



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**MICROENCAPSULADO DE ACEITE DE AJONJOLI CON
MUCILAGO DE TAMARINDO COMO AGENTE
ENCAPSULANTE**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA

GUILLERMO MERINO CARCAMO

MODALIDAD: TESIS

ASESOR: DR. CESAR PÉREZ ALONSO

AGOSTO 2019



ÍNDICE

PORTADA.....	1
ÍNDICE	2
AGRADECIMIENTOS	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
LISTA DE TABLAS.....	4
LISTA DE FIGURAS	5
RESUMEN.....	6
1. INTRODUCCIÓN	7
2. ANTECEDENTES.....	9
2.1. ACEITE DE AJONJOLÍ.....	9
2.1.1. Ácidos grasos esenciales	11
2.2. MICROENCAPSULACIÓN	12
2.2.1 Coacervación	14
2.2.2 Extrusión.....	15
2.2.3 Gelación Iónica	16
2.2.4 Liofilización.....	17
2.2.5 Secado por aspersion	18
2.3. AGENTES ENCAPSULANTES.....	23
2.4. ESTABILIDAD DE SISTEMAS MICROENCAPSULANTES	27
2.5 SELECCIÓN DE AGENTE ENCAPSULANTE	28
2.6 TAMARINDO	29
3. JUSTIFICACIÓN.....	31
4. HIPOTESIS.....	33
5. OBJETIVOS	34
5.1. OBJETIVO GENERAL.....	34
5.2. OBJETIVOS PARTICULARES	34
6. MATERIALES Y MÉTODOS	35
6.1 MATERIALES.....	35
6.2 MÉTODOS.....	35
6.2.1 Extracción del mucilago de tamarindo.....	35
6.2.2 Obtención de mucilago en polvo mediante secado por aspersion	35
6.2.3 Extracción del aceite de ajonjolí	36
6.2.4 Formulación de emulsiones sencillas O/W	36
6.2.5 Cinéticas de coalescencia de emulsiones O/W	37
6.2.6 Estabilidad de la emulsión: monitoreo del cremado de las emulsiones.....	38
6.2.7 Obtención de microcápsulas mediante la técnica de secado por aspersion	38
6.2.8 Propiedades físicas de las microcápsulas	39
6.2.8.1 Contenido de humedad	39
6.2.8.2 Ángulo de reposo	40
6.2.8.3 Densidad aparente y empacada.....	40
6.2.8.4 Índice de compresibilidad (índice de Carr).....	40
6.2.8.5 Radio de Hausner	41
6.2.8.6 Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas.....	41

6.2.9	Análisis fisicoquímico	41
6.2.9.1	Análisis termogravimétrico	41
6.2.9.2	Difracción de rayos X	41
6.2.10	Eficiencia de encapsulamiento	42
6.2.10.1	Contenido de aceite superficial.....	42
6.2.10.2	Contenido de aceite total.....	42
6.2.10.3	Eficiencia de encapsulamiento	42
6.2.11	Perfiles de liberación de aceite.....	43
6.2.12	Morfología de las microcápsulas	43
7.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	44
7.1	Extracción del mucilago (líquido) y obtención del mucilago en polvo mediante secado por aspersión.....	44
7.2	Formulación de emulsiones sencillas O/W.....	45
7.3	Cinéticas de coalescencias de emulsiones O/W	46
7.4	Estabilidad de la emulsión: monitoreo del cremado de las emulsiones	50
7.5	Propiedades físicas de las microcápsulas	52
7.5.1	Contenido de humedad	52
7.5.2	Ángulo de reposo	53
7.5.3	Densidad aparente y empacada.....	53
7.5.4	Propiedades de fluidez.....	55
7.5.5	Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas.....	56
7.6	Análisis fisicoquímico	57
7.6.1	Análisis termogravimétrico (TGA).....	58
7.6.2	Difracción de rayos X	59
7.7	Eficiencia de encapsulamiento	61
7.7.1	Contenido de aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento..	61
7.8	Perfiles de liberación de aceite.....	62
7.9	Morfología de las microcápsulas	64
8.	CONCLUSIONES	69
9.	LITERATURA CITADA.....	71
	BIBLIOGRAFÍA.....	71

LISTA DE TABLAS

TABLA 1. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA SEMILLA DE AJONJOLÍ EN 100G.	10
TABLA 2. COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS EN EL ACEITE DE AJONJOLÍ.	11
TABLA 3. DIÁMETRO PROMEDIO INICIAL DE LA GOTA Y CONSTANTE CINÉTICA DE COALESCENCIA PARA LAS EMULSIONES E1 Y E2.	46
TABLA 4. ESTABILIDAD DE LA EMULSIÓN EN FUNCIÓN DEL TIEMPO DEL SISTEMA E1.....	50
TABLA 5. ESTABILIDAD DE LA EMULSIÓN EN FUNCIÓN DEL TIEMPO DEL SISTEMA E2.....	51
TABLA 6. CONTENIDO DE HUMEDAD (% P/P) EN LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS.	52
TABLA 7. ÁNGULO DE REPOSO EN FUNCIÓN DE H Y R EN LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS.	53
TABLA 8. DENSIDAD APARENTE Y EMPACADA DE LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS.	53
TABLA 9. ÍNDICE DE COMPRESIBILIDAD DE CARR Y RADIO DE HAUSNER DE LAS MICROCÁPSULAS PARA AMBOS SISTEMAS.....	55
TABLA 10. CONTENIDO DE ACEITE SUPERFICIAL, ACEITE TOTAL Y EFICIENCIA DE ENCAPSULAMIENTO DE LOS SISTEMAS M1 Y M2.....	62

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. SECADOR POR ASPERSIÓN	39
FIGURA 2: SOLUCIÓN MUCILAGO-AGUA	44
FIGURA 3: MUCILAGO DE TAMARINDO EN POLVO.....	45
FIGURA 4: EMULSIONES O/W 1 Y 2 CON \varnothing O/W IGUAL A 0.05 Y 0.1 RESPECTIVAMENTE.	46
FIGURA 5: CINÉTICA DE COALESCENCIA DE E1 Y E2.....	47
FIGURA 6: DIÁMETRO DE LA GOTA DEL SISTEMA E1. SEMANA 0 A SEMANA 7.....	49
FIGURA 7: DIÁMETRO DE LA GOTA DEL SISTEMA E2. SEMANA 0 A SEMANA 7.....	50
FIGURA 8: DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA PARA LOS SISTEMAS M1 Y M2.....	57
FIGURA 9: ANÁLISIS TGA PARA LOS SISTEMAS M1 Y M2	58
FIGURA 10: DIFRACCIÓN DE RAYOS X PARA EL SISTEMA M1.	59
FIGURA 11: DIFRACCIÓN DE RAYOS X PARA EL SISTEMA M2.	60
FIGURA 12: PERFILES DE LIBERACIÓN DE ACEITE DE AJONJOLÍ ENCAPSULADO CON MUCILAGO DE TAMARINDO PARA LOS SISTEMAS M1 Y M2.	63
FIGURA 13:MORFOLOGÍA DE LAS MICROCÁPSULAS DE ACEITE DE AJONJOLÍ CON MUCILAGO DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE CON 10% DE SÓLIDOS TOTALES Y UNA \varnothing O/W IGUAL A 0.05.	65
FIGURA 14:MORFOLOGÍA DE LAS MICROCÁPSULAS DE ACEITE DE AJONJOLÍ CON MUCILAGO DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE CON 10% DE SÓLIDOS TOTALES Y UNA \varnothing O/W IGUAL A 0.05.	66
FIGURA 15:MORFOLOGÍA DE LAS MICROCÁPSULAS DE ACEITE DE AJONJOLÍ CON MUCILAGO DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE CON 15% DE SÓLIDOS TOTALES Y UNA \varnothing O/W IGUAL A 0.1.	67
FIGURA 16:MORFOLOGÍA DE LAS MICROCÁPSULAS DE ACEITE DE AJONJOLÍ CON MUCILAGO DE TAMARINDO COMO AGENTE ENCAPSULANTE CON 15% DE SÓLIDOS TOTALES Y UNA \varnothing O/W IGUAL A 0.1.	68

RESUMEN

Se evaluó al mucilago de tamarindo como agente encapsulante para la microencapsulación de aceite de ajonjolí por el método de secado por aspersión, empleando relaciones agente encapsulante y agente encapsulado de 1:1 (M1) y 1:2 (M2).

Las emulsiones presentaron una alta estabilidad contra el efecto de coalescencia, donde el sistema E1 muestra una Kc de 2.95 E-7 s^{-1} y el sistema E2 una de 1.31 E-7 s^{-1} . Se analizó la estabilidad de la emulsión (cremado) para cada emulsión, determinando que E1 y E2 al final del periodo de la prueba presentaban una estabilidad de 88% y 90% respectivamente.

La distribución de tamaño de partícula para M1 exhibieron un carácter unimodal, con intervalos de diámetro de ~ 1 a $50 \mu\text{m}$ mientras que la distribución de M2 tiene diámetros en el intervalo de ~ 1 a $50 \mu\text{m}$ y una variación en la distribución en el intervalo de ~ 50 a 125 . Las microcápsulas del sistema M1 son térmicamente estables hasta una temperatura de $227 \text{ }^\circ\text{C}$ mientras que las del sistema M2 son estables hasta $178 \text{ }^\circ\text{C}$. Los patrones de difracción de rayos X para M1 y M2 muestran un dominante halo amorfo. La eficiencia de encapsulamiento para las microcápsulas del sistema M1 presentaron un valor de 89.75% y para las microcápsulas del sistema M2 un valor de 81.31%. Se permitió liberar al aceite encapsulado a tasas de liberación controladas donde el empleo de una mayor proporción de material encapsulado, como lo es en el caso M2, conlleva a una liberación más acelerada del aceite en los primeros 100 minutos.

En general, los resultados llevan a concluir que el mucilago de tamarindo puede ser empleado como agente encapsulante viable para obtener una alta eficiencia de microencapsulación.

1. INTRODUCCIÓN

En la última década han surgido nuevas tendencias entre los consumidores, estos han promovido notablemente el crecimiento en la demanda de alimentos sustentables, mínimamente procesados y ecológicos. Por lo que la investigación en el desarrollo y aplicación de nuevas técnicas y formulaciones de productos saludables, usando componentes naturales se ha intensificado en la última década. Hoy en día el estilo de vida moderno demanda que la comida no solamente exceda sus valores nutricionales, sino que también deben de satisfacer el hambre y proveer de nutrientes esenciales para las personas. La industria contemporánea dedicada a la producción de comida es más sofisticada ya que un ejemplo claro es que involucra la inclusión de componentes bioactivos con un alto potencial en beneficios a la salud; sin embargo, la estabilidad de dichos componentes es un parámetro crítico para su incorporación exitosa a varios sistemas alimentarios.

Comúnmente los hidrocoloides se componen por diversos grupos de polisacáridos que dentro de sus diversos usos pueden fungir como agentes encapsulantes en procesos de microencapsulación. Los mucilagos son extensivamente usados como una fuente de hidrocoloides para aditivos alimentarios, debido a su funcionalidad por sus componentes saludables, glucosa, xilosa y galactosa, y por su funcionalidad como agentes encapsulantes. Los mucilagos extraídos de semillas son fuentes naturales de hidrocoloides a un bajo costo y con un contenido calórico bajo, lo que lo convierte en un material ideal para el desarrollo de productos saludables con propiedades benéficas para el consumo humano.

Se ha reportado que la semilla de tamarindo contiene ~72% de mucilago, es un polisacárido natural y es un subproducto de la industria de la pulpa de tamarindo. El mucílago de la semilla de tamarindo es un polisacárido natural que está compuesto de β -(1,4)-D-glucano ramificado con cadenas α -(1,4)-d-xilopyranosa y enlaces (1,6) [β -D-galactopiranosil-(1,2)- α -D-xilopyranosil] a residuos de glucosa, conteniendo unidades de glucosa, xilosa y galactosa en una relación molecular en el orden 2.8:2.25:1.0 con un peso molecular de 720-880 kDa. Previamente se han hecho

estudios químicos, físicos, térmicos, termodinámicos, reológicos y propiedades funcionales sobre el mucilago de tamarindo, lo que sugiere un gran potencial en el mucilago como un nuevo, funcional y a bajo costo agente encapsulante para ser aplicado en la encapsulación de alimentos.

Generalmente la encapsulación es requerida para lípidos de interés nutricional, especialmente aquellos que son insaturados o que son propensos a alguna degradación, como la oxidación. Los aceites más utilizados son aquellos con un alto contenido de omega-3, omega-6 y omega-9. Estos aceites se han destacado por sus beneficios a la salud, pero actualmente son comúnmente consumidos en forma de cápsulas largas que dificultan el ser tragadas. Una solución viable es encontrar una forma de incorporar el aceite en pequeñas microcápsulas mediante el secado por aspersión para así posteriormente adicionarlas en los alimentos.

El aceite de ajonjolí se usa principalmente en el proceso de freído de los alimentos o bien en su consumo como tal. Las semillas de ajonjolí poseen dentro de sus componentes principales proteínas, ácidos grasos (omegas), fibra, agua, lípidos totales, vitaminas y minerales lo que lo hace una semilla adecuada para su consumo por su contenido nutrimental. Las semillas de ajonjolí tienen un contenido promedio de 50% aceite y 25% de proteína; el aceite está compuesto aproximadamente por 47% ácido oleico y 39% ácido linoleico. En los últimos años se ha reportado que el aceite de ajonjolí tiene diversas propiedades benéficas para la salud. Los ácidos grasos insaturados dentro de la semilla de ajonjolí son química inestable en presencia de oxígeno, luz, humedad y calor. Sin embargo, este problema se puede solucionar mejorando la estabilidad del aceite a través del proceso de microencapsulación por secado por aspersión.

Sin embargo, hay una importante falta de estudios en la aplicación de los mucilagos como agentes encapsulantes. Por lo que el objetivo de este trabajo fue introducir al mucilago como un agente encapsulante mediante la microencapsulación por secado por aspersión del aceite de ajonjolí susceptible a la degradación.

2. ANTECEDENTES

2.1. Aceite de ajonjolí

El aceite de ajonjolí se deriva de una planta llamada "*Sesamum indicum*". Se cree que el ajonjolí es una de las plantas más antiguas que se han cultivado, desde la época antigua en el Medio Oriente se utilizaba para consumo humano en la preparación de alimentos. Se considera que el ajonjolí tuvo su origen en África y posteriormente fue diversificado en India, Japón y China. Después del descubrimiento de América, fue llevado a México, luego a países de Centro América con climas cálidos de zonas tropicales. Su adopción es sencilla y aceptable tanto socioeconómica como agroecológicamente.

El ajonjolí, sésamo o alegría es originario de Etiopía, de donde se distribuyó a Indostán, China y Asia Central. Es una planta de clima cálido por lo que prospera en regiones tropicales y subtropicales. En la actualidad, el ajonjolí se cultiva en varias regiones llegando a un estimado de una producción anual de dos millones de toneladas métricas. Entre los principales productores se encuentra Asia contribuyendo con 1182000 toneladas, América Central con 138000 toneladas, América del Norte con 1000 toneladas, entre otras (Sánchez-Potes, 2004).

La semilla de ajonjolí posee aceite saludable que beneficia a la salud. A esta oleaginosa se le puede dar un valor agregado debido a su utilización en productos que van desde aceites, pastas, plásticos biodegradables y biocombustibles además de su alto contenido de proteínas, vitaminas y minerales, fundamentales en la nutrición (ASERCA, 2012).

Las semillas de ajonjolí tienen un contenido promedio de 50% aceite y 25% de proteína; el aceite está compuesto aproximadamente por 47% ácido oleico y 39% ácido linoleico. Este aceite es utilizado en la industria alimenticia, manufactura de confites y en preparación de alimentos (Suja, Jayalekshmy, & Arumughan, 2005).

Las semillas de ajonjolí son ricas en ácidos grasos, lípidos totales, proteínas, vitaminas y minerales; además de ser una muy buena fuente de energía ya que aporta cinco veces su peso en calorías. A continuación, se presenta la cantidad de cada componente en 100 gramos de semilla de ajonjolí (Moreiras et al., 2013):

Tabla 1. Composición química de la semilla de ajonjolí en 100g.

<i>Componentes</i>	<i>Cantidad</i>	<i>Unidades</i>
Energía	614	Kcal
Proteínas	18.2	g
Lípidos totales	58	g
AG saturados	8.3	g
AG monoinsaturados	21.7	g
AG poliinsaturados	25.5	g
Fibra	7.9	g
Agua	15	g
<i>Vitaminas y minerales</i>	<i>Cantidad</i>	<i>Unidad</i>
Calcio	670	mg
Hierro	10.4	mg
Zinc	5.3	mg
Fósforo	720	mg
Vitamina A	1	mg
Vitamina E	2.53	mg

El aceite de ajonjolí al ser prensado en frío posee un color amarillo pálido, contiene una acidez libre baja y tiene entre 0.2% a 0.65% ácido oleico, dependiendo de la calidad de la semilla. Contiene una sustancia fenólica que es un potente antioxidante natural el que en conjunto a las pequeñas proporciones de tocoferoles que contiene, hacen que el aceite tenga cierto grado de resistencia a la rancidez oxidativa, aunque esto no garantiza una vida de anaquel muy prolongada (Sánchez-Potes, 2004).

En la tabla 2 se muestra la composición de ácidos grasos presentes en el aceite de ajonjolí pudiendo observar un alto contenido del ácido graso esencial omega-6 (Tiwari, Tiwari, & Toliwal, 2014).

Tabla 2. Composición de ácidos grasos en el aceite de ajonjolí.

<i>Nombre del ácido graso</i>	<i>Porcentaje (%)</i>
Palmítico (C _{16:0})	12.83
Estearico (C _{18:0})	4.90
Oleico (C _{18:1})	37.83
Linoleico (C _{18:2})	42.36
Linolénico (C _{18:3})	2.08

El aceite de ajonjolí puede ser utilizado para consumo en diferentes platillos, se utiliza en cremas para tratamientos médicos y como antiinflamatorio natural; es decir que es usado en la industria cosmetológica, alimenticia y farmacéutica. Algunos de los beneficios del consumo de este producto:

- a) Fortalecen el sistema nervioso
- b) Favorecen la regulación del colesterol en la sangre
- c) Favorecen el funcionamiento de la memoria
- d) Retrasan el envejecimiento celular
- e) Protegen el sistema cardiovascular
- f) Entre otros

(FAO, 2012).

2.1.1. Ácidos grasos esenciales

Los ácidos grasos son moléculas formadas por una larga cadena hidrocarbonada de tipo lineal y con un número par de átomos de carbono. Los ácidos grasos saturados sólo tienen enlaces simples entre los átomos de carbono, son ejemplos de este tipo de ácidos el mirístico, el palmítico y el estearico. Los ácidos grasos

insaturados tienen uno o varios enlaces dobles en su cadena, algunos de ellos son: el ácido oleico, el linoleico y α -linolénico (Álvarez-Chávez et al., 2008).

Existe un grupo de ácidos grasos que se denominan ácidos grasos esenciales (AGE), los cuales no pueden ser producidos por el hombre y deben ser incorporados a través de la dieta, entre ellos se encuentran ácido araquidónico, los ácidos grasos Omega-3 (ácido α -linolénico) y los ácidos grasos Omega-6 (ácido linoleico), los cuáles son necesarios para la estructura y flexibilidad de las membranas celulares (Álvarez-Chávez et al., 2008; McClements, Decker, & Weiss, 2007).

Los AGE como el Omega-3 y Omega-6 están presentes en varios procesos biológicos, tales como la agregación de las plaquetas en sangre y la contracción de los vasos sanguíneos, participan en el desarrollo del tejido nervioso. En los últimos años se ha despertado un gran interés por el uso de estos ácidos grasos esenciales debido a su origen natural y beneficios a la salud (Álvarez-Chávez et al., 2008).

2.2. Microencapsulación

La microencapsulación es un proceso en el cual se revisten pequeñas partículas ya sean sólidas, líquidas o gaseosas con una capa protectora o pared, la cual tiene el propósito de proteger al material encapsulado contra condiciones ambientales adversas, como lo son la humedad, oxígeno, deterioro químico y los efectos de la luz, con el fin de prolongar la vida de anaquel del producto promoviendo la liberación controlada de las partículas encapsuladas (Shahidi & Han, 1993; Qianyu, Nicolas, & Cordelia, 2018).

La microencapsulación aplicada en la tecnología de alimentos es una propuesta atractiva para transformar aditivos alimenticios líquidos (aceites esenciales, oleorresinas, etc.) en polvos estables que puedan fluir libremente, que sean fáciles de manejar e incorporar a una mezcla de alimento seco, para así poder preservar

sus características naturales y optimizar su uso (McNamee, O’Riordan, & O’Sullivan, 1998; Qianyu, Nicolas, & Cordelia, 2018).

Existen diversos factores por lo cual es conveniente el uso de la microencapsulación, de las cuales las razones más destacadas son: el control de la velocidad de emisión del material encapsulado bajo condiciones deseadas, otorgar una protección al producto de factores ambientales (temperatura, radiación ultravioleta, humedad y de productos tóxicos), recubrir las propiedades no deseadas del componente activo (olor, sabor o propiedades químicas). Los métodos de encapsulación se pueden clasificar en tres grupos (Gharsallaoui et al., 2007).

- a. Procesos físicos: Secado por aspersión, extrusión, cristalización.
- b. Procesos químicos: Polimerización interfacial, inclusión molecular.
- c. Procesos fisicoquímicos: Coacervación simple o compleja, evaporación de solvente en la emulsión, solidificación de la emulsión.

Si bien existen diferentes métodos para encapsulamiento en función del tamaño de partícula requerida, las propiedades fisicoquímicas del agente encapsulante y la sustancia a encapsular, el mecanismo de liberación y los costos se selecciona el método que se adecue mejor a dichas necesidades (Ré, 2008).

En la microcápsula, al contenido interior se le denomina núcleo, fase interna o agente activo, a la capa exterior se le llama material portador, matriz, coraza o agente encapsulante (Dziezak, 1988).

Las dos etapas principales en la microencapsulación son el emulsionamiento del material a encapsular utilizando como agentes encapsulantes diferentes biopolímeros (Shaikh, Bhosale, & Singhal, 2004) y la segunda etapa es el secado, formándose una capa protectora lo suficientemente densa y a la vez fina para evitar

mecanismos difusivos al y del interior de la microcápsula, siendo el secado por aspersión el método dominante en el mercado de microencapsulación de saborizantes (Ré, 1998).

A continuación, se explicarán más a fondo algunos métodos de encapsulación:

2.2.1 Coacervación

La coacervación consiste en la separación de soluciones de las partículas coloidales, las cuales se aglomeran en una fase de separación líquida denominada como coacervado. La coacervación es dividida en simple o compleja dependiendo de la cantidad de tipos de polímeros que se utilizan; en la coacervación simple se involucra a un solo polímero, mientras que en la compleja se utilizan dos o más tipos (Korus, 2001; Ozkan et al., 2019).

Mediante una agitación a temperatura constante de la solución acuosa y el material de pared estos son mezclados para posteriormente con un cambio de pH o adición gota a gota de agentes hidrofílicos, como los son el alcohol u otras sales hidrofílicas, provocar su fase de separación. El material de pared es formado por el polímero, mientras que la coacervación se logra por ajuste del pH en un punto donde ambas moléculas de coloide presenten el mismo número de cargas opuestas, debido a que en este punto se forman el mayor número de uniones (King, 1995).

Para garantizar que el método sea eficiente se recomienda que el material a encapsular (material activo) debe ser compatible con el polímero encapsulante o bien ser escasamente insoluble en el medio de coacervación (Madene, Jacquot, & Desobry, 2006).

A pesar de que esta técnica muestra ser superior en cuestiones de manejo de temperaturas bajas, reducción de pérdidas por evaporación y reducción de degradación térmica (Taneja & Singh, 2012); sus altos costos en el proceso de

aislación de la partícula y la complejidad de esta técnica hacen que se elijan otras alternativas para microencapsular (Gouin, 2004; Ozkan et al., 2019).

2.2.2 Extrusión

La encapsulación por este método es generalmente usada para sabores volátiles e inestables. Una de las ventajas del microencapsulamiento por este método es su larga vida útil que otorga al producto ya que los compuestos de sabor son muy propensos a la oxidación. (Madene, Jacquot, & Desobry, 2006).

La extrusión es un método de encapsulación que implica forzar un material activo en una masa fluida de hidratos de carbono a través de una serie de troqueles que le dan forma a presión en un baño de líquido deshidratante, todo esto a temperaturas menores a 115°C y una presión menor a 100 psi. (Brazel, 1999). Mediante el uso de un disolvente frío se endurece al material de recubrimiento para así formar una matriz encapsulante que protege al material activo. Posteriormente, dicha matriz se separa del baño líquido para poder secarse. Una ventaja de este método es que posee una alta estabilidad frente a la oxidación ya que cualquier aceite residual que haya quedado en la superficie del material encapsulante es eliminado con la ayuda de un baño de alcohol, traduciéndose a una prolongada vida útil el producto. El producto es capaz de mantenerse libre de degradación en un promedio de año y medio (Desai & Park, 2005).

Un ejemplo de la aplicación de este método es en el procesamiento de alimentos como lo son bebidas, pasteles o postres. El proceso involucra la mezcla caliente de sabores con jarabe de maíz, extrudiendo la mezcla en forma de pellets en un baño con isopropanol. La función del isopropanol es solidificar el jarabe en un sólido amorfo. Gracias a este método, la vitamina C y los colorantes extienden su vida de almacenamiento a un periodo mayor a dos años, ya que como se había comentado anteriormente se protegen dichos componentes de la oxidación. (Madene, Jacquot, & Desobry, 2006).

2.2.3 Gelación Iónica

La encapsulación a través del método de gelificación protege al núcleo de condiciones poco favorables para el producto como lo son el pH, temperatura, disolventes orgánicos o alguna contaminación (Ko, Koo, & Park, 2008).

En esta técnica el material de pared se forma mediante una reacción de gelificación iónica entre un polisacárido y un ion de carga opuesta. La gelificación iónica o goteo con alginato es un proceso rápido que permite encapsular cualquier alimento ya sea hidrofóbico, hidrofílico, termosensible, líquido o sólido (Gouin, 2004; Ozkan et al., 2019).

Es un proceso donde se utiliza principalmente alginatos como componente de membrana y la combinación de iones divalentes como el calcio para inducir la gelificación (Ozkan et al., 2019). Entre los materiales más destacados para usar como agentes encapsulantes está el alginato de sodio, gelatina, goma arábiga y almidón ya que todos han demostrado generar partículas aptas para liberar al núcleo en el momento de la masticación (Appelqvist, 2007).

El comportamiento del alginato se ve afectada por los siguientes factores (Cubero, Montferre, & Villalta, 2002):

- a) Temperatura: a mayor temperatura menor será la gelificación ya que las cadenas tendrán un exceso de energía y no se alinean en forma de gel.
- b) pH: si el pH es ácido la viscosidad es mayor, si el pH es de 5 puede llegar a gelificar y si el pH es de 3 el alginato precipita formando ácido algínico.
- c) Presencia de proteínas: a pH ácido y temperatura baja los alginatos pueden desnaturalizar las proteínas.
- d) Azúcares: niveles altos de azúcares solubles disminuyen la fuerza del gel.

2.2.4 Liofilización

El proceso de liofilización típico puede ser dividido en tres etapas: congelación, secado primario y secado secundario (Ozkan et al., 2019).

- Etapa de congelación

Esta etapa da inicio enfriando las bandejas, sobre las cuales se colocan los viales con las muestras, a la temperatura de congelación deseada, manteniendo esta temperatura constante. La muestra primero es enfriada hasta que se produzca la nucleación del hielo, lo que sucede varios grados por debajo del punto de congelación de equilibrio de la muestra conocido como super enfriamiento. Después de la nucleación del hielo, los cristales de hielo comienzan a crecer dando como resultado la congelación de la muestra. En este punto están presentes dos fases, hielo y solución concentrada en congelación (Franks, 1998; Ozkan et al., 2019).

Al terminar la etapa de enfriamiento, la mayor parte del agua se ha separado del soluto, la etapa de congelación es la mayor etapa de deshidratación en la liofilización. Esta etapa es la más crítica ya que afecta al rendimiento de la liofilización y a la calidad del producto final (Kasper, Winter, & Friess, 2013).

- Secado primario

El secado primario es la etapa en donde la mayor parte del agua es extraída del producto mediante la sublimación, se inicia reduciendo la presión de la cámara y elevando la temperatura de la bandeja para proporcionar el calor eliminado por sublimación del hielo (Ozkan et al., 2019).

Para una mayor eficiencia la temperatura del producto debe mantenerse lo más alta posible y la presión de cámara lo más baja posible sin perjudicar la velocidad de sublimación (Kasper, Winter, & Friess, 2013).

Al final del secado primario, solo está presente agua no congelada en la matriz liofilizada. Esta agua no puede eliminarse por sublimación por lo que se recurre a la desorción (secado secundario).

- Secado secundario

La matriz seca producida por el secado primario contiene agua no congelable que tiene que ser eliminada por desorción a temperatura altas (20-40°C) (Franks & Auffret, 2007).

El secado se ejecuta rápidamente durante la parte inicial del secado secundario, pero se ralentiza a medida que el secado continúa debido a que el contenido de agua va disminuyendo (Tang & Pikal, 2004).

Existen algunas ventajas y desventajas del uso de la liofilización (Ozkan et al., 2019; Franks & Auffret, 2007):

- a) El material liofilizado puede almacenarse a temperaturas altas como a la temperatura ambiente sin sufrir degradación.
- b) Al no ser secado con un calor excesivo, las proteínas y otros productos que podrían ser desnaturalizados térmicamente se pueden conservar con éxito.
- c) Es necesaria una gran inversión en equipamiento, alrededor de tres veces el de otros métodos.
- d) Alto coste energético y elevado tiempo de proceso (entre 4 y 10 horas por ciclo de secado).

2.2.5 Secado por aspersion

El secado por aspersion es una de las técnicas más utilizadas en la industria alimenticia, principalmente se aplica para la preparación de ingredientes secos y

estabilización de alimentos mediante la eliminación de la humedad de estos (Shofinita & Langrish, 2014).

Es un proceso económico y flexible, fácilmente adaptable a diversos equipos ofreciendo partículas de buena calidad. A diferencia de otros métodos de encapsulamiento este presenta unos costos de producción más bajos, aunque una de las limitaciones del secado por aspersion es el número limitado de materiales encapsulantes con características deseables para la aplicación de este método (Madene, Jacquot, & Desobry, 2006; Carneiro et al., 2013).

El término secado se refiere a la eliminación de humedad (eliminar o reducir el contenido de agua) en una sustancia. Al disminuir el contenido de agua, el secado por aspersion es utilizado para evitar la degradación biológica, mejorar la estabilidad microbiológica de los productos, reducir gastos de almacenamiento o transporte al ocupar menos espacio y obtener un producto con características necesarias para las funciones deseadas (Gharsallaoui et al., 2007).

El secado por aspersion es una operación de proceso continuo que se divide en atomización, mezclado de rocío y aire, evaporación y separación de productos (Sánchez-Sáenz et al., 2011). Se puede considerar como la transformación de un fluido, entendiendo como fluido una solución, dispersión o pasta, en un material sólido, atomizándolo en forma de gota en un medio de secado caliente obteniendo como producto un polvo. La distribución del tamaño de partícula obtenido por este método en promedio es menor a 100 μm , dependiendo de las condiciones del proceso (presión, temperatura, flujo) (Rodríguez-Huezo et al., 2004; Velázquez-Gutiérrez et al., 2015).

El secado por aspersion se divide en 4 etapas principalmente:

- Atomización

Mediante el uso de atomizadores neumáticos, boquillas de presión, discos giratorios, boquillas e fluido y boquillas sónicas se atomiza el líquido en pequeñas gotas con el fin de maximizar el intercambio de calor entre la superficie líquida y el aire seco con el fin de optimizar el calor y la transferencia de masa.

Para elegir la configuración del atomizador más adecuada se debe de tomar en cuenta la naturaleza, la viscosidad y las características que se desean obtener del producto seco. Se sabe que a mayor sea la energía proporcionada más finas serán las gotas formadas, aunque el tamaño de las partículas es proporcional a la viscosidad y tensión superficial del líquido.

- Líquido en contacto con corriente caliente

Durante la atomización es cuando se da el contacto del líquido con la corriente caliente iniciando la etapa de secado, existen dos tipos de contacto: contracorriente y flujo en paralelo.

En el proceso a contracorriente se alimentan en direcciones opuestas el líquido atomizado y la corriente caliente haciendo que el producto seco este expuesto a altas temperaturas limitando su aplicación en productos termosensibles. Una de las principales ventajas de este proceso es la reducción de consumo de energía ya que garantiza que el material se seque eficientemente.

Para el proceso en flujo paralelo el líquido es atomizado en la misma dirección que el flujo de aire a través del equipo, normalmente la temperatura de entrada del aire caliente es de 150-220°C haciendo que la evaporación sea instantánea, mientras que la temperatura a la salida del producto está entre 50-80°C dando como ventaja una limitación en la degradación térmica.

- Evaporación de agua

Como resultado de un gradiente de temperatura la transferencia de calor se lleva a cabo del aire al líquido atomizado, mientras que la transferencia de agua es llevada a cabo en dirección contraria debido a la diferencia de la presión de vapor (Gutiérrez et al., 1998).

Principalmente se pueden identificar tres etapas las cuales tienen duraciones diferentes en función de dos variables: la naturaleza del producto y la temperatura de entrada del aire. Estas 3 etapas son:

- a) Contacto del gas con el líquido, donde la transferencia de calor eleva la temperatura de las gotas hasta llegar a un valor estable o constante.
 - b) La velocidad de difusión de agua de la gota, que por lo general es igual a la tasa de evaporación superficial.
 - c) Cuando el contenido de agua alcanza un valor crítico, se forma en la superficie de la gota una costra seca ocasionando que la velocidad de secado disminuya rápidamente con la progresión del secado y este empieza a ser dependiente de la tasa de difusión de agua a través de dicha costra seca.
- Separación producto seco-aire húmedo

Para llevar a cabo dicha separación se sitúa al final de la cámara por aspersion un ciclón, las partículas más densas se recuperan al final de la cámara de secado, mientras que las más finas son mandadas al ciclón para ser separadas por el aire húmedo.

Como en todo proceso existen variables críticas que deben de ser controladas u optimizadas para asegurar el máximo uso de los recursos, en este caso las principales que deben ser optimizadas en el secado por aspersion son la temperatura de alimentación, la temperatura de entrada y la temperatura de salida.

La viscosidad y el tamaño de la gota son inversamente proporcionales a la temperatura de alimentación, pero las altas temperaturas pueden ocasionar una degradación térmica de algunos componentes sensibles al calor.

La temperatura en el proceso de secado está relacionada con las características morfológicas, funcionalidad del producto y las propiedades higroscópicas. (Fang et al., 2012). La temperatura del aire de entrada va en función de dos factores, que la temperatura a utilizar no provoque adversidades en el producto tales como una degradación térmica del agente encapsulante y el encapsulado afectando a su funcionalidad y el costo comparativo de fuentes de calor para el equipo.

Dentro de las ventajas que ofrece el secado por aspersión está un tamaño y densidad de la partícula del producto que son controlables dentro ciertos límites a una velocidad rápida de secado para productos sensibles de calor y a costos bajos de operación a comparación de otros métodos (Treybal, 1981).

Se considera que las microcápsulas producidas por secado por aspersión son del tipo matriz. Se divide en dos partes a la microcápsula, el contenido interior la cual es denominada como núcleo o agente activo, y la capa exterior denominada como portador o agente encapsulante, la cual dependiendo del material utilizado varía su espesor y generalmente es inerte frente al material a encapsular (Ré, 2008).

Se pueden clasificar a las microcápsulas basándonos en la forma del núcleo activo:

- a) Aquellas en las cuáles, el núcleo está uniformemente dispersado a través de la matriz.
- b) Aquellas en las cuales el núcleo está concentrado cerca del centro, rodeado por una película definida y continúa del material de revestimiento.

La elección del agente encapsulante en el secado por aspersión es fundamental ya que este influye en factores como lo son la estabilidad de la emulsión antes del secado, fluidez, estabilidad mecánica y la vida de anaquel del producto final. Generalmente lo obtenido es utilizado en la industria alimenticia por lo que es fundamental que el material de pared debe de ser comestible, dicho material de pared puede seleccionarse dependiendo del agente activo a encapsular y las características que se desean del producto final (generalmente se utilizan polímeros sintéticos o naturales) (Desai & Park, 2005).

El secado por aspersión de las emulsiones es un medio efectivo para microencapsulación de aceites que reaccionan químicamente, aceites volátiles y compuestos saborizantes, ya que logra una alta retención de materiales en el núcleo durante su procesamiento y almacenamiento (Rosenberg & Young, 1993).

Cuando se evalúan las ventajas de esta técnica, esta es considerada como una rápida, continua, simple, económica, reproducible y fácil de escalar a comparación de otras técnicas de secado (Gong et al., 2014).

2.3. Agentes encapsulantes

Las microcápsulas están compuestas por dos elementos, la porción activa denominada como núcleo y el material encapsulante que envuelve al núcleo denominado como agente encapsulante, la cual puede variar en su espesor o número de capas, el material utilizado para la constitución el agente encapsulante puede ser de origen natural o sintético (Madene, Jacquot, & Desobry, 2006).

Dependiendo de la aplicación que se le darán a las microcápsulas se pueden adaptar o modificar algunas de sus propiedades tales como el mecanismo de liberación, el tamaño de partícula, la composición, la forma física final y el costo.

Los agentes encapsulantes son denominados también como materiales de pared que generalmente son biopolímeros, los cuales están constituidos por macromoléculas que pueden contener nutrientes especiales para el consumo humano por sus propiedades funcionales, estos materiales de pared están diseñados para proteger al material activo o núcleo de factores que pueden provocar su deterioro, para prevenir una interacción prematura entre el material activo y otros ingredientes, para limitar las pérdidas volátiles y también para promover una liberación controlada o sostenida en las condiciones deseadas (Shahidi & Han, 1993).

Las barreras poliméricas se forman por una parte permeable con alta porosidad o una menos permeable con baja porosidad, lo cual determina el comportamiento de liberación de los materiales del núcleo y la morfología de las microcápsulas (Shahidi & Han, 1993).

El propósito de un material de pared radica en otorgar una máxima protección al material activo contra condiciones ambientales (calor, luz humedad), esto sin afectar la liberación completa del disolvente, material activo u otros materiales utilizados durante el proceso de encapsulación o secado, todo esto tomando en cuenta que deben ser agentes económicos de grado alimenticio (Gharsallaoui et al., 2007).

La eficacia de la encapsulación es dependiente de la naturaleza del agente encapsulante, estos materiales de pared se seleccionan dependiendo de la naturaleza química de los componentes del núcleo, del proceso de encapsulación y del uso del producto final. Las cápsulas a base de mucilago de tamarindo tienen el fin de ser usadas para consumo por lo que deben de ser comestibles, no tóxicas y libres de olores fuertes.

Un buen material de pared es aquel capaz de retener al material del núcleo dentro de su estructura durante el proceso y almacenamiento (Beltrán et al., 2008). La estructura de la película adsorbida alrededor del material encapsulado determina en

gran medida la protección que tendrá durante el proceso de secado y posteriormente durante el almacenamiento.

Existe una amplia variedad de agentes encapsulantes que pueden ser usados para proteger ingredientes alimenticios con la formación de microcápsulas por secado por aspersión (Gharsallaoui et al., 2007).

- **Carbohidratos:** Almidón y derivados, maltodextrinas, jarabes de maíz, ciclodextrinas, carboximetilcelulosa y derivados.
- **Gomas:** arábica, mezquite, alginato de sodio.
- **Lípidos:** ceras, parafinas, grasas, monoglicéridos, diglicéridos, aceites, cera de abejas.
- **Proteínas:** gelatina, proteína de soya, caseinatos, suero de leche.
- **Celulosas:** carboximetil celulosa, metilcelulosa, etilcelulosa, nitrocelulosa, acetilcelulosa.
- **Mucilagos:** de nopal, de pitahaya, de cactus, de linaza, de tamarindo

Carbohidratos. Estos ofrecen ventajas como poseer una alta viscosidad a altos contenidos de sólidos, tienen un buen poder de encapsulamiento y son económicos (Jafari, Assadpoor, & Yinghe, 2008).

Gomas. Las gomas son un grupo de polisacáridos de origen natural con diversas aplicaciones industriales. Estas provienen de varias fuentes de origen vegetal como semillas de plantas, exudados de plantas, árboles, entre otros (Fang, Tang, & Cao, 2014). De los incluidos en este apartado el más popular para el secado por aspersión de aceites y sabores ha sido la goma Arábica ya que cuenta con

propiedades emulsificantes que permiten una alta retención de compuestos volátiles (Fang, Shima, & Adachi, 2005).

Proteínas. Las moléculas de las proteínas se adsorben en la superficie de las gotas de aceite presentes en la emulsión, formando así una capa protectora alrededor de ellas reduciendo la tensión superficial. Estas poseen propiedades estabilizantes, ya que cuentan con una gran solubilidad y habilidad de interactuar con el agua, tienen la habilidad de generar interacciones de repulsión entre las gotas de aceite y formar una membrana interfacial resistente, la cual impide la floculación y la coalescencia. La desventaja de utilizar proteínas es que dependen de factores como lo son el pH, fuerza iónica y temperatura (Mc Clements, 2004).

Mucilagos. Poseen ventajas económicas y funcionales, ya que son de fácil acceso, bajo costo y buena funcionalidad (Li & Nie, 2016). Los mucilagos son polisacáridos que constituyen una clase diversa de macromoléculas localizadas en altas concentraciones en distintas partes de las plantas, ya que forman parte de la célula y su pared celular. Debido a la alta concentración de grupos hidroxilo en los polisacáridos que los constituyen, los mucilagos generalmente tienen una alta capacidad de retención de agua ofreciendo un mecanismo para las plantas frente a los periodos de sequía (Fang, Tang, & Cao, 2014).

El uso de la técnica de microencapsulación por secado por aspersion ha incrementado en los últimos años. Actualmente, esta técnica es utilizada en la industria alimenticia para encapsular lípidos, saborizantes o bien oleorresinas (Gharsallaoui et al., 2007). Se han logrado encapsular con éxito diferentes componentes como lo son saborizantes de orégano y mejorana mediante el secado por aspersion con materiales de pared elaborados a base de leche desnatada en polvo y concentrado de proteína de suero de leche (Baranauskiené et al., 2006); una mezcla de caseinato de sodio con carbohidratos se utilizó para encapsular aceite de soya (Hogan et al., 2001); el jugo de maracuyá se ha encapsulando mediante la combinación de goma arábica, goma de mezquite y maltodextrina

(Carrillo-Navas et al., 2011); la sandía se ha encapsulado usando maltodextrina a concentraciones de 3% y 5% en masa (Quek, Chok, & Swedlund, 2007); el aceite de linaza se encapsulo empleando goma arábica como agente encapsulante (Tonon, Freitas, & Hubinger, 2011).

2.4. Estabilidad de sistemas microencapsulantes

El producto final pasa por cambios físicos, químicos y microbiológicos durante su almacenamiento y procesamiento, estos cambios principalmente se ven influenciados por su contenido de humedad, la actividad del agua (a_w) y la temperatura durante el almacenamiento (Brazel, 1999; King, 1995).

Se han desarrollado varios métodos para evaluar la calidad de las microcápsulas, basados en determinaciones analíticas (valoraciones ácidas, valoraciones de peróxidos, etc.), determinaciones físicas (viscosidad, punto de flama, etc.) o bien pruebas organolépticas (color, aroma, sabor) (Kowalski, 1991).

Otra alternativa para el estudio de la estabilidad de las microcápsulas es por medio de su morfología, está puede ser analizada mediante la Microscopia Electrónica de Barrido (MEB o SEM, por sus siglas en inglés Scanning Electron Microscopy).

El análisis por MEB proporciona imágenes y datos fisicoquímicos de la superficie de cuerpos opacos a los electrones, por medio de un haz de electrones que recorre dicha superficie y de detectores que translucen las señales que de ella emanan, transformándolas en corrientes eléctricas que se emplean en forma de imágenes en un monitor.

El equipo permite obtener imágenes de muestras tanto en alto vacío como en presión variable, el equipo está capacitado para obtener buenas imágenes a bajo potencial. Mediante el secado por aspersion por microscopia de barrido se

evaluaron las propiedades microestructurales de las partículas de emulsión de aceite de naranja (Kim & Morr, 1996).

Se reportó la microencapsulación de oleoresina de pimienta negra mediante el secado por aspersión, usando goma arábiga y almidón modificado como agentes encapsulantes, la estabilidad de las microcápsulas se determinó con el tiempo requerido para que los componentes fueran reducidos al 50% de su valor inicial, además de evaluar la morfología de las microcápsulas mediante microscopía electrónica de barrido (Shaikh, Bhosale, & Singhal, 2004).

2.5 Selección de agente encapsulante

Se debe de hacer una buena elección del agente encapsulante ya que influye directamente en la estabilidad de la emulsión, así como en su vida de anaquel después del secado. El proceso de selección comienza con la emulsificación del lípido en una solución el agente encapsulante, para llevarlo a una deshidratación rápida.

La selección del material de pared puede ser llevada a cabo por prueba y error, en donde mediante este procedimiento primero se forman las microcápsulas para ser evaluadas determinando su eficiencia de encapsulación, la estabilidad de las microcápsulas bajo diversas condiciones de almacenaje y el grado de protección que brinda el material de pared al material encapsulado, sin embargo, este método resulta ser muy costoso y laborioso por lo que no es del todo viable.

Se tiene desarrollado un método basado en la determinación de coeficientes de difusividad como parámetro para seleccionar materiales para la encapsulación de omega 3 (Báez-González et al., 2004). 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, Maroulis, & Marinos-Kouris, 1994). Los agentes encapsulantes que se

utilicen en la microencapsulación por secado por aspersión deben de tener una baja difusividad efectiva para proteger al material encapsulado durante la operación de secado (Ré, 1998).

Otro método para selección de materiales de barrera efectivos contra la oxidación del material a proteger es mediante la determinación de la energía de activación del proceso de secado, a partir de la solución numérica de la ley de Fick, de las curvas de secado isotérmico obtenidas a distintas temperaturas (Pérez-Alonso et al., 2003). Esta energía representa la dificultad para que un mol de agua se difunda a través de la membrana polimérica (agente encapsulante); a mayor energía, mayor será la dificultad de que el agua sea difundida.

2.6 Tamarindo

El tamarindo (*Tamarindus indica* L.) es un árbol que puede alcanzar hasta 30 metros de altura. La parte más útil es la vaina en donde se puede encontrar de 3 a 12 semillas en cada vaina constituyendo el 35% de la fruta entera (Peter, 2012).

El tamarindo está presente en 4 continentes y cultivado en 54 países; es nativo de 18 naciones y se encuentra naturalizado en 36. Aun cuando la mayoría de los países productores de tamarindo no crecen en una escala comercial, su comercio se ha expandido en la última década (Peter, 2012). En México, el cultivo de tamarindo se realiza en 15 Estados de la República Mexicana, de los cuales destacan Colima, Guerrero, Jalisco y Oaxaca por su alta presencia en el mercado del tamarindo a nivel nacional. El estado de Colima lidera la producción nacional con un 38%, seguido de Guerrero con 26%, y Jalisco con 13% de la producción nacional (SIACON, 2012).

La semilla de tamarindo contiene desde un 65% hasta un 72% de mucílago en peso (Kumar & Bhattacharya, 2008). El mucílago de la semilla de tamarindo es un polisacárido natural que está compuesto de β -(1,4)-D-glucano ramificado con cadenas α -(1,4)-d-xilopyranosa y enlaces (1,6) [β -D-galactopiranosil-(1,2)- α -D-xilopyranosil] a residuos de glucosa, conteniendo unidades de glucosa, xilosa y

galactosa en una relación molecular en el orden 2.8:2.25:1.0 (Patel et al., 2008) con un peso molecular de 720-880 kDa (Khounvilay & Sittikijyothin, 2012) presentando un alto contenido de proteína (12.7 a 15.4%) en comparación con otros mucílagos como el proveniente del nopal (León-Martínez et al., 2010) o de la semilla de chía (Velázquez-Gutiérrez et al., 2015) y es rico en fibra (7 a 8.4%) y carbohidratos (31 a 72.2%). Todo lo anterior hace que forme soluciones viscosas cuando se dispersa en agua, además de tener una alta estabilidad térmica y química, comestible, biodegradable, no-cancerígeno, biocompatible, mucoadhesivo y no tóxico (Manchanda & Arora, 2014).

El mucílago de tamarindo tiene aplicaciones como modificador de texturas, estabilizador, emulsionante, recubrimiento, controlador en procesos de cristalización, bioadhesivos y agente encapsulante (Salehi & Kashaninejad, 2014). El manejo del mucílago de tamarindo en solución trae consigo diversos problemas, los dos principales son que debido a la cantidad de agua que este posee ocasiona una disminución de la vida útil debido a reacciones de degradación y el segundo problema es que al estar en dicha fase presenta un volumen elevado que incrementa costos de almacenamiento y transporte. Un método eficiente y económico para lograr un mejor manejo e incrementar la vida útil del mucílago es el secado por aspersión, ofreciendo un producto en forma de polvo que asegure que cada grano forme una partícula individual ofreciendo ventajas, como una efectiva hidratación libre de grumos o aglomerados y un producto funcional para la preparación de ingredientes secos (Escalona-García et al., 2016).

3. JUSTIFICACIÓN

En la actualidad, México tiene una creciente necesidad de exportar diversos productos que sean competitivos dentro del mercado globalizado, por lo que es de vital importancia el desarrollo de nuevas tecnologías que ofrezcan un mejor manejo y aprovechamiento de las materias primas asegurando la sustentabilidad del proceso. Hoy en día, la industria alimentaria se ha enfocado en productos benéficos para la salud humana y de origen natural, todo esto a un bajo costo y con un aporte nutricional que mejore la calidad y estilo de vida, lo que ha impactado en la demanda de hidrocoloides de origen natural y aceites con contenido de ácidos grasos esenciales.

Debido a que el mucilago de la semilla de tamarindo es fuente de polisacáridos de origen natural, con aportes calóricos bajos lo hace ideal para el desarrollo de alimentos dietéticos, convirtiéndolo en una opción potencial de estudio para su aplicación en la industria alimenticia.

Por otra parte, el aceite esencial obtenido del ajonjolí posee nutrimentos que aportan múltiples beneficios a la salud del ser humano ya que tiene una alta cantidad de Omega-6 y el consumo de este ácido graso esencial fortalece el sistema nervioso, protege el sistema cardiovascular, favorece la regulación del colesterol en la sangre, entre otros beneficios. Por tal razón es recomendado que se incorpore al organismo a través de alimentos o suplementos alimenticios. Los constituyentes activos de dicho aceite son compuestos hidrofóbicos, lábiles y volátiles.

Por lo mencionado anteriormente, cobra vital importancia la investigación en torno al aceite de ajonjolí y la forma de protección de sus propiedades funcionales para que estas no sean alteradas por factores que puedan deteriorarlo. Este aceite al ser un compuesto termolábil tiende a degradarse por factores ambientales como la luz, calor, humedad y presencia de oxígeno, además de que se dificulta el manejo y

aplicación práctica en la industria, ya que su vida de anaquel es muy corta a diferencia de productos sintéticos.

Es fundamental que se proteja al aceite de ajonjolí de fenómenos de degradación mediante una capa protectora, suponiendo que se maneje en forma de sólido (microcápsulas), disminuyendo la cantidad de aceite no encapsulado en la superficie de las partículas, a través de un agente encapsulante apropiado que tenga alta actividad emulsificante y alta estabilidad como lo es el mucilago de tamarindo. Por ende, el objetivo de este trabajo fue emplear al mucilago extraído de la semilla de tamarindo como agente encapsulante para microencapsular mediante secado por aspersion el aceite de ajonjolí.

4. HIPOTESIS

El mucílago de la semilla de tamarindo permitirá microencapsular el aceite de ajonjolí mediante secado por aspersión obteniendo sistemas microencapsulados con altas eficiencias de encapsulamiento, propiedades de flujo libre, y morfologías típicas de sistemas tipo matriz.

5. OBJETIVOS

5.1. OBJETIVO GENERAL

Evaluar al mucílago de la semilla de tamarindo como agente encapsulante de aceite de ajonjolí utilizando la técnica del secado por aspersión.

5.2. OBJETIVOS PARTICULARES

- Extraer el mucílago de la semilla de tamarindo.
- Obtener el mucílago en polvo mediante secado por aspersión.
- Formular emulsiones del tipo aceite en agua con ϕ_{ow} igual a 0.05 y 0.1.
- Analizar las cinéticas de coalescencia para las emulsiones.
- Estudiar el cremado de las emulsiones durante 4 semanas.
- Obtener microcápsulas mediante secado por aspersión.
- Evaluar las propiedades de calidad de las microcápsulas.
- Caracterizar las microcápsulas fisicoquímicamente.
- Evaluar el aceite superficial y total de las microcápsulas.
- Determinar la eficiencia de encapsulamiento de las microcápsulas.
- Determinar los perfiles de liberación del aceite encapsulado.
- Analizar la morfología de las microcápsulas por microscopía electrónica de barrido.

6. MATERIALES Y MÉTODOS

6.1 Materiales

El tamarindo fue adquirido en un centro comercial de la ciudad de Toluca, México. La semilla de ajonjolí fue adquirida en un centro comercial de la ciudad de Toluca, México. Los reactivos utilizados son grado analítico, adquiridos en la compañía Sigma Aldrich S.A. de C.V., Toluca, Estado de México. El agua bidestilada fue proporcionada por la planta piloto de Ingeniería Química de la Unidad Cerrillo, de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma del Estado de México.

6.2 Métodos

6.2.1 Extracción del mucilago de tamarindo

Para la extracción del mucilago de tamarindo se utilizó el método propuesto por Khounvilay & Sittikijyothin (2012) con algunas modificaciones. Del tamarindo se retiró toda la cascara y la pulpa, para así obtener solo la semilla. Esta se molió en un molino de martillos PULVEX 100 MINI 2HP (Ciudad de México, México). Se tomaron 20 g de semilla molida de tamarindo y se colocaron en 1000 mL de agua bidestilada a 80°C. La mezcla resultante se dejó en agitación continua durante 40 min a 400 rpm. Se dejó reposar 24 h a condiciones ambientales (~20°C). La mezcla fue centrifugada en una centrifuga de alta velocidad marca Hermle Z323 K (Hermle, Alemania) durante 8 min a 300 rpm, posteriormente el sobrenadante se decantó para los estudios posteriores.

6.2.2 Obtención de mucilago en polvo mediante secado por aspersión

El mucilago extraído fue alimentado a un flujo de 40 mL/min por medio de un dosificador a un secador por aspersión Nichols/Niro a nivel planta piloto (Turbo Spray PLA, Nueva York, EUA), a una temperatura de entrada del aire de $135 \pm 5^\circ\text{C}$,

inyectando aire comprimido a 4 bar (Pérez-Alonso et al., 2008). El producto se almacena en una bolsa hermética.

6.2.3 Extracción del aceite de ajonjolí

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

El aceite extraído se recolectó en un frasco de vidrio color ámbar. El aceite se extrajo minutos antes de adicionarlo a las emulsiones con el fin de evitar alguna degradación.

6.2.4 Formulación de emulsiones sencillas O/W

Se formularon 2 tipos de emulsiones aceite en agua (O/W) empleando como agente emulsificante al mucilago de tamarindo y al aceite de ajonjolí como material encapsulado, variando las relaciones de agente encapsulante con respecto al material encapsulado 1:1 y 1:2, con una cantidad de sólidos totales en la emulsión de 10% y 15% y una ϕ_{ow} igual a 0.05 y 0.1 respectivamente mediante dispersión de la fase oleosa en la fase acuosa.

El procedimiento consistió en la disolución en agua bidestilada del mucilago de tamarindo en polvo y su hidratación en un vaso de precipitado con agitación constante mediante un agitador magnético y a una temperatura de 50°C durante 24 h, seguido de la dispersión de la fase oleosa gota a gota en la fase acuosa y emulsionada mediante un homogeneizador Ultra-turrax T50 basic (IKA-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) a una velocidad de 6400 rpm durante 10 min, con

un baño con hielo para mantener la temperatura debajo de ~ 30 °C. Se dejó que la emulsión se estabilizará durante 24 h.

6.2.5 Cinéticas de coalescencia de emulsiones O/W

Se determinaron las cinéticas de coalescencia de acuerdo con el siguiente procedimiento:

La velocidad de coalescencia sigue una cinética de primer orden y puede ser representada como (Sherman, 1969; Rodea-González et al., 2012):

$$\frac{N_t}{N_o} = e^{-K_c t} \quad (1)$$

Reordenando:

$$\frac{N_o}{N_t} = e^{K_c t} \quad (2)$$

donde:

N_t → Número de gotas al tiempo t .

N_o → Número de gotas recién formada la emulsión (tiempo cero).

K_c → Constante de velocidad, la cual es relacionada a la probabilidad de ruptura de la capa interfacial entre las gotas en un tiempo t .

Cuando el volumen de las gotas de aceite se mantiene constante en la emulsión, la relación entre el número de gotas de la emulsión, N , y el diámetro volumétrico promedio de gota, $d_{3,0}$, viene dado por:

$$\frac{4}{3}\pi\left(\frac{d_{3,0}}{2}\right)^3 N = \text{constante} \quad (3)$$

Por lo tanto, el número relativo de las gotas de la emulsión se puede obtener mediante la siguiente ecuación (Rodea-González et al., 2012):

$$\frac{N_t}{N_0} = \left[\frac{(d_{3,0})_{t=0}}{(d_{3,0})_{t=t}} \right]^3 \quad (4)$$

Se obtendrá un gráfico de $\ln (N_t/N_0)$ en función del tiempo para cada emulsión dando una línea recta de la cual es posible obtener la pendiente y calcular el valor de la constante k_c (Rodea-González et al., 2012).

6.2.6 Estabilidad de la emulsión: monitoreo del cremado de las emulsiones

Para determinar la estabilidad de la emulsión se utilizó el método propuesto por Kalegowda et al. (2017) con modificaciones. Se tomaron muestras de las dos emulsiones en dos cilindros graduados, los cuáles se llenaron a un volumen inicial. La estabilidad se estudió mediante la observación visual respecto al tiempo, captando imágenes de las emulsiones para apreciar cómo se va formando el cremado. Esta capa formada se midió y se calculó la estabilidad de la emulsión con la ecuación 5:

$$\text{Estabilidad de la emulsión (\%)} = \frac{\text{Volumen final emulsión}}{\text{Volumen inicial emulsión}} \times 100 \quad (5)$$

6.2.7 Obtención de microcápsulas mediante la técnica de secado por aspersión

Las emulsiones aceite en agua fueron alimentadas con un flujo de 40 mL/min por medio de un dosificador a un secador por aspersión Nichols/Niro a nivel planta piloto (Turbo Spray PLA, Nueva York, EUA) a una temperatura de entrada del aire de 135 ± 5 °C, una temperatura de salida de 80 ± 5 °C y alimentando aire comprimido a 4 bar (Alpizar-Reyes et al., 2017). El producto se almacena en una bolsa hermética.



Figura 1. Secador por aspersion

6.2.8 Propiedades físicas de las microcápsulas

6.2.8.1 Contenido de humedad

El contenido de humedad del mucilago de la semilla de tamarindo se determinó conforme al método estándar 925.10 de AOAC (2006). El contenido de humedad de las microcápsulas de mucilago de tamarindo fue determinado gravimétricamente

mediante el secado en una estufa a 105°C hasta que el peso fuera constante. Se utilizó un gramo de muestra y el resultado se expresó en porcentaje en base seca.

6.2.8.2 Ángulo de reposo

Para la determinación del ángulo de reposo se colocaron 10 g de microcápsulas en un embudo a una altura de 3 cm con respecto a una superficie de papel plana. El polvo se dejó fluir libremente hacia la superficie de papel. La altura del cono (H), que se formó después de que terminó de fluir el polvo y el radio del cono (R) se midieron y se emplearon para calcular el ángulo de reposo con la siguiente ecuación (Bhusari et al., 2014):

$$\text{Ángulo de reposo } (\tan \theta) = \frac{H}{R} \quad (6)$$

6.2.8.3 Densidad aparente y empacada

Se determinaron las densidades empacadas y aparentes tomando el método de Kalegowda et al. (2017) con algunas modificaciones. La densidad aparente se determinó transfiriendo 5 g de microcápsulas a un cilindro graduado y el volumen ocupado por las microcápsulas fue el volumen aparente. Para determinar la densidad empacada se midió golpeando mecánicamente el cilindro graduado que contenía las microcápsulas hasta que el volumen observado fuera constante. La densidad aparente y empacada se calcularon como la relación de la masa de las microcápsulas con el volumen aparente o empacado respectivamente.

6.2.8.4 Índice de compresibilidad (índice de Carr)

El índice de compresibilidad de las microcápsulas se determinó de acuerdo con el índice de compresibilidad de Carr (porcentaje) como se indica en la ecuación 7 (Kalegowda et al., 2017):

$$\text{Compresibilidad (\%)} = \frac{\text{Densidad empacada} - \text{Densidad aparente}}{\text{Densidad empacada}} \times 100 \quad (7)$$

6.2.8.5 Radio de Hausner

El radio de Hausner se determinó mediante el uso de la densidad empacada y la densidad aparente como se muestra en la ecuación 8 (Bhusari, Muzaffar, & Kumar, 2014):

$$\text{Radio de Hausner} = \frac{\text{Densidad empacada}}{\text{Densidad aparente}} \quad (8)$$

6.2.8.6 Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas

La distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas (d_{43}) se determinó con un Analizador de Tamaño de Partícula Malvern Mastersizer 3000 equipado con una unidad para polvos AERO S que opera con un software Mastersizer 3000 versión 3.63 (Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcestershire, Reino Unido). Se utilizó un índice de refracción de 1.39, un índice de adsorción de 0.1 y una presión de aire de 4 bar.

6.2.9 Análisis fisicoquímico

6.2.9.1 Análisis termogravimétrico

Las características térmicas de las microcápsulas fueron estudiadas usando un análisis termogravimétrico (TGA). Los estudios de TGA fueron llevados a cabo utilizando un calorímetro TA-DSC Q1000 (TA-Instruments, New Castle, DE, EUA) equipado con un sistema de refrigeración mecánico (RCS-refrigerated cooling accessory), con una tasa de calentamiento de 2°C/min. Las muestras fueron calentadas de 0°C a 400°C; se utilizaron crisoles de aluminio de 5 mm de diámetro. Los datos fueron analizados utilizando el software Universal Analysis 2000, versión 4.7a (TA Instruments, New Castle, EUA).

6.2.9.2 Difracción de rayos X

Los patrones del ángulo de difracción de rayos X (XRD) de las microcápsulas fueron obtenidas mediante un difractómetro Siemens D4 (Endeavor, Bruker AXS GmbH,

Karlsruhe, Alemania) con radiación Co-K α . Los difractogramas fueron tomados entre 5° y 55° (2 θ) a una tasa de 1°/min (2 θ) y con un tamaño de paso de 0.05° (2 θ). Los difractogramas se obtuvieron a 25°C utilizando una aceleración de voltaje de 40kV y una corriente de 40mA.

6.2.10 Eficiencia de encapsulamiento

6.2.10.1 Contenido de aceite superficial

El contenido de aceite superficial se determinó basándose en el método propuesto por Menin et al. (2018), con algunas modificaciones. Se dispersó 1 g de microcápsulas en 10 mL de n-hexano, se mantuvo en agitación durante 2 min. La suspensión fue filtrada y el remanente se lavó tres veces con 5 mL de n-hexano. El polvo obtenido fue secado en una estufa a 80°C hasta que el peso de la masa fuera constante (W). El aceite superficial en las microcápsulas fue determinado calculando la diferencia de peso entre la masa inicial de las microcápsulas y la masa del polvo obtenido después del secado (W).

6.2.10.2 Contenido de aceite total

El contenido total de aceite fue medido de acuerdo con lo planteado por Rodea-González et al. (2012), con algunas modificaciones. Se formó una suspensión mediante la dispersión de 2 g de microcápsulas en 180 mL de éter de petróleo. El aceite fue extraído mediante un equipo Soxhlet (VLPL-SER 148/6), con un tiempo de extracción de 6 h. Después de la extracción del aceite el polvo fue secado hasta que su masa fuera constante. El contenido total de aceite fue calculado como la diferencia entre la masa inicial de microcápsulas y la masa del polvo obtenido después de la extracción con el Soxhlet.

6.2.10.3 Eficiencia de encapsulamiento

La eficiencia de encapsulamiento se calculó usando la ecuación 9:

$$EE (\%) = \frac{\text{Aceite total (g)} - \text{Aceite Superficial (g)}}{\text{Aceite total (g)}} \times 100 \quad (9)$$

6.2.11 Perfiles de liberación de aceite

Los perfiles de liberación del aceite de las microcápsulas se obtuvieron basados en el método de Cortés-Camargo et al. (2017) con modificaciones. Se llevó a cabo la agitación de muestras de 1 g de microcápsulas de cada sistema a diferentes intervalos de tiempo (10, 30, 60, 80, 120 y 180 min) adicionadas a 10 mL de éter de petróleo contenidos en un vaso de precipitado. Al término las microcápsulas se separaron del solvente por filtración, se colocaron en recipientes de aluminio identificados y el residuo del solvente se secó en una estufa a 45°C.

Por último, la liberación del aceite; se calculó midiendo la pérdida de cada muestra en los diferentes intervalos de tiempo después de secar el residuo del solvente.

6.2.12 Morfología de las microcápsulas

La morfología de la superficie de las microcápsulas fue obtenida utilizando un microscopio electrónico de barrido de modelo JEOL JSM-6510 LV (Jeol Co. Ltd., Tokio, Japón) con una aceleración de voltaje de 15kV. Las muestras fueron montadas en talones circulares de aluminio con cinta adhesiva de doble cara, recubiertos por 250 s por 15 nm de oro. Las micrográficas se representaron con un aumento de 1000x y 1500x.

Para la obtención de las características fisicoquímicas, todas las pruebas se hicieron por triplicado.

7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

7.1 Extracción del mucilago (líquido) y obtención del mucilago en polvo mediante secado por aspersión

El mucilago extraído de la semilla de tamarindo empleando agua como disolvente presentó una tonalidad clara como se muestra en la figura 1. El mucilago en solución al ser deshidratado por aspersión presentó una tonalidad más oscura respecto al estado líquido como se puede apreciar en la figura 2; esto es un efecto óptico ocasionado por el bajo contenido de agua. En donde se recuperaba el mucilago en polvo, en este caso el frasco, se presentaban lo que se denomina como finos y en las tuberías del secador se podía encontrar el mucilago en forma de láminas.



Figura 2: Solución mucilago-agua



Figura 3: Mucilago de tamarindo en polvo

7.2 Formulación de emulsiones sencillas O/W

Las emulsiones O/W 1 y 2 (E1 y E2) con ϕ_{ow} igual a 0.05 y 0.1 respectivamente se obtuvieron como resultado del procedimiento mencionado anteriormente. Presentan una tonalidad similar al mucilago de tamarindo y se puede apreciar como un fluido viscoso.





Figura 4: Emulsiones O/W 1 y 2 con ϕ_{ow} igual a 0.05 y 0.1 respectivamente.

7.3 Cinéticas de coalescencias de emulsiones O/W

Tabla 3. Diámetro promedio inicial de la gota y constante cinética de coalescencia para las emulsiones E1 y E2.

Emulsiones	Diámetro promedio (μm)	Kc (s^{-1})	R ²
(E1) $\Phi= 0.05$	34.83 ± 0.23	$2.95 \text{ E-}7$	0.98
(E2) $\Phi= 0.1$	30.22 ± 0.15	$1.31 \text{ E-}7$	0.98

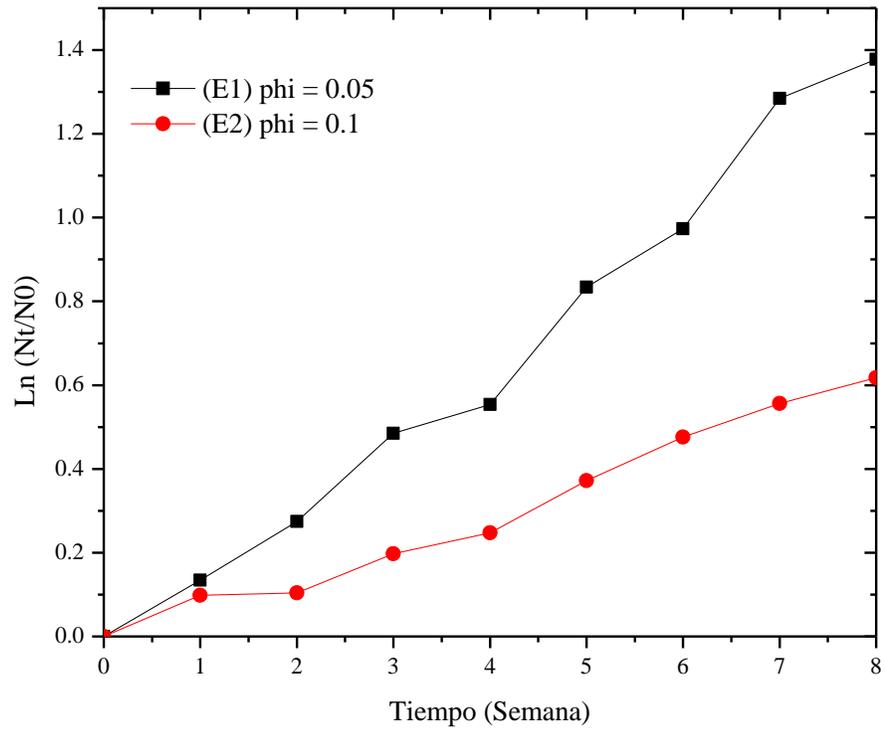


Figura 5: Cinética de coalescencia de E1 y E2.

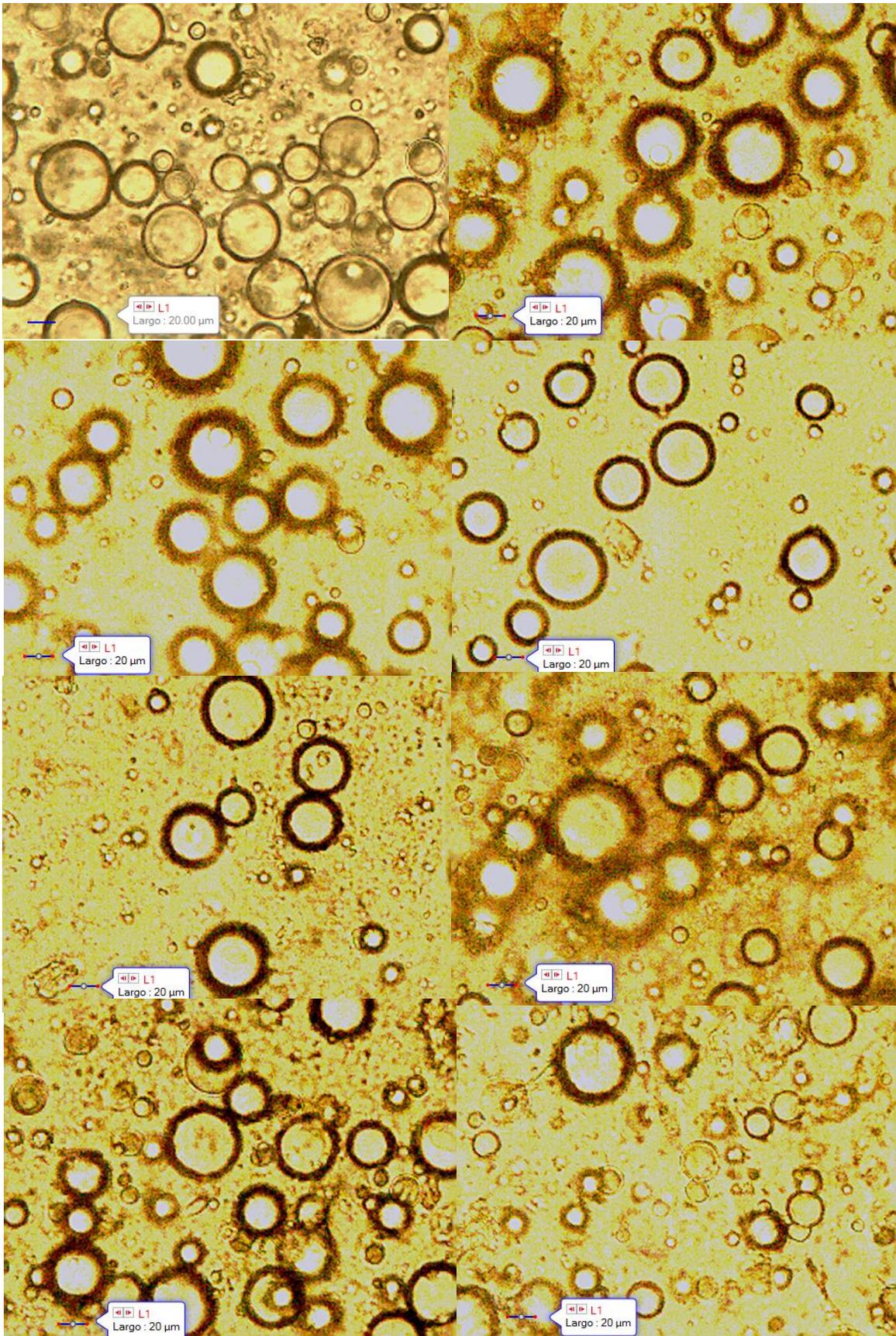
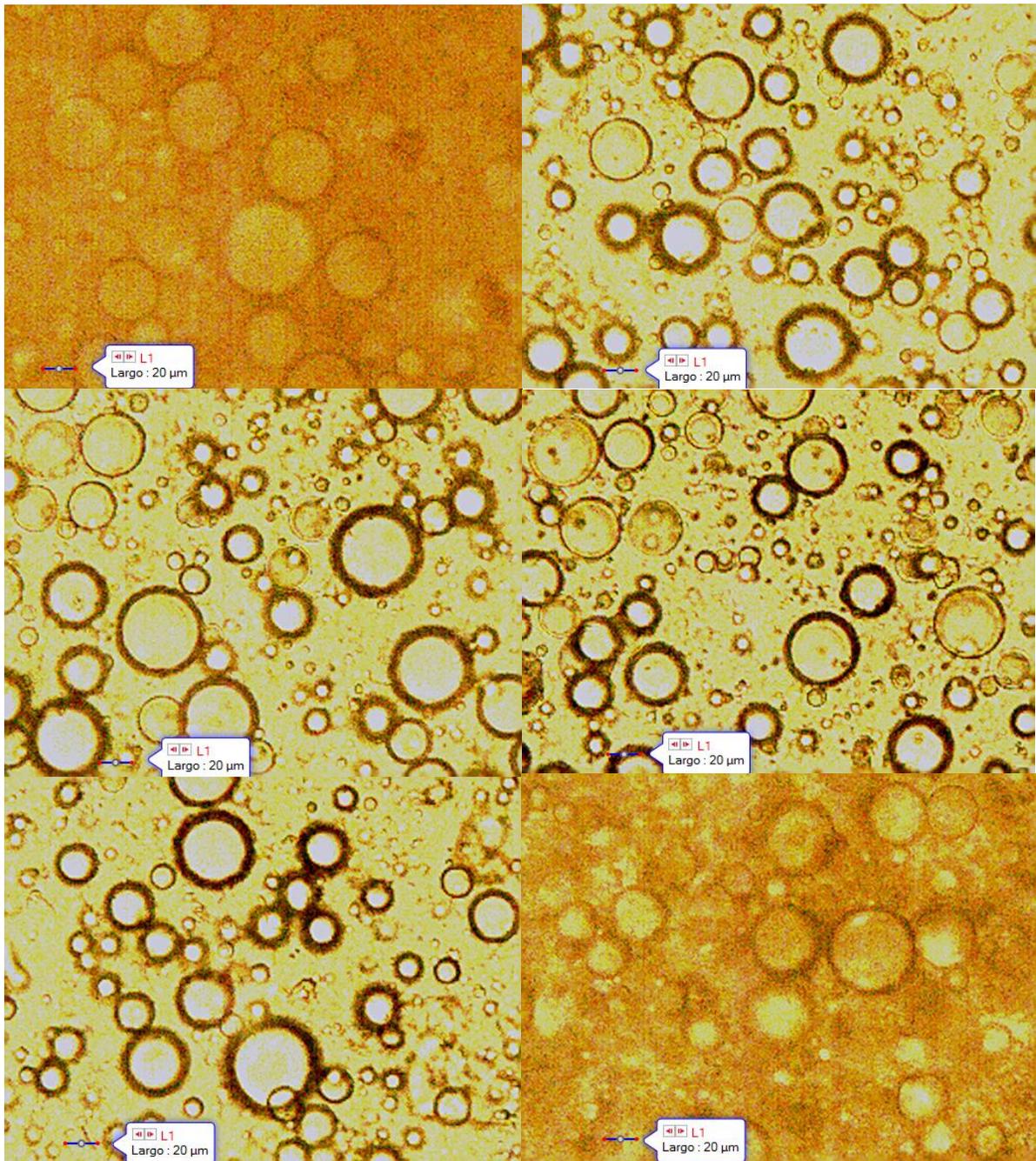


Figura 6: Diámetro de la gota del sistema E1. Semana 0 a semana 7.



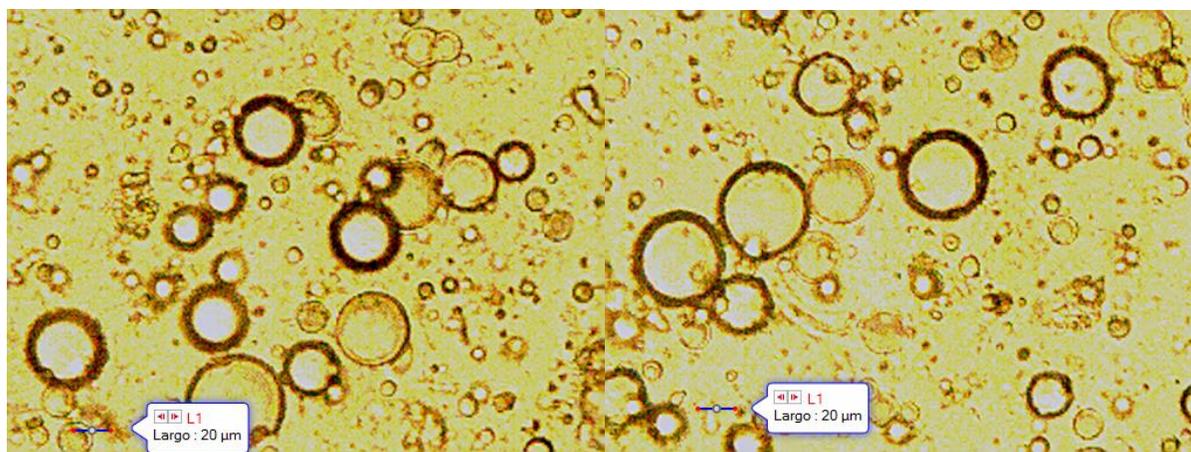


Figura 7: Diámetro de la gota del sistema E2. Semana 0 a semana 7.

Las emulsiones presentaron una alta estabilidad contra el efecto de coalescencia, donde el sistema E2 muestra una K_c significativamente menor respecto al sistema E1 demostrando que la emulsión conteniendo una relación menor de agente encapsulante respecto al encapsulado otorga una mayor estabilidad contra la coalescencia.

Estos resultados apuntan a que probablemente una composición con mayor proporción de encapsulado, en este caso la relación 1:2 (E2), permite una mejor asociación entre estos y una mejor formación de la estructura interfacial de la membrana a comparación del sistema con una relación de agente encapsulante y el agente encapsulado 1:1 (E1).

7.4 Estabilidad de la emulsión: monitoreo del cremado de las emulsiones

Tabla 4. Estabilidad de la emulsión en función del tiempo del sistema E1.

Tiempo (semanas)	Volumen (mL)	Estabilidad (%)
0	5 ± 0.05	$100 \pm 3.14 E-1$
1	4.9 ± 0.06	$98 \pm 3.17 E-1$
2	4.8 ± 0.04	$96 \pm 3.10 E-1$

3	4.6 ± 0.05	92 ± 3.14 E-1
4	4.4 ± 0.06	88 ± 3.17 E-1

Tabla 5. Estabilidad de la emulsión en función del tiempo del sistema E2.

Tiempo (semanas)	Volumen (mL)	Estabilidad (%)
0	5 ± 0.05	100 ± 3.14 E-1
1	4.95 ± 0.03	99 ± 3.09 E-1
2	4.85 ± 0.04	97 ± 3.10 E-1
3	4.65 ± 0.06	93 ± 3.17 E-1
4	4.5 ± 0.05	90 ± 3.14 E-1

La capacidad de un hidrocoloide de formar emulsiones estables es de vital importancia para su aplicación en productos para la industria alimentaria ya que dicha estabilidad de la emulsión es requerida para obtener las características deseadas del producto final. La estabilidad de la emulsión nos permite medir el proceso de rompimiento de la emulsión en un periodo de tiempo.

Se analizó la estabilidad de la emulsión durante 4 semanas para cada emulsión, determinando que E2 muestra una mayor estabilidad con respecto a E1 donde al final del periodo de la prueba presentaban una estabilidad de 90% (Tabla 5) y 88% (Tabla 4) respectivamente. Esto apunta a que la composición de la emulsión afecta en la asociación del agente encapsulante y el agente encapsulado resultando en que E1 al tener la misma proporción de agente encapsulante y encapsulado tiende a perder su estabilidad a una velocidad mayor. Se puede explicar lo anterior sabiendo que el aceite y el mucílago están unidos por fuerzas inter moleculares débiles conocidas como fuerzas de London o dipolo inducido por lo que al aumentar la masa molecular, en este caso añadiendo más aceite, se tiene una mayor área superficial por lo que aumenta el contacto de las moléculas haciendo que sean más

polarizables y sus interacciones por fuerzas de London sean mayor; se sabe que la fuerza de London es directamente proporcional a la masa molecular.

Estos resultados apuntan a que el mucílago de tamarindo exhibe mejores propiedades de emulsificación que la goma arábica (66%) y el fenogreco (29%), haciendo que sea una alternativa de estos en la industria alimentaria (Qian et al., 2011).

7.5 Propiedades físicas de las microcápsulas

7.5.1 Contenido de humedad

Tabla 6. Contenido de humedad (% p/p) en las microcápsulas para ambos sistemas.

Φ	Contenido de humedad (% p/p)
(M1) $\Phi= 0.05$	$3.62 \pm 9 \text{ E-}3$
(M2) $\Phi= 0.1$	$5.42 \pm 12 \text{ E-}3$

Se analizaron los contenidos de humedad para las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucilago de tamarindo como agente encapsulante presentados en la tabla 6 con valores entre 3.62 y 5.42 % p/p, donde las microcápsulas con mayor porcentaje de sólidos totales presentan una mayor cantidad de humedad respecto a las que tienen menor porcentaje de sólidos totales, esto se debe a que el mucilago es un material higroscópico como lo demostró Alpizar-Reyes et al. (2017), favoreciendo la adsorción de humedad en la superficie de las microcápsulas. Para el sistema M2 de microcápsulas se puede apreciar que el contenido de humedad está por encima del mínimo especificado para polvos secos en la industria alimentaria, el cual está entre 3 y 4 g/100 g de agua (Huang et al., 2012). Las microcápsulas obtenidas para ambos sistemas presentan un bajo contenido de humedad y están dentro de un intervalo que se considera seguro para evitar el

crecimiento de microorganismos y de desarrollar una posible alteración del producto relacionado con la actividad de agua.

7.5.2 Ángulo de reposo

Tabla 7. Ángulo de reposo en función de h y R en las microcápsulas para ambos sistemas.

Φ	h prom 1,2,3 (cm)	R prom 1,2,3 (cm)	Ángulo de reposo
(M1) $\Phi= 0.05$	2.33 \pm 4.71 E-2	3.38 \pm 4.16 E-2	34.64 \pm 4.05 E-2
(M2) $\Phi= 0.1$	2.37 \pm 4.71 E-2	3.81 \pm 1.75 E-1	31.84 \pm 2.03 E-1

El ángulo de reposo es un método simple de caracterización que nos permite entender el comportamiento de las microcápsulas al moverse en un campo de flujo. Los valores obtenidos para el ángulo de reposo, de acuerdo a lo reportado en la tabla 7, están entre 31.84 y 34.64°; se tiene reportado que valores que van entre 36 y 40° indican una buena capacidad de fluir libremente por lo que tomando en cuenta los valores obtenidos podemos decir que el producto es capaz de fluir sin la necesidad de añadirle una fuerza adicional ya que presenta valores menores al rango reportado.

7.5.3 Densidad aparente y empacada

Tabla 8. Densidad aparente y empacada de las microcápsulas para ambos sistemas.

Φ	Densidad aparente (g/mL)	Densidad empacada (g/mL)
(M1) $\Phi= 0.05$	0.31 \pm 1.53 E-2	0.34 \pm 1.49 E-2

(M2) $\Phi = 0.1$

$0.32 \pm 5.15 \text{ E-2}$

$0.35 \pm 6.02 \text{ E-2}$

La densidad aparente es una propiedad fundamental en el empaqueo y buena reconstitución en las microcápsulas en presentación de polvo. Esta propiedad es dependiente del espacio interno que existe entre las partículas o bien de la porosidad que hay en el volumen aparente. Los valores de densidad aparente estuvieron entre 0.31 y 0.32 g/mL para ambos casos, lo cual concuerda con los valores comúnmente reportados para las microcápsulas en esta presentación. La diferencia de valores en la densidad aparente que existe para ambos sistemas se puede relacionar con la baja concentración de aceite de ajonjolí presente en las microcápsulas del sistema con Φ igual a 0.05 a diferencia del otro sistema. Esta característica nos permite alcanzar un mayor grado de utilización del mucilago de tamarindo como barrera. Es bien sabido que la naturaleza esponjosa de las microcápsulas se debe a la prevalencia del agente encapsulante (Chew et al., 2018). Otra explicación a la diferencia en la densidad aparente es que está se ve ligada al hecho de que la densidad aparente es proporcional al diámetro de las partículas, es decir a menor densidad aparente menor será el diámetro de las partículas (Goyal et al., 2015).

La densidad empacada determina el peso y cantidad de polvo que puede colocarse dentro de un contenedor por lo que este parámetro afecta directamente en variables de diseño como lo son transporte, empaque y comercialización de las microcápsulas. Las microcápsulas del sistema M2 presentan un valor mayor de densidad empacada a comparación del sistema con M1. La cantidad de aceite encapsulado y la concentración final en M2 es mayor a la de M1 haciendo que esto impacte directamente en una densidad empacada mayor.

La producción de microcápsulas mediante secado por aspersion con una alta densidad empacada requiere el uso de contenedores más pequeños, lo que representa una ventaja en el manejo del producto. A su vez una densidad aparente

mayor representa una cantidad menor de aire presente en el polvo lo cual previene la degradación del producto durante su almacenamiento (Chew et al., 2018).

7.5.4 Propiedades de fluidez

Tabla 9. Índice de compresibilidad de Carr y radio de Hausner de las microcápsulas para ambos sistemas.

Φ	Índice de Compresibilidad de Carr	Radio de Hausner
(M1) $\Phi= 0.05$	4.75 \pm 3.03 E-1	1.05 \pm 3.43 E-3
(M2) $\Phi= 0.1$	7.49 \pm 1.20 E-1	1.08 \pm 1.40 E-3

El índice de compresibilidad de Carr es uno de los parámetros más usados para describir las propiedades de fluidez de las microcápsulas. Se tiene reportado por (Turchiuli et al., 2014) que los índices de compresibilidad de Carr que están entre 11 y 15 indican que el polvo tiene una buena capacidad de fluir, lo cual es una característica de los polvos que fluyen libremente. Para las microcápsulas M1 y M2 se tienen valores de porcentaje de compresibilidad de 4.75 y 7.49 respectivamente (Tabla 9), lo cual nos dicta que estos son polvos que tienen la capacidad de fluir libremente debido a que tienen un valor de porcentaje de compresibilidad menor a 15. Se ha reportado que un mayor contenido de aceite en las microcápsulas impacta negativamente en la densidad aparente del polvo, lo que a su vez impacta en la fluidez de las microcápsulas (Goyal et al., 2015). Este efecto se pudo observar en las microcápsulas M2 ya que presenten una menor propiedad de fluidez a comparación de las microcápsulas M1.

Otro parámetro útil para caracterizar la fluidez de las microcápsulas es el radio de Hausner, el cual evalúa la cohesión del polvo. Los valores cercanos a 1.0 indican

una buena capacidad de fluidez del polvo, mientras que valores mayores a 1.6 indica una mala fluidez. Por lo que, entre mayor sea el radio de Hausner mayor será la cohesión y menor será la capacidad de que fluya libremente. Para ambos sistemas de microcápsulas, M1 y M2, el radio de Hausner es de 1.05 y 1.08 respectivamente (Tabla 9) lo que nos indica una buena fluidez (Goyal et al., 2015). Aunque el hecho de que el radio de Hausner sea mayor para M2 se puede deber a la cantidad de aceite empleado en dicho sistema, lo que disminuye la fluidez del polvo debido a su tendencia a aglomerarse.

7.5.5 Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas

La distribución de tamaño medio, los diámetros promedio de las partículas ($D_{[4,3]}$) y el “span” para las microcápsulas de mucilago de tamarindo se midieron mediante la dispersión de la luz y los resultados se muestran en la figura 7. La distribución de tamaño de partícula para M1 exhiben un carácter unimodal, con intervalos de tamaño de ~ 1 a $50 \mu\text{m}$ (Figura 7). Mientras que la distribución de M2 tiende a presentar un comportamiento de la curva distinto al de M1, el cual puede estar asociado al alto contenido de aceite en la superficie de las microcápsulas permitiendo la formación de aglomeraciones entre las partículas del polvo y las microcápsulas (Shamaei et al., 2017). La curva que se encuentra en el intervalo de ~ 1 a $50 \mu\text{m}$ describe la distribución del tamaño de las partículas de las microcápsulas, mientras que la pequeña variación en la distribución, con tamaño en el intervalo que va de ~ 50 a $125 \mu\text{m}$ puede corresponder a la formación de aglomeraciones en las microcápsulas. En el diámetro promedio de las partículas ($D_{[4,3]}$) se puede apreciar un incremento substancial en los valores que van de 11.40 a $48.1 \mu\text{m}$ al comparar el sistema con menos contenido de aceite ajonjolí (M1) y el que tiene una mayor proporción de aceite de ajonjolí (M2). Estas diferencias se le pueden atribuir al hecho de que predominan las moléculas de aceite en todo el sistema, lo que surge como consecuencia de una falta de moléculas de mucilago de tamarindo que sean capaces de cubrir las gotas de aceite (Avramenko et al., 2016). El “span” es una medida que permite saber el grado de arreglo que las partículas de las microcápsulas poseen, como lo son una distribución de las

partículas homogénea o heterogénea. Las microcápsulas con una mayor concentración de aceite de ajonjolí (M2) presentan un mayor valor de esta característica, por lo que se posee una distribución de tamaño de partículas menos homogénea. Sin embargo, las microcápsulas con una menor concentración de aceite de ajonjolí (M1) poseen un mayor grado de homogeneidad (Cortés-Camargo et al., 2017). Se han reportado comportamientos similares en la distribución del tamaño de partículas en estudios empleando mucilago de chía (Capitani, Nolasco, & Tomás, 2016) y en estudios empleando mucilago de nopal (Quinzio, Ayunta, & López de Mishima, 2018).

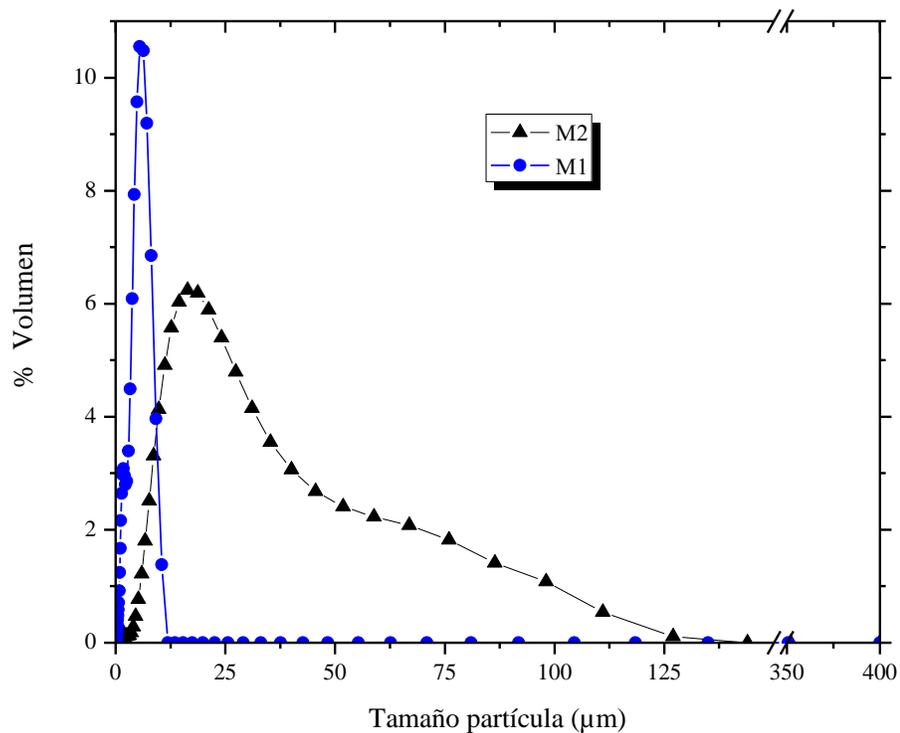


Figura 8: Distribución del tamaño de partícula para los sistemas M1 y M2

7.6 Análisis fisicoquímico

7.6.1 Análisis termogravimétrico (TGA)

Los resultados del análisis termogravimétrico (TGA) para las microcápsulas M1 y M2 se muestran en la figura 8, presentando principalmente las dos fases de pérdida de masa en las microcápsulas. La primera pérdida de masa se puede asociar a la pérdida de humedad que corresponde al agua adsorbida y la que se encuentra en la estructura de la microcápsula. Para M1, la primera pérdida de masa que corresponde al 2.54% ocurre entre los 20 a 75 °C, mientras que para M2 la pérdida de 4.96% se observa entre los 14 a 68 °C. Esta transición es asociada a la naturaleza hidrofílica de los grupos funcionales de cada polisacárido del mucilago de la semilla de tamarindo (Alpizar-Reyes et al., 2017b). La segunda pérdida de masa para M1 es del 74.96% a temperaturas mayores de 227 °C, mientras que para M2 es de 77.04% a temperaturas mayores de 178 °C. Esta segunda pérdida de masa se ve asociada a la descomposición térmica del polisacárido correspondiente al mucilago de la semilla de tamarindo.

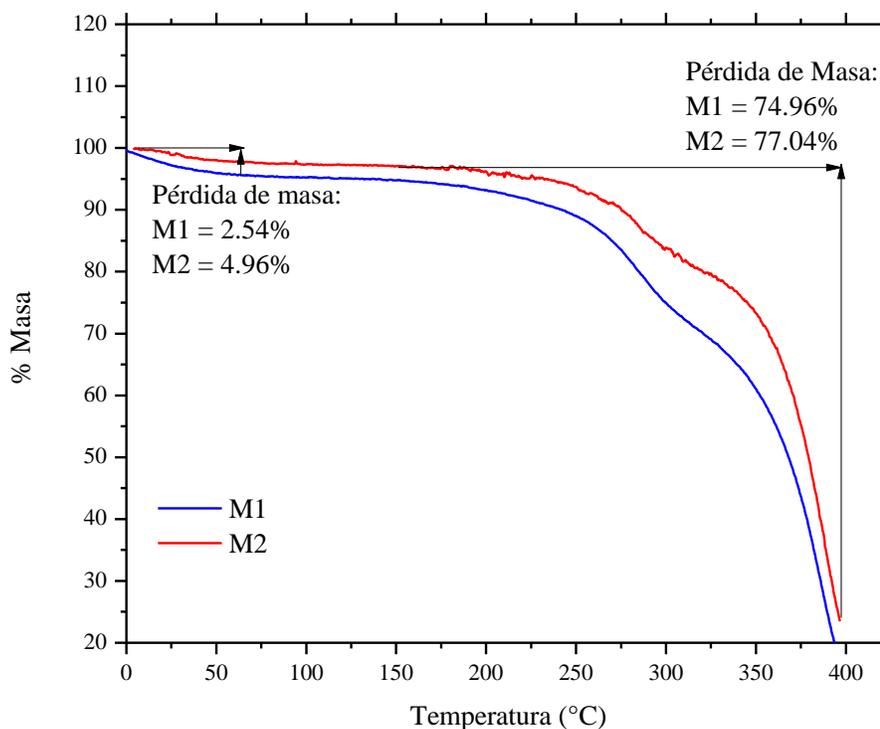


Figura 9: Análisis TGA para los sistemas M1 y M2

7.6.2 Difracción de rayos X

Los materiales que se utilizan para consumo en estado sólido pueden ser cristalinos, semi cristalinos o amorfos. Con el fin de confirmar la estructura amorfa de las microcápsulas se realizó una difracción de rayos X. Un arreglo regular de los átomos y moléculas producen picos pronunciados de difracción mientras que las regiones amorfas dan lugar a amplios halos. Los patrones de difracción de rayos X para M1 y M2 se muestran en las figuras 9 y 10 respectivamente, donde se puede apreciar un dominante halo amorfo con una banda ancha centrada en $2\theta = 20^\circ$ (Alpizar-Reyes et al., 2017b).

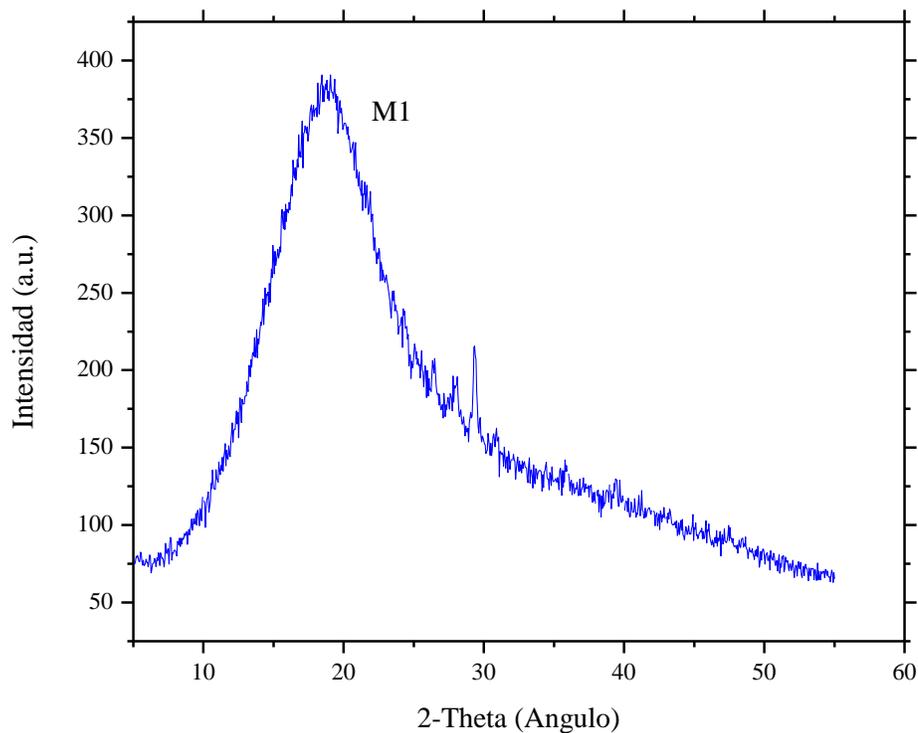


Figura 10: Difracción de rayos X para el sistema M1.

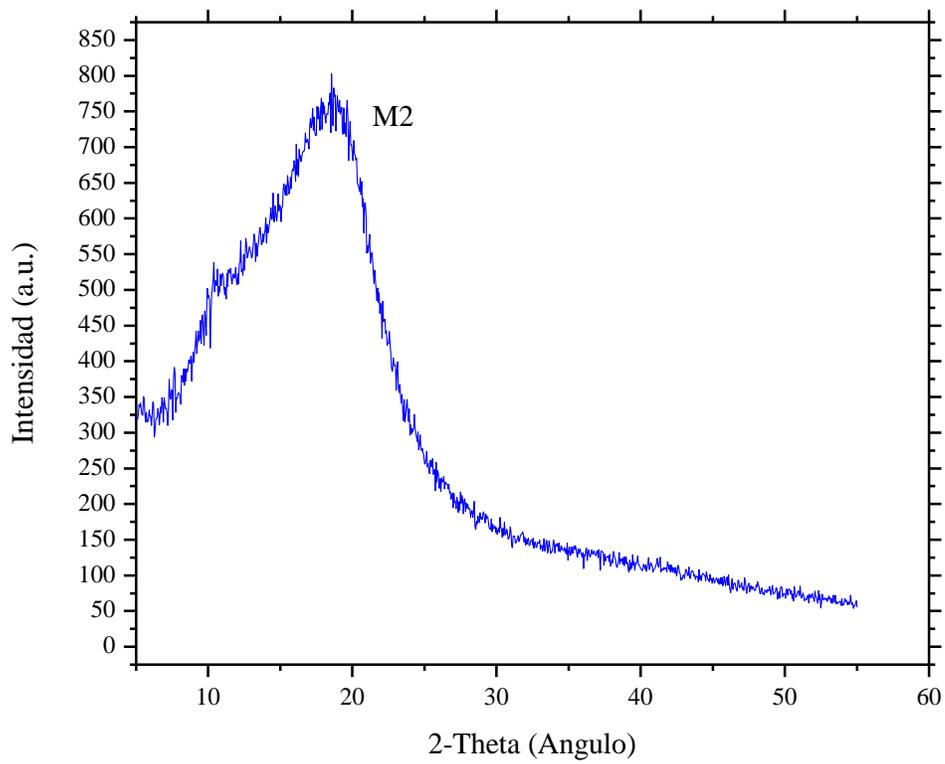


Figura 11: Difracción de rayos X para el sistema M2.

7.7 Eficiencia de encapsulamiento

7.7.1 Contenido de aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento

En la tabla 10 se presentan el aceite superficial, aceite total y la eficiencia de encapsulamiento para las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucilago de tamarindo como agente encapsulante. El aceite superficial fue significativamente mayor para las microcápsulas del sistema M2 (18.12%) a comparación de las microcápsulas del sistema M1 (10.07%), como consecuencia de una menor proporción de agente encapsulante respecto al material encapsulado utilizado en M2 ya que la membrana polimérica que se conforma no es capaz de retener todo el aceite ocasionando que tienda a quedarse en la superficie de la microcápsula. Para el caso de M1, el aceite superficial se redujo drásticamente lo cual es de vital importancia para proveer una buena estabilidad de almacenamiento del material encapsulado, este fenómeno de diferencia de aceite superficial entre sistemas es causado debido a las bajas cantidades de agente encapsulante empleado en M2, porque es bien sabido que a mayor cantidad de agente encapsulante mayor será la protección de las gotas de aceite antes del proceso de secado (Gharsallaoui et al., 2007).

Otro punto importante es la eficiencia de encapsulamiento, la cual presenta valores mayores para las microcápsulas del sistema M1 (89.75%) a diferencia de las microcápsulas del sistema M2 (81.31%); por lo tanto, el sistema más ideal para este estudio es el M1 ya que nos lleva a una eficiencia de encapsulamiento óptima para el proceso de microencapsulación de aceite de ajonjolí con una menor proporción de aceite superficial. La eficiencia de encapsulamiento se vio afectada significativamente por las relaciones de agente encapsulante con respecto al material encapsulado, ya que cuando dicha relación incrementó de 1:1 a 1:2 la eficiencia de encapsulamiento disminuyó y el aceite superficial incrementó (tabla 7). Mientras más aumente la proporción de encapsulado respecto al agente encapsulante, la habilidad del agente encapsulante (mucilago de tamarindo) para

retener y proteger al agente encapsulado (aceite de ajonjolí) disminuirá, resultando en una eficiencia de encapsulamiento menor.

Se han reportado tendencias similares para otros agentes encapsulantes protegiendo aceites de semillas como en el caso del mucilago de cactus (10% y 26% de aceite superficial y de eficiencia de encapsulamiento de 90% y 43% respectivamente) (Lehn et al., 2018), mucilago de la semilla de chíá (6.1% y 8.4% de aceite superficial y de eficiencia de encapsulamiento de 96.7% y 95.1% respectivamente) (Timilsena et al., 2019).

Tabla 10. Contenido de aceite superficial, aceite total y eficiencia de encapsulamiento de los sistemas M1 y M2.

Φ	Aceite superficial		Eficiencia de encapsulamiento
	(%)	Aceite total (%)	(%)
(M1) $\Phi = 0.05$	10.07 \pm 3 E-2	98.25 \pm 4.03 E-1	89.75 \pm 3.16 E-1
(M2) $\Phi = 0.1$	18.12 \pm 4 E-2	96.91 \pm 1.92 E-1	81.31 \pm 3.15 E-1

7.8 Perfiles de liberación de aceite

La liberación del aceite de ajonjolí en las microcápsulas fue analizada en los sistemas M1 y M2. La figura 11 muestra los perfiles de liberación de aceite encapsulado para ambos sistemas en un intervalo de tiempo que va de 2 a 360 min, en estas circunstancias podemos observar que la liberación de aceite es mayor en el sistema M2 en un intervalo de tiempo de 2 a 90 min y posteriormente se van igualando hasta liberar completamente el aceite encapsulado. Con esto podemos decir que el empleo de una mayor proporción de encapsulado, como lo es en el caso M2, conlleva a una liberación más acelerada del aceite en los primeros 100 minutos. Una explicación a este fenómeno es que existe una mayor cantidad de aceite en la superficie de la microcápsula haciendo que esta se pierda rápidamente

en comparación con el sistema M1, donde esta cantidad de aceite superficial es menor, por lo que la liberación de aceite es más retardada por el efecto de protección que otorga la membrana polimérica que se conformó. Otro factor al que afecta la proporción de agente encapsulante es al nivel de protección que este puede proveer al encapsulado ya que como se puede apreciar en la figura 12 la cantidad que se pierde en el sistema M2 es considerablemente mayor respecto al sistema M1 a través del tiempo.

Analizando el estado físico de las microcápsulas se notó que las obtenidas con la misma proporción de agente encapsulante y aceite (M1) presentaba mayor viscosidad a las obtenidas con el sistema M2 lo cual dificulta la salida del aceite al exterior influyendo directamente en la velocidad de liberación.

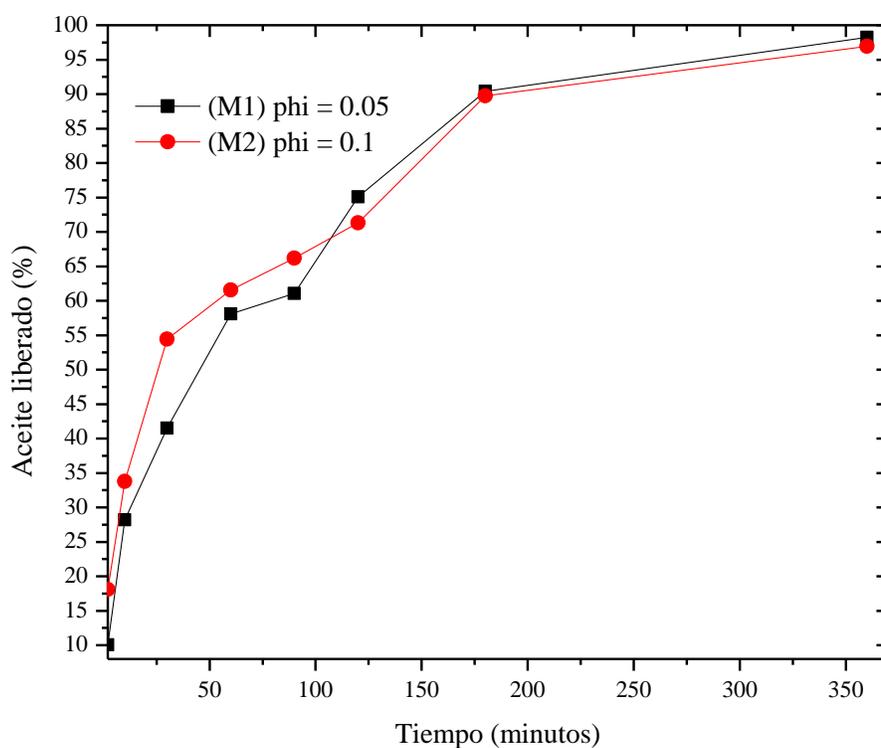


Figura 12: Perfiles de liberación de aceite de ajonjolí encapsulado con mucilago de tamarindo para los sistemas M1 y M2.

7.9 Morfología de las microcápsulas

En las figuras 12, 13, 14 y 15 se presentan la topología externa de las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucilago de tamarindo como agente encapsulante con 10% de sólidos totales y una ϕ_{ow} igual a 0.05 con aumento de 1000x y 1500x para 12 y 13 respectivamente y con 15% de sólidos totales y una ϕ_{ow} igual a 0.1 con aumento de 1000x y 1500x para las figuras 14 y 15 respectivamente. Como se puede apreciar en las figuras, las microcápsulas presentan el tipo matriz, que es una característica del proceso de secado por aspersión donde el material encapsulado se encuentra incrustado en la parte interior de la cápsula y en el grosor de esta (Ré, 1998).

Las micrografías muestran microcápsulas de tamaño heterogéneo por lo que se identifican valores entre 10 y 20 μm , con aumentos de 1000 y 1500, lo que indica que los materiales bajo estudio presentan tamaños de partícula menores a 100 μm .

Ambos tipos de microcápsulas presentaron una morfología irregular caracterizada por partículas con superficies abolladas y rugosas; es decir, ligeramente lisas y tersas. Se evidencian cavidades en algunas partículas, pero no existen microcápsulas con grietas u orificios por lo que se puede deducir que el material encapsulado no es susceptible a difundirse por la membrana biopolimérica. Además, se observa que las microcápsulas presentan ciertas aglomeraciones más pequeñas en la superficie externa de estas. Aunque el análisis morfológico no confirma que las paredes de las microcápsulas estén conformadas por poros, existen trabajos publicados (Pérez-Alonso et al., 2003) donde esta situación es analizada y confirmada; este fenómeno o característica de la microcápsula tiene gran importancia ya que tanto la porosidad como el tamaño de poro influyen en los fenómenos difusivos en el interior y en el exterior de las microcápsulas y estos son parámetros a considerar en la retención y deterioro del material encapsulado. Todos estos parámetros reflejan el grado de protección que puede ofrecer el agente encapsulante, el mucilago de tamarindo en este caso, a factores externos como lo es la degradación del núcleo, el aceite de ajonjolí.

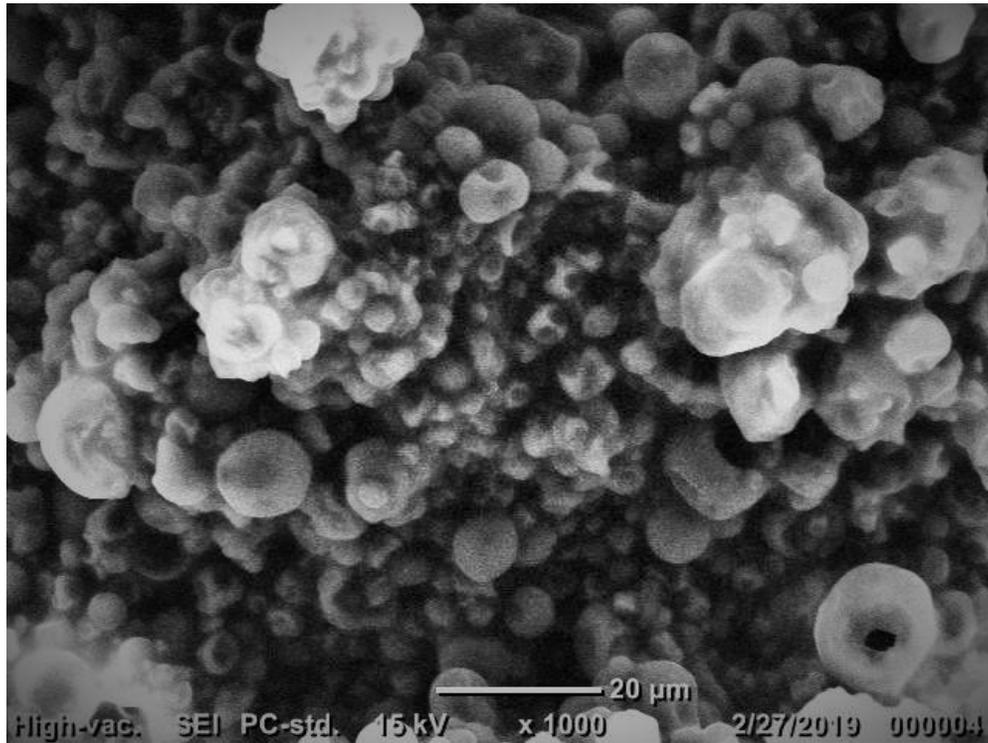


Figura 13: Morfología de las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucilago de tamarindo como agente encapsulante con 10% de sólidos totales y una ϕ O/W igual a 0.05.

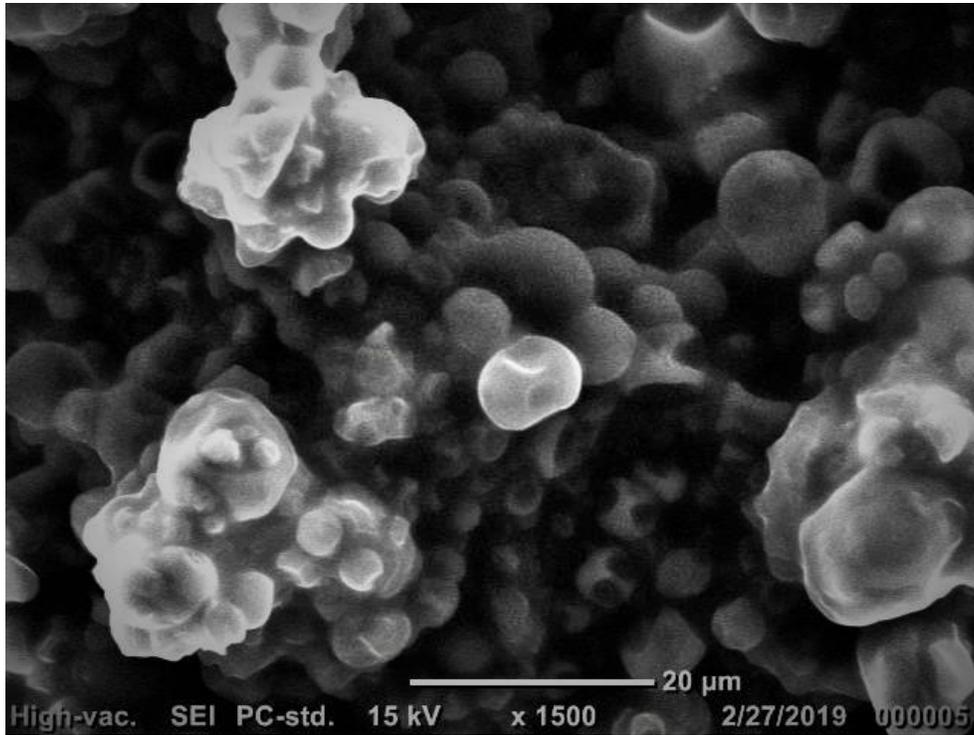


Figura 14: Morfología de las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucilago de tamarindo como agente encapsulante con 10% de sólidos totales y una ϕ O/W igual a 0.05.

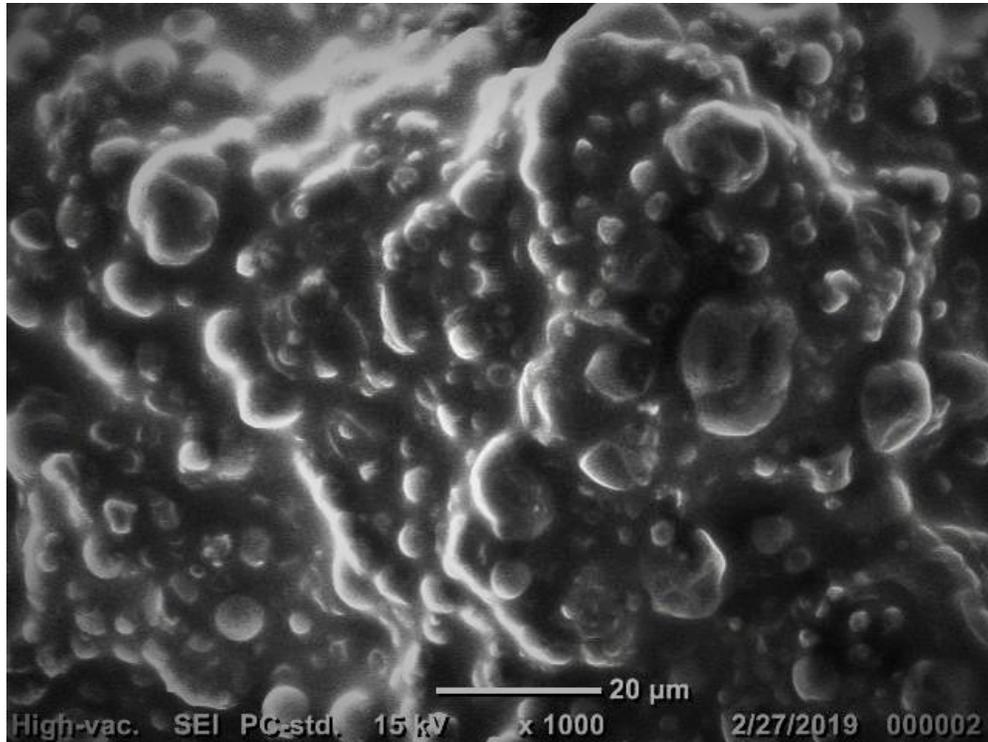


Figura 15: Morfología de las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucilago de tamarindo como agente encapsulante con 15% de sólidos totales y una ϕ O/W igual a 0.1.

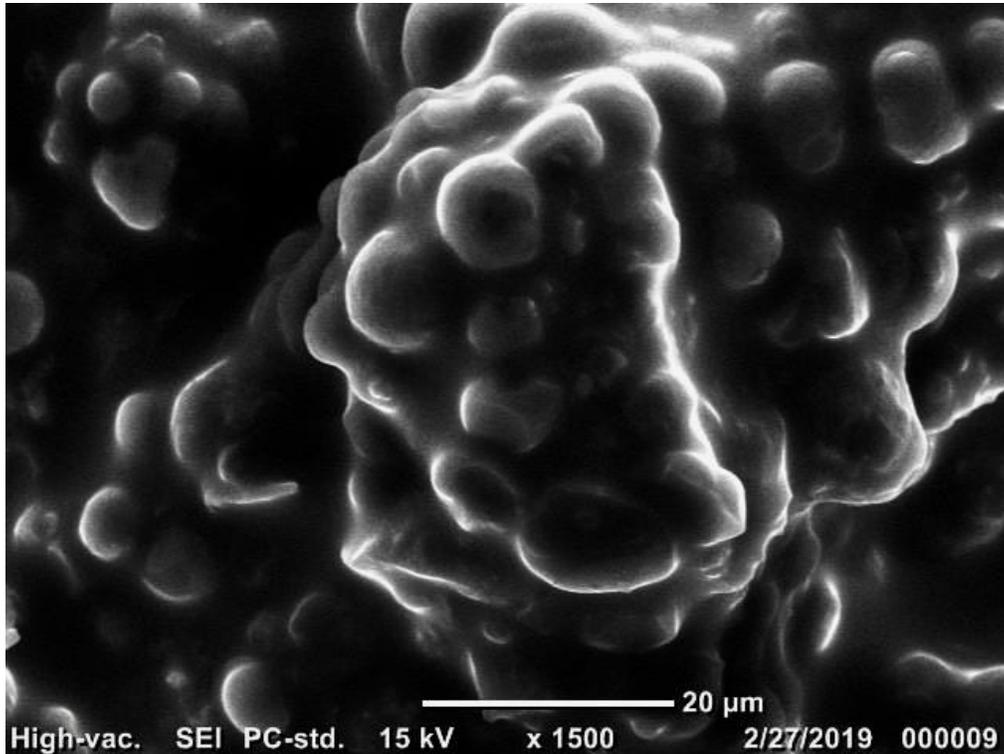


Figura 16: Morfología de las microcápsulas de aceite de ajonjolí con mucilago de tamarindo como agente encapsulante con 15% de sólidos totales y una ϕ O/W igual a 0.1.

La figura 12 y 13 muestran las microcápsulas correspondientes con ϕ _{O/W} igual a 0.05, en la cual la cantidad de aceite y mucilago de tamarindo es equilibrada, proporcionando a la microcápsula superficies abolladas menos pronunciadas, presentando superficies más lisas y tersas en comparación con las microcápsulas de las figuras 14 y 15, las cuales presentan una mayor cantidad de aglomeraciones más pequeñas en las superficies externas.

8. CONCLUSIONES

Las emulsiones presentaron una alta estabilidad contra el fenómeno de coalescencia, aunque el sistema E2 muestra una K_c significativamente menor que su contraparte el sistema E1 demostrando que la emulsión conteniendo una relación menor de agente encapsulante respecto al encapsulado otorga una mejor estabilidad contra la coalescencia.

De acuerdo con sus propiedades físicas, las microcápsulas obtenidas (M1 y M2) presentaron la capacidad de fluir libremente sin la necesidad de añadirle una fuerza adicional. Un mayor contenido de aceite en las microcápsulas impacta negativamente en la densidad empacada y aparente del polvo, lo que consecuentemente impacta en la fluidez de las microcápsulas.

El aceite superficial fue significativamente mayor para las microcápsulas del sistema M2 (18.12%) en comparación con las microcápsulas del sistema M1 (10.07%). Por otro lado, la eficiencia de encapsulamiento presentó valores mayores para las microcápsulas del sistema M1 (89.75%) a diferencia de las microcápsulas del sistema M2 (81.31%); por lo tanto, el sistema más ideal para este estudio es el M1.

El empleo de una mayor proporción de encapsulado, como lo es en el caso M2, conlleva a una liberación más acelerada del aceite en los primeros 100 minutos. Una explicación a este fenómeno es que existe una mayor cantidad de aceite en la superficie de la microcápsula haciendo que esta se pierda rápidamente en comparación con el sistema M1, donde esta cantidad de aceite superficial es menor, por lo que la liberación de aceite es más retardada por el efecto de protección que otorga la membrana polimérica que se conformó.

Las microcápsulas del sistema M1 son térmicamente estables hasta una temperatura de 227 °C mientras que las del sistema M2 son estables hasta 178 °C. Mediante la difracción de rayos X se confirmó que tanto para M1 y M2 se tiene una

morfología amorfa ya que los patrones de difracción muestran un dominante halo amorfo con una banda ancha centrada en $2\theta = 20^\circ$. En la morfología de las microcápsulas se encontró que varían respecto a la cantidad de agente encapsulante utilizado para su producción, aparentemente poseen una forma casi esférica. En el caso del sistema M1 no se presentaron aglomeraciones mientras que para M2 se formaron algunas agrupaciones e incluso aglomeraciones.

La introducción del mucilago de la semilla de tamarindo como un agente encapsulante por si solo para la encapsulación corrobora su manejabilidad, estabilidad térmica, eficiencia y liberación controlada de aceites polinsaturados como fue el caso del aceite de ajonjolí.

9. LITERATURA CITADA

Bibliografía

- Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramirez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017b). Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid. *Journal of Food Engineering*, 209 (1), 68-75.
- Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Romero-Romero, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramírez, J., & Pérez-Alonso, C. (2017). Thermodynamic sorption properties and glass transition temperature of tamarind seed mucilage (*Tamarindus indica* L.). *Food and Bioproducts Processing*, 101 (1), 166-176.
- Alpizar-Reyes, E., Roman-Guerrero, Rivera-Gallardo, R., Guerrero-Varela, V., Olivares-Cruz, J., & Pérez-Alonso, C. (2017). Rheological properties of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage obtained by spray-drying as a novel source of hydrocolloid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 107 (1), 817-824.
- Álvarez-Chávez, Valdivia-López, M., Aburto-Juárez, L., & Tecante, A. (2008). Chemical characterization of the lipid fraction of mexican chía seed (*Salvia hispánica* L.). *International Journal of Food Properties*, 11 (1), 687-697.
- AOAC. (2006). *Official methods of analysis of AOAC International*. Washington, DC, USA: Association of Official Analytical Chemists.
- Appelqvist, I. ., (2007). *Emulsions as delivery systems in foods. Encapsulation and controlled released technologies in food systems*. Iowa, USA: Blackwell Publishing.
- ASERCA. (2012). *Oleaginosas*. Estados Unidos Mexicanos: Boletín ASERCA regional peninsular.
- Avramenko, N., Chang, C., Low, H., & Nickerson, T. (2016). Encapsulation of flaxseed oil within native and modified lentil protein-based microcapsules. *Food Research International*, 81 (1), 17-24.

- Báez-González, G., Pérez-Alonso, C., Beristain, I., Vernon-Carter, J., & Vizcarra-Mendoza. (2004). Effective moisture diffusivity in biopolymer drops by regular regime theory. *Food Hydrocolloids*, 18 (1), 325-333.
- Baranauskienė, R., Venskutonis, P. R., Dewettinck, K., & Verhé, R. (2006). Properties of oregano (*Origanum vulgare* L.), citronella (*Cymbopogon nardus* G.) and marjoram (*Majorana hortensis* L.) flavors encapsulated into milk protein-based matrices. *Food Research International*, 39 (1), 413-425.
- Beltrán, F., Pérez-Lopez, A. J., López-Nicolás, J. M., & Carbonell-Barrachina, A. A. (2008). Color and vitamin C content in mandarin orange juice as affected by packaging material and storage temperature. *Food Processing and Preservation*, 33 (1), 27-40.
- Bhusari, N., Muzaffar, K., & Kumar, P. (2014). Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technology*, 266 (1), 354-364.
- Brazel, C. S. (1999). Microencapsulation: offering solutions for the food industry. *Cereal Foods World*, 44 (6), 388-390.
- Burnside, E. (2014). Hydrocolloids and gums as encapsulating agents. *Microencapsulation in the Food Industry*, 21 (1), 241-252.
- Capitani, I., Nolasco, M., & Tomás, M. (2016). Stability of oil-in-water (OW) emulsions with chia (*Salvia hispanica* L.) mucilage. *Food Hydrocolloids*, 61 (1), 537-546.
- Carneiro, H., Tonon, R. V., Grosso, R. F., & Hubinger M. D. (2013). Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*, 115 (4), 443-451.
- Carrillo-Navas, H., González-Rodea, D. A., Cruz-Olivares, J., Barrera-Pichardo, J. F., Román-Guerrero, A., & Perez-Alonso, C. (2011). Estabilidad durante el almacenamiento y propiedades fisicoquímicas de microcápsulas de jugo de maracuyá obtenidas mediante secado por aspersion. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 10 (3), 421-430.

- Chew, S. C., Tan, C. P., & Nyam, K. L. (2018). Microencapsulation of refined kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) seed oil by spray drying using β -cyclodextrin/gum arabic/sodium caseinate. *Journal of Food Engineering*, 237 (1), 78-85.
- Cortés-Camargo, Cruz-Olivares, J., Barragán-Huerta, E., Dublán-García, O., Román-Guerrero, A., & Pérez-Alonso, C. (2017). Microencapsulation by spray drying of lemon essential oil: evaluation of mixtures of mesquite gum–nopal mucilage as new wall materials. *Journal of Microencapsulation*. 34 (4), 395-407.
- Cubero, N., Montferre, r. A., & Villalta, J. (2002). *Aditivos Alimentarios*. Madrid, España: Mundi Prensa.
- Desai, K., & Park, H. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23 (1), 1361-1391.
- Dziejak. (1988). Microencapsulation and ingredients. *Food Technology*, 2 (1), 136-151.
- Escalona-García, A., Pedroza-Islas, R., Natividad, R., Rodríguez-Huezo, M. E., Carrillo-Navas, H., & Pérez-Alonso, C. (2016). Oxidation kinetics and thermodynamic analysis of chia oil microencapsulated in a whey protein concentrate-polysaccharide matrix. *Journal of Food Engineering*, 175 (1), 93-103.
- Fang Y., R. S. (2012). Functionality of milk protein concentrate: effect of spray drying temperature. *Biochemical Engineering Journal*, 62 (1), 101-105.
- Fang, G., Tang, F., & Cao, L. (2014). Preparation, thermal properties and applications of shape-stabilized thermal energy storage materials. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 40 (1), 237-259.
- Fang, X., Shima, M., & Adachi, S. (2005). Effects of drying conditions on the oxidation of linoleico acid encapsulated with arabic gum by spray drying. *International Journal of Food Science & Technology*, 11 (1), 380-384.
- FAO. (2012). Grasas y Ácidos Grasos en nutrición humana. *Food and nutrition paper*, 60-64.
- Franks, & Auffret. (2007). *Freeze drying of pharmaceuticals and biopharmaceuticals: principles and practice*. Royal Society of Chemistry.

- Franks, F. (1998). Freeze drying of bioproducts: putting principles into practice. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 45 (3), 221-229.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). Applications of spray drying in microencapsulation of food ingredients. *Food Research International*, 40 (9), 1107-1121.
- Gong, P., Zhang, L., Xue, H., Nditange, S., Wei, S., . . . Chenglong, C. (2014). Injury mechanisms of lactic acid bacteria starter cultures during spray drying: a review. *Drying Technology*, 32 (7), 793-800.
- Gouin. (2004). Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trend in Food Science & Technology*, 15 (1), 330-347.
- Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M. K., Tomar, S. K., Arora, S., Sabikhi, L., & Singh, A. K. (2015). Development and physico-chemical characterization of microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. *Powder Technology*, 286 (1), 527-537.
- Gutiérrez, G., Osorio, G., Jiménez, A., & Pyle, L. (1998). An assessment of droplet-air contact and spray drying performance in bioprocess engineering. *Advances in Bioprocess Engineering*, 11 (1), 251-275.
- Hogan, S., McNamee, B. F., ÓRiordan, E. D., & ÓSullivan, M. (2001). Microencapsulation properties of sodium caseinate. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49 (1), 1934-1938.
- Hu, L., Zhang, J., Hu, Q., Gao, N., Wang, S., Sun, Y., & Yang, X. (2016). Microencapsulation of brucea javanica oil: characterization, stability and optimization of spray drying conditions. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 36 (1), 46-54.
- Huang, G., Sun, Y., & Xiao, J. (2012). Complex coacervation of soybean protein isolate and chitosan. *Food Chemistry*, 135 (2), 534-539.
- Jafari, S., Assadpoor, E., & Yinghe, H. (2008). Encapsulation efficiency of food flavours and oil during spray drying. *Drying Technology*, 26 (1), 816-835.
- Kalegowda, P., Chauhan, A., Mysore, S., & Nanjaraj, U. (2017). *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) haw cladode mucilage: physico-chemical, rheological and functional behavior. *Carbohydrate Polymers*, 157 (1), 1057-1064.

- Kasper, J. C., Winter, G., & Friess, W. (2013). Recent advances and further challenges in lyophilization. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, *85* (1), 162-169.
- Khounvilay, K., & Sittikijyothin, W. (2012). Rheological behaviour of tamarind seed gum in aqueous solutions. *Food Hydrocolloid*, *26* (2), 334-338.
- Kim, Y. D., & Morr, C. V. (1996). Microencapsulation properties of gum arabic and several food proteins; spray-dried orange oil emulsion particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *44* (1), 1314-1320.
- King, A. K. (1995). *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*. American Chemical Society.
- Ko, J., Koo, S., & Park, H. (2008). Effects of alginate microencapsulation on the fibrinolytic activity of fermented soybean paste. *Food Chemistry*, *111* (4), 921-924.
- Korus, J. (2001). Microencapsulation of flavours in starch matrix by coacervation method. *Polish Journal of Food*, *51* (10), 17-23 .
- Kowalski. (1991). Thermal-oxidative decomposition of edible oils and fats, DSC studies. *Thermochimica Acta*, *184* (1), 49-57.
- Kumar, C., & Bhattacharya, S. (2008). Tamarind seed: properties, processing and utilization. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, *48* (1), 1-20.
- Lehn, D., Esquerdo, V. M., Dahlem Júnior, M. A., Dall'Agnol, W., dos Santos, C. F., V., d. S., & de Almeida Pinto, A. (2018). Microencapsulation of different oils rich in unsaturated fatty acids using dairy industry waste. *Journal of Cleaner Production*, *196* (1), 665-673.
- León-Martínez, F., Méndez-Lagunas, L., & Rodríguez-Ramírez, J. (2010). Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, *8* (4), 864-870.
- Li, M., & Nie, P. (2016). The functional and nutritional aspects of hydrocolloids in foods. *Food Hydrocolloids*, *53* (1), 46-61.
- Madene, A., Jacquot, M. S., & Desobry, S. (2006). Flavour encapsulation and controlled release – a review. *International Journal of Food Science and Technology*, *41* (1), 1-21.

- Manchanda, & Arora. (2014). Tamarind seed polysaccharide and its modifications- versatile pharmaceutical excipients—A review. *International Journal of Pharmaceutical Technology Research*, 6 (2), 412-420.
- Mc Clements, D. J. (2004). Protein stabilized emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 9 (1), 305-313.
- McClements, Decker, E., & Weiss, J. (2007). Emulsion-based delivery systems for lipophilic bioactive components. *Journal of Food Science*, 72(8), 109-124.
- McLaughlin, C. P., & Magee, R. A. (1998). The determination of sorption isotherm and the isosteric heats of sorption for potatoes. *Journal of Food Engineering*, 35(3), 267-280.
- McNamee, O'Riordan, & O'Sullivan. (1998). Emulsification and microencapsulation properties of gum Arabic. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46 (1), 4551-4555.
- Menin, Zanoni, F., Vakarelova, M., Chignola, R., Donà, G., Rizzi, C., . . . Zoccatelli, G. (2018). Effects of microencapsulation by ionic gelation on the oxidative stability of flaxseed oil. *Food Chemistry*, 269 (1), 293-299.
- Moreiras, O., Carbajal, A., Cabrera, L., & Cuadrado, C. (2013). *Tablas de Composición de Alimentos*. España: Pirámide. 16va Edición.
- Ozkan, P., F., de Marco, I., Xiao, J., & Capanoglu, E. (2019). A review of microencapsulations methods for food antioxidants: principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, 272 (1), 494-506.
- Patel, T., Morris, G. A., Ebringerova, A., Vodenicarova, M., Velabny, V., & Ortega, A. (2008). Global conformation analysis of irradiated xyloglucans. *Carbohydrate Polymers*, 74 (4), 845-851.
- Pérez-Alonso, C., Beristain, C. I., Lobato-Caballeros, C., Rodríguez-Huezo, M. E., & Vernon-Carter, E. J. (2006). Thermodynamic analysis of the sorption isotherms of pure and blend carbohydrate polymers. *Journal of Food Engineering*, 77 (4), 753-760.
- Pérez-Alonso, C., Cruz Olivares, J., Barrera Pichardo, J., Rodríguez Huezo, M., Báez González, J., & Vernon Carter, E. (2008). DSC thermo-oxidative stability

- of red chilli oleoresin microencapsulated in blended biopolymer matrices. *Journal of Food Engineering*, 85 (4), 613-624.
- Pérez-Alonso, C., González, B., Beristain, Carter, V., & Mendoza, V. (2003). Estimation of the activation of carbohydrate polymers blends as selection criteria for their use as wall material for spray-dried microcapsules. *Carbohydrate Polymers*, 53 (2), 197-203.
- Peter, K. V. (2012). *Handbook of Herbs and Spices*. Woodhead Publishing Series, Elsevier Sci.
- Qian, H., Cui, S., Wang, Q., Wang, C., & Zhou, H. (2011). Fractionation and physicochemical characterization of peach gum polysaccharides. *Food Hydrocolloids*. 25 (5), 1285-1290.
- Qianyu, Y., Nicolas, G., & Cordelia, S. (2018). Microencapsulation of active ingredients in functional foods: From research stage to commercial food products. *Trends in Food Science & Technology*, 78 (1), 167-169.
- Quek, S. Y., Chok, N. K., & Swedlund, P. (2007). The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*, 46 (5), 386-392.
- Quinzio, C., Ayunta, C., & López de Mishima, B. (2018). Stability and rheology properties of oil-in-water emulsions prepared with mucilage extracted from *Opuntia ficus-indica* (L). Miller. *Food Hydrocolloids*, 84 (1), 154-165.
- Ré. (1998). Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*, 16 (1), 1195-1236.
- Ré. (2008). Microencapsulation by spray drying. *Drying technology: An international journal*, 37(5), 1195-1236.
- Rodea-González, A., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Rodríguez-Huezo, M., Vernon-Carter, E., & 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 (1), 102-109.
- Rodríguez-Huezo, M., Pedroza-Islas, R., Prado-Barragán, L., Beristain, C., & Vernon-Carter, E. (2004). Microencapsulation by spray-drying of multiple emulsions containing carotenoids. *Journal of Food Science*, 69 (7), 351-359.

- Rosenberg, M., & Young, S. (1993). Whey Protein as microencapsulating agents, microencapsulation of anhydrous milk fat-structure evaluation. *Food Structure*, 12 (1), 31-41.
- Salehi, F., & Kashaninejad, M. (2014). Effect of different drying methods on rheological and textural properties of balangu seed gum. *Drying Technology*, 32 (6), 720-727.
- Sánchez-Potes, A. (2004). *Cultivos Oleaginosos*. TRILLAS. Segunda Edición.
- Sánchez-Sáenz, Pérez-Alonso, C., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Báez-González, J., & Rodríguez-Huezo, M. (2011). Establishing the most suitable storage conditions for microencapsulated allspice essential oil entrapped in blended biopolymers matrices. *Drying Technology*, 29 (8), 863-872.
- Shahidi, F., & Han, X. (5 de Agosto de 1993). Encapsulation of food ingredients. *Critical Review Food Science Nutrition*, 523 (1), 501-547.
- Shaikh, J., Bhosale, R., & Singhal, R. (2004). Microencapsulation of black pepper oleoresin. *Journal of Food Chemistry*, 94 (1), 105-110.
- Shamaei, S., Seiedlou, S., & Aghbashlo, M. (2017). Microencapsulation of walnut oil by spray drying: effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 39 (1), 101-112.
- Sherman, P. (1969). *Emulsion science*. Londres, Inglaterra: Academic Press.
- Shofinita, D., & Langrish, T. (2014). Spray drying of orange peel extracts: yield, total phenolic content, and economic evaluation. *Journal of Food Engineering*, 139 (1), 31-42.
- SIACON. (2012). *Sistema de Información Agroalimentaria de Consulta*. México: Servicio de información agroalimentaria y pesquera.
- Soukoulis, C., Gaiani, C., & Hoffmann, L. (2018). Plant seed mucilage as emerging biopolymer in food industry applications. *Current Opinion in Food Science*, 22 (1), 28-42.
- Suja, K., Jayalekshmy, A., & Arumughan, C. (2005). Antioxidant activity of sesame seed extract. *Food Chemistry*, 91 (1), 213-219.

- Taneja, A., & Singh, H. (2012). Challenges for the delivery of long-chain n-3 fatty acids in functional foods. *Annual Review of Food Science and Technology*, 3 (1), 105-123.
- Tang, X., & Pikal, J. (2004). Design of freeze drying processes for pharmaceuticals: practical advice. *Pharmaceutical Research*, 21 (2), 191-200.
- Timilsena, Vongsvivut, J., Tobin, M. J., Adhikari, R., Barrow, C., & Adhikari, B. (2019). Investigation of oil distribution in spray-dried chia seed oil microcapsules using synchrotron-FTIR microspectroscopy. *Food Chemistry*, 275 (1), 457-466.
- Tiwari, R., Tiwari, K., & Toliwal, S. (2014). Studies on thermal stability of palm – sesame oil blends during deep fat frying. *Journal of Scientific & Industrial Research*, 73 (1), 153-156.
- Tonon, R. V., Freitas, S. S., & Hubinger, M. D. (2011). Spray drying of açai (*Euterpe Oleraceae* Mart.) juice: effect of inlet air temperature and type of carrier agent. *Journal of Food Processing and Preservation*, 35 (1), 282-289.
- Treybal, R. E. (1981). *Mass-transfer operations*. Singapore: McGraw-Hill.
- Turchiuli, Jimenez Munguia, M. T., Hernandez Sanchez, M., Cortes Ferre, H., & Dumoulin, E. (2014). Use of different supports for oil encapsulation in powder by spray drying. *Powder Technology*, 255 (1), 103-108.
- Velázquez-Gutiérrez, Figueira, A., Rodríguez-Huezo, M., Román-Guerrero, A., Carrillo-Navas, H., & Pérez-Alonso, C. (2015). Sorption isotherms, thermodynamic properties and glass transition temperature of mucilage extracted from chia seeds (*Salvia hispanica* L.). *Carbohydrate Polymers*, 121 (1), 411-419.
- Zogzas, P., Maroulis, & Marinos-Kouris. (1994). Moisture diffusivity methods of experimental determination. *Drying Technology*, 12 (1), 483-515.