlazarse moléculas de vapor de agua a la superficie de la pared encapsulante.

Esta misma tendencia se logra apreciar en el trabajo de Rakshit et al. (2014) con el “wadi”, un producto a base de legumbres, donde el valor de  $a_{sp}$  disminuyó de 267.3 a 186.8 m<sup>2</sup>/g, al aumentar la temperatura de 15 a 45 °C. El autor también indica que esto puede deberse a la pérdida de algunos sitios de adsorción de humedad como resultado de algunos cambios físicos y químicos al aumentar la temperatura.

Por otra parte, en este trabajo se observa que los hidrogeles que contienen la matriz de AS puro tuvieron valores desde 126 a 160 m<sup>2</sup>/g, los cuales fueron mucho menores, comparados con aquellos cuya matriz contiene la mezcla de AS y MN, que van de los 364 a 440 m<sup>2</sup>/g. Tal diferencia se puede deber a que los geles que contienen únicamente AS en su pared son menos hidrofílicos, puesto que poseen menos sitios activos disponibles por la propia estructura o composición química de dicho compuesto. El AS contiene menos grupos polares, a comparación de la mezcla biopolimérica AS-MN, la cual posee grupos hidroxilo y carboxilo en su larga cadena (Bajpai, et al., 2017; Pongjanyakul & Puttipipatkachorn, 2007).

Tabla 7. Área superficial específica para el sistema AS-MN 1:0.

T (°C)	$M_0$ (kg H <sub>2</sub> O/100 kg s.s.)	$M_0$ (kg H <sub>2</sub> O/kg s.s.)	$a_{sp}$ (m <sup>2</sup> /g)
25	4.6075470	0.0460755	161.2641
35	4.1287740	0.0412877	144.5071
45	3.6073630	0.0360736	126.2577

**Tabla 8.** Área superficial específica para el sistema AS-MN 1:2.

T (°C)	$M_0$ (kg H <sub>2</sub> O/100 kg s.s.)	$M_0$ (kg H <sub>2</sub> O/kg s.s.)	$a_{sp}$ (m <sup>2</sup> /g)
<b>25</b>	12.5741000	0.1257410	440.0935
<b>35</b>	11.6430200	0.1164302	407.5057
<b>45</b>	10.4165500	0.1041655	364.5793

#### 7.4.2 RADIO DE PORO

En el caso de los hidrogeles con pared de AS puro, el  $r_p$  oscila entre 0.7 y 271 nm. Mientras que para los hidrogeles recubiertos con la mezcla de AS-MN 1:2 el radio de poro va de los 0.7 a los 376 nm (tablas 9 y 10) en el intervalo de temperatura estudiado.

Recordando que los poros se clasifican de acuerdo con su tamaño (IUPAC), ambos tipos de perlas poseen micro (< 2nm), mesoporos (2-50 nm) y macroporos (> 50 nm), aunque estos últimos llegan a existir solo para ciertos contenidos de humedad (17 a 18 kg H<sub>2</sub>O/kg s.s en el sistema 1, y de 27 a 30 kg H<sub>2</sub>O/kg s.s para el sistema 2), a la temperatura de 45 °C. Por otro lado, en el primer sistema se tienen microporos en un contenido de humedad menor a 4 kg H<sub>2</sub>O/kg s.s, y en el segundo sistema hasta un contenido de humedad menor a 7 kg H<sub>2</sub>O/kg s.s.

Resulta interesante ver cómo el radio de poro se incrementa al aumentar la temperatura y el contenido de humedad, lo cual se debe posiblemente a que los hidrogeles al adsorber agua, van ganando tamaño, es decir, sufren un hinchamiento favoreciendo un incremento en el tamaño de poro, produciendo una mayor capacidad de adsorción de humedad en las monocapas de los hidrogeles, y de esta manera la morfología de los hidrogeles conlleva a modificar su estructura interna y externa, favoreciendo la presencia de pequeñas grietas o ligeros cambios en su forma esférica, como lo constata el análisis morfológico de los hidrogeles.

**Tabla 9.** Radio de poro (nm) estimado del sistema AS-MN 1:0 a diferentes temperaturas y contenidos de humedad.

<b>M</b> (kg H <sub>2</sub> O / 100 kg s.s.)	<b>T (°C)</b>			<b>M</b> (kg H <sub>2</sub> O / 100 kg s.s.)	<b>T (°C)</b>		
	<b>25</b>	<b>35</b>	<b>45</b>		<b>25</b>	<b>35</b>	<b>45</b>
<b>0.5</b>	0.7678	0.7646	0.7990	<b>9.5</b>	4.6402	4.9162	6.1876
<b>1</b>	0.9168	0.9184	0.9788	<b>10</b>	5.0290	5.3363	6.8104
<b>1.5</b>	1.0530	1.0612	1.1494	<b>10.5</b>	5.4519	5.7941	7.5104
<b>2</b>	1.1896	1.2060	1.3243	<b>11</b>	5.9138	6.2952	8.3034
<b>2.5</b>	1.3315	1.3575	1.5083	<b>11.5</b>	6.4204	6.8461	9.2096
<b>3</b>	1.4812	1.5181	1.7038	<b>12</b>	6.9786	7.4547	10.2559
<b>3.5</b>	1.6402	1.6889	1.9125	<b>12.5</b>	7.5970	8.1310	11.4781
<b>4</b>	1.8095	1.8710	2.1357	<b>13</b>	8.2861	8.8872	12.9256
<b>4.5</b>	1.9898	2.0649	2.3749	<b>13.5</b>	9.0588	9.7385	14.6681
<b>5</b>	2.1821	2.2716	2.6316	<b>14</b>	9.9319	10.7046	16.8077
<b>5.5</b>	2.3870	2.4918	2.9076	<b>14.5</b>	10.9264	11.8108	19.4995
<b>6</b>	2.6056	2.7267	3.2052	<b>15</b>	12.0701	13.0906	22.9923
<b>6.5</b>	2.8390	2.9774	3.5269	<b>15.5</b>	13.4000	14.5888	27.7107
<b>7</b>	3.0885	3.2454	3.8759	<b>16</b>	14.9660	16.3676	34.4448
<b>7.5</b>	3.3555	3.5324	4.2558	<b>16.5</b>	16.8382	18.5151	44.8532
<b>8</b>	3.6420	3.8405	4.6710	<b>17</b>	19.1173	21.1606	63.1072
<b>8.5</b>	3.9499	4.1719	5.1268	<b>17.5</b>	21.9539	24.5024	103.5760
<b>9</b>	4.2817	4.5294	5.6297	<b>18</b>	25.5831	28.8599	271.2859

**Tabla 10.** Radio de poro (nm) estimado del sistema AS-MN 1:2 a diferentes temperaturas y contenidos de humedad.

M (kg H <sub>2</sub> O / 100 kg s.s.)	T (°C)			M (kg H <sub>2</sub> O / 100 kg s.s.)	T (°C)		
	25	35	45		25	35	45
<b>0.5</b>	0.7201	0.7084	0.7274	<b>15.5</b>	4.0021	3.9036	4.9160
<b>1</b>	0.8333	0.8199	0.8517	<b>16</b>	4.1908	4.0819	5.1928
<b>1.5</b>	0.9265	0.9118	0.9560	<b>16.5</b>	4.3902	4.2695	5.4904
<b>2</b>	1.0114	0.9958	1.0525	<b>17</b>	4.6013	4.4673	5.8113
<b>2.5</b>	1.0925	1.0761	1.1457	<b>17.5</b>	4.8252	4.6763	6.1585
<b>3</b>	1.1718	1.1546	1.2376	<b>18</b>	5.0630	4.8973	6.5356
<b>3.5</b>	1.2505	1.2325	1.3295	<b>18.5</b>	5.3163	5.1315	6.9466
<b>4</b>	1.3295	1.3107	1.4224	<b>19</b>	5.5866	5.3802	7.3964
<b>4.5</b>	1.4092	1.3897	1.5169	<b>19.5</b>	5.8757	5.6447	7.8911
<b>5</b>	1.4903	1.4699	1.6135	<b>20</b>	6.1858	5.9269	8.4379
<b>5.5</b>	1.5729	1.5516	1.7125	<b>20.5</b>	6.5192	6.2284	9.0455
<b>6</b>	1.6574	1.6351	1.8145	<b>21</b>	6.8789	6.5514	9.7252
<b>6.5</b>	1.7442	1.7207	1.9198	<b>21.5</b>	7.2680	6.8984	10.4905
<b>7</b>	1.8334	1.8086	2.0287	<b>22</b>	7.6905	7.2723	11.3593
<b>7.5</b>	1.9253	1.8991	2.1416	<b>22.5</b>	8.1508	7.6762	12.3544
<b>8</b>	2.0201	1.9923	2.2589	<b>23</b>	8.6546	8.1142	13.5058
<b>8.5</b>	2.1182	2.0885	2.3810	<b>23.5</b>	9.2083	8.5908	14.8542
<b>9</b>	2.2197	2.1879	2.5082	<b>24</b>	9.8198	9.1114	16.4556
<b>9.5</b>	2.3249	2.2908	2.6412	<b>24.5</b>	10.4989	9.6825	18.3893
<b>10</b>	2.4341	2.3973	2.7802	<b>25</b>	11.2576	10.3121	20.7722
<b>10.5</b>	2.5476	2.5079	2.9259	<b>25.5</b>	12.1111	11.0096	23.7831
<b>11</b>	2.6656	2.6226	3.0789	<b>26</b>	13.0785	11.7870	27.7105
<b>11.5</b>	2.7887	2.7419	3.2397	<b>26.5</b>	14.1845	12.6590	33.0524
<b>12</b>	2.9170	2.8660	3.4092	<b>27</b>	15.4615	13.6443	40.7486
<b>12.5</b>	3.0510	2.9953	3.5880	<b>27.5</b>	16.9533	14.7666	52.8101
<b>13</b>	3.1911	3.1302	3.7771	<b>28</b>	18.7192	16.0571	74.4608
<b>13.5</b>	3.3379	3.2710	3.9774	<b>28.5</b>	20.8436	17.5572	124.8401
<b>14</b>	3.4917	3.4183	4.1901	<b>29</b>	23.4488	19.3229	376.3081
<b>14.5</b>	3.6533	3.5724	4.4165	<b>29.5</b>	26.7207	21.4324	-
<b>15</b>	3.8232	3.7340	4.6579	<b>30</b>	30.9547	23.9979	-

## 8 CONCLUSIONES

- Se cumplió el objetivo general de este trabajo, ya que se pudo correlacionar la estructura física de perlas de hidrogel de aceite de ajonjolí encapsulado, en dos matrices biopoliméricas distintas (AS y AS-MN), con el proceso de adsorción de humedad de éstos, que permitieron analizar la estabilidad física de los hidrogeles.
- El modelo de GAB demostró un buen ajuste de los datos experimentales para las isotermas de adsorción de vapor de agua en ambos sistemas (AS-MN 1:0 y AS-MN 1:2) a 25, 35 y 45 °C y dentro del rango de  $a_w$  estudiado, brindando información acertada sobre el comportamiento de adsorción, así como del contenido de humedad en la monocapa óptimo para lograr la estabilidad física de los hidrogeles.
- Las isotermas de adsorción de vapor de agua experimentales presentaron una forma sigmoideal tipo II, una particularidad en sistemas alimenticios, mostrando que, para un valor constante de actividad del agua, hubo una reducción en el contenido de humedad en el equilibrio cuando la temperatura se incrementa.
- Debido a los valores negativos de  $\Delta G$ , se concluye que el proceso de adsorción de las perlas de hidrogel fue espontáneo y exotérmico, y que cuanto menor es la temperatura, más espontáneo es el proceso de adsorción de agua.
- A partir de las micrográficas de los sistemas encapsulados obtenidas por SEM, la morfología de los hidrogeles presentó una forma semiesférica. Aquellos de AS puro en su matriz son más esféricos y en consecuencia más estables, pero su pared es más rugosa en comparación con los hidrogeles compuestos por la mezcla AS-MN. Los hidrogeles de la mezcla tienen una forma más oblicua, lo cual puede deberse a varios factores que ocurren durante el proceso de encapsulación y secado.
- Los sistemas encapsulantes, es decir, la pared de los agentes encapsulantes presentaron estructuras porosas conteniendo micro, meso y macroporos (aunque estos últimos en menor cantidad) en el rango de temperaturas de estudio. El  $r_p$  aumentó al incrementar la temperatura y contenido de humedad, lo cual se puede deber a que, cuando los hidrogeles adsorben agua, también aumentan su tamaño. Esto ocasiona cambios en la morfología de los hidrogeles relacionados con una mayor capacidad de adsorción de agua en la monocapa, produciendo así grietas o modificaciones en su forma

esférica, como se comprobó en las micrografías obtenidas por la técnica SEM.

- Finalmente, la gelación iónica como método de encapsulación fue útil para proteger el aceite de ajonjolí (sésamo) a partir del AS como material de pared, así como con una mezcla de AS y MN, y es un método competitivo, pues no son necesarias temperaturas tan altas, ni una agitación tan vigorosa para llevarse a cabo. Sin embargo, también tiene sus limitaciones, como el que se llegan a obtener cápsulas porosas, aunque dependerá de distintos factores como el tipo de material de pared empleado, la concentración de las soluciones, las condiciones de temperatura, entre otros, los cuales se pueden modificar para obtener el producto final deseado.

## 9 REFERENCIAS

Abbas, S. y otros, 2022. Review Article Nutritional and Therapeutic Potential of Sesame Seeds. *Journal of Food Quality*, Volumen 2022, pp. 1-9.

Aceval, N. y otros, 2019. Encapsulation of stevia rebaudiana Bertoni aqueous crude extracts by ionic gelation – Effects of alginate blends and gelling solutions on the polyphenolic profile. *Food Chemistry*, Volumen 275, pp. 123-134.

Agnihotri, N., Mishra, R., Goda, C. & Arora, M., 2012. Microencapsulation – A Novel Approach in Drug Delivery: A Review. *Indo Global Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2(1), pp. 1-20.

Agroindustria, S. d., 2015. *SEMILLAS: Pequeños alimentos con grandes nutrientes*. [En línea] Available at: [https://alimentosargentinos.magyp.gob.ar/HomeAlimentos/Nutricion/fichaspdf/Ficha\\_35\\_Semillas.pdf](https://alimentosargentinos.magyp.gob.ar/HomeAlimentos/Nutricion/fichaspdf/Ficha_35_Semillas.pdf) [Último acceso: 29 Marzo 2023].

Ahmadi, S. y otros, 2024. Hydrogel-based materials as antibacterial agents and super adsorbents for the remediation of emerging pollutants: A comprehensive review. *Emerging Contaminants*, 10(3), p. 5.

Akin, O. & Temelli, F., 2011. Probing the hydrophobicity of commercial reverse osmosis membranes produced by interfacial polymerization using contact angle, XPS, FTIR, FE-SEM and AFM. *Desalination*, 278(1-3), pp. 387-396.

Aksoylu, Z. & Günç, P., 2017. A Review on Encapsulation of Oils. *Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 13(2), pp. 293-309.

Alamri, M. S. y otros, 2018. Determination of Moisture Sorption Isotherm of Crosslinked Millet Flour and Oxirane Using GAB and BET. *Journal of Chemistry*, 2018(1), pp. 1-8.

Alcántar, M., 2014. *Tesis de maestría: "Preparación y caracterización de microcápsulas de alginato y mucílago de nopal que contiene aceite esencial de limón por gelificación iónica"*. Morelia: Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

Alfaro, A., 2022. *Tesis de licenciatura: "ENCAPSULACIÓN DE ACEITES GRASOS POLIINSATURADOS EMPLEANDO LA ESPOROPOLENINA COMO POTENCIAL AGENTE ENCAPSULANTE"*. [En línea] Available at: <http://ri.uaemex.mx/bitstream/handle/20.500.11799/112951/Tesis.pdf?sequence=2> [Último acceso: 20 Febrero 2023].

Al-Ghouti, M. A. & Da'ana, D. A., 2020. Guidelines for the use and interpretation of adsorption isotherm models: A. *Journal of Hazardous Materials*, 393(1), p. 8.

Ali, M. y otros, 2018. Chitosan nanoparticles extracted from shrimp shells, application for removal of Fe(II) and Mn(II) from aqueous phases. *Separation Science and Technology*, 53(18), pp. 2870-2881.

Alimentos Argentinos – MAGyP, 2015. *SEMILLAS*. [En línea] Available at: [https://alimentosargentinos.magyp.gob.ar/HomeAlimentos/Nutricion/fichaspdf/Ficha\\_35\\_Semillas.pdf](https://alimentosargentinos.magyp.gob.ar/HomeAlimentos/Nutricion/fichaspdf/Ficha_35_Semillas.pdf) [Último acceso: 31 Enero 2023].

Alpizar-Reyes, E. y otros, 2018. Thermodynamic sorption analysis and glass transition temperature of faba bean (*Vicia faba* L.) protein. *Journal of Food and Science Technology*, 55(3), p. 940.

Alpizar-Reyes, E. y otros, 2020. Microencapsulation of sesame seed oil by tamarind seed mucilage. *International Journal of Biological Macromolecules*, Volumen 145, p. 208.

Alvarado, J. D. D., 2012. *PROPIEDADES TERMODINÁMICAS RELACIONADAS CON EL AGUA CONSTITUTIVA DE ALIMENTOS*. 1 ed. Ecuador: Universidad Técnica de Ambato.

Alvarado-Yupanqui, L., Miano, A. & Barraza-Jáuregui, G., 2020. Sorption Isotherm and Shelf Life of Malted Quinoa Flour. *Engineering, Integration, and Alliances for a Sustainable Development. Hemispheric Cooperation for Competitiveness and Prosperity on a Knowledge-Based Economy: Proceedings of the 18th LACCEI International Multi-Conference for Engineering, Education and Te*, Volumen 138, pp. 1-7.

Alvarenga, D., de Barros, R., Vilela, S. & Yoshida, M., 2014. Influence of wall matrix systems on the properties of spray-dried. *Food Research International*, 62(1), pp. 344-352.

Ambros, S., Vollmer, A. H., Youssef, N. N. & Kulozik, U., 2018. Structural basis of the impact of microwave drying on survival and shelf life of *Lactobacillus paracasei*. *LWT - Food Science and Technology*, 98(1), pp. 291-298.

Anandhakumar, S., Krishnamoorthy, G., Ramkumar, K. M. & Raichur, A. M., 2017. Preparation of collagen peptide functionalized chitosan nanoparticles by ionic gelation method: An effective carrier system for encapsulation and release of doxorubicin for cancer drug delivery. *Materials Science and Engineering C Mater Biol Appl*, Volumen 70, pp. 378-385.

Anbinder, P. S. y otros, 2011. Yerba Mate Extract Encapsulation with Alginate and Chitosan Systems: Interactions between Active Compound Encapsulation Polymers. *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences*, 1(4), pp. 80-87.

Andrade, R., Lemus, R. & Pérez, C., 2011. MODELS OF SORPTION ISOTHERMS FOR FOOD: USES AND LIMITATIONS. *Vitae*, 18(3), pp. 325-334.

Anon., 2022. Evaluación del mucílago de nopal para la encapsulación de *Lactobacillus plantarum* 1449. *Jóvenes en la Ciencia*, pp. 1-7.

Anria, M., González, A. & Quintero, R. I., 2019. Modelado de la isoterma de adsorción de zanahorias deshidratadas. *Revista de I+D Tecnológico*, 15(1), pp. 17-23.

Arpagaus, C. y otros, 2018. Nano Spray Drying for Encapsulation of Pharmaceuticals. *International Journal of Pharmaceutics*, 546(1-2), pp. 194-214.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Arslan-Tontul, S., 2020. Moisture sorption isotherm, isosteric heat and adsorption surface area of whole chia seeds. *LWT*, 119(1), p. 3.

Assadpour, E. & Jafari, S. M., 2019. Advances in Spray-Drying Encapsulation of Food Bioactive Ingredients: From Microcapsules to Nanocapsules. *Annual Review of Food Science and Technology*, Volumen 10, pp. 103-131.

Astray, G. y otros, 2009. A review on the use of cyclodextrins in foods. *Food Hydrocolloids*, Volumen 23, pp. 1631-1640.

Atgié, M. y otros, 2019. Gum Arabic in solution: Composition and multi-scale structures. *Food Hydrocolloids*, 91(1), pp. 319-330.

Ayala, A., 2019. *Tesis de doctorado: "Desarrollo de microcápsulas de fragancias con materiales de alta disponibilidad comercial para su uso en detergencia"*. [En línea] Available at: [https://ddd.uab.cat/pub/tesis/2019/hdl\\_10803\\_667251/aag1de1.pdf](https://ddd.uab.cat/pub/tesis/2019/hdl_10803_667251/aag1de1.pdf) [Último acceso: 22 Febrero 2023].

Bajpai, S. K., Sanjay, A., Ajay, S. U. & Bharat, M., 2017. Investigation of Moisture Sorption Properties of Gelatin/Poly (Aniline)/Films. *SOJ Materials Science & Engineering*, 5(2), pp. 1-6.

Bamidele, O. & Emmambux, M., 2021. Encapsulation of bioactive compounds by “extrusion” technologies: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(18), pp. 3100-3118.

Barbosa-Cánovas, G., Ortega-Rivas, E., Juliano, P. & Yan, H., 2006. Encapsulation Processes. En: G. Barbosa-Cánovas, ed. *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*. New York: Kluwer Academic / Plenum Publishers, pp. 210-212.

Barrón, D., Zavala, L., San Juan, P. & Reyes, M., 2022. Evaluación del mucílago de nopal para la encapsulación de *Lactobacillus plantarum* 1449. *JÓVENES EN LA CIENCIA*, Volumen 16, pp. 1-7.

Bastioğlu, A. Z., Koç, M. & Ertekin, F. G., 2017. Moisture Sorption Isotherm of Microencapsulated Extra Virgin Olive Oil by Spray Drying. *Food Meas*, 11(1), p. 1295–1305.

Bastos, D. K., Araujo, K. & Leao, M., 2009. Ascorbic acid retaining using a new calcium alginate-capsul based edible film. *Journal of Microencapsulation*, 26(2), pp. 97-103.

Beshawa, T., Demssie, K., Tefera, M. & Guadie, A., 2022. Determination of proximate composition, selected essential and heavy metals in sesame seeds (*Sesamum indicum* L.) from the Ethiopian markets and assessment of the associated health risks. *Toxicology Reports*, 9(1), pp. 1806-1812.

Blahovec, J. & Yanniotis, S., 2010. 'Gab' Generalised Equation as a Basis for Sorption Spectral Analysis. *Czech J. Food Sci.*, 28(5), p. 346.

Bratovcic, A. & Suljagic, J., 2019. Micro- and nano-encapsulation in food industry. *Croatian Journal of Food Science and Technology*, 11(1), pp. 113-121.

Brignone, S. G., Ravetti, S. & Santiago, D., 2020. Microencapsulación/ recubrimiento de sistemas particulados de uso farmacéutico. *Pharmaceutical Technology Sudamérica*, Issue 165, pp. 34-43.

Burt, S., 2004. Essential oils: their antibacterial properties and potential. *International Journal of Food Microbiology*, 94(3), pp. 223-253.

Bušić, A. y otros, 2018. Structuring new alginate network aimed for delivery of dandelion (*Taraxacum officinale* L.) polyphenols using ionic gelation and new filler materials. *Food Research International*, Volumen 111, pp. 244-255.

Carregari, T., Betiol, L. F., Lopes-Filho, J. F. & Telis-Romero, J., 2016. Water adsorption isotherms and thermodynamic properties of cassava bagasse. *Thermochimica Acta*, 632(1), pp. 79-85.

Casanova, H., Pérez-Zapata, C., Restrepo, C. & Diosa-Arango, J., 2015. *Gelación iónica sobre sólidos*. [En línea] Available at: <https://patentimages.storage.googleapis.com/3e/2c/9c/6a506d933d1db8/WO2015028920A1.pdf> [Último acceso: 20 Febrero 2023].

Castañón-Rodríguez, J. F., Soto-Gómez, M. G. & Uresti-Marín, R. M., 2020. Evaluación de la estabilidad de cápsulas de jugo de naranja obtenidas mediante gelificación iónica. *CienciaUAT*, 14(2), pp. 117-132.

Castromonte, M., Wacyk, J. & Valenzuela, C., 2020. Encapsulación de extractos antioxidantes desde sub-productos agroindustriales: una revisión. *Revista chilena de nutrición*, 47(5), pp. 836-847.

Çelik, M., Muttill, P., Binzet, G. & Wendell, S. C., 2021. Handbook of Pharmaceutical Granulation Technology. En: D. M. Parikh, ed. *Spray Drying and Pharmaceutical Applications*. Cuarta ed. Londres: CRC Press, p. 57.

Cerqueira, K., Da Silva, A., Santos, R. & Dupas, M., 2019. Sacha inchi oil encapsulation: Emulsion and alginate beads characterization. *Food and Bioproducts Processing*, Volumen 116, pp. 118-129.

Chancasanampa, Y. & Mucha, K., 2019. *Tesis de licenciatura: "Evaluación de la emulsión, ácidos grasos y características sensoriales en la elaboración de salchichas sustituyendo grasa por aceite vegetal"*. Huancayo: Universidad Nacional del Centro del Perú.

Chew, S. C. y otros, 2019. Encapsulation Technologies: A Tool for Functional Foods Development. *International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering (IJITEE)*, 8(5), pp. 154-160.

Chirife, J. & Buera, M. P., 1995. A critical review of some non-equilibrium situations and glass transitions on water activity values of foods in the microbiological growth range. *Journal of Food Engineering*, 25(4), pp. 531-552.

Chirife, J. & Fontana, Jr., A. J., 2020. Introduction: Historical Highlights of Water Activity Research. En: ,. G. V. Barbosa-Cánovas, J. A. J. Fontana, S. J. Schmidt & T. P. Labuza, edits. *Water Activity in Foods: Fundamentals and Applications*. Chicago: Wiley, pp. 1-11.

Choque-Quispe, D. y otros, 2018. Evaluación de las isotermas de sorción de granos y harina de kiwicha (*Amaranthus caudatus*). *Revista Ion*, 31(2), pp. 67-81.

Choque-Quispe, D. y otros, 2018. Evaluación de las isotermas de sorción de granos y harina de kiwicha (*Amaranthus caudatus*). *Revista ION*, 31(2), pp. 67-81.

Choudhury, N., Meghwal, M. & Das, K., 2021. Microencapsulation: An overview on concepts, methods, properties and applications in foods. *Food Frontiers*, 2(4), pp. 426-442.

Cieza, F. & Vilchez, E., 2019. *Tesis de licenciatura: "to de concentración de alginato de sodio para encapsulación de hierro del bazo de res aplicado en gelatina"*. Lambayeque: Universidad Nacional "Pedro Ruiz Gallo".

Ciro, H., Osorio, J. A. & Cortés, E. A., 2008. DETERMINATION OF THE ISOSTERIC HEAT TO PLANTAIN PULP (*musa paradisiaca*) BY SORPTION ISOTHERMS. *Dyna*, 75(156), p. 128.

Clavijo, J., 2013. Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Elementos*, 3(3), pp. 133-146.

Collazos-Escobar, G. A., Gutiérrez-Guzmán, N., Váquiro-Herrera, H. A. & Amorocho-Cruz, C. M., 2020. Water dynamics adsorption properties of dried and roasted cocoa beans (*theobroma cacao* L.). *International Journal of Food Properties*, 23(1), pp. 434-444.

Contreras, N. & Torres, J., 2022. *Tesis de licenciatura: "MICROESFERAS DE ALGINATO POR GELIFICACIÓN IÓNICA A PARTIR DEL EXTRACTO DE POLIFENOLES DE RESIDUOS DE Cynara scolymus L. "*. Tarma: UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CENTRO DEL PERÚ.

Contreras-Villegas, M. I., 2019. *Tesis de licenciatura: "Estudio del fenómeno de adsorción del mucilago liofilizado de la semilla de chía"*. [En línea] Available at:

<http://ri.uaemex.mx/bitstream/handle/20.500.11799/104756/TesisMICV.%2011.08.19.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

[Último acceso: 30 Agosto 2023].

Cortés-Camargo, S. y otros, 2017. Microencapsulation by spray drying of lemon essential oil: Evaluation of mixtures of mesquite gum–nopal mucilage as new wall materials. *Journal of Microencapsulation*, 34(4), p. 396.

Coscarello, E. N., Gómez-Castro, M. L., Larregain, C. C. & Aguerre, R. J., 2023. Isotermas de Desorción en Granos de Amarantho. *Revista de Investigaciones Científicas de la Universidad de Morón*, 6(12), pp. 11-16.

Crini, G., 2014. Review: A history of cyclodextrins. *Chemical Reviews*, Volumen 114, pp. 10940-10975.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Cruz, E., 2003. *Tesis de licenciatura: "La importancia del cultivo de ajonjolí (Sesamum indicum L.) en México"*. Saltillo: Universidad Autónoma Agraria "Antonio Narro".

Da Rocha Neto, A. y otros, 2018. Factors affecting the entrapment efficiency of  $\beta$ -cyclodextrins and their effects on the formation of inclusion complexes containing essential oils. *Food Hydrocolloids*, 77(1), pp. 509-523.

De Boer, F., Imhof, A. & Velikov, K., 2019. Encapsulation of colorants by natural polymers for food applications. *Coloration Technology*, 135(3), pp. 183-182.

De Campo, C. y otros, 2017. Nanoencapsulation of chia seed oil with chia mucilage (Salvia hispanica L.) as wall material: Characterization and stability evaluation. *Food Chemistry*, 234(1), pp. 1-9.

De Mera, E., 2017. *Tesis de licenciatura: "Análisis Gastronómico de la Semilla Ajonjolí (Sesamun Indicum) en la ciudad de Guayaquil"*. Guayaquil: UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL.

De Moura, S. y otros, 2019. Release of anthocyanins from the hibiscus extract encapsulated by ionic gelation and application of microparticles in jelly candy. *Food Research International*, Volumen 121, pp. 542-552.

De Moura, S. y otros, 2018. Encapsulating anthocyanins from Hibiscus sabdariffa L. calyces by ionic gelation: Pigment stability during storage of microparticles. *Food Chemistry*, Volumen 241, pp. 317-327.

Desai, K. G. H. & Jin Park, H., 2005. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. *Drying Technology*, 23(1), p. 1361-1394.

Díez, B., 2014. *Tesis de doctorado: "Nuevos materiales de separación de gases formados mediante conversión térmica de polímeros aromáticos a polibenzoxazoles (TR-PBO)"*. [En línea] Available at: <https://uvadoc.uva.es/bitstream/handle/10324/9471/Tesis642-150318.pdf?sequence=1> [Último acceso: 30 Junio 2023].

Dodero, A. y otros, 2019. Alginate-based hydrogels prepared via ionic gelation: An experimental design approach to predict the crosslinking degree. *European Polymer Journal*, 118(1), pp. 586-594.

Dollimore, D., Spooner, P. & Turner, A., 1976. The bet method of analysis of gas adsorption data and its relevance to the calculation of surface areas. *Surface Technology*, 4(1), pp. 121-160.

Domínguez, I., Cano, C. & Viveros, R., 2018. Propiedades termodinámicas de la oleoresina de chile habanero (Capsicum Chinense) microencapsulada en  $\beta$ -ciclodextrina. *Nova scientia*, 10(20), pp. 305-327.

Eghbal, N. & Choudhary, R., 2018. Complex coacervation: Encapsulation and controlled release of active agents in food systems. *LWT - Food Science and Technology*, 90(1), pp. 254-264.

Eghbal, N. & Choudhary, R., 2018. Complex coacervation: Encapsulation and controlled release of active agents in food systems. *LWT*, Volumen 90, pp. 254-264.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

El-Kader, A. & Hashish, H. A., 2020. Encapsulation Techniques of Food Bioproduct. *Egyptian Journal of Chemistry*, 63(5), pp. 1881-1909.

Elleuch, M. y otros, 2007. Quality characteristics of sesame seeds and by-products. *Food Chemistry*, 103(2), pp. 641-650.

Elsebaie, E. M. y otros, 2022. Cod Liver Oil's Encapsulation into Sodium Alginate/Lupin Protein Beads and Its Application in Functional Meatballs' Preparation. *Foods*, 11(9), pp. 1-14.

Environment, H., 2023. *Quelatos: correctores de carencias*. [En línea] Available at: [https://www.hydroenv.com.mx/catalogo/index.php?main\\_page=page&id=272](https://www.hydroenv.com.mx/catalogo/index.php?main_page=page&id=272) [Último acceso: 28 Julio 2023].

Eratte, D., Dowling, K., Barrow, C. J. & Adhikari, B., 2018. Recent advances in the microencapsulation of omega-3 oil and probiotic bacteria through complex coacervation: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 71(1), pp. 121-131.

Erbas, M., Mustafa, F. E. & Muharrem, C., 2005. Moisture adsorption behaviour of semolina and farina. *Journal of Food Engineering*, 69(1), p. 191-198.

Escalona-García, L. A. y otros, 2016. Oxidation kinetics and thermodynamic analysis of chia oil microencapsulated in a whey protein concentrate-polysaccharide matrix. *Journal of Food Engineering*, 175(1), pp. 93-103.

Esquerdo, V., Monte, M. & Pinto, L. A., 2019. Microstructures containing nanocapsules of unsaturated fatty acids with biopolymers: Characterization and thermodynamic properties. *Journal of Food Engineering*, 248(1), pp. 28-35.

Exterior, R. d. C., 2023. *Ajonjolí*. [En línea] Available at: <https://www.bcn.gob.ni> [Último acceso: 23 Marzo 2023].

Fabela-Morón, M. F., 2017. *Secado por aspersión*. Primera ed. Guadalajara: Centro de Investigación y Asistencia en Tecnología y Diseño del Estado de Jalisco, A. C..

Falleh, H., Jemaa, M., Saada, M. & Ksouri, R., 2020. Essential Oils: A Promising Eco-Friendly Food Preservative. *Food Chemistry*, Volumen 330.

Farfán, A. & Murillo, X., 2021. *Encapsulación de fitoesteroles de palma (Elais guineensis) y su aplicación en yogur*. Honduras: Escuela Agrícola Panamericana, Zamorano.

Fathi, M., Martín, Á. & McClements, D. J., 2014. Nanoencapsulation of Food Ingredients using Carbohydrate Based Delivery Systems. *Trends in Food Science & Technology*, 39(1).

Ferino-Pérez, A. y otros, 2019. Evaluation of the molecular inclusion process of  $\beta$ -hexachlorocyclohexane in cyclodextrins. *RSC Advances*, 9(47), pp. 27484-27499.

Fernandes, A., 2018. *Monocotiledóneas y dicotiledóneas*. [En línea] Available at: <https://www.diferenciador.com/monocotiledoneas-y-dicotiledoneas/> [Último acceso: 8 Mayo 2023].

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Fideicomiso de Riesgo Compartido, 2017. *Ajonjolí, oleaginosa como Cultivo Alternativo - Gobierno de México*. [En línea] Available at: <https://www.gob.mx/firco/articulos/ajonjoli-oleaginosa-como-cultivo-alternativo?idiom=es> [Último acceso: 17 Enero 2023].

Franco, I. & Pineda, P., 2008. *Plan de negocio para la creación de una empresa dedicada a la comercialización de aceite de ajonjolí*. [En línea] Available at: <https://hdl.handle.net/20.500.12585/1912> [Último acceso: 31 Enero 2023].

Fredriksson, M. & Thybring, E. E., 2018. Scanning or desorption isotherms? Characterising sorption hysteresis of wood. *Cellulose*, 25(1), p. 4477–4485.

Fuentes-Ortega, T. y otros, 2017. EFFECTS OF THE PROCESS VARIABLES OF MICROENCAPSULATION SESAME OIL (*Sesamum indica* L.) BY SPRAY DRYING.. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 16(2), pp. 477-490.

Gámez-Villazana, J., 2020. Avances en la determinación de compuestos bioactivos en alimentos. *Revista Agrollania de Ciencia y Tecnología*, 19(1), pp. 7-17.

Garcia da Silva, A., 2020. GAB model and the thermodynamic properties of moisture sorption in soursop fruit powder. *Revista Ciência Agronômica*, 51(1), p. 5.

García Nauto, N., 2017. *OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN ACUOSA Y SECADO DEL BIOPOLÍMERO DE NOPAL (Opuntia ficus-indica)*. [En línea] Available at: [https://www.researchgate.net/publication/333489693\\_OPTIMIZACION\\_DE\\_LA\\_EXTRACCIÓN\\_ACUOSA\\_Y\\_SECADO\\_DEL\\_BIOPOLIMERO\\_DE\\_NOPAL\\_Opuntia\\_ficus-indica](https://www.researchgate.net/publication/333489693_OPTIMIZACION_DE_LA_EXTRACCIÓN_ACUOSA_Y_SECADO_DEL_BIOPOLIMERO_DE_NOPAL_Opuntia_ficus-indica) [Último acceso: 4 Abril 2023].

García-Pérez, J. V., 2007. *Tesis de doctorado: "Contribución al Estudio de la Aplicación de Ultrasonidos de potencia en el Secado Convectivo de Alimentos"*. [En línea] Available at: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/1890/tesisUPV2589.pdf;jsessionid=4C465C168115C62508964C6E05D3D24C?sequence=1> [Último acceso: 30 Agosto 2023].

Geranpour, M., Assadpour, E. & Jafari, S., 2020. Recent advances in the spray drying encapsulation of essential fatty acids and functional oils. *Trends in Food Science & Technology*, 102(1), pp. 71-90.

Gharsallaoui, A. y otros, 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40(9), pp. 1107-1121.

Gheribi, R. & Khwaldia, K., 219. Cactus Mucilage for Food Packaging Applications. *Novel Advances in Food Contact Materials*, 9(10), pp. 1-19.

Gómez, H. & Pérez, E., 2020. *Sistemas de encapsulación de compuestos bioactivos basados en emulsiones*. [En línea]

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Available at: <http://hdl.handle.net/10251/146351>  
[Último acceso: 29 Marzo 2023].

González, A., 2022. *Tesis de maestría: "Estabilización de alicina mediante su encapsulación en mucílago de nopal"*. Ramos Arizpe: Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional.

González, A., 2022. *Tesis de maestría: "Estabilización de alicina mediante su encapsulación en mucílago de nopal"*. [En línea] Available at: <https://repositorio.cinvestav.mx/bitstream/handle/cinvestav/4127/SSIT0019208.pdf?sequence=1>  
[Último acceso: 20 Febrero 2023].

González-García, E. R., 2022. *La historia de la Aromaterapia, sus orígenes en Egipto y China*. [En línea] Available at: <https://www.amarismatural.com/historia-aromaterapia-egipto-china>  
[Último acceso: 17 Marzo 2023].

González-Molina, E., Domínguez-Perles, R., Moreno, D. & García-Viguera, C., 2010. Natural bioactive compounds of Citrus limon for food and health. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 51(2), pp. 327-345.

González, S., 2020. *Usos y beneficios de la chía y el sésamo*. [En línea] Available at: <https://tecnosolucionescr.net/blog/227-usos-y-beneficios-de-la-chia-y-el-sesamo>  
[Último acceso: 29 Marzo 2023].

GrupoPochteca, 2014. *Secuestrantes o agentes quelantes*. [En línea] Available at: <https://mexico.pochteca.net/secuestrantes-o-agentes-quelantes/>  
[Último acceso: 16 Marzo 2023].

Guillén-Rico, E. O., 2010. *Mezclas y sustacias*. [En línea] Available at: <https://es.slideshare.net/slideshow/mezclas-y-sustacias-4420431/4420431>  
[Último acceso: 29 Abril 2023].

Guzmán-Hincapié, J. & Zapata, J., 2018. Propiedades Termodinámicas e Isotermas de Sorción de Sales con Interés Alimentario. *Información Tecnológica*, 29(3), pp. 105-120.

Gu, Z. y otros, 2021. Mathematical modelling of water sorption isotherms and thermodynamic properties of wastewater sewage sludge. *International Journal of Low-Carbon Technologies*, 16(4), p. 1150–1163.

Hariyadi, D. & Islam, N., 2020. Current Status of Alginate in Drug Delivery. *Advances in Pharmacological and Pharmaceutical Sciences*, Volumen 2020, pp. 1-16.

Harrington, J., Schaefer, M. & Listro, T., 2022. Extrusion-Based Microencapsulation for the Food Industry. En: R. Sobel, ed. *Microencapsulation in the Food Industry (Second Edition) A Practical Implementation Guide*. Geneva: Academic Press, pp. 117-122.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Hattori, Y., Kaneko, K. & Ohba, T., 2013. Adsorption Properties. En: J. Reedijk & K. Poeppelmeier, edits. *Comprehensive Inorganic Chemistry II (Second Edition)*. Japón: Elsevier, pp. 25-44.

Hemalatha, G., Viswanathan, K. & Saravanan, R., 2013. Modulatory effect of sesamol on DOCA-salt-induced oxidative stress in uninephrectomized hypertensive rats. *Molecular and Cellular Biochemistry*, 379(1), pp. 255-265.

Hernández, M. A. y otros, 2005. Evaluación de la porosidad de zeolitas naturales por medio de curvas diferenciales de adsorción. *Revista Internacional de contaminación Ambiental*, 21(2), pp. 71-81.

Hernández-Torres, C. J. y otros, 2016. La microencapsulación de bioactivos para su aplicación en la industria. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, 50(1), pp. 12-19.

Herrera, V., Herrera, F. & Ramos, E., 2021. APLICACIÓN DEL MUCÍLAGO DE NOPAL COMO OPCIÓN DE ESPESANTE EN YOGURT BEBIBLE. *Pistas Educativas*, 43(139), pp. 408-421.

Heydari, M., Arianfar, A., Mahdian, E. & Naji-Tabasi, S., 2021. Production and evaluation of sweet almond and sesame oil nanoemulsion and their effects on physico-chemical, rheological and microbial characteristics of enriched yogurt. *Production and evaluation of sweet almond and sesame oil nanoemulsion and their effects on physico-chemical, rheological and microbial characteristics of enriched yogurt*, Volumen 15, pp. 1270-1280.

Hidar, N. y otros, 2018. Investigation of water adsorption and thermodynamic properties of stevia powder. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12(1), p. 2615–2625.

Hongu, T., Phillips, G. & Takigami, M., 2005. Polymer fibers for health and nutrition. En: T. Hongu, G. Phillips & M. Takigami, edits. *New Millennium Fibers*. Cambridge: Woodhead Publishing, pp. 218-246.

Hoyos-Leyva, J. D., Bello-Pérez, L. A., Agama-Acevedo, E. & Alvarez-Ramirez, J., 2018. Thermodynamic analysis for assessing the physical stability of core materials microencapsulated in taro starch spherical aggregates. *Carbohydrate Polymers*, 197(1), pp. 431-441.

Hssaini, L. y otros, 2022. Hygroscopic properties of fig (*Ficus carica* L.): Mathematical modelling of moisture sorption isotherms and isosteric heat kinetics. *South African Journal of Botany*, 145(1), pp. 265-274.

Hu, C. y otros, 2021. Ions-induced gelation of alginate: Mechanisms and applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 177(1), pp. 578-588.

Jaskulski, M., Kharaghani, A. & Tsotsas, E., 2018. Encapsulation Methods. Spray Drying, Spray Chiling and Spray Cooling. En: M. Krokida, ed. *Thermal and Nonthermal Encapsulation Methods*. Boca Ratón, FL: CRC Press.

Jiang, Y. y otros, 2019. Zein/Pectin Nanoparticle-Stabilized Sesame Oil Pickering Emulsions. *Food and Bioprocess Technology*, 12(1), pp. 1982-1992.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Ji, R. y otros, 2019. *Extending Viability of Bifidobacterium longum in Chitosan-Coated Alginate Microcapsules Using Emulsification and Internal Gelation Encapsulation Technology*. [En línea]

Available at: <https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fmicb.2019.01389/full>  
[Último acceso: 14 Marzo 2023].

Ji, X. y otros, 2021. Preparation and performance of microcapsules for asphalt pavements using interfacial polymerization. *Construction and Building Materials*, 289(1), pp. 1-14.

Karlberg, M., Thuresson, K. & Lindman, B., 2005. Hydrophobically modified ethyl(hydroxyethyl)cellulose as stabilizer and emulsifying agent in macroemulsions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 262(1), pp. 165, 166.

Khawas, P. & Deka, S. C., 2017. Moisture Sorption Isotherm of Underutilized Culinary Banana Flour and its Antioxidant Stability During Storage. *Wiley*, 41(4), p. 4.

Kłosowska, A., Wawrzyńczak, A. & Feliczak-Guzik, A., 2023. Microencapsulation as a Route for Obtaining Encapsulated Flavors and Fragrances. *Cosmetics*, 10(1), pp. 1-18.

Kolanowski, W., Laufenberg, G. & Kunz, B., 2004. Fish oil stabilisation by microencapsulation with modified cellulose. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 55(4), p. 1.

Kulkarni, G. T., Gowthamarajan, K., Satish, K. M. N. & Suresh, B., 2002. Gums and mucilages: Therapeutic and pharmaceutical applications. *Natural Product Radiance*, 1(3), pp. 10-17.

Kurozawa, L. E., 2005. *Tesis de maestría: "Efeito das condições de processo na cinética de secagem de cogumelo (Agaricus blazei)"*. [En línea]  
Available at: <https://repositorio.unicamp.br/Acervo/Detail/358014>  
[Último acceso: 15 Agosto 2023].

Kurt, C., 2018. *Variation in oil content and fatty acid composition of sesame accessions from different origins*. [En línea]  
Available at: <https://grasasyaceites.revistas.csic.es/index.php/grasasyaceites/article/view/1708/2243>  
[Último acceso: 31 Enero 2023].

Labuschagne, P., 2018. Impact of wall material physicochemical characteristics on the stability of encapsulated phytochemicals: A review. *Food Research International*, 107(1), pp. 227-247.

Labuza, T. P. & Altunakar, B., 2020. Water Activity Prediction and Moisture Sorption Isotherms. En: G. V. Barbosa-Cánovas, A. J. Fontana Jr., S. J. Schmidt & T. P. Labuza, edits. *Water Activity in Foods: Fundamentals and Applications, Second Edition*. Chicago: Wiley Blackwell, pp. 161-205.

Lengyel, M. y otros, 2019. Microparticles, Microspheres, and Microcapsules for Advanced Drug Delivery. *Scientia Pharmaceutica*, 87(20), pp. 1-31.

León-Martínez, F. M., Méndez-Lagunas, L. L. & Rodríguez-Ramírez, J., 2010. Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 81(1), pp. 864-870.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

- Li, W. y otros, 2009. *Smart Coating for Corrosion Indication and Prevention: Recent Progress*. [En línea] Available at: [https://www.researchgate.net/publication/255171537\\_Smart\\_Coating\\_for\\_Corrosion\\_Indication\\_and\\_Prevention\\_Recent\\_Progress](https://www.researchgate.net/publication/255171537_Smart_Coating_for_Corrosion_Indication_and_Prevention_Recent_Progress) [Último acceso: 27 Junio 2023].
- López, A., Deladino, L., Martino, M. & Navarro, A., 2012. Encapsulación de compuestos bioactivos con alginatos para la industria de alimentos. @LIMENTECH CIENCIA Y TECNOLOGÍA ALIMENTARIA, 10(1), pp. 18-27.
- Lozano, M., 2009. *OBTENCIÓN DE MICROENCAPSULADOS FUNCIONALES DE ZUMO DE Opuntia stricta MEDIANTE SECADO POR ATOMIZACIÓN*. [En línea] Available at: <https://core.ac.uk/download/pdf/60416955.pdf> [Último acceso: 5 Mayo 2023].
- Luna-Guevara, J. J., López-Fuentes, J. M., Jiménez-González, O. & Luna-Guevara, L., 2016. Microencapsulation of some bioactive compounds through spray drying. *Revista Iberoamericana de las Ciencias Biológicas y Agropecuarias*, 5(10), pp. 1-11.
- Lupo, B., 2014. *Tesis de doctorado: "Estudio de la gelificación de los alginatos para encapsulación: caracterización, preparación y aplicaciones en alimentos funcionales"*. [En línea] Available at: <https://www.tesisenred.net/handle/10803/288203#page=1> [Último acceso: 20 Marzo 2023].
- Lupo, B., González, C. & Maestro, A., 2012. Microencapsulación con alginato en alimentos. Técnicas y aplicaciones. *Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 3(1), pp. 130-151.
- Madamba, P., Driscoll, R. & Buckle, K., 1996. Enthalpy-Entropy Compensation Models for Sorption and Browning of Garlic. *Journal of Food Engineering*, 28(1), pp. 109-119.
- Mahdavi, S. A., Jafari, S. M., Assadpoor, E. & Dehnad, D., 2016. Microencapsulation Optimization of Natural Anthocyanins with Maltodextrin, gum Arabic and Gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 85(1), p. 4.
- Manley, C. H., Vallon, P. P. & Erickson, R. E., 1974. Some aroma components of roasted Sesame seed (*Sesamum indicum* L.). *Journal of Food Science*, 39(1), p. 73.
- Marszałek, A., 2022. Encapsulation of halloysite with sodium alginate and application in the adsorption of copper from rainwater. *Archives of Environmental Protection*, 48(1), p. 76.
- Martinis, J. y otros, 2018. Development of sericin/alginate particles by ionic gelation technique for the controlled release of diclofenac sodium. *Journal of Applied Polymer Science*, 135(12), pp. 1-12.
- Martín, M. J., Morales, M. E., Gallardo, V. & Ruiz, M. A., 2009. Técnicas de microencapsulación: una propuesta para microencapsular probióticos. *ARS Pharmaceutica*, 50(1), pp. 43-50.

Masciarelli, R., Stancich, S. & Fernando, S., 2020. *DISTRIBUCIÓN DE MACRO Y MICRO POROS*. [En línea]

Available at: [https://www.firro.utn.edu.ar/repositorio/catedras/quimica/4\\_anio/ingenieria\\_reacciones/parte\\_2.pdf](https://www.firro.utn.edu.ar/repositorio/catedras/quimica/4_anio/ingenieria_reacciones/parte_2.pdf)

[Último acceso: 28 Septiembre 2023].

Mazian, B. y otros, 2023. Water behavior, equilibrium, and migration of a biomaterial made of pure mycelium. *Emergent Materials*, 6(6), p. 20.

McClements, J., 2001. *Analysis of Ash and Minerals*. [En línea]

Available at: <http://people.umass.edu/~mcclemen/581Ash&Minerals.html>

[Último acceso: 26 Enero 2023].

McMinn, W. & Magee, T., 2003. Thermodynamic properties of moisture sorption of potato. *Journal of Food Engineering*, 60(1), p. 157–165.

Mendonça-Esquerdo, V., Legemann-Monte, M. & De Almeida-Pinto, L. A., 2019. Microstructures containing nanocapsules of unsaturated fatty acids with biopolymers: Characterization and thermodynamic properties. *Journal of Food Engineering*, 248(1), pp. 28-35.

Mendoza, C., 2018. *Tesis de maestría: "Microencapsulación de hierro por medio de coacervación para la adición en alimentos evitando el resabio"*. Santiago de Querétaro: Universidad Autónoma de Querétaro.

Meng, Y. & Cloutier, S., 2014. Gelatin and Other Proteins for Microencapsulation. En: N. V. A. R. K. & R. S. A. G. Gaonkar, ed. *Microencapsulation in the Food Industry*. Nova Scotia: Academic Press, pp. 227-239.

Menin, A. y otros, 2018. Effects of microencapsulation by ionic gelation on the oxidative stability of flaxseed oil. *Food Chemistry*, Volumen 269, pp. 293-299.

Mohammadinejad, R. y otros, 2020. Recent Advances in Natural Gum-Based Biomaterials for Tissue Engineering and Regenerative Medicine: A Review. *Polymers*, 12(1), p. 176.

Mohammed, N. K. y otros, 2020. Spray Drying for the Encapsulation of Oils—A Review. *Molecules*, 25(17), pp. 1-16.

Monte, M. L. y otros, 2018. Moisture sorption isotherms of chitosan-glycerol films: Thermodynamic properties and microstructure. *Food Bioscience*, 22(1), p. 5.

Moraes, K. & Pinto, L. A., 2012. Desorption isotherms and thermodynamics properties of anchovy in natura and enzymatic modified paste. *Journal of Food Engineering*, 110(4), pp. 507-513.

Mora, L., Cabrera, D. & Hernández, M., 2021. *Obtención de polvos de mentol y luteolina mediante encapsulación con la técnica de secado por atomización (Spray-Drying) para la elaboración de bebidas aromáticas instantáneas*. [En línea]

Available at: <https://repositorio.uniandes.edu.co/handle/1992/55437>  
[Último acceso: 27 Marzo 2023].

Morales, A. y otros, 2021. Impact of *Prosopis nigra* gum exudate in alginate core-shell beads synthesis by inverse gelation technique. *Food Hydrocolloids*, Volumen 117.

Moulik, S. P., Rakshit, A. K., Pan, A. & Naskar, B., 2022. An Overview of Coacervates: The Special Disperse State of Amphiphilic and Polymeric Materials in Solution. *Colloids Interfaces*, 6(3), p. 2.

Mousa, W. y otros, 2014. Sorption isotherms and isosteric heats of sorption of Malaysian paddy. *Journal of Food Science and Technology*, 51(10), pp. 2657, 2658.

Muhoza, B. y otros, 2023. Spray-and freeze-drying of microcapsules prepared by complex coacervation method: A review. *Food Hydrocolloids*, 140(1).

Munevar, L., 2017. *Producción y caracterización de microcápsulas de aceite mineral por polimerización interfacial.* [En línea]  
Available at:  
<https://repositorio.uniandes.edu.co/bitstream/handle/1992/39592/u806876.pdf?sequence=1&isAllowed=y>  
[Último acceso: 22 Febrero 2023].

Najeeb, U. y otros, 2011. Sesame. *Technological Innovations in Major World Oil Crops*, Volumen 1, pp. 131-145.

Naranjo, A., 2020. *Ácidos grasos poliinsaturados (PUFAs) y monoinsaturados (MUFAs) Vs grasas ultraprocesadas de origen vegetal.* [En línea]  
Available at: <https://alimentartesaludable.com/pufas-mufas-vs-grasas-vegetales/>  
[Último acceso: 31 Enero 2023].

Neagu, C. y otros, 2020. Cross-Linked Microencapsulation of CO<sub>2</sub> Supercritical Extracted Oleoresins from Sea Buckthorn: Evidence of Targeted Functionality and Stability. *Molecules*, 25(10), p. 14.

Nogueira, C. S., 2010. Interfacial polymerization. En: V. L. Gomes, ed. *Microencapsulation of Perfumes for Application in Textile Industry*. Oporto: University of Porto, pp. 13-14.

Novales, I., 2003. Sésamo, ajonjolí o alegría, semillas de sensaciones placenteras. *La Fertilidad de la Tierra Revista de Agricultura Ecológica*, 27(11), p. 21.

Novasina AG, 2021. *Water activity (aw) of dehydrated products.* [En línea]  
Available at:  
[https://equinlab.com/pdf /Actividad%20de%20agua%20\(aw\)%20de%20los%20productos%20deshidratados.pdf](https://equinlab.com/pdf /Actividad%20de%20agua%20(aw)%20de%20los%20productos%20deshidratados.pdf)  
[Último acceso: 17 Agosto 2023].

Ocak, B., Gülümser, G. & Baloğlu, E., 2011. Microencapsulation of *Melaleuca alternifolia* (Tea Tree) Oil by Using Simple Coacervation Method. *Journal of Essential Oil Research*, 23(4), pp. 58-65.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Ocieczek, A., Mesinger, D. & Toczek, H., 2022. Hygroscopic Properties of Three Cassava (*Manihot esculenta* Crantz) Starch Products: Application of BET and GAB Models. *Foods*, 11(13), p. 4.

Ocieczek, A. & Zieba, M., 2020. Comparison of the Sorption Properties of Fruit Powder Shampoos Using the BET, GAB, and Peleg Models. *ACS OMEGA*, 5(24), p. 14354–14359.

Ortega-Pelaez, V. D. C., 2020. *Evaluación de PH, temperatura y concentración de alginato en el proceso de gelificación iónica como método de conservación del zumo natural de frutas [Tesis de pregrado]*. [En línea] Available at: <https://repositorio.utn.edu.ec/handle/123456789/9975> [Último acceso: 25 Julio 2023].

Ortiz-Romero, N. y otros, 2021. Avances en las investigaciones sobre la encapsulación mediante gelación iónica: una revisión sistemática. *Tecnológicas*, 24(52), pp. 262-280.

O'Sullivan, J. J., Norwood, E. A., O'Mahony, J. A. & Kelly, A. L., 2019. Atomisation technologies used in spray drying in the dairy industry: A review. *Journal of Food Engineering*, Volumen 243, pp. 57-69.

Otálora, M. C. y otros, 2015. Microencapsulation of betalains obtained from cactus fruit (*Opuntia ficus-indica*) by spray drying using cactus cladode mucilage and maltodextrin as encapsulating agents. *Food Chemistry*, 187(1), p. 175.

Ozkan, G. y otros, 2019. A review of microencapsulation methods for food antioxidants: Principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, Volumen 272, pp. 494-506.

Parra, R. A., 2011. Revisión: Microencapsulación de Alimentos. *Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín*, 63(2), pp. 5669-5684.

Parvathy, U. & Jeyakumari, A., 2012. *Microencapsulation and Spray Drying Technology*. [En línea] Available at: <https://krishi.icar.gov.in/jspui/bitstream/123456789/20491/1/Microencapsulation%20and%20spray%20drying%20technology.pdf> [Último acceso: 2 Mayo 2023].

Pavón-García, L. M. A. y otros, 2015. MOISTURE SORPTION PROPERTIES AND STORAGE STABILITY CONDITIONS OF A. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 14(3), pp. 601-613.

Pellicer, J. A., 2016. *Tesis de doctorado: "Aplicación de ciclodextrinas en distintos sectores industriales: biotecnología enzimática, industria alimentaria y descontaminación de aguas"*. [En línea] Available at: <https://repositorio.ucam.edu/bitstream/handle/10952/1916/Tesis.pdf?sequence=1&isAllowed=y> [Último acceso: 16 Marzo 2023].

- Penteado, D. y otros, 2021. Water sorption properties of papaya seeds (*Carica papaya* L.) formosa variety: An assessment under storage and drying conditions. *LWT*, 138(1), pp. 1-10.
- Pérez-Alonso, C. y otros, 2006. Thermodynamic analysis of the sorption isotherms of pure and blended carbohydrate polymers. *Journal of Food Engineering*, 77(4), pp. 753-760.
- Pino, J. & Aragüez, Y., 2021. Conocimientos actuales acerca de la encapsulación de aceites esenciales. *Revista CENIC Ciencias Químicas*, 52(1), pp. 010-025.
- Polekkad , A. y otros, 2021. Microencapsulation of zinc by spray-drying: Characterisation and fortification. *Powder Technology*, 381(1), pp. 1-16.
- Pongjanyakul, T. & Puttipipatkachorn, S., 2007. Xanthan–alginate composite gel beads: Molecular interaction and in vitro characterization. *International Journal of Pharmaceutics*, 331(1), p. 61–71.
- Prajapati, V., Jani, G., Moradiya, N. & Randeria, N., 2013. Pharmaceutical applications of various natural gums, mucilages and their. *Carbohydrate Polymers*, 92(2), pp. 1685-1699.
- Prasad, N., Thombare, N., Sharma, S. C. & Kumar, S., 2022. Gum arabic – A versatile natural gum: A review on production, processing, properties and applications. *Industrial Crops and Products*, 187(1), p. Part A.
- Prasanth, R., 2018. Prediction of Moisture Adsorption Characteristics of Dehydrated Fruits Using the GAB Isotherm Model. *Annals of Agricultural & Crop Sciences*, 3(1), pp. 1-4.
- Publicaciones Semana, 2021. *Ajonjolí: ¿cuáles son sus propiedades nutritivas y cómo incluirlo en la dieta?*. [En línea] Available at: <https://www.semana.com/vida-moderna/salud/articulo/ajonjoli-cuales-son-sus-propiedades-nutritivas-y-como-incluirlo-en-la-dieta/202104/> [Último acceso: 11 Mayo 2023].
- Pulla, P., 2011. *Tesis de licenciatura: "DETERMINACIÓN DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DEL AJÍ (*Capsicum annuum* L.) SECO"*. Puerto Maldonado: Universidad Nacional Amazónica de Madre de Dios.
- Quirijns, E. J., van Boxtel, A. J. B., van Loon, W. K. P. & van Straten, G., 2005. Sorption isotherms, GAB parameters and isosteric heat of sorption.. *Journal of Food Science and Agriculture*, 85(1), p. 1805–1814.
- Rajmohan, D. & Bellmer, D., 2019. Characterization of Spirulina-Alginate Beads Formed Using Ionic Gelation. *International Journal of Food Science*, Volumen 2019, pp. 1-7.
- Rakshit, M., Moktan, B., Hossain, S. A. & Sarkar, P. K., 2014. Moisture sorption characteristics of wadi, a legume-based traditional condiment. *Journal of Food Science and Technology*, 51(2), p. 301–307.
- Ramirez, B., 2021. *Modelo cinetico e isoterma de adsorción en la deshidratación de arracacha (*Arracacia Xanthorrhiza* B.)*. [En línea] Available at: <http://hdl.handle.net/20.500.12952/6308> [Último acceso: 17 Abril 2023].

Ramírez, D. & Cárdenas, E., 2021. *Tesis de licenciatura: "Determinación de isothermas de adsorción en aguaymanto deshidratado a tres temperaturas y su ajuste a modelos matemáticos"*. Ica: Universidad Nacional "San Luis Gonzaga".

Ramírez-Miranda, M., Cruz y Victoria, M. T., Vizcarra-Mendoza, M. G. & Anaya-Sosa, I., 2014. DETERMINACIÓN DE LAS ISOTERMAS DE SORCIÓN Y LAS PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DE HARINA DE MAÍZ NIXTAMALIZADA. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 13(1), pp. 165-178.

Ramírez, Y., 2018. *Tesis de maestría: "Efecto de las características de sorción de humedad y temperatura de transición vítrea sobre la estabilidad fisicoquímica de un ingrediente funcional a base de la oleoresina de chile habanero"*. Orizaba: Universidad Veracruzana.

Rathod, G. & Kairam, N., 2018. Preparation of omega 3 rich oral supplement using dairy and non-dairy based ingredients. *Journal of Food Science and Technology*, 55(2), pp. 760-766.

Reyna, E., Álvarez, G., Iliná, A. & Hernández, J., 2015. Microencapsulación de componentes bioactivos. *Investigación y Ciencia*, 23(66), pp. 64-70.

Ribeiro, J. & Veloso, C., 2021. Microencapsulation of natural dyes with biopolymers for application in food: A review. *Food Hydrocolloids*, 112(1), pp. 1-14.

Rios-Aguirre, S. & Gil-Garzón, M. A., 2021. Microencapsulación por secado por aspersión de compuestos bioactivos en diversas matrices: una revisión. *Tecnológicas*, 24(51), pp. 206-229.

Rivero, D. & Noguera, D., 2021. Isothermas dinámicas de sorción de humedad y propiedades termodinámicas de café soluble. *Revista Ingeniería y Región*, 25(1), pp. 32-45.

Rodrigues, F., Cedran, M., Bicas, J. & Sato, H., 2020. Encapsulated probiotic cells: Relevant techniques, natural sources as encapsulating materials and food applications – A narrative review. *Food Research International*, Volumen 137, pp. 1-16.

Rodrigues, F. J. y otros, 2017. Effect of natural polymers on the survival of *Lactobacillus casei* encapsulated in alginate microspheres. *Journal of Microencapsulation*, 34(5), p. 4.

Rodríguez-Gómez, D., López-Ramírez, V., Alpizar-Negrete, A. G. & Calixto-Olalde, M. E., 2020. Biopolímeros: de principio a fin. En: O. Vargas-Delgado, ed. *CIERMMI Mujeres en la Ciencia T-IX*. Querétaro: ECORFAN, pp. 107-129.

Rodríguez, L., 2011. *Tesis de licenciatura: "Diseño de una máquina tostadora de ajonjolí de 40 kg/h de capacidad"*. Quito: Escuela Politécnica Nacional.

Rodríguez, M., Alcaraz, L. & Real, S., 2012. *Procedimientos para la extracción de aceites*. 1ra ed. La Paz: Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste, S.C..

Rodríguez, Y., Rojas, F. & Rodríguez, S., 2016. ENCAPSULACIÓN DE PROBIÓTICOS PARA APLICACIONES ALIMENTICIAS. *Biosalud*, 15(2), pp. 106-115.

Rojas-Diéguez, J. J., 2021. *ENTROPIA: Un breve esbozo*. [En línea] Available at: [https://fgsalazar.net/LANDIVAR/ING-PRIMERO/boletin04/URL\\_04 QUI01.pdf](https://fgsalazar.net/LANDIVAR/ING-PRIMERO/boletin04/URL_04 QUI01.pdf) [Último acceso: 4 Agosto 2023].

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Roos, Y. H., 2020. Water Activity and Glass Transition. En: G. V. Barbosa-Cánovas, A. J. Fontana, Jr., S. J. Schmidt & T. P. Labuza, edits. *Water Activity in Foods: Fundamentals and Applications*. Chicago: Wiley, pp. 27-43.

Rosa, G. S., Moraes, M. A. & Pinto, L. A., 2010. Moisture sorption properties of chitosan. *LWT - Food Science and Technology*, 43(3), pp. 415-420.

Rotronic AG, 2023. *WATER ACTIVITY*. [En línea] Available at: [https://www.rotronic.com/media/productattachments/files/w/h/whitepaper\\_wateractivity\\_en.pdf](https://www.rotronic.com/media/productattachments/files/w/h/whitepaper_wateractivity_en.pdf) [Último acceso: 17 Agosto 2023].

Rueda, C. I. & Balcazar, C. A., 2022. *Tesis de licenciatura: Microencapsulación mediante secado por aspersión de extractos de chile chocolate (Capsicum annum var. Acuminatum fingerth)*. [En línea] Available at: <https://repositorio.unicach.mx/handle/20.500.12753/4547> [Último acceso: 20 Febrero 2023].

Sachen, K. N., Singh, B. & Rama, R. K., 2006. Controlled drug delivery through microencapsulation. *Malaysian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 4(1), pp. 65-81.

Saha, S., Roy, A., Roy, K. & Roy, M., 2016. *Study to explore the mechanism to form inclusion complexes of  $\beta$ -cyclodextrin with vitamin molecules*. [En línea] Available at: <https://www.nature.com/articles/srep35764> [Último acceso: 16 Marzo 2023].

Salehi, E., Emam-Djomeh, Z., Fathi, M. & Askari, G., 2019. Opuntia ficus-indica Mucilage. En: S. M. A. Razavi, ed. *Emerging Natural Hydrocolloids: Rheology and Functions*. Iran: Wiley, pp. 425-449.

Sánchez, L., 2021. *Tesis de licenciatura: "Diseño y construcción de un instrumento de dispersión por inmersión para la realización de prácticas docentes de microencapsulación"*. [En línea] Available at: <https://repositorio.unphu.edu.do/bitstream/handle/123456789/4732/Dise%c3%b1o%20y%20construcci%c3%b3n%20de%20un%20instrumento%20de%20dispersi%c3%b3n%20por%20inmersi%c3%b3n%20para%20la%20realizaci%c3%b3n%20de%20pr%c3%a1cticas%20de%20docentes%20de%20microenc> [Último acceso: 16 Marzo 2023].

Sánchez, M. F. O., 2006. *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes*. 1ra ed. España: AIYANA ediciones.

Sandoval, A. J., Barreiro, J. A., Tovar, X. & Angueira, M., 2002. Sorption characteristics of fermented cocoa powder (Theobroma cacao). *Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería Universidad del Zulia*, 25(1), pp. 49-55.

Sandoval, A., Rodríguez, E. & Ayala, A., 2011. Encapsulación de Aditivos para la Industria de Alimentos. *Ingeniería y Competitividad*, 5(2), pp. 73-83.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Sandoval-Peraza, M., Cu, T., Peraza-Mercado, G. & Acereto-Escoffí, P., 2016. Introducción en los procesos de encapsulación de moléculas nutraceuticas. En: M. R. Ortiz, ed. *Alimentos Funcionales de Hoy*. Barcelona, España: OmniaScience. , pp. 181-218.

Santos, D. y otros, 2018. Spray Drying: An Overview. En: R. Pignatello & T. Musumeci, edits. *Biomaterials - Physics and Chemistry - New Edition*. London: IntechOpen, pp. 9-31.

Savale, S., 2016. *Microencapsulation*. [En línea] Available at: <https://es.slideshare.net/slideshow/microencapsulation-62714987/62714987#20> [Último acceso: 29 Abril 2023].

Schoebitz, M., López-Belchí, M. D. & Roldán, A., 2013. Bioencapsulation of microbial inoculants for better soil-plant fertilization. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 33(1), pp. 751-765.

Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, 2017. *Plantas oleaginosas, energía comestible e industrial*. [En línea] Available at: <https://www.gob.mx/agricultura/es/articulos/plantas-oleaginosas-energia-comestible-e-industrial> [Último acceso: 8 Mayo 2023].

Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, 2022. *Datos que debes conocer sobre el ajonjolí - Gobierno de México*. [En línea] Available at: <https://www.gob.mx/agricultura/es/articulos/datos-que-debes-conocer-sobre-el-ajonjoli> [Último acceso: 17 Enero 2023].

Segura, J. M., 2020. *Trabajo fin de grado: "Microencapsulación de leche mediante secado por atomización a baja temperatura"*. Cartagena: Universidad Politécnica de Cartagena.

Serra, J., Melero, J., Martínez, G. & Fagoaga, C., 2020. Especies vegetales como antioxidantes de alimentos. *Nereis. Revista Iberoamericana Interdisciplinar de Métodos, Modelización y Simulación*, Issue 12, pp. 71-90.

Shirkole, S. S., Mujumdar, A. S. & Sutar, P. P., 2019. Studies on thermal stability of high-power short time microwave dried paprika (*Capsicum annum* L.) considering the interaction of water molecules with sorption sites. *Drying Technology*, 39(1), pp. 5-11.

Sifuentes-Pacaya, K. C., 2022. *AVANCES EN MICRO Y NANOENCAPSULACIÓN DE COMPONENTES BIOACTIVOS*, Iquitos: UNAP. Facultad de Industrias Alimentarias.

Siguencia, E. T. & Saritama, R. A., 2022. *Tesis de licenciatura: "EVALUACIÓN DEL RENDIMIENTO DEL ACEITE ESENCIAL DE AJONJOLÍ*. [En línea] Available at: <https://dspace.ups.edu.ec/bitstream/123456789/23422/4/UPS-CT010081.pdf> [Último acceso: 28 Enero 2023].

Silva, M. P. y otros, 2018. Comparison of extrusion and co-extrusion encapsulation techniques to protect *Lactobacillus acidophilus* LA3 in simulated gastrointestinal fluids. *LWT*, Volumen 89, pp. 392-399.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Song, Y., Fan, J.-B. & Wang, S., 2017. Recent progress in interfacial polymerization. *Materials Chemistry Frontiers*, 1(6), pp. 1028-1040.

Soukoulis, C. & Bohn, T., 2017. A comprehensive overview on the micro- and nano-technological encapsulation advances for enhancing the chemical stability and bioavailability of carotenoids. *Food Science and Nutrition*, 58(1), pp. 1-36.

Souza, F. R. y otros, 2021. Biopolímeros na indústria de alimentos: do aproveitamento de resíduos agroindustriais a produção de biopolímeros. En: S. Verruk, ed. *AVANÇOS EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS - VOLUME 4*. Brasil: Editoria Científica, pp. 370-388.

Stabrauskiene, J., Pudziulyte, L. & Bernatoniene, J., 2024. Optimizing Encapsulation: Comparative Analysis of Spray-Drying and Freeze-Drying for Sustainable Recovery of Bioactive Compounds from Citrus x paradisi L. Peels. *Pharmaceuticals*, 17(5), p. 596.

Steiner, B. M., McClements, D. & Davidov-Pardo, G., 2018. Encapsulation systems for lutein: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 82(1), pp. 71-81.

Suarez, J., 2001. Fisiopatología de la aterosclerosis, primera parte. *Revista Costarricense de Cardiología*, 3(2), pp. 54-63.

Suganya, V. & Anuradha, V., 2017. Microencapsulation and Nanoencapsulation: A Review. *International Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 9(3), pp. 233-239.

Talens, C., Castro-Giraldez, M. & Fito, P. J., 2018. Effect of Microwave Power Coupled with Hot Air Drying on Sorption Isotherms and Microstructure of Orange Peel. *Food and Bioprocess Technology*, 11(1), p. 723-734.

Taneja, A. & Singh, H., 2012. Challenges for the Delivery of Long-Chain n-3 Fatty Acids in Functional Foods. *Annual Review of Food Science and Technology*, 3(1), pp. 105-123.

Tapia, M. S., 2020. CONTRIBUCIÓN AL CONCEPTO DE ACTIVIDAD DEL AGUA (aw) Y SU APLICACIÓN EN LA CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS EN LATINOAMÉRICA Y VENEZUELA. *Boletín de la Academia de Ciencias Físicas, Matemáticas y Naturales*, 80(2), pp. 18-40.

Tavares, L. y otros, 2023. Moisture Sorption Isotherms and Thermodynamic Properties of Biodegradable Polymers for Application in Food Packaging Industry. *Polymers (Basel)*, 15(7), p. 7.

Tejada, M. A., 2018. *Monografía de licenciatura: "Estudio sobre grano de ajonjolí (Sesame indicum sp.) y su procesamiento en la actualidad"*. Girardot: Universidad Nacional Abierta y a Distancia - UNAD. Escuela de Ciencias Básicas Tecnología e Ingeniería.

Timilsena, Y. y otros, 2019. Complex coacervation: Principles, mechanisms and applications in microencapsulation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 121(1), pp. 1276-1286.

Togrul, H. & Arslan, N., 2006. Moisture sorption behavior and thermodynamic characteristics of rice stored in a chamber under controlled humidity. *Biosystems Engineering*, 95(2), p. 181-195.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

Torres, A. I., 2022. *MICROENCAPSULACIÓN*. [En línea] Available at: <https://www.ucm.es/otri/complutransfer-microencapsulacion> [Último acceso: 7 Mayo 2023].

Torres, K., 2007. *Tesis de licenciatura: "Optimización de la etapa de hidrólisis ácida en el proceso de fosfatación de almidón por extrusión para la encapsulación de aceite esencial de naranja"*. Pachuca de Soto: Universidad Autónoma de Hidalgo.

Tunde-Akintunde, T. Y. & Akintunde, B. O., 2004. Some Physical Properties of Sesame Seed. *Biosystems Engineering*, 88(1), pp. 127-129.

Tzatsi, P. & Goula, A. M., 2021. Encapsulation of Extract from Unused Chokeberries by Spray Drying, Co-crystallization, and Ionic Gelation. *Waste and Biomass Valorization*, 12(1), p. 4567–4585.

U.S. DEPARTMENT OF AGRICULTURE, 2019. *FoodData Central - Seeds, sesame seeds, whole, dried*. [En línea] Available at: <https://fdc.nal.usda.gov/fdc-app.html#/food-details/170150/nutrients> [Último acceso: 26 Enero 2023].

UNAM, 2023. *Respuestas - Capítulo IX*. [En línea] Available at: [https://prometeo.matem.unam.mx/recursos/VariosNiveles/iCartesiLibri/recursos/Quimica\\_Volumen\\_1/problemas/respuestas9.html](https://prometeo.matem.unam.mx/recursos/VariosNiveles/iCartesiLibri/recursos/Quimica_Volumen_1/problemas/respuestas9.html) [Último acceso: 7 Enero 2024].

Usano-Aleman, J., Palá-Paul, J. & Díaz, S., 2014. Aceites esenciales: conceptos básicos y actividad antibacteriana. *Reduca (Biología)*, 7(2), pp. 60-70.

Vaca-Moran, F., Vasquez-Galan, J., Vasquez-Granda, V. & Vaquez-Guillén, J., 2009. *El cultivo del ajonjolí*. [En línea] Available at: <https://bdigital.zamorano.edu/server/api/core/bitstreams/11e3b6cc-6c9b-4d32-a609-19d7d5d3e1f7/content> [Último acceso: 23 Marzo 2023].

Valdivia-Rivera, S. y otros, 2021. Encapsulation of microorganisms for bioremediation: Techniques and carriers. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 20(1), p. 815–838.

Valenzuela, C., Hernández, V., Rodríguez, F. & Carrillo, R., 2013. Tecnología de encapsulación y su aplicación en ciencias veterinarias.. *Avances En Ciencias Veterinarias*, 28(2), pp. 58-75.

Vargas-Rodríguez, L. y otros, 2016. Propiedades físicas del mucílago de nopal. *Acta*, 26(1), pp. 8-11.

Vasile, F., Judis, M. & Mazzobre, M., 2020. Moisture sorption properties and glass transition temperature of a non-conventional exudate gum (*Prosopis alba*) from northeast Argentina. *Food Research International*, 131(1), pp. 1-8.

Efecto de la estructura de perlas de hidrogel compuestas por biopolímeros y aceite de ajonjolí en su capacidad de adsorción de humedad.

- Velázquez-Gutiérrez, S. y otros, 2021. Influence of the wall material on the moisture sorption properties and conditions of stability of sesame oil hydrogel beads by ionic gelation. *LWT - Food Science and Technology*, Volumen 140.
- Velázquez-Gutiérrez, S. K. y otros, 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), pp. 241-254.
- Veloso, P. & Della Rocca, P., 2015. Encapsulación de ácido fólico en matrices poliméricas. *Proyecciones*, 13(2), pp. 37-46.
- Wang, X. y otros, 2022. Microencapsulating Alginate-Based Polymers for Probiotics Delivery Systems and Their Application. *Pharmaceuticals*, 15(5), pp. 1-22.
- Wang, X., Luo, Z. & Xiao, Z., 2014. Preparation, characterization, and thermal stability of  $\beta$ -cyclodextrin/soybean lecithin inclusion complex. *Carbohydrate Polymers*, 101(1), pp. 1027-1032.
- Xiao, Z. y otros, 2014. A review of the preparation and application of flavour and essential oils microcapsules based on complex coacervation technology. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 94(8), pp. 1482-1494.
- Yokoyama, T., 2018. Chapter 1 - Basic Properties and Measuring Methods of Nanoparticles. En: M. Naito, T. Yokoyama, K. Hosokawa & K. Nogi, edits. *Nanoparticle Technology Handbook (Third Edition)*. s.l.:Elsevier, pp. 3-47.
- Yun, P., Devahastin, S. & Chiewchan, N., 2020. Microstructures of encapsulates and their relations with encapsulation efficiency and controlled release of bioactive constituents: A review. *COMPREHENSIVE REVIEWS IN FOOD SCIENCE AND FOOD SAFETY*, 20(2), pp. 1768-1799.
- Zayas, J. F., 1997. Solubility of Proteins. En: J. F. Zayas, ed. *Functionality of Proteins in Food*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, pp. 1-6.
- Zhang, S. y otros, 2016. Microencapsulation of tea tree oil by spray-drying with methyl cellulose as the emulsifier and wall material together with chitosan/alginate. *Journal Applied Polymer Science*, 134(13), pp. 1-10.
- Zhang, Z., Li, X., Jia, H. & Liu, Y., 2022. Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of tiger nuts: An oil-rich tuber. *LWT*, 167(1), p. 3.
- Zschimmer & Schwarz, 2022. *TIPOS DE EMULSIONES COSMÉTICAS: ¿QUÉ DEBES SABER?*. [En línea]  
Available at: <https://www.zschimmer-schwarz.es/noticias/tipos-de-emulsiones-cosmeticas/>  
[Último acceso: 22 Febrero 2023].