

Universidad Autónoma del Estado de México



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



**“ANÁLISIS DE PARÁMETROS DE PROCESO EN LA
MICROENCAPSULACIÓN DE ÁCIDO LINOLEICO MEDIANTE
SECADO POR ASPERSIÓN”**

TESIS

Que para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presenta:

GONZALO VALDÉS GARCÍA

Director:

DR. CÉSAR PÉREZ ALONSO

Asesor Adjunto:

DRA. SANDRA LUZ MARTÍNEZ VARGAS

Toluca, México, Mayo 2018

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	IVIV
ÍNDICE DE TABLAS	¡ ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
RESUMEN	5
INTRODUCCIÓN	¡ Error! Marcador no definido. 6
CAPÍTULO 1. ANTECEDENTES	7
1.1. ÁCIDOS GRASOS ESCENCIALES.	8
1.2. AJONJOLÍ.	10
1.3. MICROENCAPSULACIÓN.....	13
1.4. SECADO POR ASPERSIÓN.	16
1.4.1. PARÁMETROS DE SECADO POR ASPERSIÓN.	1¡ Error! Marcador no definido.
1.4.2. ANÁLISIS TÉRMICO DE BIOPOLÍMEROS.	19
1.5. BIOPOLÍMEROS.	¡ Error! Marcador no definido.
1.5.1. GOMA ARÁBIGA.	22
1.6. EMULSIÓN.	¡ Error! Marcador no definido.
1.6.1. LA FASE OLEOSA (O) DE LAS EMULSIONES.	26
1.6.2. LA FASE ACOUSA (W) DE LAS EMULSIONES.....	27
1.6.3. ESTABILIZADOR.....	28
1.7. PRENSADO EN FRÍO.	30
1.8. OPTIMIZACIÓN DE PROCESOS POR MEDIO DE SUPERFICIE DE RESPUESTA.	33
CAPÍTULO 2. JUSTIFICACIÓN	35
CAPÍTULO 3. PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN.....	37
CAPÍTULO 4. OBJETIVOS	¡ ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO. 39
OBJETIVO GENERAL	40
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	40
CAPÍTULO 5. MATERIALES Y MÉTODOS	41
5.1. MATERIALES	42
5.2. MÉTODOS.	42

5.2.1. EXTRACCIÓN DE ACEITE DE AJONJOLÍ	42
5.2.2. DISEÑO EXPERIMENTAL.....	42
5.2.3. FORMULACIÓN DE EMULSIONES ACEITE EN AGUA (O/W).	43
5.2.4. OBTENCIÓN DE MICROCÁPSULAS MEDIANTE SECADO POR ASPERSIÓN.....	44
5.2.5. ACEITE SUPERFICIAL EN LAS MICROCÁPSULAS.....	44
5.2.6. DETERMINACIÓN DE ACEITE TOTAL EN LAS MICROCÁPSULAS.	44
5.2.7. EFICIENCIA DE ENCAPSULAMIENTO.....	45
5.2.8. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ÁCIDO LINOLEICO POR CROMATOGRAFÍA DE GASES.....	¡Error! Marcador no definido.5
5.2.9. CONTENIDO DE HUMEDAD EN LAS MICROCÁPSULAS.	46
5.2.10. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM).	¡Error! Marcador no definido.6
5.3. ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	46
CAPÍTULO 6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	48
6.1. AJUSTE DE ECUACIONES POLINOMIALES DE SEGUNDO ORDEN Y ANÁLISIS ESTADÍSTICO.	¡Error! Marcador no definido.9
6.2. ACEITE SUPERFICIAL (SOM, %) Y EFICIENCIA DE ENCAPSULACIÓN (EE, %)......	54
6.3. CONTENIDO DE ÁCIDO LINOLEICO EN ACEITE MICROENCAPSULADO (LAC, %).	61
6.4. CONTENIDO DE HUMEDAD (MC, %).	64
6.5. DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS.	66
6.6. MORFOLOGÍA DE LAS MICROCÁPSULAS.....	66
CAPÍTULO 7. CONCLUSIONES.....	68
CAPÍTULO 8. BIBLIOGRAFÍA	¡Error! Marcador no definido.9

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1.1. SEMILLA DE AJONJOLÍ	11
FIGURA 1.2. PRINCIPALES EXPORTADORES DE AJONJOLÍ A NIVEL MUNDIAL (2003).....	12
FIGURA 1.3. PRINCIPALES IMPORTADORES DE AJONJOLÍ A NIVEL MUNDIAL (2003).	13
FIGURA 1.4. ESTRUCTURA GENERAL DE UNA MICROCÁPSULA.	14
FIGURA 1.5. ESQUEMA DE LOS DIFERENTES PROCESOS DE MICROENCAPSULACIÓN.....	15
FIGURA 1.6. ESQUEMA DE UN SECADOR POR ASPERSIÓN (FUENTE: TREYBAL, 1988).	17
FIGURA 1.7. BOTELLAS DE VIDRIO OSCURO PARA ENVASADO DE ACEITE.....	¡ERROR!
MARCADOR NO DEFINIDO.	
FIGURA 1.8. PROCESO DE Prensado en Frío.	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.2
FIGURA 6.1. VALORES PREDICHOS CONTRA VALORES EXPERIMENTALES.....	53
FIGURA 6.2. DIAGRAMAS DE SUPERFICIE Y CONTORNO SOM.....	57
FIGURA 6.3. FASE VOLUMÉTRICA DISPERSA CONTRA TEMPERATURA DE ENTRADA DE AIRE DE SECADO	59
FIGURA 6.4. LAC % CONTRA VARIABLES INDEPENDIENTES X_2 Y X_3	62
FIGURA 6.5. MC % CONTRA VARIABLES INDEPENDIENTES X_1 Y X_2	64
FIGURA 6.6. MORFOLOGÍA DE LAS MICROCÁPSULAS DE ACEITE DE AJONJOLÍ.....	67
¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.	

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1.1. VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL PROCESO DE SECADO POR ASPERSIÓN.	16
TABLA 1.2. CARACTERÍSTICAS DE LOS BIOPOLÍMEROS ABSORBIDOS	21
TABLA 1.3. USOS INDUSTRIALES DE LA GOMA ARÁBIGA.	23
TABLA 5.1. NIVELES DE OPERACIÓN DE LAS VARIABLES INDEPENDIENTES.....	43
TABLA 6.1. ANÁLISIS DE REGRESIÓN DE VARIANZA Y ADECUACIÓN DE LOS MODELOS.	50
TABLA 6.2. ANÁLISIS DE REGRESIÓN DE VARIANZA Y ADECUACIÓN DE LOS MODELOS.	51
TABLA 6.3. DISEÑO EXPERIMENTAL Y VALORES OBTENIDOS PARA LAS VARIABLES DE RESPUESTA	55
TABLA 6.4. ANÁLISIS DE REGRESIÓN DE VARIANZA Y ADECUACIÓN DE LOS MODELOS.	56

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue optimizar el proceso de microencapsulación mediante secado por aspersión del aceite de ajonjolí empleando el método de superficie de respuesta. Se elaboró un diseño experimental factorial 3^k , donde las variables de proceso fueron la fracción volumétrica dispersa ($\phi_{O/W}$), la relación de material de pared respecto al material encapsulado (Wa:Co), y la temperatura de entrada de secado (T). Las variables de respuesta fueron: los porcentajes de aceite superficial en las microcápsulas (SOM%), la eficiencia de encapsulamiento (EE%), el contenido de ácido linoleico (LAC%) y el contenido de humedad (MC%). Las emulsiones se prepararon con tres niveles de fracción volumétrica dispersa (0.05, 0.10 y 0.15), y tres diferentes relaciones de material de pared respecto al material encapsulado (1:1, 2:1 y 3:1) empleando una mezcla de goma de mezquite (GM) y maltodextrina DE-10 (MD) (GM66%-MD34% w/w) como materiales encapsulantes. Las microcápsulas conteniendo aceite de ajonjolí se obtuvieron mediante secado por aspersión. Los resultados experimentales se procesaron en el software estadístico Minitab versión 17.0 para obtener un modelo matemático que correlacionará los datos experimentales, este modelo fue un polinomio de segundo orden, el cual indicó que para las 4 variables de respuesta, la variable independiente que influyó en el proceso de microencapsulación de aceite de ajonjolí fue la fracción volumétrica dispersa. El porcentaje de aceite superficial y eficiencia de encapsulamiento varió de 6.67- 37.23 % y 62.37% - 93.37% respectivamente, estos valores indicaron que la cantidad de material de pared presente en las emulsiones fue capaz de emulsionar y retener el aceite utilizado de manera eficiente. El contenido de ácido linoleico en el aceite de ajonjolí encapsulado mostró no ser afectado por la etapa del secado por aspersión, ya que permaneció en un intervalo de 47.684%-50.399% muy similar al valor del aceite de ajonjolí sin encapsular que fue del 50.4%. Los valores de contenido de humedad se obtuvieron en un intervalo de 2.479 - 5.678%. La mayoría de las microcápsulas no mostraron grietas o fisuras aparentes, asegurando una baja permeabilidad para los aceites y compuestos volátiles, por lo tanto, proporcionar protección y mayor retención del material de núcleo. Las condiciones óptimas para el proceso de microencapsulación del aceite de ajonjolí fueron: una relación volumétrica de la fase dispersa ($\phi_{O/W}$) de 0.05, Wa:Co de 2:1 y una temperatura de entrada de secado de 160°C, obteniendo valores de SOM de 6.63%, EE%=93.37%, LAC%=50.32 y MC%=2.479%.

INTRODUCCIÓN

Existe un interés creciente en la industria alimentaria por promover la utilización de productos naturales, libres de químicos, ya que en la actualidad, los consumidores prefieren productos alimenticios seguros para la salud, consciente de esto y de la necesidad de mejorar los procesos productivos que permitan el desarrollo de tecnología a escala industrial, se continúan desarrollando líneas de investigación que permitan poner en funcionamiento nuevos procedimientos dirigidos a la mejora de productos mínimamente procesados.

El aceite de ajonjolí contiene ácidos grasos poliinsaturados, principalmente está constituido por el ácido linoleico (Omega 6). Estos ácidos grasos ejercen efectos benéficos a la salud cuando son consumidos. El uso y manejo de dicho aceite es difícil, debido a que éste presenta alta volatilidad, es hidrofóbico, lábil y es susceptible a degradarse ante la presencia de factores ambientales (luz, temperatura, humedad y oxígeno). Una alternativa para facilitar la aplicación del aceite en los diferentes ramos de la industria, es utilizar una solución tecnológica que resuelva adecuadamente estos efectos. La tecnología de microencapsulación es un proceso que reduce la degradación de aceites de alto valor nutricional mediante el uso de agentes encapsulantes como los biopolímeros, los cuales funcionan como capa protectora ante los fenómenos deteriorativos, por lo tanto, es de suma importancia evaluar la relación que guarda el agente encapsulante con el material encapsulado, debido a que la estabilidad de las microcápsulas depende en parte de la cantidad empleada de biopolímeros. Por lo descrito anteriormente, el presente proyecto de investigación, consistió en optimizar el proceso de microencapsulación por secado por aspersion de aceite de ajonjolí mediante el método de superficie de respuesta analizando como variables de estudio la relación de material respecto al material encapsulado, la temperatura de entrada de secado, y la fracción volumétrica de la fase dispersa; y como variables de respuesta a la eficiencia de encapsulamiento, así como la retención del ácido linoleico en las microcápsulas, después del proceso de secado por aspersion.

1. ANTECEDENTES

1. ANTECEDENTES

1.1 Ácidos grasos esenciales

Los principales componentes de todas las grasas son los ácidos grasos, que pueden ser saturados, monoinsaturados o poliinsaturados. Las grasas saturadas y mono insaturadas no son necesarias en la dieta, ya que se producen en el cuerpo humano. Existen dos ácidos grasos poliinsaturados que el cuerpo no puede producir el ácido linoleico y el ácido alfa linoleico. Deben obtenerse mediante la dieta y son conocidos como ácidos grasos esenciales (AGE); en el cuerpo humano estos ácidos grasos esenciales son de suma importancia para mantener las membranas de todas las células, para producir las prostaglandinas que regulan muchos procesos corporales y ayudan a que las vitaminas liposolubles de los alimentos (A, D, E Y K) puedan ser absorbidas.

Hay dos familias de ácidos grasos esenciales: los omega-3 (n-3) y los omega-6 (n-6). Dado que estos ácidos grasos no están saturados de átomos de hidrógeno (H) (y tienen más de un enlace doble entre los átomos), se denominan 'ácidos grasos poliinsaturados' (PUFAs por sus siglas en inglés). La mayoría de los PUFAs provienen de las plantas y los pescados grasos.

Existen tres tipos principales de ácidos grasos omega-3 que se ingieren a través de los alimentos y que el organismo utiliza: el ácido alfa-linolénico (ALA) y los ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga, el ácido eicosapentaenoico (EPA) y el ácido docosahexaenoico (DHA). Una vez ingeridos, el cuerpo convierte los ALA en EPA y DHA, los dos tipos de ácidos grasos omega-3 más fácilmente asimilables por el organismo.

La mayoría de los ácido grasos omega-6 se consumen en la dieta a partir de aceites vegetales como el ácido linoleico (LA). El organismo convierte el ácido linoleico en los ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga: gamma-linolénico (GLA) y ácido araquidónico (AA). El AA también se puede consumir directamente de la carne, y el GLA se ingiere a partir de varios aceites de origen vegetal.

La ingesta suficiente de ácidos grasos poliinsaturados (omega-3 y omega-6) es importante por el papel crucial que desempeñan en:

- El desarrollo y mantenimiento de una correcta función cerebral
- La visión
- Las respuestas inmunitarias e inflamatorias
- La producción de moléculas semejantes a las hormonas
- Mantenimiento de una presión arterial normal
- Mantenimiento de una concentración normal de triglicéridos

La extracción de las grasas y aceites naturales y sus transformaciones constituyen un sector industrial de gran importancia económica. Las principales materias primas utilizadas son los sebos y tocinos animales, los huesos, los productos secundarios de las fábricas de harina de pescado (vísceras y extractos), la aceituna y las semillas oleaginosas. Las grasas animales se extraen calentando con vapor, en autoclaves, los tejidos semitriturados; con ello las grasas se funden y se separan. Se utilizan para fabricar distintos tipos de tensoactivos.

Para la obtención de aceites vegetales procedentes de semillas oleaginosas hay que descortezar y triturar las semillas previamente. Las semillas oleaginosas contienen un 45% de aceite una vez peladas. Hay dos métodos fundamentales para obtener el aceite: el prensado y la extracción con disolventes apolares. En el primer caso, una vez limpias las semillas se trituran y se calientan con vapor con objeto de dilatar los tejidos celulares. Seguidamente se someten a presión con prensas continuas de huso que alcanzan presiones altas y, simultáneamente, calientan la masa triturada. De este proceso se obtiene el aceite crudo y la torta. El aceite crudo se decanta, se filtra y pasa al proceso de refinado. La torta, que aun contiene entre un 15% y un 25% de aceite pasa a la etapa de extracción con disolvente.

Para la extracción con disolventes se utiliza la fracción de petróleo que destila entre 55 y 65 °C, denominada hexano comercial. El hexano circula, a contracorriente, a través de depósitos llenos de material triturado. La disolución obtenida se destila para recuperar el hexano y obtener el aceite. Ambos procesos se usan extensamente para obtener aceites de semillas oleaginosas (soja, girasol, algodón, colza). El aceite así obtenido hay que refinarlo antes de utilizarlo para consumo humano. El residuo sólido desengrasado es muy rico en proteínas y se utiliza para la fabricación de piensos compuestos y para extraer proteínas destinadas a la industria alimentaria.

En los últimos años el interés mundial en estas sustancias de origen natural ha ido en constante crecimiento, además, los alimentos funcionales con un mayor contenido de AGE son cada vez más disponibles (Castro et al., 2002).

1.2 Ajonjolí.

El ajonjolí es una planta herbácea perteneciente a la familia de las Pedaliáceas, la cual se distingue por alcanzar un metro de altura y tener unas flores llamativas, de colores blanco-rosáceos. Su semilla es conocida de igual forma con el nombre de sésamo. No se ha descubierto a ciencia cierta su origen, pero su cultivo data de tiempos remotos en Etiopía (África), y se expandió a India, China, Japón y los países del Mediterráneo. Con el descubrimiento de América, los esclavos del África trajeron la semilla a México y Centroamérica. La semilla era utilizada por los indios y chinos como aceite de sésamo para embellecer la piel y como consumo en sustitución del aceite de oliva. Actualmente su uso se ha expandido por todo el mundo y se cultiva preferentemente en climas cálidos como India, China, Ecuador, Centroamérica y México. Sin embargo, las semillas de mayor calidad son procedentes de Centroamérica, principalmente de Guatemala. El cultivo de ajonjolí es anual, y prospera en regiones cálidas con temperaturas entre 24 y 30°C, radiación solar alta, precipitaciones entre 300 y 400 mm, suelos franco arenoso y con drenaje eficiente.

Hay diferentes variedades de ajonjolí, se pueden dividir por su color y su precocidad, las más comunes son de color blanco y negro o tostado. Las primeras se caracterizan por su buen

desarrollo y por ser exigente en nutrientes del suelo, por tanto reciben mejor precio y se usan para la panificación y reposterías. La segunda variedad corresponde a las semillas mezcladas (coloraciones) entre amarillo a marrón oscuro (la más cultivada en México), la planta es más pequeña con menores rendimientos, y se desarrolla en suelos pobres en nutrientes, es más rústica que la blanca y se usa para la producción de aceites y harinas. El ajonjolí o sésamo es un ingrediente que está presente en infinidad de alimentos de nuestra vida diaria. Es un ingrediente que aporta sabor, proporcionando un toque característico a cada plato.



Figura 1.1: Semilla de Ajonjolí

El ajonjolí es una oleaginosa que provee más hierro que el huevo, es una fuente de lecitina (mayor que la soya), es de fácil digestión para el organismo humano, sabor agradable, y rico en potasio y sodio. Se utiliza como especia para la preparación de pan, galletas, confitería, aceite comestible, aderezo para ensaladas, en la elaboración de margarinas, en la industria farmacéutica, en la fabricación de jabones, cosméticos y pinturas. Después de la extracción del aceite la parte residual (pasta) se puede usar para la alimentación del ganado y aves de corral. El aceite de ajonjolí es apetecido por ser de larga duración, debido a que contiene un antioxidante llamado Sesamol.

El ajonjolí tiene una gran demanda en procesos que requieren de una mayor duración del producto preparado con aceite, debido a su alto valor nutritivo y su aceite de mejor calidad

que le resto de las oleaginosas. El ajonjolí tiene un alto valor nutritivo por la gran cantidad de proteínas, lípidos e importantes minerales y vitaminas. Es de resaltar que su contenido de proteína oscila entre 12 a 23% y el contenido de aceite entre 40 y 60%; la calidad de su aceite esencialmente con alto contenido de ácido linólico (35 a 41% del aceite total) y su contenido de fibra 8 a 11% .

El cultivo no requiere de cuidados especiales ya que puede crecer en diferentes regiones de forma casi silvestre, sin embargo, su baja promoción al consumo ha limitado su expansión. La producción mundial en 2014 fue de 3,092 millones de toneladas. El 70 por ciento de la producción mundial se emplea en la elaboración de harina y aceite, y la industria alimentaria es el principal segmento de mercado. A partir del año 2000, la producción ha sufrido un crecimiento anual del 9 por ciento. Las exportaciones mundiales registradas en 2003 fueron de 540 millones de dólares siendo India, China y Sudán los principales exportadores (Figura 1.2), que en comparación con años anteriores sufrieron un aumento significativo de 38.9 por ciento, incentivado por el comportamiento de la demanda mundial.

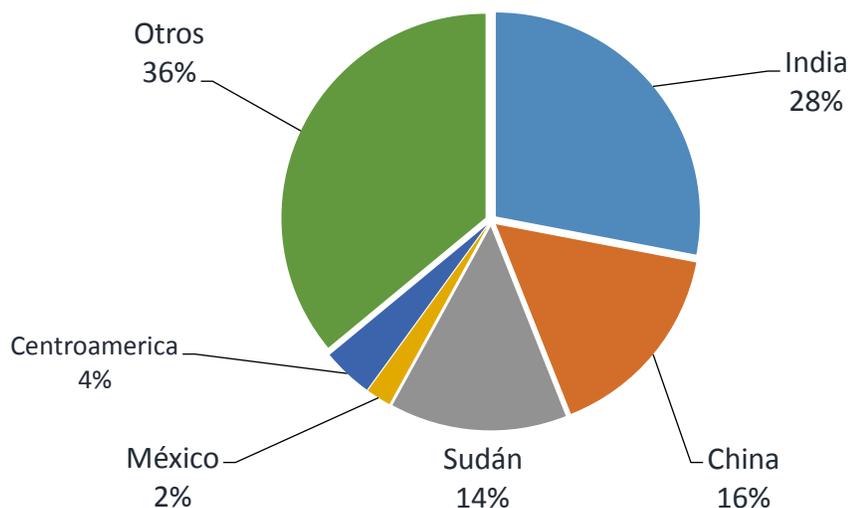


Figura 1.2: Principales exportadores de ajonjolí a nivel mundial (2003).

Las importaciones en ese mismo año aumentaron 20 por ciento con respecto a 1990 (Figura 1.3), y la tendencia creciente en el consumo del ajonjolí fue propiciada por la diversificación de sus usos, despertando intereses tanto comerciales como industriales.

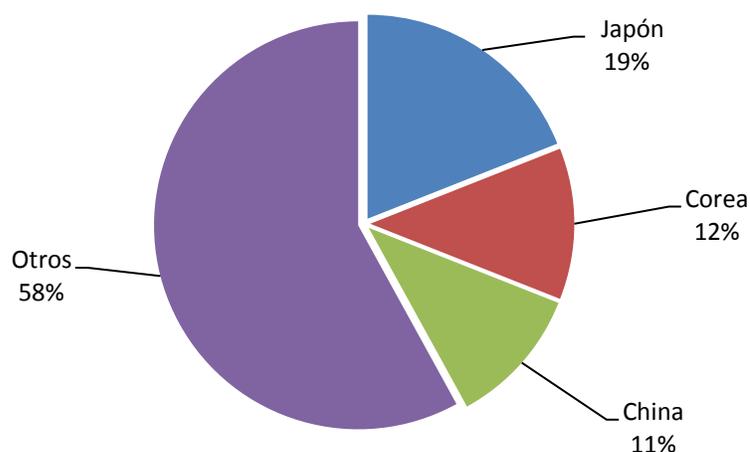


Figura 1.3: Principales importadores de ajonjolí a nivel mundial (2003).

1.3. Microencapsulación

La microencapsulación se define como una tecnología de empacamiento de materiales sólidos, líquidos o gaseosos. Las microcápsulas selladas pueden liberar su contenido a una velocidad controlada bajo condiciones específicas, pueden proteger el producto encapsulado de la luz y el oxígeno. La microencapsulación consiste en macropartículas conformadas por una membrana polimérica porosa (pared encapsulante) contenedora de una sustancia activa (núcleo). Es una técnica por la cual gotas líquidas, partículas sólidas o gaseosas, son cubiertas con una película polimérica porosa conteniendo una sustancia activa, esta membrana, barrera o película está generalmente hecha de componentes con cadenas para crear una red con propiedades hidrofóbicas y/o hidrofílicas (Figura 1.4) (Parra, 2010)

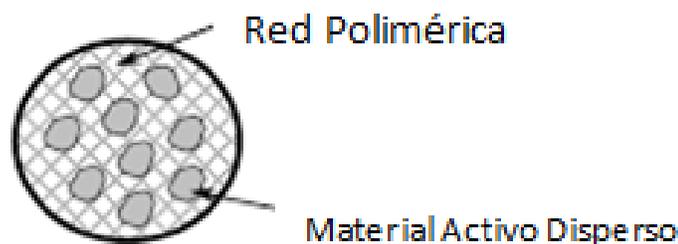


Figura 1.4: Estructura general de una microcápsula.

Los procesos de encapsulación fueron desarrollados entre los años 1930 y 1940 por la National Cash Register para la aplicación comercial de un tinte a partir de gelatina como agente encapsulante mediante un proceso de coacervación (Yañez et al., 2002). Históricamente, la microencapsulación fue introducida de manera comercial en 1954 como medio de hacer copias múltiples sin el uso del papel carbón (Madene, Scher y Desobry, 2006).

Existen una gran cantidad de técnicas para la producción de microcápsulas, en general estos métodos pueden ser divididos en dos grupos: mecánicos y químicos (Figura 1.5). Los procesos químicos se dividen en las técnicas de coacervación, co-cristalización, polimerización interfacial, gelificación iónica, incompatibilidad polimérica, atrapamiento por liposomas e inclusión molecular; dentro de los procesos mecánicos están las técnicas de secado por aspersión, secado por congelamiento/enfriamiento y extrusión (Madene, Scher y Desobry, 2006; Yañez et al., 2002).

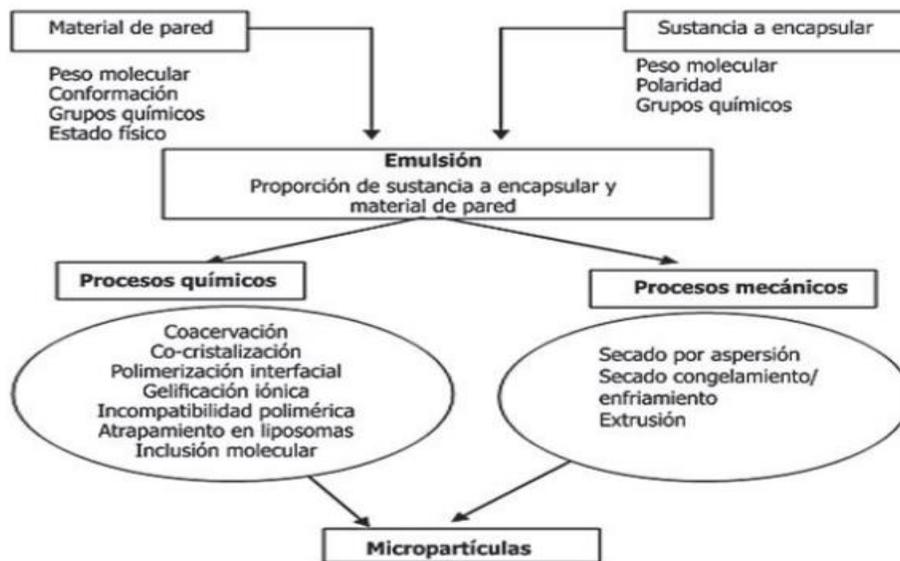


Figura 1.5: Esquema de los diferentes procesos de microencapsulación

Las principales ventajas de la microencapsulación son:

1. Proteger el material activo de la degradación producida por el medio ambiente (calor, aire, luz, humedad), etc.
2. El compuesto encapsulado se libera gradualmente del compuesto que lo ha englobado o atrapado en un punto determinado.
3. Las características físicas del material original pueden ser modificadas y hacer más fácil su manejo (un material líquido convertido a polvo), la higroscopia puede ser reducida, la densidad se modifica y el material contenido puede ser distribuido más uniformemente en una muestra.
4. Previene la pérdida del color o del sabor del producto encapsulado.
5. Puede ser empleado para separar componentes, con el fin de que estos no reaccionen.
6. Estabilización de principios activos inestables.
7. Transformación de líquidos en sólidos (Astray et al., 2009).
8. Control del secado-conversión de líquidos y sólidos pegajosos para el libre fluido de polvos (mejor mezclado, prevención de aglomeramiento).
9. Control de la velocidad de emisión del material del núcleo bajo condiciones deseadas.

Las aplicaciones de esta técnica han ido aumentando considerablemente en la industria alimentaria debido a la protección de los materiales encapsulados de factores como el calor y la humedad, permitiendo mantener su estabilidad y viabilidad. Las microcápsulas, ayudan a que los materiales alimenticios empleados resistan las condiciones de procesamiento y empaquetado mejorando sabor, aroma, estabilidad, valor nutritivo y apariencia de sus productos (Montes, De Paula y Ortega, 2007).

1.4. Secado por Aspersión

Es una operación unitaria por la cual un producto líquido es atomizado en una corriente de gas caliente para obtener de manera instantánea un polvo. El gas usado generalmente para esta operación es aire caliente, aunque en unos casos especiales se utilizan gases inertes como el nitrógeno. El secado por aspersión produce, dependiendo del material y las condiciones iniciales de operación, un polvo muy fino (10-50 μm) o partículas de largas (2-3 μm).

El secado por aspersión es la técnica más común y de menor costo para producir microencapsulación de en productos alimenticios. Se considera a este método como una solución para los problemas convencionales de secado, debido a que el proceso proporciona no solo una buena eficiencia sino también un bajo costo económico. Sin embargo, es considerado como una operación con gran pérdida de energía, debido a que es imposible utilizar todo el calor que pasa a través de la cámara de secado, estas ventajas y desventajas se muestran en la tabla 1.1.

Tabla 1.1: Ventajas y desventajas del proceso de secado por aspersión.

VENTAJAS
• Bajo costo de operación.
• Altos rendimientos y calidad de encapsulamiento.
• Capsulas altamente solubles.
• Tamaños pequeños de partícula.
• Alta estabilidad de capsulas.

DESVENTAJAS

- Producción no uniforme de microcápsulas.
- Limitación de elección de material de pared.
- Producción de polvos demasiado finos para las necesidades a satisfacer con el producto final.
- No apto para materiales sensibles a la temperatura

La aplicación del proceso de secado por aspersión en microencapsulación implica tres etapas básicas:

- Preparación de la dispersión o la emulsión para ser procesado.
- Homogeneización de la dispersión.
- Atomización de la masa dentro de la cámara de secado.

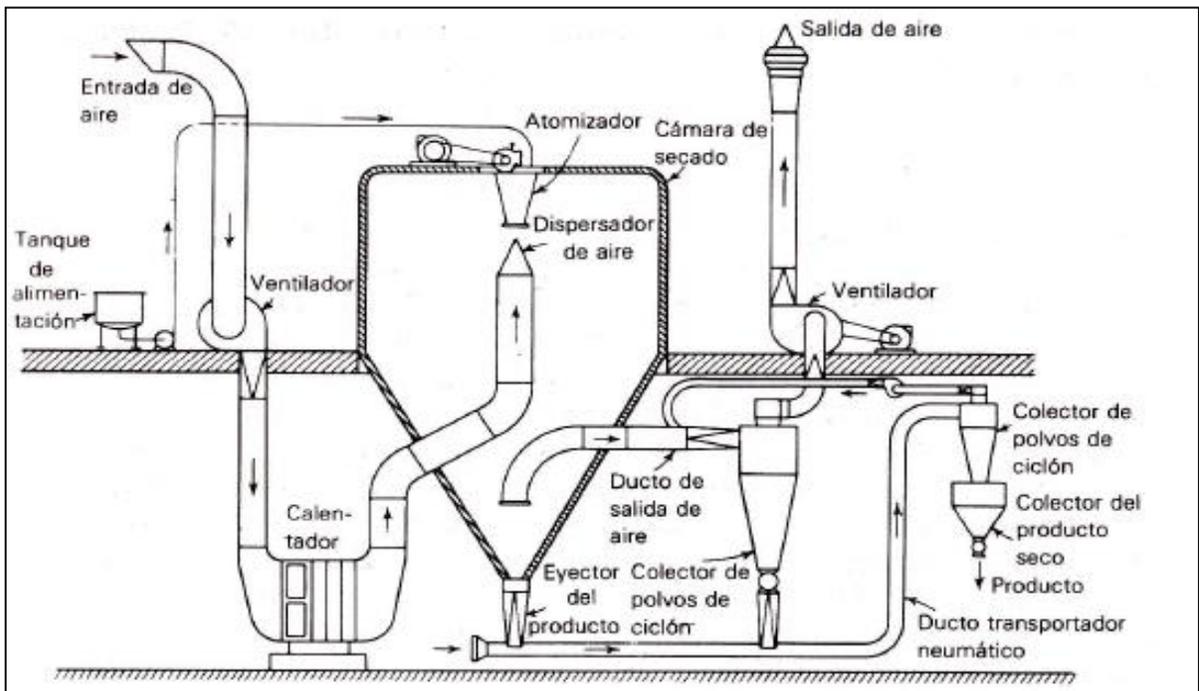


Figura 1.6. Esquema de un secador por aspersión (Fuente: Treybal, 1988)

La tecnología de secado por aspersión es utilizada en la industria farmacéutica, bioquímica y alimenticia para obtener sustancia en polvo. Esta tecnología se utiliza en la industria alimentaria para convertir líquidos en polvo y como método de encapsulación de componentes volátiles como fragancias, aceites esenciales y componentes termosensibles como ciertas vitaminas (Gouin et al., 2004).

1.4.1 Parámetros de secado por aspersión

Los principales factores que deben ser optimizados en secado por aspersión son la temperatura de alimentación, temperatura de entrada y salida de aire.

Temperatura de alimentación: La temperatura de alimentación modifica la viscosidad de la emulsión y por lo tanto su capacidad de ser homogéneamente asperjada. Cuando la temperatura de alimentación se incrementa, la viscosidad y tamaño de gota puede disminuir, pero a altas temperaturas puede ocurrir una volatilización o degradación de algunos ingredientes sensibles al calor. La velocidad de alimentación suministrada al atomizador se ajusta para asegurar que cada gota asperjada alcance los niveles de secado deseados antes de que se ponga en contacto con la superficie de la cámara de secado.

Temperatura de aire de entrada: La temperatura del aire de entrada se determina por la temperatura que puede ser usada sin producir un daño al producto o crear riesgos en la operación. La temperatura de aire de entrada es directamente proporcional a la velocidad de secado de las microcápsulas y al contenido de agua final. Una temperatura baja de aire de entrada provoca una baja velocidad de evaporación, una deformación de las microcápsulas con alta densidad, alto contenido de agua, poca fluidez y serán susceptibles a aglomerarse. Sin embargo una temperatura alta de aire de entrada provoca una evaporación excesiva y resulta en el rompimiento de la membrana, induciendo una subsecuente liberación prematura así como una degradación del ingrediente encapsulado y una pérdida de volátiles.

Temperatura de aire de salida: La temperatura en la zona final de secado o temperatura de salida de aire se considera como un parámetro de control del secador, la cual depende de la temperatura de entrada y se ha reportado que varía de 50 a 80°C para microencapsulación de

ingredientes de alimentos con compuestos fenólicos como de té verde (Medina-Torres et al., 2013).

1.4.2 Análisis térmico de biopolímeros

Para el secado por aspersion de una emulsión, la elección del material de pared es fundamental ya que este material tiene una influencia en la estabilidad de la emulsión antes del secado, estabilidad mecánica y vida de anaquel después del secado. Es por eso que es muy importante la elección del material de pared para el proceso de secado.

Se pueden investigar los materiales de pared para determinar cuál puede ser el mejor encapsulante para un lípido dado. Este método de investigación consiste en la emulsificación del lípido en una solución de material o materiales de pared y de una deshidratación rápida. Los materiales adecuados para este método deben tener las siguientes características:

- Alta actividad emulsificante.
- Los lípidos no deben separarse de la emulsión durante la deshidratación.
- Alta estabilidad.
- Deben tener una tendencia a formar una red compleja durante el secado, para prevenir los mecanismos de inestabilidad en la emulsión y las fracturas en las microcápsulas.

Ré (1998) enfatizó que los biopolímeros que se utilizan como materiales de pared en la microencapsulación por secado de aspersion deben de tener propiedades térmicas eficientes (baja difusividad efectiva) para proteger el material encapsulado durante la operación del secado. La difusividad es una propiedad de transporte que permite diseñar y optimizar el proceso de secado, así como cuantificar y dar un indicativo de que tan lento se lleva a cabo el proceso de secado (Zogzas et al., 1994).

Otro parámetro importante en el proceso de secado es la energía de activación; es decir, la energía necesaria que se requiere para evaporar un mol de agua del material que se deberá secar. Pérez-Alonso et al. (2003) determinaron la energía de activación en el proceso de

secado isotérmico de soluciones de biopolímeros para elegir las mezclas de biopolímeros más efectivas en la encapsulación de materiales.

El conocimiento de todo lo anterior constituye una parte importante para el diseño de procesos, de un sistema de almacenamiento así como de procesos para una extracción óptima, ya que la industria de alimentos busca métodos más eficientes para conservar las propiedades funcionales de los aceites esenciales así como de los colorantes, los cuales son sensibles al exponerse a la luz, calor y el medio ambiente que los rodea, además de tener una vida de anaquel corta si no se tiene un almacenaje adecuado, es por eso que urge la necesidad de protegerlos, mediante el diseño de membranas y una forma de hacerlo es a través de la microencapsulación y lo que se pretende en este trabajo es proveer las características más adecuadas para el secado de las microcápsulas.

1.5. Biopolímeros

Los biopolímeros presentan diversas características que los hacen materiales adecuados para su aplicación como agentes encapsulantes. Estos biomateriales provienen de una fuente renovable, pueden ser biodegradables, no tóxicos y muchos de ellos comestibles por lo que se podrían consumir junto con el alimento (envase ideal, residuo cero).

Los biopolímeros pueden tener por si mismos actividad antimicrobiana/antioxidante o llevar dichos agentes activos incorporados y realizar una liberación controlada. También pueden formar recubrimientos o película (film) homogéneos a los que se puede incorporar aditivos (aromas, colorantes, edulcorantes, etc.) que pueden mejorar las propiedades del alimento y en muchas ocasiones (especialmente en el caso de proteínas) pueden tener componentes nutricionales adicionales.

Debido a la estructura molecular compleja de los biopolímeros, estos pueden realizar un control más adecuado de las propiedades físico químicas (transferencia de gas, lípidos u aromas) y permiten un control físicoquímico y microbiológico de los alimentos igual o superior a los plásticos convencionales. Los polímeros poseen características funcionales

únicas tales como la capacidad para estabilizar emulsiones y espumas, formar geles y aumentar la viscosidad de las soluciones (Gharsalloui et al., 2007).

La solubilidad de biopolímeros para la formación de una emulsión está determinada por una combinación de interacciones de Van der Waals, enlaces de hidrógeno, estéricas hidrofóbicas; que promueven la agregación, existiendo una baja solubilidad y las electrostáticas; que pueden ser atractivas o repulsivas incrementando o disminuyendo la solubilidad (Gharsalloui et al., 2007).

Una vez que ha sido formada la emulsión, es importante para su estabilidad a largo plazo que el biopolímero adsorbido produzca una barrera macromolecular robusta en la interfase, para lo cual es necesario cumplir con las siguientes características (Rodríguez-Huezo et al., 2004):

Un material de pared ideal debe tener buenas propiedades reológicas (Tabla 1.2) (éstas determinan las propiedades funcionales de algunas sustancias e intervienen durante el control de calidad, los tratamientos y estabilidad física) a altas concentraciones y fácil manipulación durante los procesos de encapsulación, capacidad de estabilizar, dispersar o emulsificar el material activo y no debe reaccionar con el material a ser encapsulado; sin embargo, debe retener el material activo dentro de su estructura durante el proceso y almacenamiento.

Tabla 1.2. Características de los Biopolímeros Adsorbidos.

Características del biopolímero absorbido	Descripción
Fuerte adsorción	Implica que el polímero anfifílico tenga un grado sustancial de carácter hidrofóbico que lo mantenga unido a la interfase.
Formación de una gruesa capa estabilizante estérica	Se requiere de un polímero compuesto de una pequeña fracción de segmentos hidrofóbicos adsorbentes y una gran fracción de segmentos hidrofílicos no adsorbentes.
Cobertura superficial completa	Implica que haya suficiente presencia de polímeros para saturar la interfase.

Formación de una capa estabilizante cargada	Implica la presencia de grupos cargados en el biopolímero que contribuyan a la interacción electrostática repulsiva neta entre las superficies de las gotas, especialmente a bajas fuerzas iónicas.
Fuente: Rodríguez-Huezo et al. (2004)	

La funcionalidad de un material de pared radica en proveer máxima protección al material activo contra las condiciones ambientales (calor, luz, humedad), debe permitir la liberación completa del solvente, material activo o de otros materiales que son usados durante el proceso de encapsulación o durante el secado y finalmente ser agentes económicos de grado alimenticio (Pérez-Alonso et al., 2008). La estructura de la película adsorbida alrededor del material encapsulado determinará en gran medida la protección que se brindará durante el proceso de secado y durante su posterior almacenamiento.

El criterio fundamental para la selección de un buen material de pared es su capacidad para retener al material del núcleo dentro de su estructura durante el proceso y almacenamiento (Carrillo-Navas et al., 2011).

1.5.1 Goma Arábica

La goma arábica es considerada como un polisacárido de origen natural, que se produce como una secreción resinosa que se conoce como gummosis; ésta aparece sobre lesiones y grietas en la corteza de árboles como el de la Acacia Senegal y Acacia seyal.

La goma arábica aparece en los árboles con el único objetivo de proteger a éstos contra la aparición de enfermedades y propagación de plagas. De esta manera, si la corteza de un árbol se corta, se producirá goma para cerrar los agujeros. Esta resina conocida como goma arábica es generalmente de color ámbar y se recolecta normalmente a mano una vez seca.

La goma arábica se compone de distintos polisacáridos y ácidos, por ejemplo: D-galactosa, L-arabinosa, L-ramnosa, D-glucorónico o el 4-O-metil-D-ácido glucorónico. La goma arábica es fácilmente soluble en agua a temperatura ambiente, pero es insoluble en alcohol.

La goma arábiga se ha utilizado desde hace muchos años, generalmente es utilizada en varias industrias para diferentes aplicaciones como se muestra en la Tabla 1.3.

Tabla 1.3. Usos industriales de la goma Arábiga.

Industria	Uso
Papel y Adhesivos	Se utiliza como pegamento en sellos y sobres postales.
Alimenticia	Es conocida como E414, la cual tiene varias aplicaciones, por ejemplo, en la producción de caramelos masticables, es utilizada como fijador de aromas, estabilizante de espumas y emulsiones y como modificador de la consistencia de varios alimentos.
Farmacéutica	Se utiliza para fabricar ciertos medicamentos.
Vitivinícola	Se utiliza en pequeñas cantidades como coloide protector de vinos jóvenes con el objetivo de mejorar su estabilidad, aumentar el equilibrio y las características organolépticas del vino, reductor de amargura y astringencia, y como clarificador de éstos.
Pinturas y Recubrimientos	Es ideal para la fabricación de tintes.
Bebidas	Se utiliza como emulsificante, pues con ella, se obtienen las películas protectoras de las bebidas refrescantes

1.6 Emulsión

La emulsión es un proceso que consiste en la mezcla de dos líquidos diferentes que no se puedan mezclar, es decir, que sean inmiscibles entre sí. Uno de los líquidos se encontrará formando la fase, conocida con el nombre de dispersa, que se encontrará constituida por el líquido que será dispersado dentro del otro líquido que conforma la mezcla, el cual será el formador de la fase conocida como, continua, o también, dispersante. Las emulsiones encuentran aplicaciones en diversos campos: alimentación, cosmética, farmacia, química

agrícola, detergencia, industria de la pintura y polímeros, pretratamientos de crudos de petróleo en refinerías, tratamiento de mareas negras, recuperación terciaria de petróleo, asfaltos, etc. No obstante, esta revisión hace especial énfasis en las emulsiones alimentarias.

Dependiendo de la naturaleza de las fases dispersa y continua, las emulsiones se clasifican como O/W, W/O o múltiples tipo W/O/W y O/W/O (Becher, 1985). Una emulsión O/W, se denomina emulsión aceite en agua. En este tipo de emulsiones la fase dispersa consiste en pequeñas gotas de un líquido de naturaleza oleosa, por tanto hidrófoba, y una fase continua dominada por un medio normalmente acuoso. Como ejemplos de emulsiones O/W se pueden citar: leche, mayonesa, nata, abonos, fitosanitarios y herbicidas emulsionados, algunas salsas y emulsiones de algunos tipos de petróleo.

La posibilidad de que se formen emulsiones O/W o W/O con petróleos depende de si se trata de crudo de petróleo y del tipo que sea o si se trata de fracciones refinadas del mismo. Además, es clave el tipo de emulsionante utilizado (Sjöblom, 2001). La mayoría de las emulsiones múltiples: O/W/O y W/O/W encuentran aplicaciones en cosmética y farmacia, constituyendo la medicina y tecnología de alimentos campos claros de aplicaciones potenciales (Garti y Benochou, 2003).

Dada la diferente naturaleza de las fases orgánicas/oleosas y acuosas, son esperables diferencias significativas de densidad, que conduzcan tarde o temprano a una separación de fases, que en la práctica supone la rotura de la emulsión y, por tanto, el fin de su vida útil. Esto será un problema serio a no ser que se compense la inestabilidad termodinámica de estos sistemas mediante lo que se puede denominar estabilidad cinética. Es decir, a no ser que se consiga mantener prácticamente constantes el tamaño medio de gota, la distribución espacial de las mismas y sus propiedades funcionales a lo largo del tiempo de vida útil para la aplicación prevista de la emulsión.

Por tanto, una de las propiedades más importantes de una emulsión es su estabilidad. Dependiendo del tipo de emulsión considerado, fundamentalmente de su composición, el término estabilidad no sólo incluye los aspectos físicos que controlan principalmente la separación de fases, sino también químicos (oxidación, hidrólisis) y microbiológicos

(crecimiento bacteriano y de otros microorganismos). No obstante, en ocasiones, la clave del éxito de un proceso es justo la contraria, poder controlar la desestabilización de emulsiones.

En cualquier caso, la investigación, desarrollo e innovación de productos emulsionados abarca las siguientes etapas comunes a los distintos campos de aplicación:

1. Análisis de mercado para el producto emulsionado que se pretende desarrollar.
2. Formulación, incluyendo la caracterización física y química de las materias primas, además del estudio de las interacciones entre componentes.
3. Procesado, incluyendo la selección de los equipos más adecuados y las condiciones de operación óptimas.
4. Caracterización microestructural de las emulsiones.
5. Análisis de la estabilidad de las emulsiones.
6. Comercialización con énfasis en el valor añadido real del producto.

Una visión global de estas etapas indica que las propiedades funcionales, incluyendo la estabilidad de las emulsiones, están principalmente controladas por la microestructura de las mismas y en su evolución bajo las condiciones termo-mecánicas existentes durante su vida útil. La correlación entre una propiedad específica de la emulsión y su microestructura se denomina función de propiedad (Schubert et al., 2003).

En este sentido es importante reparar en que la formulación, tanto desde el punto de vista cualitativo, como cuantitativo, junto con las condiciones de procesado condicionan la formación de una microestructura determinada de la emulsión y, por tanto, indirectamente sus propiedades funcionales. La relación entre las condiciones de procesado y la microestructura de la emulsión se ha denominado función de proceso (Borho et al., 1991, Schubert et al., 2003).

La formulación de emulsiones se basa en un conocimiento lo más profundo posible de sus componentes básicos y de sus interrelaciones: la fase oleosa, la fase acuosa y el o los emulsionantes. En algunos casos para que la emulsión presente unas propiedades funcionales aceptables es también fundamental utilizar algún tipo de estabilizante o estabilizador. La

estabilidad física de una emulsión está condicionada por el resultado de un balance complejo de fuerzas de atracción y repulsión entre las gotas de fase dispersa, condicionado por las condiciones fisicoquímicas del medio continuo (Evans y Wennerström, 1994).

Es importante señalar que la inclusión de algún principio activo, alimento funcional o componente esencial para garantizar el valor añadido de la emulsión, dependerá de su compatibilidad con el medio donde se incorpore fundamentalmente: la fase oleosa (O), la fase acuosa (W) o la interfase.

El proceso en el cual se realizan las emulsiones, se conoce con el nombre de emulsificación. Las emulsiones forman parte también, de un grupo más grande de materia que se divide al igual, en dos fases, dentro de la química coloidal. Así, es frecuente que los términos coloide y emulsión, se suelen confundir, no son lo mismo, pues cuando hablamos de emulsiones, nos estamos refiriendo a una mezcla donde las dos fases se implican en conseguir una mezcla lo más homogénea posible, y en el caso de los coloides, aunque también formados por dos fases con igual nombre, la fase continua en este caso suele ser fluida y en cambio la fase dispersa, es sólida, encontrándose siempre en menor cantidad.

Cuando hablamos de emulsiones de agua en aceite (muy frecuentes), o viceversa, influye en gran medida el volumen de cada fase, así como el tipo de emulsificador utilizado. Así, se suele aplicar una regla conocida con el nombre de “regla de Bancroft”, donde los emulsificadores, así como las partículas emulsificadas, suelen tender a incrementar la dispersión de la fase en la cual no se suelen realizar una disolución óptima. Un ejemplo clásico para este tipo de emulsiones, puede ser el caso de las proteínas, las cuales se disuelven fácilmente en agua, pero no en aceite, por lo cual tienen a formar emulsiones de aceite en el agua.

1.6.1 La fase oleosa (O) de las emulsiones

La fase oleosa de una emulsión puede estar formada por un producto químico orgánico de síntesis, como por ejemplo: hidrocarburos, o grasas y aceites procedentes de materias primas apenas manipuladas, por ende próximo a productos naturales de naturaleza orgánica, como

por ejemplo, aceites vegetales. Sin embargo, también son utilizadas fases oleosas basadas en lípidos naturales químicamente modificados, como por ejemplo grasas hidrogenadas. Entre los componentes más importantes de las fases oleosas de las emulsiones alimentarias se pueden citar los ácidos grasos y sobre todo los triglicéridos.

El resto de compuestos liposolubles presentes en la emulsión se concentrarán en la fase oleosa. Como ejemplos se pueden citar: vitaminas, colorantes liposolubles (carotenos), y esteroides. Los carotenos en la práctica se utilizan en forma cristalizada, siendo su solubilidad en fase oleosa bastante baja. Los carotenos como aditivos de emulsiones alimentarias se usan en forma emulsionada, consiguiéndose una mayor solubilidad que en fase oleosa (Schubert y Ax, 2003).

Entre las propiedades más importantes de las fases oleosas utilizadas en emulsiones alimentarias se encuentran, además de sus características organolépticas, la densidad, punto de fusión, viscosidad y tensión superficial (McClements, 2004a).

Todas estas propiedades son dependientes de la estructura química concreta de los lípidos utilizados. Es también importante el carácter apolar de la fase oleosa ya que influye en las propiedades interfaciales de los emulsionantes. Por ejemplo, afecta a la intensidad de los cambios conformacionales de las proteínas adsorbidas en la interfase (Rampon et al., 2004 y McClements, 2004b).

La fase oleosa de las emulsiones constituye uno de los puntos de progreso en lo que respecta a formulaciones innovadoras. En el campo de las emulsiones alimentarias es de prever un interés creciente en el uso de aceites con propiedades funcionales, como por ejemplo: aceites de girasol alto oleico, aceites de oliva (refinado y virgen) y aceites vegetales enriquecidos en ácidos grasos poliinsaturados.

1.6.2 La fase acuosa (W) de las emulsiones

La fase acuosa de las emulsiones en pocas ocasiones consiste en agua pura, lo normal es que además se encuentren varios productos de naturaleza hidrófila. Entre los componentes

solubles en medio acuoso se encuentran: sales, ácidos, bases, azúcares, tensoactivos, proteínas (en los dos últimos casos puede ser por exceso respecto a las cantidades presentes en la interfase O/W, por incompatibilidad con la interfase o material desplazado de la misma durante el procesado), estabilizantes (polisacáridos, polímeros), conservantes y algunos colorantes (ejemplo: extracto de pimentón).

Desde un punto de vista químico es interesante distinguir entre las diferentes interacciones de las moléculas de agua con solutos iónicos, dipolares e hidrófobos. Respecto al agua en sí, debe prestarse atención al efecto de la cristalización en las emulsiones sometidas a bajas temperaturas, sobre todo teniendo en cuenta la expansión de volumen que representa, reflejada en un claro descenso de densidad.

En algunas emulsiones O/W es decisivo el papel de los estabilizantes en la fase acuosa, papel que en emulsiones no alimentarias lo desempeñan principalmente polímeros sintéticos y en alimentarias, polímeros de naturaleza polisacáridica. Estos polisacáridos pueden llegar a controlar las propiedades de la fase acuosa en una emulsión.

Un factor decisivo para el éxito de una formulación es la correcta hidratación de biopolímeros, hidrocoloides tales como proteínas y polisacáridos en las emulsiones alimentarias y de polímeros sintéticos en otras emulsiones, que a su vez está condicionada por una dispersión previa eficaz de los componentes sólidos y de la presencia del resto de solutos en la fase acuosa (sales, ácidos, bases, azúcares, etc.) (Clark, 2004).

1.6.3 Estabilizador

Un estabilizante o estabilizador es un compuesto químico normalmente de naturaleza macromolecular que hidratado en la fase acuosa confiere a una emulsión O/W una estabilidad física durante un tiempo prolongado. La estabilización de la emulsión se consigue restringiendo la movilidad de las gotas de la fase dispersa, gracias al aumento de viscosidad y, en ocasiones de la viscoelasticidad, de la fase continua.

Los estabilizantes contribuyen a la estabilidad de la emulsión favoreciendo principalmente las interacciones estéricas entre las gotas, si bien también pueden ser significativas las electrostáticas. Como ejemplos de estabilizantes se pueden citar: polímeros sintéticos hidrófilos y polisacáridos: goma xantana, galactomananos, almidones, etc.

Los polímeros usados para estabilizar emulsiones alimentarias O/W son mayoritariamente hidrocoloides de naturaleza polisacáridica (gomas alimentarias). Se pueden clasificar en naturales, semisintéticos y sintéticos. Ejemplos de las primeras pueden ser: carrageninas, goma de garrofín, pectinas, gomas xantana y gelana, y almidones obtenidos a partir de cereales. Entre los semisintéticos, se pueden destacar los almidones modificados (Thomas y Atwell, 1999) y el propilenglicol alginato. Los polímeros de tipo polioxetilados se pueden citar entre los sintéticos (Da Silva, 1992).

Es de suma importancia recordar que las concentraciones de aplicación de los biopolímeros a usar como estabilizantes deben ser ajustadas convenientemente para evitar problemas de desestabilización por floculación inducida por puentes entre macromoléculas adsorbidas en gotas cercanas o por expulsión de macromoléculas del medio continuo de gotas también cercanas, fenómeno que ha sido estudiado por muchos autores tanto desde un punto de vista tanto teórico como aplicado (Waltz, 2000, Vélez et al., 2003, Dickinson, 2004).

Además deben tenerse en cuenta variables tales como fuerza iónica, pH, temperatura y etapa del procesado en el que se van a incorporar a las emulsiones. No es lo mismo adicionarlos antes que después del proceso de formación de las emulsiones.

La inclusión voluntaria o no de partículas sólidas en la interfase pueden favorecer la estabilidad de las emulsiones, al formarse una barrera de protección mecánica en torno a las gotas de fase dispersa. Por ejemplo, monoglicéridos cristalizados y asfaltenos en emulsiones de crudo de petróleo. La clave está en las propiedades de mojado de las fases oleosa y acuosa en relación con las partículas sólidas, siendo un ángulo de contacto de 90° la situación más favorable para la estabilidad de la emulsión.

1.7 Prensado en frío

La presión en frío, es un modo de extracción exclusivamente mecánico que se realiza a baja temperatura, preservando de este modo la proporción de ácidos grasos esenciales, vitamina E, antioxidantes naturales y no necesita ningún aditivo. La primera extracción denominada “primera presión” da como resultado un zumo de frutas puro y verdaderamente oleaginoso.

En la antigüedad, todos los aceites eran prensados en frío y por lo mismo todos fueron siempre considerados muy valiosos en la alimentación y aplicaciones medicinales, usadas incluso como sustancias para el culto, para ungir a sacerdotes y reyes, o como portador del espíritu, así como en la extremaunción para acompañar el retorno al mundo espiritual.

Fue a partir de la revolución industrial que se fueron empleando métodos de extracción de aceites cada vez más sofisticados, calentando las semillas y lavándolas con solventes derivados del petróleo, se fueron lograron altos niveles de rendimiento y, por consiguiente, el abaratamiento del aceite, el cual ya no era un alimento altamente nutritivo, multivitamínico y demás, sino un mero aporte calórico, una “alimento” desvitalizado y hasta perjudicial para la salud.

La extracción de aceites prensados en frío se sigue realizando hoy en día en forma simple y artesanal. La semilla se descascara parcialmente y se limpia mediante ventilación y zarandeo para eliminar impurezas; la semilla limpia se lleva a la prensa: un extrusor a tornillo sin fin. Aquí se vigila especialmente que la temperatura generada por la presión no supere los 45° C para asegurar la estabilidad molecular de los ácidos grasos poliinsaturados. Se evita así también la disolución de ceras y otras sustancias.

Durante varios días el aceite bruto decanta en tanques de acero inoxidable. Luego se bombea por un filtro de algodón descartable y se envasa en botellas de vidrio oscuro o envases de hojalata para evitar la oxidación del aceite por acción de la luz ultra violeta como se observa en la Figura 1.7. El refinado se hace innecesario, y el aceite conserva el suave sabor propio de la semilla de la cual proviene.



Figura 1.7: Botella de vidrio oscuro para envasado de aceite.

Para que el aceite prensado en frío sea sano debe, además, proceder de semillas de cultivo orgánico y estar almacenadas en silos provistos de sistemas de aireación que permitan optimizar su conservación y frescura.

Por estar elaborado con materia prima orgánica debidamente certificada por organismos autorizados, por ser extraído mediante un procedimiento artesanal de rendimiento reducido y tener un envase que lo resguarde de la luz, este tipo de aceites llega al consumidor con un valor diferencial.

Debemos tener en cuenta que los diversos aceites (girasol, lino, sésamo, germen de trigo, etc.) con sus propiedades individuales no son sólo aderezos para las comidas y aporte calórico, sino un alimento esencial: porque aporta nutrientes que el organismo no puede elaborar por sí mismo a partir de otras sustancias.

Estos nutrientes son la vitamina E o tocoferol y los ácidos grasos poliinsaturados. El tocoferol, por su acción contra los radicales libres es la vitamina anti envejecimiento y de la fertilidad. Se destruye en los procesos de refinado de los aceites industrializados, por lo cual debe ser restituida en su forma sintética.

Cuando se trata de aceites delicados, o aquellos en los cuales el sabor o el matiz de sus propiedades son un componente clave, se necesita tener mayor cuidado en el control de los factores durante el proceso de elaboración.

Aceites denominados como prensados en frío son en realidad prensados por expulsor en un ambiente con temperaturas controladas que se mantienen por debajo de los 120 grados °F (48°C). Es importante señalar que mientras que en Europa existen rigurosos estándares para la terminología de prensado en frío (aceite totalmente sin refinar extraído a temperaturas por debajo de los 122 °F), la frase "prensado en frío" ha sido usada erróneamente por muchos años en Estados Unidos, generalmente se la ha empleado como una técnica de mercadeo para aceites que han sido prensados por expulsor o hasta refinados (que someten al aceite a temperaturas hasta de 470 °F).

En la cosmética, para crear una crema, es necesario al mínimo mezclar a alta temperatura (80°C) un cuerpo graso, agua destilada, un emulsionante, un perfume y un conservante antibacteriano necesario por la presencia del agua. Utilizando excipientes de alta calidad como los aceites vegetales biológicos de primera presión en frío y combinándolos con aceites esenciales biológicos se puede obtener tratamientos de belleza conteniendo 100% de principios activos naturales, sin calentarlos y sin necesidad de emplear conservantes.

El prensado en frío se efectúa a una temperatura máxima de 45 °C; a continuación, se decanta y se filtra antes de ser embotellado en botellas opacas (Figura 1.8). Los aceites prensados en frío no pasan por un refinado adicional. Cabe destacar que la denominación "prensado en frío" no se ajusta a ningún precepto legal, por lo que los aceites así comercializados pueden no haber sido sometidos a este proceso.



Figura 1.8: Proceso de prensado en frío

1.8 Optimización de procesos por medio de superficie de respuesta

El método de superficie de respuesta es un conjunto de técnicas matemáticas utilizadas en el tratamiento de problemas en los que una respuesta de interés está influida por varios factores de carácter cuantitativo. El propósito inicial de estas técnicas es diseñar un experimento que proporcione valores razonables de la variable respuesta y, a continuación, determinar el modelo matemático que mejor se ajusta a los datos obtenidos. El objetivo final es establecer los valores de los factores que optimizan el valor de la variable respuesta.

El Método de Superficie de Respuesta (RSM, por sus siglas en inglés) se utiliza para optimizar o reformular productos o procesos. Se usa principalmente para reducir costos y tiempo de pruebas, al disminuir el número de ensayos. La RSM es una técnica secuencial en la que, a menudo, la estimación inicial de las condiciones óptimas de operación está alejada del óptimo real, así que el objetivo es, usando un método lo más simple y menos costoso posible, moverse rápidamente hacia las cercanías del óptimo (Gamboa et al., 2010).

Tonon et al. (2011) estudiaron la influencia de algunas condiciones de proceso en la microencapsulación de aceite de semilla de lino mediante secado por aspersion. Emplearon goma Arábica como material de pared. Realizaron 17 pruebas de acuerdo a un diseño experimental central. Las variables independientes fueron: la temperatura de entrada de secado (138-202°C), contenido total de sólidos (10-30% w/w) y la concentración de aceite con respecto al contenido de sólidos (10-30% w/w). La eficiencia de encapsulamiento, oxidación de lípidos, y la densidad en masa del polvo se analizaron como respuestas. También se analizó la morfología del polvo y la distribución del tamaño de partícula. Las emulsiones de alimentación se caracterizaron con respecto a tamaño de gota y viscosidad. Alto contenido de sólidos y baja concentración de aceite condujo a una mayor eficiencia de encapsulación y a una oxidación lipídica baja, que fue relacionada a la mayor viscosidad de la emulsión y tamaños de gota inferiores. El aumento de temperatura de secado dio lugar a mayor oxidación de los lípidos. La densidad aparente aumentó cuando el mayor contenido de sólidos y la menor temperatura del aire de entrada fueron usados. Las partículas se redondean y se marchitaron, y su diámetro medio se vio afectado principalmente por el contenido total de sólidos.

Bringas-Lantigua et al. (2011) estudiaron la influencia de la temperatura de entrada y salida de secado (160-200 y 80-100 °C, respectivamente) en el secado por aspersión del aceite de mandarina así mismo emplearon como material de pared una mezcla de goma arábica y maltodextrina DE-20, y el proceso fue evaluado utilizando un diseño de factor de tres niveles. Para la optimización, la tasa de evaporación de secado, retención de aceite volátil, y la eficiencia de microencapsulación se consideraron como variables de respuesta. Las optimizaciones de respuesta múltiple indicaron que una entrada de aire temperatura de 200 °C y una temperatura del aire de salida de 80 °C eran predicho para proporcionar la velocidad de evaporación máxima, aceite volátil retención, y la eficiencia de microencapsulación en los intervalos estudiados.

2. JUSTIFICACIÓN

2. JUSTIFICACIÓN

Los ácidos grasos (tanto omega-3 como omega-6) son indispensables dentro de una dieta sana y equilibrada, debido a que reducen los niveles de colesterol alto de forma más efectiva que las grasas monoinsaturadas. Las semillas de ajonjolí actúan contra la pérdida de memoria, depresión, insomnio y otros problemas nerviosos.

El aceite de sésamo posee ventajas adicionales, ya que es un buen regulador intestinal y poderoso energizante, especialmente recomendado para deportistas y personas que están expuestas a tareas agotadoras, tanto físicas como mentales. Por otra parte, el aceite de sésamo es considerado de alto calidad, debido esencialmente a su alto contenido de ácido linoleico (35 a 41% del aceite total y ácido oleico).

Lamentablemente el uso y manipulación de dicho aceite es complicado, debido a que presenta alta volatilidad y es susceptible a degradarse ante la presencia de factores ambientales tales como la luz, temperatura, humedad y oxígeno, por lo que es de suma importancia desarrollar nuevas tecnologías eficientes y económicas para poder conservar las propiedades del aceite y evitar el deterioro o pérdida de las mismas.

En el presente trabajo se propone obtener un producto microencapsulado de ácido linoleico con base en el empleo de dos tipos de biopolímeros como agentes encapsulantes, la goma Arábica y la goma de mastiche, mediante la operación de secado por aspersion. Además de evaluar los distintos parámetros de proceso y las variables de respuesta, para de esa forma lograr las condiciones óptimas de proceso de microencapsulación y poder ser comercializado a nivel industrial.

3. PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN

3. PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN

¿Cuáles son las condiciones óptimas del proceso de microencapsulación de ácido linoleico mediante secado por aspersión donde se obtengan porcentajes de eficiencia de encapsulamiento y contenido de ácido linoleico mayores al 90%?

4. OBJETIVOS

OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

Analizar distintos parámetros de proceso en la microencapsulación de ácido linoleico mediante secado por aspersión.

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Extraer el aceite de ajonjolí mediante un proceso de prensado en frío.
- Formular un diseño de experimentos para analizar parámetros de proceso de la tecnología de microencapsulación mediante secado por aspersión.
- Formular emulsiones el tipo aceite-en-agua (O/W), empleando como agente emulsionante una mezcla de maltodextrina DE-10 y goma de mezquite.
- Obtener microcápsulas de aceite de ajonjolí mediante secado por aspersión.
- Determinar la eficiencia de encapsulamiento del aceite de ajonjolí.
- Determinar el contenido de ácido linoleico presente en las microcápsulas.
- Describir la morfología de la microcápsulas a condiciones óptimas de procesamiento.
- Obtener gráficos de superficie de respuesta para determinar valores óptimos de las variables de respuesta (eficiencia de microencapsulación y contenido de ácido linoleico presente en el aceite de ajonjolí encapsulado) que sean mayores al 90%.

5. MATERIALES Y MÉTODOS

5.1 MATERIALES

Para la extracción del aceite de ajonjolí, se emplearon semillas de la variedad café, que fueron adquiridas de un centro comercial de la ciudad de Toluca, Estado de México. Como agentes encapsulantes se utilizaron goma de mezquite (GM) (*Prosopis laevigata*), la cual fue recolectada del Estado de San Luis Potosí, México en forma de lágrimas y purificada de acuerdo a Vernon-Carter et al. (1996) y maltodextrina DE-10 (MD), la cual fue adquirida en la compañía Industrias Ragar S.A. de C.V. (Ciudad de México). Los disolventes que se utilizaron fueron grado analítico y cromatográfico adquiridos en la compañía SIGMA ALDRICH S.A. de C.V. Toluca, México. En todos los experimentos se utilizó agua desionizada.

5.2 MÉTODOS

5.2.1 Extracción de aceite de ajonjolí

Se empleó para la extracción del aceite de ajonjolí el método de prensado en frío. Se colocaron 300g de semillas de ajonjolí dentro de un émbolo de 40 cm de largo por 10 cm de diámetro, y este a su vez se colocó en una prensa hidráulica Tamer (modelo PHT-20, Shangai, China) ejerciendo una presión gradual sobre el pistón, hasta alcanzar las 9 ton de presión a temperatura ambiente.

El aceite extraído se recolectó en un vaso de precipitado y posteriormente fue envasado en frascos de vidrio color ámbar y almacenados en un cámara de refrigeración a 5 °C.

5.2.2 Diseño experimental

La metodología de superficie de respuesta que aplicó un diseño factorial 3^k se utilizó para determinar la influencia de tres variables independientes que se consideró que influían en el proceso de microencapsulación mediante secado por aspersion de aceite de ajonjolí. Los siguientes parámetros fueron seleccionados como variables independientes: (X_1) fase volumétrica dispersa (ϕ_o/w), (X_2) relación de material de pared respecto al material

encapsulado ($W_a: C_o$), y (X_3) de temperatura de entrada de aire de secado (T_i). La Tabla 5.1 muestra los niveles de las variables independientes que operan. El diseño experimental consistió en 30 puntos, incluyendo cuatro repeticiones del punto central (tabla 2), y se llevó a cabo de manera aleatoria.

Tabla 5.1. Niveles de operación de las variables independientes

Variables Independientes		Niveles de la Operación		
		-1	0	1
X_1	$\phi_{O/W}$ (fase volumétrica dispersa)	0.05	0.10	0.15
X_2	$W_a:C_o$ (relación de material de pared respecto a material encapsulado)	1:1	2:1	3:1
X_3	Temperatura ($^{\circ}C$)	120	140	160

Las variables de respuesta fueron eficiencia de encapsulamiento (EE), aceite superficial en las microcápsulas (SOM), el contenido de ácido linoleico (LAC) y el contenido de humedad (MC). Los modelos de regresión fueron evaluados para cada variable de respuesta. Los términos no significativos fueron eliminados, y las ecuaciones resultantes se probaron para la adecuación y ajuste mediante un análisis de varianza (ANOVA). La relación entre las variables independientes y las variables de respuesta fue calculada mediante el polinomio de segundo orden (Ec. 5.1)

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i X_i + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} X_i X_j \quad (\text{Ec. 5.1})$$

Donde Y es la respuesta predicha, β_0 es una constante, β_i es el coeficiente lineal, β_{ii} es el coeficiente de cuadrado, β_{ij} es el coeficiente de producto cruzado, y k es el número de los factores.

5.2.3 Formulación de emulsiones aceite en agua O/W

Se formularon varios tipos de emulsiones simples O/W de acuerdo al diseño factorial experimental, utilizando una mezcla de biopolímeros como agente emulsionante, goma de mezquite (GM) con maltodextrina DE-10 (MD) (GM66% -MD34% w/w), con una fracción

volumétrica dispersa ($\phi_{o/w}$) de 0.05, 0.10 y 0.15, con tres relaciones de material de pared-respecto al material de núcleo (Wa:Co) de 1:1, 2:1 y 3:1 para producir 100 g de emulsión, utilizando el procedimiento de emulsificación de dos etapas.

El procedimiento consistió en una etapa inicial, en donde la fase continua se preparó disolviendo la mezcla de biopolímeros en agua 24 horas antes de la preparación de la emulsión y se añadió azida de sodio al 0,3% basado en el total de gramos de la emulsión con el orden para evitar la proliferación de microorganismos; en una segunda etapa se añadió la fase dispersa gota a gota a la fase continua y se emulsionó en un homogeneizador Ultra-Turrax T50 basic (IKA-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EE.UU.) a una velocidad de 5.200 rpm durante 10 min, con un hielo baño para mantener la temperatura por debajo de 30 °C.

5.2.4 Obtención de microcápsulas mediante secado por aspersión

Las diferentes variaciones de emulsiones alimentaron un secador por aspersión Nichols/Niro a nivel planta piloto (Turbo spray PLA, NY, EE.UU.), utilizando un flujo de alimentación de 40 mL/min por medio de un dosificador. Se emplearon tres temperaturas de entrada de aire de secado de 120, 140 y 160 °C \pm 5 °C y la temperatura de secado de salida de aire de 80 \pm 5 °C respectivamente, con una presión de atomización de 4 bar (Pérez Alonso et al., 2008).

5.2.5 Aceite superficial en las microcápsulas

El aceite no encapsulado se determinó según el método descrito por Calvo et al. (2012) con ligeras modificaciones. 5 g de microcápsulas se dispersaron en 10 ml de hexano durante 10 s (teniendo cuidado de que la partícula no se destruyera). El disolvente se filtró a través de papel filtro Whatman no. 1, después de lo cual el residuo se evaporó usando un rotavapor Büchi R-100 (BÜCHI Labortechnik, AG) bajo vacío a 80 °C, posteriormente se pesó el aceite no encapsulado. El aceite se calculó gravimétricamente (Jiménez et al., 2006).

5.2.6 Determinación de aceite total en las microcápsulas

El aceite total se determinó de acuerdo al método descrito por Rodea González *et al.*, (2012) con ligeras modificaciones. Se pesaron 5 g de microcápsulas, a las cuales se les extrajo el aceite utilizando el equipo de extracción de grasas Soxhlet empleando hexano como disolvente extractor, por espacio de 6 horas. Se evaporó el residuo de disolvente empleando la evaporación al vacío a 80°C. Se pesó el aceite obtenido después de la evaporación y se tomó como el contenido de aceite total en las microcápsulas y fue calculado gravimétricamente (Jiménez *et al.*, 2006).

5.2.7 Eficiencia de encapsulamiento

El porcentaje de eficiencia de encapsulamiento (*EE*) se determinó con la siguiente relación Rodea González *et al.* (2012):

$$EE\% = \frac{(O_{total} - O_{superficial})}{O_{total}} \times 100 \quad (\text{Ec. 5.2})$$

Donde el aceite total (O_{total}) es el contenido interno y la superficie de aceite de ajonjolí de las microcápsulas, mientras que el aceite de la superficie ($O_{superficial}$) es el aceite de ajonjolí que correspondió al contenido de aceite no encapsulado que se encuentra en la superficie de las partículas.

5.2.8 Determinación del contenido de ácido linoleico por cromatografía de gases

El aceite sin encapsular y microencapsulado (sección 5.2.6) se derivatizó para determinar la composición de ácidos grasos. Previamente, 200 μL del aceite se mezclaron con 1 ml de 0.2 N HCl-metanol y después se incubó a 60°C durante 4 h, luego se añadieron 0.2 mL de agua desionizada y 2 mL de hexano. Después de agitación, los ésteres metílicos se extrajeron en la capa de hexano y se utilizaron para el análisis de CG, de acuerdo con Miranda *et al.* (2013). Un μL de la capa de hexano se inyectó en un Varian 3800 GC (Palo Alto, CA) equipado con una columna capilar polar Agilent HP-INNOWax (30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm). Inyector (CP-8410) y las temperaturas FID fueron fijados en 250 °C. La temperatura del horno se

mantuvo a 50 °C durante 2 min, a continuación, alcanzando 220 °C a una velocidad de 30°C/min y se mantuvo a esta temperatura durante 25 min. Después de eso, la temperatura llegó a 255 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 7 min. Los ácidos grasos se identificaron por comparación de sus tiempos de retención con los de la norma FAME Mix Supelco 37.

5.2.9 Contenido de humedad en las microcápsulas

El contenido de humedad se determinó de acuerdo con el método AOAC (2000). Se tomaron muestras por triplicado de microcápsulas (~5 g) se pesaron y posteriormente se secaron en un horno ventilado a 105°C durante 3 horas. Las muestras se retiraron del horno, se enfriaron en un desecador y se pesaron. Los procesos de secado y la pesada se repitieron hasta que se obtuvieron pesos constantes.

5.2.10 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

Las microcápsulas fueron montados en soportes de muestra de carbono utilizando cinta adhesiva de doble cara, y se observaron utilizando un microscopio electrónico de barrido JEOL JMS 7600F (Akishima, Japón) con el modo de GB-H a 1 kV tensión de aceleración. Las micrografías se presentaron a diferentes aumentos. Las muestras no fueron metalizadas ya que el equipo de microscopía opera en condiciones de ultra vacío (Guadarrama-Lezama et al. 2014)

5.3 Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó utilizando el software Minitab versión 17.0 (Minitab Inc., State College, PA, EUA). La adecuación de los modelos se determinó mediante la evaluación de la falta de ajuste, el valor de la prueba de Fisher (valor F), coeficiente de determinación (R^2), y adjusted- R^2 obtenidos a partir del análisis de la varianza (ANOVA). La prueba de significación estadística se basa en los criterios de error totales con un nivel de confianza del 95%. Los coeficientes de regresión fueron utilizados para hacer los cálculos estadísticos para

generar gráficas de superficie de respuesta de los modelos de regresión. Todas las mediciones analíticas se llevaron a cabo por triplicado.

El análisis estadístico fue realizado usando el software Desing Expert versión 6.0.10 (Stat-Ease. Inc., Minneapolis, USA). La adecuación del modelo se determinó mediante la evaluación del valor de prueba de Fisher (valor F), coeficiente de determinación (R^2), R^2 ajustada y un coeficiente de variación (CV) obtenido del análisis de varianza (ANOVA). La prueba de significación estadística fue basada en los criterios de error total con un nivel de confianza del 95%. Los coeficientes de regresión se utilizaron para hacer cálculos estadísticos para generar gráficos de superficies de respuesta a partir de los modelos de regresión.

Todas las mediciones analíticas se realizaron por triplicado. Las condiciones óptimas para la microencapsulación del aceite de sésamo fueron determinadas analizando los resultados de las variables que fueron afectadas significativamente por las condiciones experimentales y se obtuvieron por la metodología de función deseada de Derringer aplicando el perfil de deseabilidad de respuesta usando el software Design Expert 6.0.10 (Stat-Ease, Inc., Minneapolis, USA) (Derringer y Suich, 1980).

El método encuentra las metas deseadas para cada superficie de respuesta. Todas las variables independientes se mantuvieron dentro del rango mientras que las respuestas fueron maximizadas o minimizadas. La optimización numérica encuentra un punto que maximiza la función deseada. En el presente estudio, se desarrollaron funciones de deseabilidad para los criterios de eficiencia máxima de encapsulación, contenido máximo de ácido linoleico micro encapsulado, aceite superficial mínimo sobre las microcápsulas y contenido de humedad aceptable.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1. Ajuste de ecuaciones polinomiales de segundo orden y análisis estadístico.

La relación empírica entre los resultados experimentales obtenidos sobre la base del modelo de diseño experimental y las variables independientes se expresaron mediante una ecuación polinomial de segundo orden con términos de interacción como se muestra a continuación.

$$SOM= 14.96+1.16X_1+1.18X_2+1.90X_2^2+1.28X_3^2+2.42X_1X_2+3.75X_1X_3+2.16X_2X_3 \quad (\text{Ec. 6.1})$$

$$EE= 85.04-1.16X_1-1.18X_2-1.90X_2^2-1.28X_3^2-2.42X_1X_2-3.75X_1X_3-2.16X_2X_3 \quad (\text{Ec. 6.2})$$

$$LAC= 50.10+0.035X_1^2-0.52X_2^2-0.40X_1X_2+0.17X_1X_3+0.52X_2X_3 \quad (\text{Ec. 6.3})$$

$$MC= 2.65+0.37X_1-0.20X_2-0.38X_3+1.08X_1^2+0.25X_2^2+0.58X_3^2+0.63X_1X_2 \quad (\text{Ec. 6.4})$$

En general, continuar con la exploración y optimización utilizando la superficie de respuesta ajustada puede producir resultados no fiables a menos que el modelo exhiba un ajuste adecuado. Esto hace que la comprobación de la adecuación del modelo sea esencial. La adecuación e idoneidad del modelo se probaron mediante un análisis de varianza de la regresión (ANOVA) (Tablas 6.1 y 6.2). Los resultados indicaron que la ecuación representa adecuadamente la relación actual entre las variables independientes y las respuestas. ANOVA es una técnica estadística que subdivide el total de la variación en un conjunto de datos dentro de componentes asociados con fuentes específicas de variación con el propósito comprobar hipótesis sobre los parámetros del modelo.

Tabla 6.1. Análisis de regresión de varianza y adecuación de los modelos

Fuente	Suma de cuadrados	DF	Media cuadrada	Valor F	Valor p
SOM%					
Modelo	393.32	9	43.70	189.78	<0.0001
X ₁	24.10	1	24.10	104.68	<0.0001
X ₂	24.87	1	24.87	108.02	<0.0001
X ₃	3.05	1	3.05	13.25	0.0014
X ₁ X ₂	70.42	1	70.42	305.82	<0.0001
X ₁ X ₃	168.60	1	168.60	732.17	<0.0001
X ₂ X ₃	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
X ₁ ²	70.42	1	70.42	305.82	0.0089
X ₂ ²	168.60	1	168.60	242.76	<0.0001
X ₃ ²	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
Error residual	5.07	22	0.23	---	---
Falla de ajuste	5.07	17	0.30	2180.22	<0.0001
C.V. %	2.91	---	---	---	---
Precisión de Adec.	65.11	---	---	---	---
---	---	---	---	---	---
EE%					
Modelo	393.32	9	43.70	189.78	<0.0001
X ₁	24.10	1	24.10	104.68	<0.0001
X ₂	24.87	1	24.87	108.02	<0.0001
X ₃	3.05	1	3.05	13.25	0.0014
X ₁ X ₂	70.42	1	70.42	305.82	<0.0001
X ₁ X ₃	168.60	1	168.60	732.17	<0.0001
X ₂ X ₃	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
X ₁ ²	70.42	1	70.42	305.82	0.0089
X ₂ ²	168.60	1	168.60	242.76	<0.0001
X ₃ ²	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
Error residual	5.07	22	0.23	---	---
Falla de ajuste	5.07	17	0.30	2180.22	<0.0001
C.V. %	2.91	---	---	---	---
Precisión de Adec.	65.11	---	---	---	---

Tabla 6.2: Análisis de regresión de varianza y adecuación de los modelos.

Fuente	Suma de cuadrados	DF	Media cuadrada	Valor de F	Valor- p
SOM%					
Modelo	393.32	9	43.70	189.78	<0.0001
X ₁	24.10	1	24.10	104.68	<0.0001
X ₂	24.87	1	24.87	108.02	<0.0001
X ₃	3.05	1	3.05	13.25	0.0014
X ₁ X ₂	70.42	1	70.42	305.82	<0.0001
X ₁ X ₃	168.60	1	168.60	732.17	<0.0001
X ₂ X ₃	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
X ₁ ²	70.42	1	70.42	305.82	0.0089
X ₂ ²	168.60	1	168.60	242.76	<0.0001
X ₃ ²	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
Error Residual	5.07	22	0.23	---	---
Falta de ajuste	5.07	17	0.30	2180.22	<0.0001
C.V. %	2.91	---	---	---	---
Precisión de Adec.	65.11	---	---	---	---
---	---	---	---	---	---
EE%					
Modelo	393.32	9	43.70	189.78	<0.0001
X ₁	24.10	1	24.10	104.68	<0.0001
X ₂	24.87	1	24.87	108.02	<0.0001
X ₃	3.05	1	3.05	13.25	0.0014
X ₁ X ₂	70.42	1	70.42	305.82	<0.0001
X ₁ X ₃	168.60	1	168.60	732.17	<0.0001
X ₂ X ₃	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
X ₁ ²	70.42	1	70.42	305.82	0.0089
X ₂ ²	168.60	1	168.60	242.76	<0.0001
X ₃ ²	55.90	1	55.90	242.76	<0.0001
Error Residual	5.07	22	0.23	---	---
Falta de ajuste	5.07	17	0.30	2180.22	<0.0001
C.V. %	2.91	---	---	---	---
Precisión de Adec.	65.11	---	---	---	---

Se aplicó el análisis de varianza seguido por la prueba estadística de Fisher (F-test) para evaluar la importancia de cada variable. El valor de F es el cociente entre el cuadrado del medio debido a la regresión a la media debido a un error real e indica la influencia (significancia) de cada factor de control en el modelo probado (Triola, 2014).

Los resultados Anova para EE%, SOM%, LAC% y MC% mostraron un valor F de Fisher de 189.77, 189.78, 83.95 y 382.68 respectivamente, lo cual implica que el modelo es significativo y mayor. El gran valor de F indica que la mayoría de la variación en la respuesta puede explicarse por la ecuación de regresión. El coeficiente de determinación (R^2) y R^2 ajustado se calcularon también para evaluar la suficiencia y adecuación del modelo. Un alto coeficiente de R^2 asegura un ajuste satisfactorio del modelo cuadrático para los datos experimentales. Los valores de R^2 se calcularon a 0.990, 0.990, 0.970 y 0.990 para EE%, SOM%, LAC% y MC% respectivamente, lo cual implica que el 95% de los datos experimentales fueron compatibles.

El uso de una R^2 ajustada es para evaluar la adecuación del modelo. El valor de R^2 ajustado corrige el valor de R^2 para el tamaño de la muestra y para el número de términos en el modelo. El valor de R^2 ajustado (0.98 para EE%, 0.98 para SOM%, 0.96 para LAC% y 0.99 para MC%) es también alto y aboga por una alta correlación entre los valores observados y los predichos. El coeficiente de variación (CV) indica la dispersión relativa de los puntos experimentales de las predicciones de los modelos polinomiales de segundo grado. Como una regla general, el CV no debe de ser mayor a 10% y un CV grande indica que la variación en el valor medio es alta y no desarrolla satisfactoriamente un modelo de respuesta adecuado.

Los valores muy bajos (0.0057, 0.0291, 0.0024 y 0.0268) de CV claramente representan un grado muy alto de precisión y una buena fiabilidad de los experimentos realizados. Una precisión adecuada mide la relación señal a ruido y compara el rango de los valores predichos en los puntos de diseño para el error de predicción media. La relación mayor que 4 es deseable e indica una discriminación de modelo adecuada (Beg et al., 2003). En este trabajo se encuentra que la relación

Universidad Autónoma del Estado de México

es >65 , lo que indica una señal adecuada. Por lo tanto, el modelo cuadrático se puede utilizar para navegar en el espacio de diseño.

Adecuación de modelos.

Generalmente, es importante confirmar el modelo ajustado para estar seguro de que proporciona una aproximación suficiente a los valores actuales. A menos que el modelo demuestre un ajuste satisfactorio, proceder con una investigación y optimización de la superficie de respuesta ajustada probablemente de resultados pobres o engañosos. (Murugesan et al., 2007). Los gráficos de diagnóstico, tales como los valores predichos versus los experimentales (Figura 6.1) nos ayuda a juzgar lo satisfactorio del modelo y muestra la relación entre los valore predichos y los experimentales.

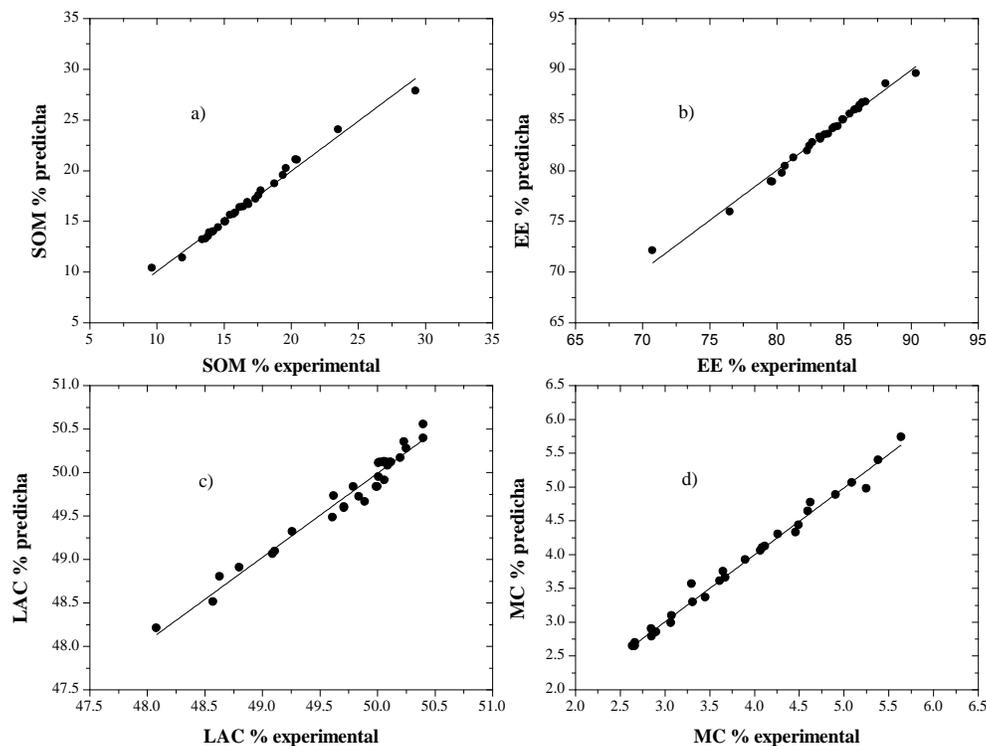


Figura 6.1: Valores predichos contra valores experimentales.

En esta figura, cada uno de los valores observados se comparó con los valores predichos calculados a partir del modelo. Los puntos de datos en esta gráfica se encuentran razonablemente cerca de la línea recta e indican un acuerdo adecuado entre los datos reales y los datos obtenidos del modelo. El resultado sugiere que el modelo utilizado en esta investigación fue capaz de identificar las condiciones operativas para la microencapsulación del aceite de sésamo mediante secado por aspersion.

6.2. Aceite superficial (SOM, %) y eficiencia de encapsulación (EE, %).

La SOM% no cambia como consecuencia de la combinación de las variables del proceso, relativamente todos los experimentos muestran valores bajos de SOM en la superficie de la micro cápsula, estos valores variaron de 9.63 a 29.27% (Tabla 6.3). Aunque estadísticamente fue significativamente influenciada por la interacción entre la fase volumétrica dispersa (X_1) y la temperatura de entrada del aire de secado (X_3), la combinación entre la fase volumétrica dispersa (X_1) y el material de la pared a la proporción del núcleo Wa:Co (X_2), y la interacción de la pared a la proporción del núcleo Wa:Co (X_2) con la temperatura de entrada del aire de secado (X_3) (Ec. 6.1). Por otra parte, X_2^2 , X_2 and X_1 tienen un menor efecto de importancia que las interacciones descritas anteriormente con respecto al porcentaje de aceite superficial (Tabla 6.4). Se dibujaron los diagramas de superficie 3D y de contorno 2D (Fig. 6.2) para determinar los niveles óptimos de las variables independientes. El gráfico de efecto principal mostro que cuando la fase volumétrica dispersa (X_1) disminuyó de 0.15 a 0.05 a una temperatura de entrada del aire seco entre 140 y 160 °C con el material de pared a la proporción del núcleo Wa:Co (X_2) = 2:1, el SOM% disminuyó ~14.4%. Con respecto a la ecuación empírica para determinar el porcentaje de aceite superficial en las microcápsulas, se determinó que le porcentaje mínimo de 9.63% se obtiene con los siguientes valores de las variables $X_1 = -1$ (0.05), $X_2 = 0$ (2:1), y $X_3 = 1$ (160 °C). Esta disminución en el SOM se debe a una menor proporción de aceite en las emulsiones y una menor carga de aceite cerca de la superficie de secado, alargando la longitud de la trayectoria de difusión a la interface aire/partícula y disminuyendo así la cantidad de polvo de aceite superficial.

Tabla 6.3: Diseño experimental y valores obtenidos para las variables de respuesta.

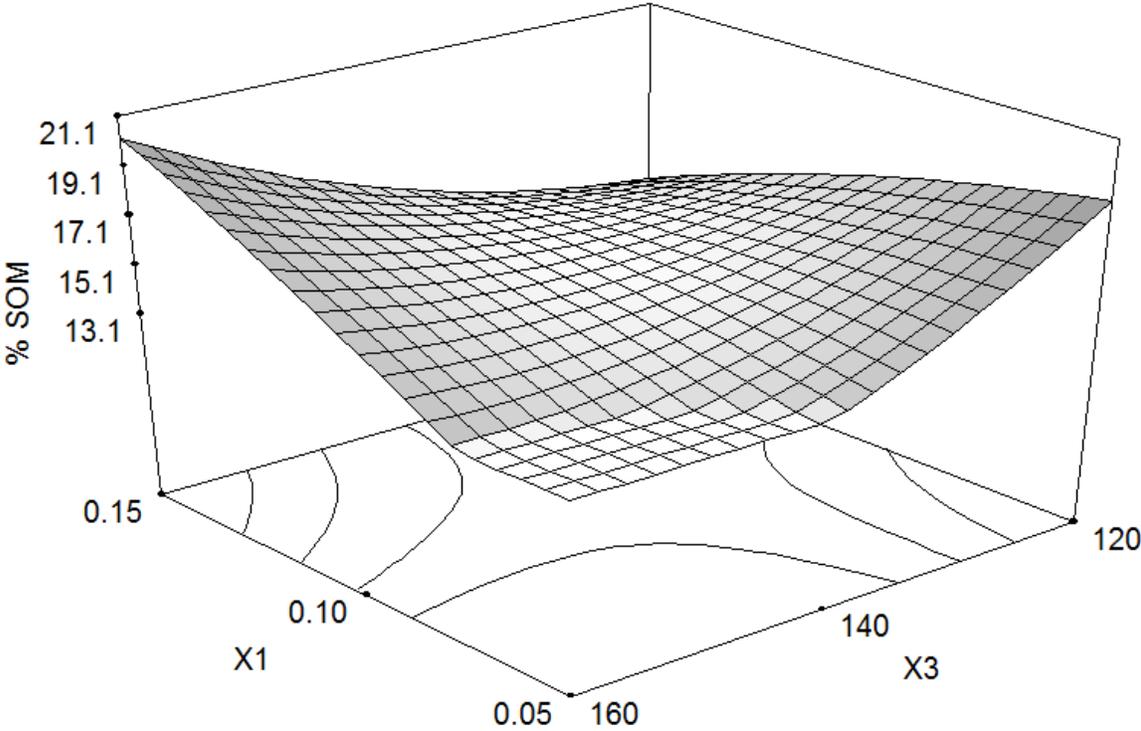
	Variables independientes			Variables de respuesta			
	X ₁	X ₂	X ₃	SOM %	EE %	LAC %	MC %
1	-1	-1	-1	23.508	76.492	49.258	5.385
2	1	-1	-1	14.198	85.802	50.230	4.906
3	-1	1	-1	17.338	82.662	49.110	3.652
4	1	1	-1	16.760	83.240	48.567	5.638
5	-1	-1	1	11.892	88.108	47.684	4.599
6	1	-1	1	16.158	83.842	50.060	4.116
7	-1	1	1	13.394	86.606	50.095	3.067
8	1	1	1	29.270	70.730	50.199	5.251
9	-1	-1	0	16.440	83.560	48.800	4.496
10	1	1	0	20.316	79.684	49.610	4.627
11	-1	1	0	14.106	85.894	49.621	2.852
12	1	-1	0	13.918	86.082	50.249	3.900
13	-1	0	-1	18.767	81.233	49.845	4.460
14	1	0	-1	13.823	86.177	50.006	5.090
15	-1	0	1	9.630	90.370	49.890	3.300
16	1	0	1	19.619	80.381	50.395	4.264
17	-1	0	0	13.617	86.383	50.000	3.452
18	1	0	0	15.461	84.539	50.399	4.090
19	0	-1	0	15.712	84.288	49.708	3.076
20	0	1	0	17.744	82.256	49.712	2.665
21	0	0	-1	16.828	83.172	49.469	3.614
22	0	0	1	15.836	84.164	50.007	2.900
23	0	-1	-1	19.386	80.614	49.991	4.067
24	0	1	1	20.426	79.574	50.060	2.847
25	0	-1	1	14.558	85.442	49.086	3.310
26	0	1	-1	17.582	82.418	48.627	3.676
27	0	0	0	15.072	84.928	50.112	2.655
28	0	0	0	15.090	84.910	50.017	2.660
29	0	0	0	15.098	84.902	50.042	2.663
30	0	0	0	15.069	84.931	50.123	2.635
31	0	0	0	15.079	84.930	50.065	2.662
32	0	0	0	15.085	84.906	50.083	2.645

X₁, X₂, X₃: Variable independiente de la fase volumétrica dispersa, relación de material de pared a material encapsulado y temperatura de entrada de aire. EE, SOM, LAC, MC: Eficiencia de encapsulación, aceite superficial en las microcápsulas, contenido de ácido linoleico y contenido de humedad.

Tabla 6.4. Análisis de regresión de varianza y adecuación de los modelos

Fuente	Suma de cuadrados	DF	Media cuadrada	Valor de F	Valor-p
LAC%					
Modelo	9.87	8	1.23	83.95	<0.0001
X ₁	1.41	1	1.41	95.99	<0.0001
X ₂	0.00093	1	0.00093	0.06	0.8027
X ₃	0.33	1	0.33	22.68	<0.0001
X ₁ X ₂	1.95	1	1.98	132.79	<0.0001
X ₁ X ₃	0.33	1	0.15	22.67	<0.0001
X ₂ X ₃	3.30	1	3.30	224.27	<0.0001
X ₁ ²	---	---	---	---	---
X ₂ ²	1.98	1	1.96	135.02	<0.0001
X ₃ ²	0.15	1	0.16	10.42	0.0037
Error Residual	0.34	23	0.01		
Falta de Ajuste	0.33	18	0.02	11.95	0.0061
C.V. %	0.24	---	---	---	---
Precisión de Adec.	36.47	---	---	---	---
MC%					
Modelo	26.73	7	3.82	382.68	<0.0001
X ₁	2.43	1	2.43	243.93	<0.0001
X ₂	0.71	1	0.71	71.36	<0.0001
X ₃	2.59	1	2.59	260.03	<0.0001
X ₁ X ₂	4.69	1	4.69	470.15	<0.0001
X ₁ X ₃	---	---	---	---	---
X ₂ X ₃	---	---	---	---	---
X ₁ ²	8.39	1	8.39	840.84	<0.0001
X ₂ ²	0.44	1	0.44	43.78	<0.0001
X ₃ ²	2.43	1	2.43	243.23	<0.0001
Error Residual	0.24	24	0.01		
Falta de Ajuste	0.24	19	0.01	101.16	<0.0001
C.V. %	2.68	---	---	---	---
Precisión de Adec.	61.79	---	---	---	---

En un intervalo de temperatura entre 140 y 160 °C aparentemente no hubo una evaporación excesiva, por lo que no produjo una ruptura de la matriz formada por el Wa:Co, reduciendo la cantidad de aceite superficial.



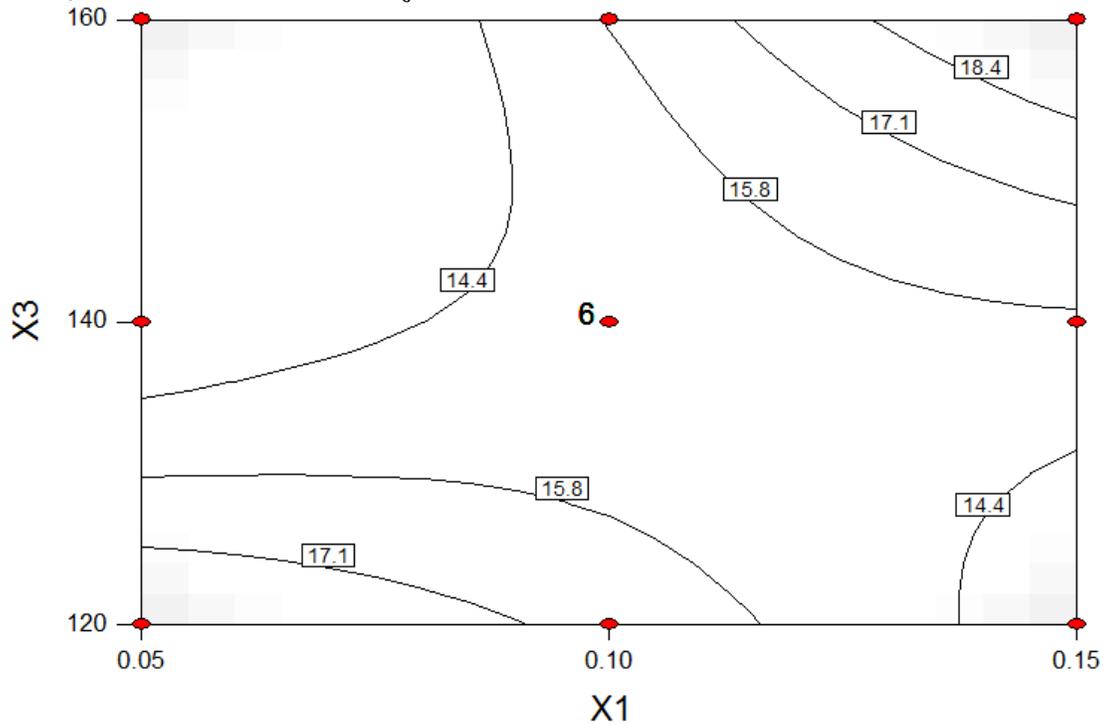


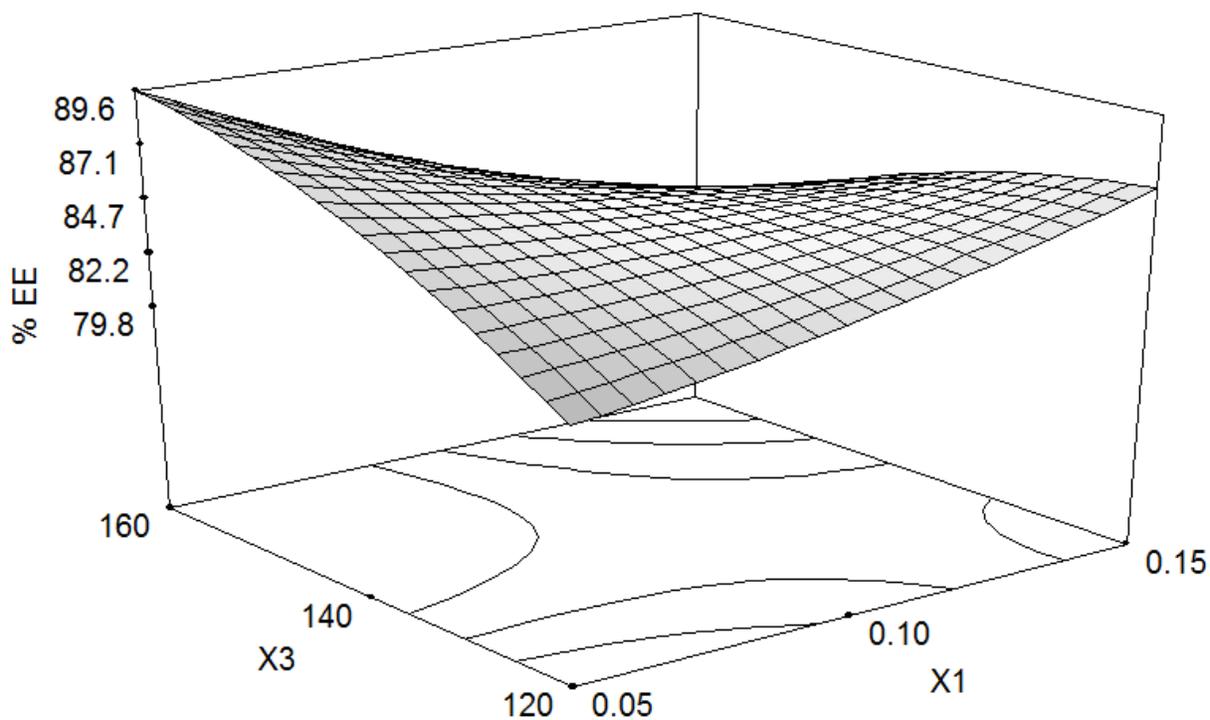
Figura 6.2. Diagramas de superficie y de contorno SOM

La eficiencia de encapsulación refleja la cantidad de aceite dentro de las microcápsulas y el grado en que la matriz puede prevenir la difusión del aceite interno a través de la pared. De acuerdo con la Tabla 6.3, el porcentaje de EE% varía de 70.73% a 90.37%, lo que puede considerarse un nivel adecuado para los polvos de aceite.

Es importante señalar que las interacciones de dos factores ejercieron una influencia significativa en el EE% de aceite de sésamo ($X_1 X_3 > X_1 X_2 > X_2 X_3$), aunque el efecto principal fue la combinación entre X_1 y X_3 . La figura 6.3 muestra que la interacción entre la fase volumétrica dispersa (X_1) y la temperatura de entrada del aire de secado (X_3), donde es notable que $X_1 = 0.05-0.1$ y $X_3 = 140-160$ °C at $X_2 = 2:1$ constante, el EE% se observó entre 85-87%.

Además, el valor más alto de EE% se obtuvo con los valores de $X_1 = 0.10$ y $X_3 = 160$ °C con $X_2 = 1:1$. Un valor inferior de X_1 con un valor superior de X_3 da como resultado una mayor eficiencia de encapsulación e implica un menor tiempo para la formación de la matriz, dificultando la difusión del aceite a la superficie de la partícula de secado.

Las cantidades altas de aceite de sésamo retenido dentro de las microcápsulas también se atribuyen del material de pared utilizado y a la cantidad de material de pared en las emulsiones que fueron capaces de emulsionar retener consecuentemente el aceite usado.



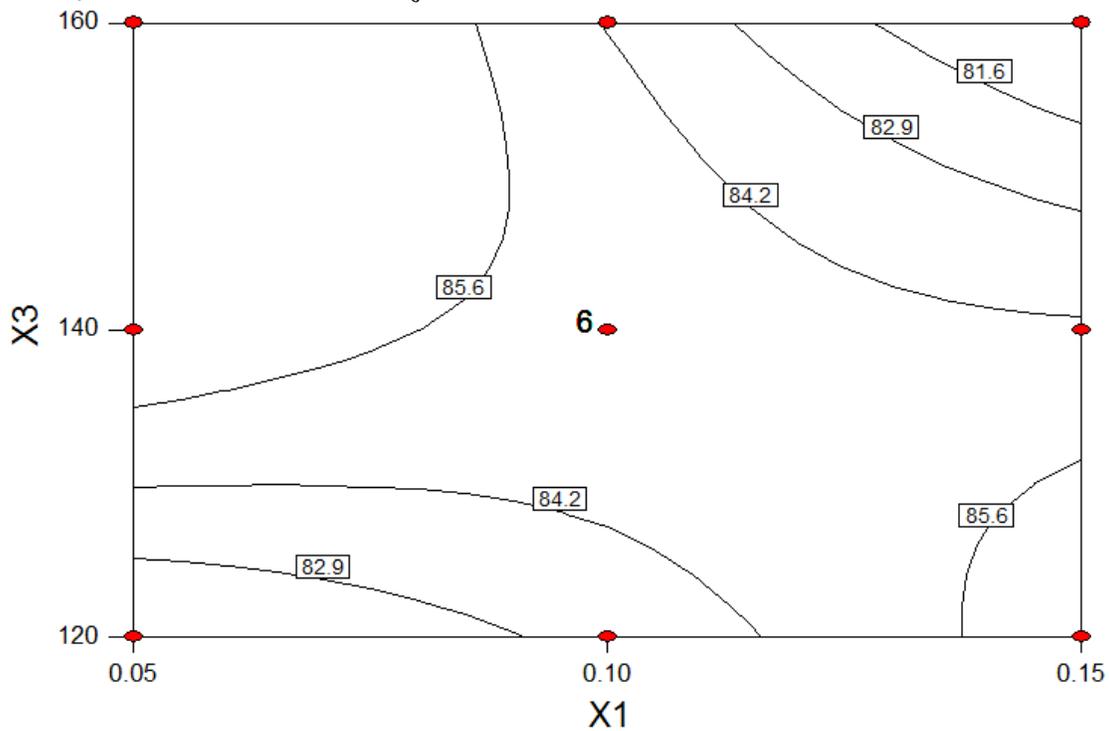


Figura 6.3. Fase volumétrica dispersa contra temperatura de entrada de aire de secado

Muchas investigaciones informan acerca de las buenas propiedades de MG y MD para aceites encapsulados y oleorresinas (Jafari et al., 2008; Sánchez-Sáenz et al., 2011). En este trabajo, MG fue propuesto como parte de material de pared debido a sus buenas propiedades emulsionantes y la microencapsulación eficaz de aceite (Rodea-González et al., 2012; Escalona-García et al., 2016).

Se ha reportado que la goma de mastique ofrece propiedades emulsionantes porque está compuesta por una cadena principal de residuos de (1-3) β -D-galactosa enlazada, y cadenas laterales (1-6) que contienen L-arabinosa, L-ramnosa, β -D-glucuronato y 4-o-metil- β -D-glucuronato, con una cantidad pequeña de proteína ($2.7 \pm 0.06\%$) unida a la molécula del polisacárido, que es principalmente causada por su excelente emulsión y su capacidad de formación de película (Pérez-Alonso et al., 2008). Las maltodextrinas están constituidas por unidades de β -D-glucosa unidas principalmente por enlaces glicosídicos (1 \rightarrow 4) y generalmente clasificados de acuerdo a su equivalencia de dextrosa (DE). La DE de una maltodextrina determina su capacidad reductora y

esta inversamente relacionado con su peso molecular medio. MD fue elegido principalmente ya que proporciona una excelente estabilidad oxidativa al aceite encapsulado (Madene et al., 2006; Gharsalloui et al., 2007).

La mezcla de biopolímeros (MG-MD) utilizada en este trabajo como material de pared retiene y protege muy bien el aceite dentro de las microcápsulas, y los resultados se exhibieron en un mayor porcentaje de EE. La relación de material de pared a núcleo es otro parámetro a considerar. Es generalmente aceptado que una relación de material de pared a núcleo 1:1 y 4:1 (w/w) debería ser adecuada para la mayoría de las aplicaciones en los alimentos secados mediante secado por aspersión (Roccia et al., 2014).

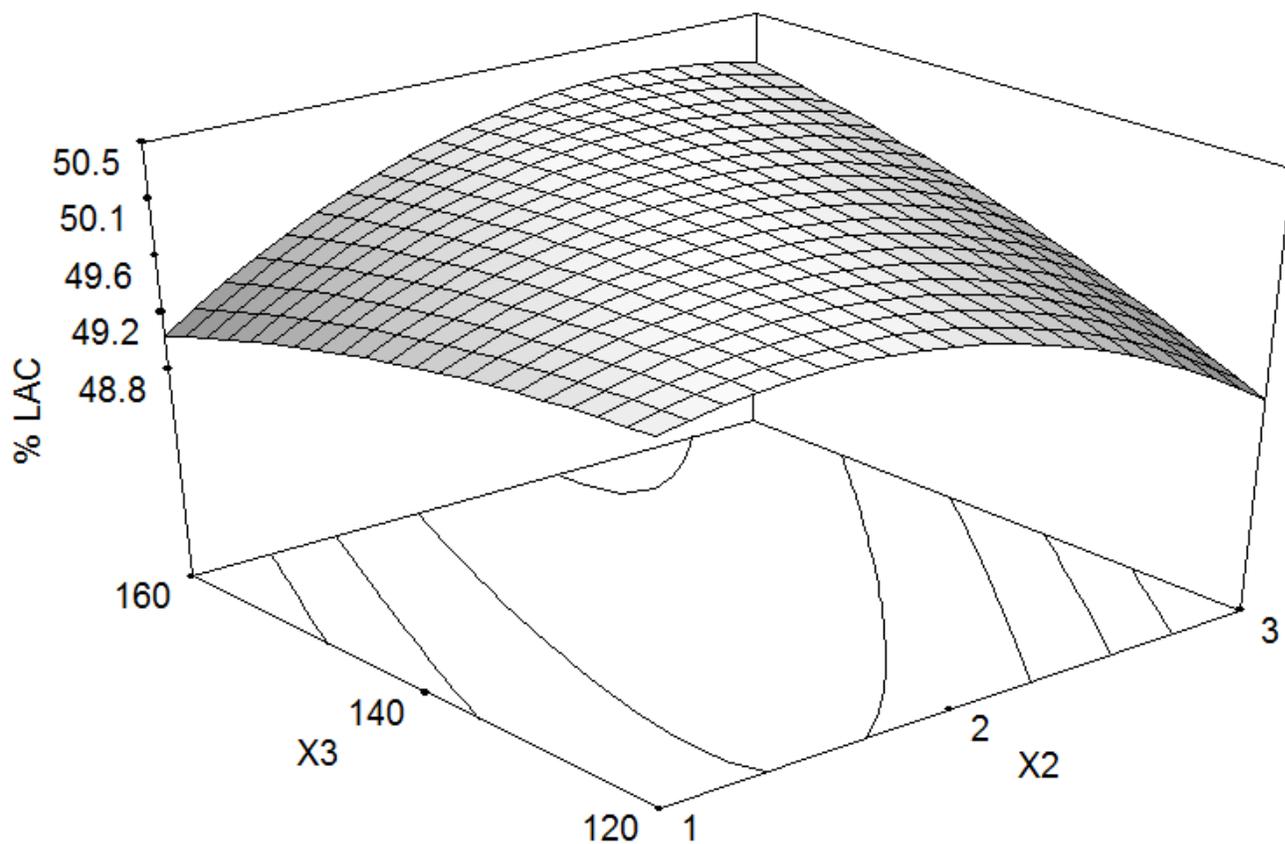
6.3. Contenido de ácido linoleico en aceite micro encapsulado (LAC, %)

El contenido de ácido linoleico en el aceite de sésamo fue determinado mediante cromatografía de gases antes de la microencapsulación, que se encontró en 50.4%. Después del proceso de microencapsulación mediante secado por aspersión, el contenido de ácido linoleico (LAC%) sobre el aceite de sésamo varía de 47.68 a 50.39% (Tabla 6.3), estos valores fueron muy similares al contenido original de ácido linoleico del aceite, por lo tanto las variables independientes no influyeron significativamente, aunque la relación entre el material de pared al núcleo $W_a:Co$ (X_2) con la temperatura de entrada del aire seco (X_3) fue estadísticamente significativa (Tabla 6.3).

Como se observa en la Fig. 6.4, el LAC% permaneció casi constante independientemente de los valores de X_2 y X_3 . Esto se atribuye a la mezcla de biopolímeros como material de pared, donde la goma de mastiche (MG) y maltodextrina DE-10 (MD) (MG66%-MD34% w/w) tienen pesos moleculares altos lo que lleva a formar una matriz polimérica capaz de retener el ácido linoleico en el aceite micro encapsulado, relacionando que esta matriz retrasa los mecanismos de oxígeno difusivo dentro de las microcápsulas.

Además, la transición vítrea del material de pared juega un rol importante en el contenido de ácido linoleico. Aparentemente la temperatura de transición vítrea del material de pared sugiere que esto está en un estado de vidrio debido a un menor contenido de humedad en la microcápsulas (Tabla

6.3) por lo que el oxígeno difuso dentro de la matriz es lento mostrando una mayor resistencia a la difusión del oxígeno. Sin embargo, no se puede discutir más el efecto de la velocidad de difusión del oxígeno sobre el contenido de ácido linoleico porque no hay información acerca de coeficiente de difusión del oxígeno a través de la capa deshidratada de matriz, o la constante de velocidad cinética de oxidación del ácido linoleico en las microcápsulas.



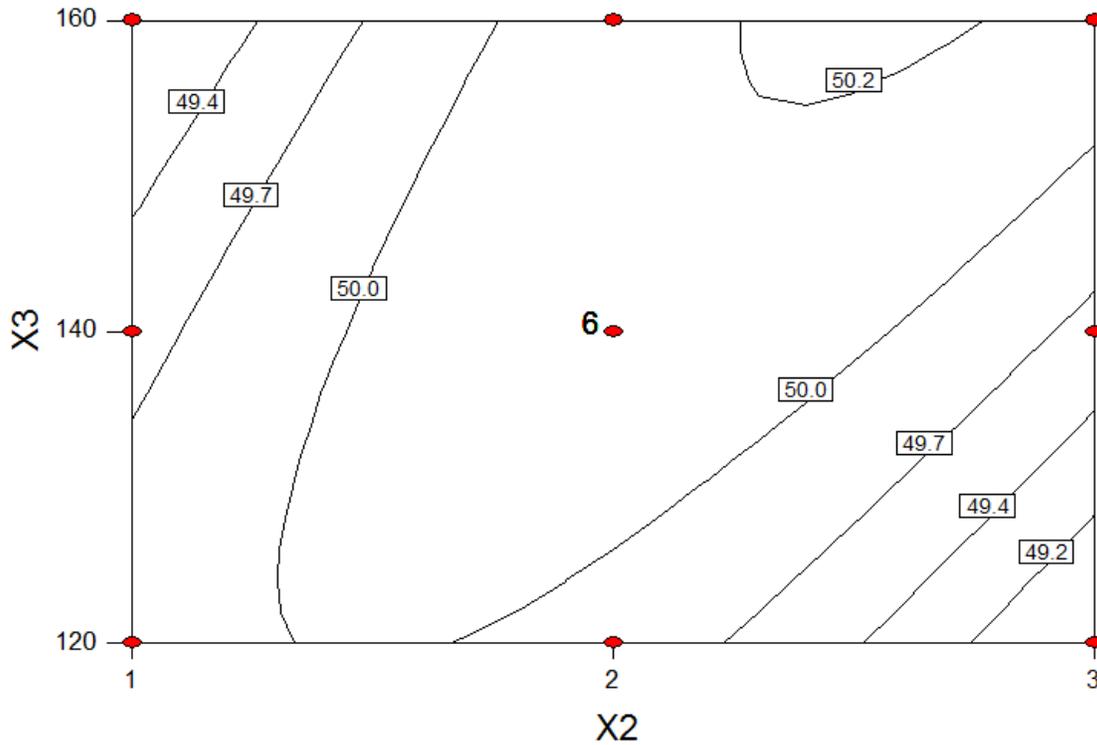


Figura 6.4. LAC % contra variables independientes X_2 y X_3

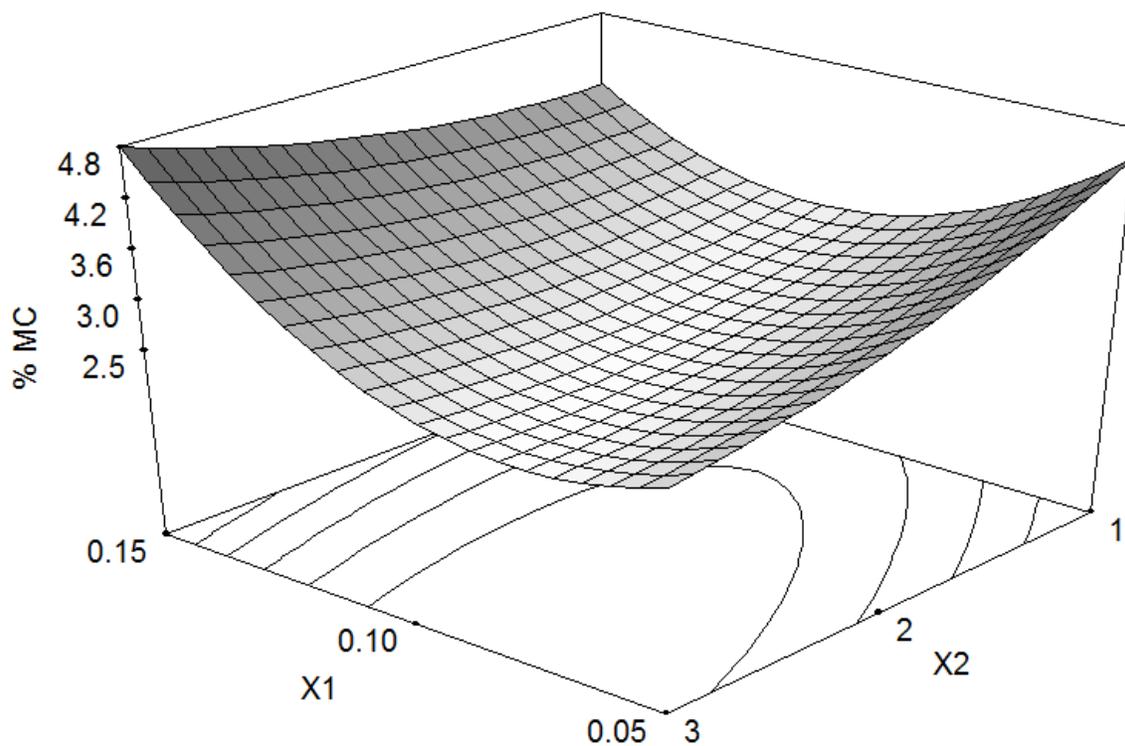
Se ha encontrado en algunos trabajos que temperatura de entrada del aire de secado es un parámetro importante que determina la calidad y la funcionalidad de las microcápsulas producidas mediante secado por aspersión. Gharsallaoui et al. (2007) describe en su informe que es importante determinar una apropiada temperatura de secado para evitar el daño del producto alimenticio seco. Hay una temperatura de secado directamente proporcional a la velocidad de evaporación e inversamente proporcional al contenido final de agua en el polvo. A baja temperatura de secado, la formación de las microcápsulas con membranas de alta densidad, alto contenido de agua, poca fluidez y facilidad de aglomeración es causada por la baja velocidad de secado.

En contraste, una evaporación excesiva que ocurrió a altas temperaturas de entrada da como resultado a grietas en la matriz induciendo la liberación prematura subsecuente, y por lo tanto una degradación de compuestos bioactivos encapsulados. En este trabajo, la temperatura de entrada del aire de secado no influye en el LAC% debido al rango de temperatura utilizada no causó la

perdida de ácido linoleico micro encapsulado; esto puede explicarse porque la matriz obtenida su puede encontrar en un estado vítreo.

6.4. Contenido de humedad (MC, %).

El contenido de humedad de las microcápsulas varía de 2.63 a 5.64% (Tabla 6.3). La mayoría de valores obtenidos de MC% mediante un diseño experimental estaban bajo la especificación de humedad mínima de polvo seco en la industria alimenticia que esta entre 3 y 4 g/100g de agua (Klaypradit y Huang, 2008; Huang et al., 2014). El variable MC% se vio afectada principalmente por el efecto cuadrático de la fase volumétrica dispersa (X_1) (Tabla 6.4). Aunque, esta variable por sí misma no muestra una clara tendencia con respecto al contenido de humedad (Fig. 6.5), los valores de MC% que están por encima de un 4% en peso podrían deberse a la presencia de moléculas de maltodextrina en el material de pared que se unen a las moléculas de agua y hace que el agua sea difícil de difundir.



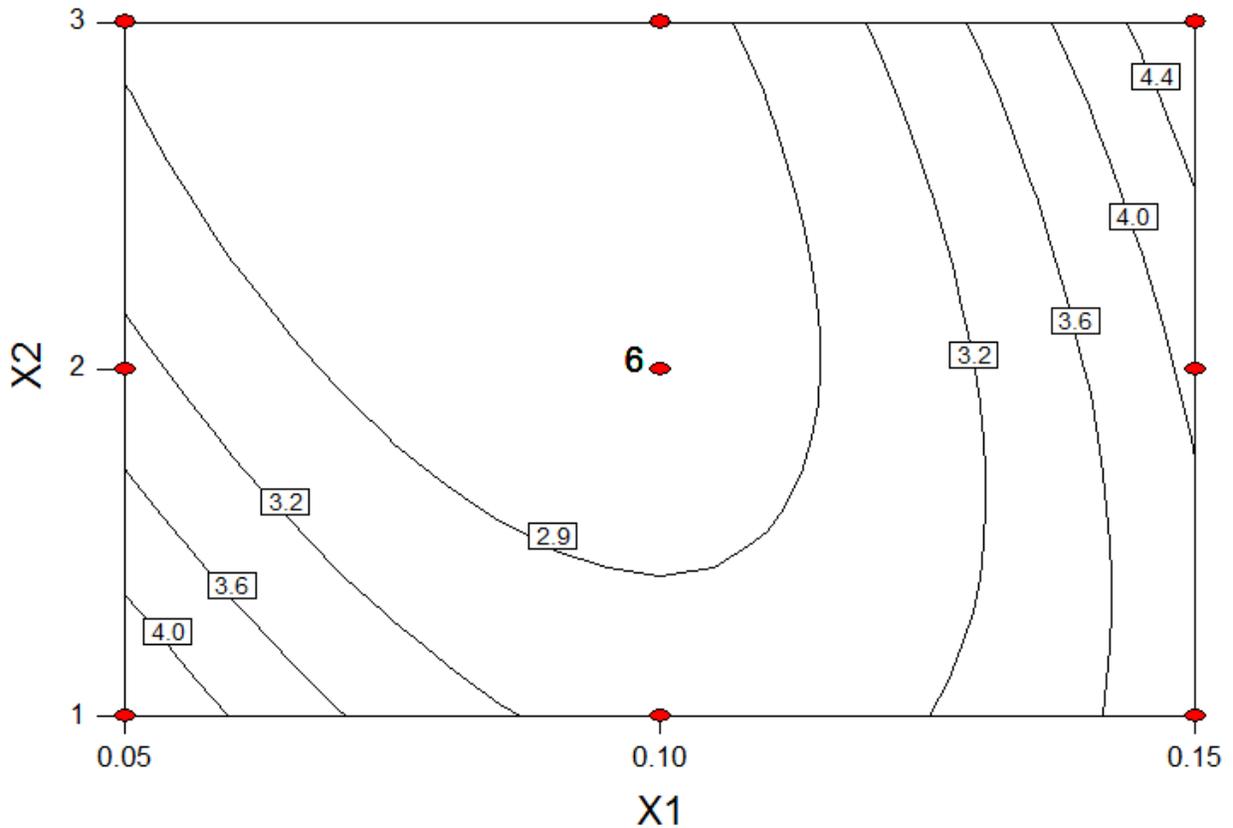


Figura 6.5. MC % contra variables independientes X_1 y X_2

Además, posiblemente la temperatura de entrada del aire de secado no generó un incremento en el gradiente de temperatura entre el aire y el producto rociado dando como resultado una menor transferencia de calor y de masa que disminuyó la velocidad de evaporación de agua. Este resultado también se relacionó con la disminución de la tasa de formación de la corteza en la matriz, que impide la difusión del agua de las partículas rociadas.

Por lo tanto, el contenido de humedad no fue un parámetro crítico porque la mayoría de microcápsulas producidas tenían un bajo contenido de humedad y estaban dentro del rango que se considera seguro para evitar el crecimiento de microorganismos y el desarrollo de la alteración del producto relacionado al contenido de humedad inicial.

6.5. Determinación de las condiciones óptimas.

Los parámetros de proceso fueron optimizados para a lograr la máxima eficiencia de encapsulamiento, el máximo contenido de ácido linoleico micro encapsulado, aceite superficial mínimo sobre las microcápsulas y un contenido de humedad aceptable. La función de deseabilidad de Derringer se empleó para obtener las variables óptimas del proceso.

Con el fin de optimizar la microencapsulación de aceite de sésamo, se han tenido en cuenta las siguientes restricciones (1) fase volumétrica dispersa ($\phi_{O/W}$) (0.05-0.15), (2) relación del material de pared al núcleo (1:1-3:1) y (3) temperatura de entrada del aire de secado (120-160 °C), fueron establecidas para la máxima deseabilidad.

Se aplicó la metodolgia de función deseada y se obtuvo el nivel óptimo de diversas variables de proceso para indicar que 0.05 de fase volumetrica dispersa, 2.59:1 de material de pared a relación del núcleo y 154.04 °C de temperatura de entrada del aire de secado nos da 11.80% de aceite superficial, 88.02% de eficiencia de encapsulación, 50.02% de contenido de acido linoleico en el aceite de sesame microencapsulado y 2.99% (d.b.) de contenido de humedad con un valor global de deseabilidad de 0.874.

6.6. Morfología de las microcápsulas.

La Fig. 6.6 muestra las microcápsulas obtenidas óptimamente, estas partículas exhiben varios tamaños (menores de 20 μm). Las microcápsulas tenían una forma irregular, superficie cóncava y arrugada, que son las características típicas de las microcápsulas producidas mediante secado por aspersión. La mayoría de las microcápsulas no mostraron aparentes grietas o fisuras, garantizando una baja permeabilidad para aceites y compuestos volátiles ofreciendo una mejor protección y retención del núcleo, este tipo de morfología también ha sido observada por Tonon et al. (2011) y Kha et al. (2014) quienes observaron que la formación de partículas huecas es una característica habitual del proceso de secado por aspersión (Ré, 1998).

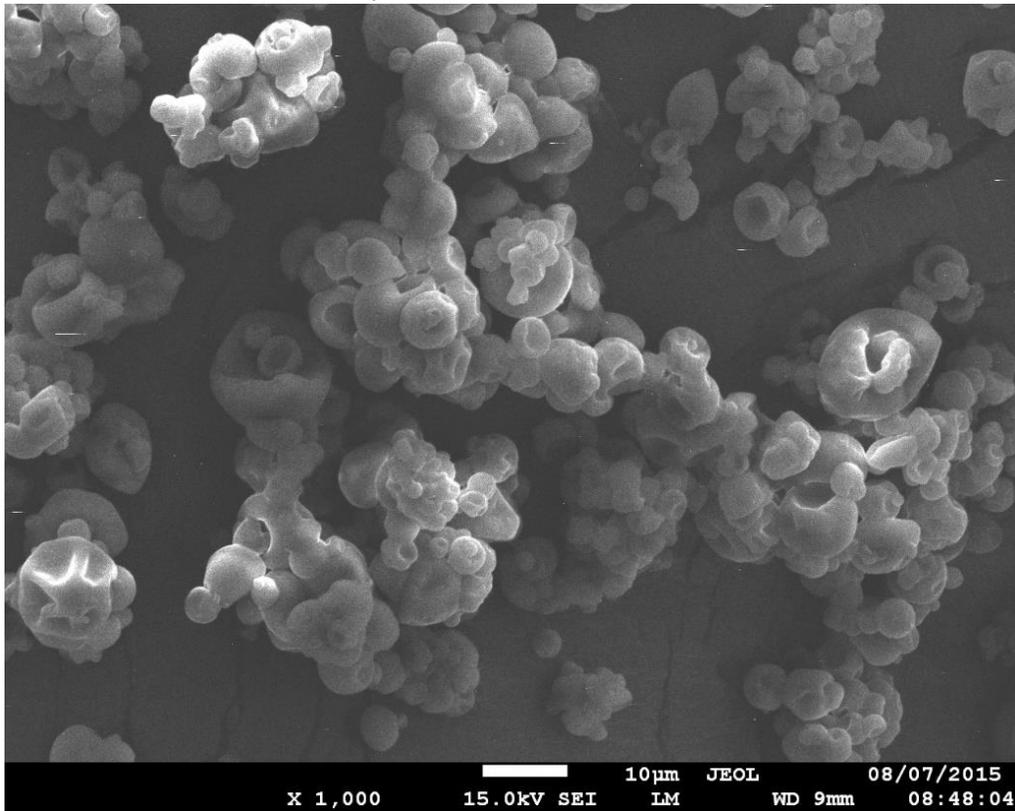


Figura 6.6. Morfología de las microcápsulas de aceite de ajonjolí.

La velocidad de transferencia de calor y de difusión del agua de la superficie al núcleo de las gotas, así como el material de pared afectó la microestructura de matrices secadas por aspersión. De acuerdo con Nijdam y Langrish (2006) puede explicarse por la formación de una “vacuola” dentro de las partículas, inmediatamente después del desarrollo de la corteza. Esta corteza se infla cuando la temperatura de la partícula excede el punto de ebullición ambiental local y la presión de vapor dentro de la vacuola aumenta por encima de la presión ambiental local.

Conclusiones

Este estudio encontró que el RSM fue un método estadístico valioso para evaluar los efectos de la fase volumétrica dispersa, la relación Wa:Co y la temperatura de entrada del aire de secado del proceso de microencapsulación del aceite de ajonjolí.

Una fase volumétrica dispersa de 0.05, una relación Wa:Co de 2.59:1 y una temperatura de entrada del aire de secado de 154.04 °C se sugirieron que eran las condiciones óptimas para la microencapsulación del aceite de sésamo mediante secado por aspersion, proporcionando la mayor eficiencia de encapsulación (88.02%) y retención del ácido linoleico (50.02%) en valores de microcápsulas dentro de los rangos seleccionados.

Se puede concluir de manera general que la alta eficiencia de encapsulación de las microcápsulas de aceite de sésamo y la alta retención de ácido linoleico podrían ser utilizados como parámetros para obtener alimentos funcionales dentro de la industria alimentaria.

BIBLIOGRAFÍA

- Gharsallaoui, A., Roudant, G., Chambin, O. and Voilley, A. (2007). Applications of spray-drying in a microencapsulation of food ingredients: an overview. *Food Research International* 40, 1110-1112
- Villanueva, E., Castillo, D. y Rodríguez, G. (2013) Influencia de los parámetros Rancimat sobre la determinación del índice de estabilidad oxidativa del aceite de *Sesamum indicum* L. *Scientia Agropecuaria*, 4(3), p. 173 – 180.
- Balasubramani, P., Viswanathan, R. and Vairamani, M. (2013). Response surface optimization of process variables for microencapsulation of garlic (*Allium sativum* L.) oleoresin by spray drying. *Biosystems Engineering* 114, 205-213.
- Nicaraocoop, R.L. (2012). Reporte especial ajonjolí. Ed. Agro síntesis. Cultura orgánica, Revista autónoma e independiente, 5-10.
- Behboudi-Jobbehdar, S., Soukoulis, Ch., Yonekura, L. and Fisk, I. (2013). Optimization of spray-drying process conditions for the production of maximally viable microencapsulated *L. acidophilus* NCIMB 701748. *Drying Technology* 31, 1274-1283.
- Treybal, RE. Operaciones con transferencia de masa. 2nd ed. McGraw-Hill; 1980.
- Yoshi, H., Furuta, T., Soottitantawat, A. (2001). Microencapsulation of food flavors by spray drying. *Inno. Food Sci Emerg Technol.*, 2:55-61.
- Goud, K., Jin Park, H. (2005). Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. *Dry Technol.*, 23:1361-94.
- Perry, RH. Green, DW. Chemical Engineers Handbook. 7th ed. New York: Mc Graw-Hill Book Company; 1999.
- Corso, M.P., Fagundes-Klen, M.R., Silva, E.A., Filho, L.C., Santos, J.N., Freitas, L.S. and Dariva, C. (2010). Extraction of sesame seed (*Sesamun indicum* L.) oil using compressed propane and supercritical carbon dioxide. *The Journal of Supercritical Fluids* 52, 56-61.
- Derringer, G. and Suich, R. (1980). Simultaneous optimization of several response variables. *Journal of Quality Technology* 12(4), 214-219.

- Jafari, S., Assadpoor, E. and Yinghe, H. (2008). Encapsulation efficiency of food flavours and oil during spray drying. *Drying Technology* 26, 816-835.
- Jiménez, M., García, H.S. and Beristain, C.I. (2006). Spray-dried encapsulation of conjugated linoleic acid (CLA) with polymeric matrices. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 86, 2431-2437.
- Kha, T.C., Nguyen, M.H., Roach, P.D. and Stathopoulos, C.E. (2014). Microencapsulation of gac oil: optimisation of spray drying conditions using response surface methodology. *Powder Technology* 264, 298-309.
- Klaypradit, W. and Huang, Y.W. (2008). Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer. *LWT Food Science and Technology* 41, 1133-1139.
- Lee, E. and Choe, E. (2012). Changes in oxidation-derived off-flavor compounds of roasted sesame oil during accelerated storage in the dark. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology* 1, 89-93.
- Lee, Y.K., Ahn, S.I. and Kwak, H.S. (2013). Optimizing microencapsulation of peanut sprout extract by response surface methodology. *Food Hydrocolloids* 30, 307-314.
- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J. and Desobry, S. (2006). Flavour encapsulation and controlled release - a review. *International Journal of Food Science and Technology* 41, 1-21.
- Miranda, K., Baeza-Jiménez, R., Noriega-Rodríguez, J.A., García, H.S. and Otero, C. (2013). Optimization of structured diacylglycerols production containing ω -3 via enzyme-catalysed glycerolysis of fish oil. *European Food Research and Technology* 236, 435-440.
- Muñoz, J., Alfaro, M., and Zapata, I. (2007). Avances en la formulación de emulsiones. Departamento de Ingeniería Química, Universidad de Sevilla 58(1), 64-69.
- Murugesan, K., Dhamija, A., Nam, I.H., Kim, Y.M. and Chang, Y.S. (2007). Decolourization of reactive black 5 by laccase: optimization by response surface methodology. *Dyes Pigments* 75(1), 176-184.
- Nijdam, J.J. and Langrish, T.A.J. (2006). The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. *Journal of Food Engineering* 77(4), 919-925.

González, J.G. and Vernon-Carter, E.J. (2008). DSC thermo-oxidative stability of red chili oleoresin microencapsulated in blended biopolymers matrices. *Journal of Food Engineering* 85, 613-624.

Ré, M.I. (1998). Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology* 16(6), 1195-1236.

Roccia, P., Martínez, M.L., Llabot, J.M. and Ribotta, P.D. (2014). Influence of spray-drying operating conditions on sunflower oil powder qualities. *Powder Technology* 254, 307-313.

Rodea-González, D.A., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Rodríguez-Huezo, M.E., Vernon-Carter, E.J. and Pérez-Alonso, C. (2012). Spray-dried encapsulation of chia essential oil (*Salvia hispanica* L.) in whey protein concentrate-polysaccharide matrices. *Journal of Food Engineering* 111, 102-109.

Rodríguez-Bernal, J.M., Serna-Jiménez, J.A., Uribe-Bohórquez, M.A., Klotz, B., Quintanilla-Carvajal, M.X. (2015). Application of response of surface methodology to evaluate the effect of the concentration of sugar and commercial starters on the fermentation kinetics of yogurt. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* 13, 213-225.

Sánchez-Sáenz, E.O., Pérez-Alonso, C., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Báez-González, J.G. and Rodríguez-Huezo, M.E. (2011). Establishing the most suitable storage conditions for microencapsulated allspice essential oil entrapped in blended biopolymers matrices. *Drying Technology* 29(8), 863-872.

Tonon, R.V., Grosso, C.R.F. and Hubinger, M.D. (2011). Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. *Food Research International* 44, 282-289.

Triola, M.F. (2014). Elementary Statistics, Ed. Pearson, USA, 12th edition.

Vernon-Carter, E.J., Gómez, S.A., Beristain, C.I., Mosqueira, G., Pedroza-Islas, R. and Moreno-Terrazas, R.C. (1996). Color degradation and coalescence kinetics of aztec marigold oleoresin-in-water emulsions stabilized by mesquite or Arabic gums and their blends. *Journal of Texture Studies* 27, 625-641.

Universidad Autónoma del Estado de México

Xu-Yan, D., Ping-Ping, L., Fang, W., Mu-lan, J., Ying-Zhong, Z., Guang-Ming, L., Hong, C. and Yuan-Di, Z. (2012). The impact of processing on the profile of volatile compounds in sesame oil. *European Journal of Lipid Science and Technology* 114, 277-286.