



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**“DESARROLLO DE GELES MUCÍLAGO DE
NOPAL-ALGINATO DE SODIO
CONTENIENDO ACEITE DE AJONJOLÍ
MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA”**

TESIS QUE PRESENTA:

JOSUÉ HUERTA HERNÁNDEZ

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

DIRECTOR DE TESIS:

DR. CÉSAR PÉREZ ALONSO



TOLUCA, MÉXICO, NOVIEMBRE 2018

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	IV
ÍNDICE DE TABLAS	V
1. ANTECEDENTES	6
1.1. ÁCIDOS GRASOS POLIINSATURADOS	6
1.1.1. Aceite de ajonjolí (<i>Sesamum Indicum</i> L.)	6
1.2. ENCAPSULACIÓN Y MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN	8
1.2.1. Emulsiones	10
1.2.2. Microencapsulación	11
1.2.3. Gelación iónica	13
1.2.3.1. Difusión ajustada	13
1.2.3.2. Gelación interna	14
1.2.4. Extrusión	14
1.3. POLÍMEROS COMO AGENTES ENCAPSULANTES	15
1.3.1. Proteínas	16
1.3.2. Carbohidratos de cadena larga	17
1.3.3. Quitosano	19
1.3.4. Alginatos	20
1.3.5. Mucílagos	21
1.3.5.1. Mucílago de nopal	21
1.4. MEZCLAS DE BIOPOLÍMEROS	22
2. JUSTIFICACIÓN	25
3. HIPÓTESIS	27
4. OBJETIVOS	29
4.1. OBJETIVO GENERAL	29
4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	29
5. MATERIALES Y MÉTODOS	31
5.1. MATERIALES	31
5.2. MÉTODOS	31

5.2.1. Extracción de aceite de ajonjolí	31
5.2.2. Extracción de mucílago de nopal	32
5.2.3. Diagrama de fases para el estudio de las interacciones de polielectrolitos	32
5.2.4. Formulación y obtención de emulsiones	33
5.2.5. Obtención de los geles en forma de esferas	33
5.2.6. Rendimiento del proceso de encapsulación	34
5.2.7. Aceite superficial en las esferas	34
5.2.8. Determinación de aceite total en las esferas	34
5.2.9. Eficiencia de encapsulamiento	35
5.2.10. Perfiles de liberación del aceite	35
5.2.11. Microscopía óptica de las esferas	36
5.2.12. Cinética de oxidación del aceite por valor peróxido	36
5.2.12.1. Acondicionamiento del aceite y de las esferas	36
5.2.12.2. Valor peróxido	36
5.2.12.3. Cinética de oxidación del aceite	37
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	39
6.1. Diagrama de fases binario para el estudio de las interacciones de polielectrolitos	39
6.2. Rendimiento del proceso de encapsulación	41
6.3. Aceite superficial y eficiencia de encapsulamiento en las cápsulas (esferas)	42
6.4. Microscopía óptica de las esferas	43
6.5. Perfiles de liberación del aceite	45
6.6. Oxidación del aceite por valor peróxido	46
6.6.1. Cinética de oxidación del aceite (Orden de reacción y modelo cinético)	49
7. CONCLUSIONES	53
8. REFERENCIAS	56
9. ANEXOS	65
9.1. ANEXO 1. Figura 9. Sistemas de mezclas MN-AS a diferentes concentraciones	65
9.2. ANEXO 2. Figura 10. Cápsulas de estudio de los sistemas 1, 2 y 3	69
9.3. ANEXO 3. Resultados perfiles de liberación	70
9.4. ANEXO 4. Resultados de oxidación por valor peróxido oxidación de los sistemas encapsulados 1, 2, 3 y AA sin encapsular	72
9.5. ANEXO 5. Resultados de cinéticas de oxidación de los sistemas encapsulados 1, 2, 3 y AA sin encapsular evaluadas en reacciones de orden 0 y 1	74

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Tipos de agentes encapsulantes	8
Figura 2. Esquema del proceso de secado por aspersión	11
Figura 3. Diagrama de fases binario AS-MN	40
Figura 4. Imágenes obtenidas por microscopía óptica de las cápsulas de aceite de ajonjolí encapsuladas con AS y mezclas de MN-AS	43
Figura 5. Perfiles de liberación de aceite de ajonjolí encapsulado con AS, y mezclas MN-AS. Los resultados son promedio (n=3).	45
Figura 6. Cinética de oxidación del AA sin encapsular y del AA encapsulado con AS, y mezclas MN-AS, en almacenamiento por ocho semanas a 25°C	48
Figura 7. Cinética de oxidación del AA sin encapsular y del AA encapsulado con AS, y mezclas MN-AS, en almacenamiento por ocho semanas a 35°C	48
Figura 8. Cinética de oxidación del AA sin encapsular y del AA encapsulado con AS, y mezclas MN-AS, en almacenamiento por ocho semanas a 45°C	49
Figura 9. Sistemas MN-AS a diferentes concentraciones	65
Figura 10. Cápsulas de estudio de los sistemas 1, 2 y 3	69

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Formulación de los sistemas mucílago de nopal (MN) –alginato de sodio (AS)	33
Tabla 2. Rendimiento en el proceso de encapsulación de los sistemas AS y MN-AS	41
Tabla 3. SO y EE de las cápsulas (esferas) AS y MN-AS	42
Tabla 4. Radio, perímetro y área de las cápsulas, sistemas 1, 2 y 3	44
Tabla 5. Parámetros de cinética de oxidación de orden uno del AA y del AA encapsulado con AS y mezclas MN-AS, a 25 °C de almacenamiento	50
Tabla 6. Parámetros de cinética de oxidación de orden uno del AA y del AA encapsulado con AS y mezclas MN-AS, a 35 °C de almacenamiento	50
Tabla 7. Parámetros de cinética de oxidación de orden uno del AA y del AA encapsulado con AS y mezclas MN-AS, a 45 °C de almacenamiento	51
Tabla 8. Peso inicial de la capsula y aceite real encapsulado	70
Tabla 9. Resultados de perfiles de liberación del sistema 1 (0:2 MN-AS)	70
Tabla 10. Resultados de perfiles de liberación del sistema 2 (1:1 MN-AS)	71
Tabla 11. Resultados de perfiles de liberación del sistema 2 (1.25:0.75 MN-AS)	71
Tabla 12. Resultados de cinética de oxidación a 25°C	72
Tabla 13. Resultados de cinética de oxidación a 35°C	72
Tabla 14. Resultados de cinética de oxidación a 45°C	73
Tabla 15. Parámetros cinéticos a 25 °C	74
Tabla 16. Parámetros cinéticos a 35 °C	74
Tabla 17. Parámetros cinéticos a 45 °C	75

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue utilizar alginato de sodio (AS) y mezclas de mucílago de nopal (MN)-alginato de sodio (AS) como material de pared para la encapsulación de aceite de ajonjolí (AA) mediante gelación iónica. Se obtuvieron esferas de geles por extrusión de emulsiones y se determinó el efecto de estos biopolímeros sobre características deseables como la retención y la protección del aceite de ajonjolí encapsulado contra factores ambientales.

La primera parte de este trabajo fue desarrollar un diagrama de fases binario de sistemas alginato de sodio (AS)-mucílago de nopal (MN), donde se estudió el estado físico de la suspensión acuosa previo a la emulsificación y se identificó las concentraciones en las que las suspensiones acuosas de AS y MN-AS fueran adecuadas para emulsionar el aceite de ajonjolí, las cuales presentaron el siguiente intervalo de operabilidad AS: 0.25 a 1% p/v y MN: 0.25 a 1.75% p/v.

A partir de este intervalo se seleccionaron tres sistemas para trabajar un solo sistema con concentración de AS (0:2 % p/v) y dos sistemas con mezclas MN-AS (1:1 y 1.25:0.75 % p/v). Se prepararon emulsiones simples aceite en agua (O/W) con aceite de ajonjolí y posteriormente se obtuvieron esferas de los geles por extrusión de la emulsión.

Se determinó el porcentaje de aceite superficial (%SO) y eficiencia de encapsulamiento (%EE) el cual varió de 3.00 a 7.80% y 38.64 a 91.44% respectivamente para los sistemas estudiados. A medida que la concentración de MN se incrementó y la concentración de AS disminuyó en las mezclas MN-AS, los valores de %EE también aumentaron, lo cual indicó mayor cantidad de aceite de ajonjolí en el interior de los geles y menor cantidad de aceite superficial en estos. El sistema 3 MN-AS (1.25:0.75 % w/v) presentó el %EE más alto y menor contenido de aceite superficial, caso contrario, el sistema 1, el cual solo contiene AS como material de pared el %EE disminuyó y el %SO aumento significativamente.

Los perfiles de liberación del aceite de ajonjolí de las cápsulas AS y MN-AS se vieron afectadas por el tipo de material de pared, el empleo de mezclas MN-AS para encapsular tienen un efecto mayor sobre la velocidad de liberación del aceite que el empleo solo de AS, siendo más rápida cuando tenemos la misma cantidad de mucílago de nopal y alginato de sodio es decir en la relación 1:1.

Se obtuvieron imágenes de la estructura interna de las cápsulas de los sistemas 1, 2, y 3 mediante microscopía óptica mostrando una mayor conformación esférica y mayor radio las cápsulas del sistema 1 mientras que las cápsulas del sistema 2 y 3 fueron de forma irregular y de menor tamaño.

Por último, se determinó que la oxidación del aceite de ajonjolí siguió una cinética de orden uno tanto para el aceite encapsulado como para el aceite sin encapsular. Así mismo se observó que la oxidación en el aceite se incrementaba conforme aumentaba la temperatura de estudio y el sistema que protege mejor al AA contra la oxidación es el encapsulado con 1:1 MN-AS.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años la industria alimentaria ha dado un giro radical en torno al tipo de alimentos que se desarrollan, ya que el consumidor se interesa por productos benéficos para la salud humana.

Estudios de investigación han demostrado que la inclusión de ácidos grasos esenciales en la dieta es fundamental por los altos beneficios que aporta, puesto que el ser humano no puede sintetizarlos y necesita adquirirlos de fuentes naturales. Los ácidos grasos esenciales se han relacionado con la disminución de triglicéridos en la sangre y la mejora de los niveles de colesterol, lo que conlleva a la reducción en el riesgo de sufrir problemas cardiovasculares.

El aceite de ajonjolí (AA) contiene ácidos grasos poliinsaturados, principalmente está constituido por el ácido α -linoleico (Omega 6). Estos ácidos grasos ejercen efectos benéficos a la salud cuando son consumidos. Sin embargo, el uso y manejo de dicho aceite es difícil, debido a que éste presenta alta volatilidad, es hidrofóbico, lábil y es susceptible a degradarse ante la presencia de factores ambientales (luz, temperatura, humedad y oxígeno).

Una alternativa para facilitar la aplicación del aceite en los diferentes ramos de la industria, es utilizar una solución tecnológica que resuelva adecuadamente estos efectos. La tecnología de encapsulación es un proceso que reduce la degradación de aceites de alto valor nutricional mediante el uso de agentes encapsulantes como los biopolímeros, los cuales funcionan como capa protectora ante los fenómenos deteriorativos, por lo tanto, es de suma importancia evaluar el efecto que tiene el empleo de biopolímeros (en mezclas o solo) en la estabilidad de las cápsulas.

El mucílago de nopal (MN) ha sido investigado previamente encontrando interesantes características fisicoquímicas y propiedades funcionales (espesantes, espumantes, emulsionantes y encapsulantes).

Por otro lado, el alginato de sodio (AS) es un biopolímero que ha sido utilizado como material de pared en la encapsulación de aceites esenciales y a pesar de ser un buen agente encapsulante ha mostrado algunas deficiencias funcionales, por lo que ha sido mezclado con otros biopolímeros con la finalidad de encontrar efectos sinérgicos que permitan mejorar sus propiedades individuales.

En ese sentido, este trabajo se enfocó en el estudio del empleo de alginato de sodio (AS) y mezclas de mucílago de nopal (MN) y alginato de sodio (AS) como material de pared para la encapsulación de aceite de ajonjolí mediante gelación iónica obteniendo esferas de los geles por extrusión de la emulsión y analizar si existe un efecto sinérgico entre ambos biomateriales (biopolímero) que brinden ciertas características a las esferas de los geles que se conformaran para tener altas eficiencias de encapsulamiento y retardar la oxidación del aceite, ya que los ácidos grasos insaturados de este aceite son químicamente inestables en presencia de oxígeno y temperatura.

1. ANTECEDENTES

1. ANTECEDENTES

1.1 ÁCIDOS GRASOS POLIINSATURADOS

Existe un grupo de ácidos grasos poliinsaturados que se denominan ácidos grasos esenciales (AGE), los cuales no pueden ser producidos por el hombre y deben ser incorporados a partir de la dieta. Los AGE para el hombre son: los ácidos grasos Omega-3 (ácido α -linolénico) y los ácidos grasos Omega-6 (ácido linoleico). Los AGE son necesarios para la estructura y flexibilidad de las membranas celulares.

Los ácidos grasos esenciales 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, además que tienen muchas otras funciones biológicas importantes, como participar de los procesos inflamatorios y del desarrollo del tejido nervioso. El interés mundial en estas sustancias de origen natural está en franco crecimiento. En los últimos años, nueva información científica muestra cómo los Omega-6 ayudan a la función cardíaca y ha esclarecido su mecanismo de acción y su papel en la prevención de diversas enfermedades (Zabka et al., 2009).

1.1.1 Aceite de ajonjolí (*Sesamum Indicum* L.)

El ajonjolí (*Sesamum indicum* L.) es uno de los cultivos de semilla oleaginosa más importante del mundo. El ajonjolí se cultiva principalmente en los países en desarrollo de Asia y África por su contenido de aceite de alta calidad (42-54%) y proteína (22-25%) (Desphande, Desphande, & Salunkhe, 1996).

Las semillas de ajonjolí son cultivadas en México en diferentes condiciones de suelo. El fruto de la planta son unas cápsulas algodonosas que contienen varias semillas aplanadas de 2 a 5 mm de longitud, las cuales son normalmente color marrón.

El aceite de ajonjolí contiene más del 80% de ácidos grasos insaturados y menos del 20% de ácidos grasos saturados. Los ácidos grasos saturados del aceite de ajonjolí están compuestos en su mayoría de palmítico (7.9-12.0%) y esteárico (4.8-6.1%). El aceite de ajonjolí puede

ser clasificado en el grupo de ácidos oleico-linoleico porque sus principales ácidos grasos insaturados tienen valores de 36.7-52.4% del ácido oleico y 30.4-51.6% del ácido linoleico (Hwang, 2005; Mondal *et al.*, 2010; Nzikou *et al.*, 2010).

La semilla de ajonjolí ha sido considerada como un alimento nutritivo y usado ampliamente en productos horneados y de confitería (Namiki, 1995). Generalmente se considera que carece de pigmentos indeseables o sabores desagradables y compuestos antitripsin. Su proteína de alimento está compuesta de globulinas (67.3%), albuminas (8.6%), prolamina (1.4%), and glutelina (7%) (Inyang & Iduh, 1996).

La proteína del ajonjolí es rica en metionina (3.2%), la cual es inusual para la mayoría de las proteínas vegetales y estas propiedades únicas hacen que la semilla de ajonjolí sea una excelente fuente de proteína para suplementos de soja, maní y otras proteínas vegetales (que carecen de suficiente metionina) para incrementar sus cualidades nutritivas (Inyang & Ekanem, 1996). La semilla de ajonjolí contiene cantidades apreciables de varios componentes bioactivos incluyendo tocoferoles, fitoesteroles, resveratrol y flavonoides, y los lignanos sesamin y sesamolín (Namiki, 1990).

En adición a sus usos alimenticios, el aceite de ajonjolí también tiene amplias aplicaciones industriales tales como farmacéuticas, cosméticas, perfumería, jabones, pinturas e insecticidas (Uzun, Arslan, & Furat, 2008).

Recientes estudios, empleando métodos modernos, han revelado beneficios potenciales para la salud por el consumo de la semilla, tales como antioxidativo (Shahidi, Liyana-Pathirana, & Wall, 2006), antihipertensivo (Sankar *et al.*, 2005), hipocolesterolémico (Hirose *et al.*, 1991), anticancerígeno (Miyahara, Hibasami, Katsuzaki, Imai, & Komiya, 2001) e inmunoregulación (Nonaka *et al.*, 1997).

Los ácidos grasos insaturados esenciales en el aceite de ajonjolí son químicamente inestables en presencia de oxígeno, luz, humedad y calor. La estabilidad del aceite de sésamo puede ser incrementado a través de procesos de microencapsulación (Fuentes-Ortega *et al.*, 2017).

1.2 ENCAPSULACIÓN Y MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN

La encapsulación es un proceso que atrapa una sustancia (agente activo) dentro de otra sustancia como material de pared produciendo partículas a escala en nanómetros (nano-encapsulación), micrómetros (microencapsulación), o milímetros (Lakkis, 2007; Burgain, Gaiani, Linder & Scher, 2011).

La sustancia encapsulada, puede ser llamada núcleo, relleno, activo, fase interna o carga útil. La sustancia que encapsula el agente activo es llamada capa, membrana, corteza, cápsula, material de soporte, fase externa o matriz (Wandrey, Bartkowiak & Harding, 2009; Fang & Bhandari, 2010). La tecnología de encapsulación ha sido utilizada en sectores alimenticios para proveer a los ingredientes líquidos y sólidos una efectiva barrera contra parámetros ambientales tales como oxígeno, la luz, radicales libres, etc. (Desai & Park, 2005). Diferentes tipos de encapsulantes (depósito, matriz, matriz recubierta) podrían ser caracterizados (Figura 1) (Zuidam & Nedovic, 2010).

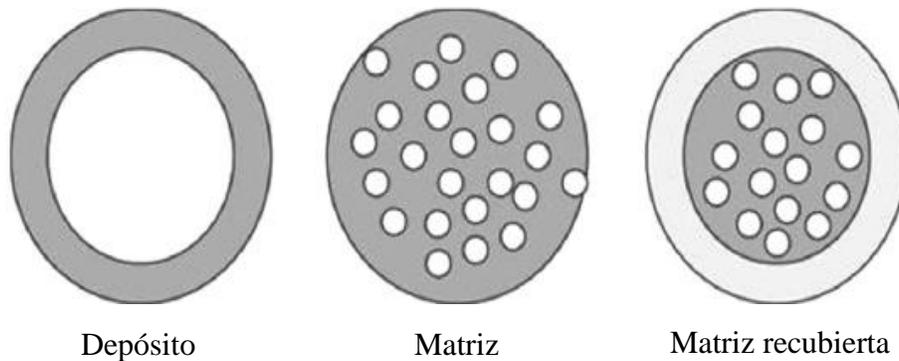


Figura 1. Tipos de agentes encapsulantes (Zuidam & Nedovic, 2010).

El tipo *depósito* tienen una capa alrededor del material del núcleo (también llamada cápsula). El tipo *matriz* tiene un agente activo disperso sobre el material de soporte y también puede ser encontrado en la superficie. Una combinación tipo depósitos y tipo matriz da un tercer encapsulante llamado *matriz recubierta*, en la cual el agente activo es una cápsula cubierta por una capa adicional (Lakkis, 2007).

La encapsulación es aplicable en la agricultura, industria alimenticia, industria farmacéutica, biotecnología e industria textil. En cuanto a la industria alimentaria, los productos encapsulados han encontrado muchas aplicaciones como capas en colorantes, sabores, vitamina y otros ingredientes de alimentos sensibles en orden para incrementar su vida (Dziezak, 1988; Shahidi & Han, 1993; Ray *et al.*, 2016).

En la industria alimentaria el proceso de encapsulación se aplica por varias razones (Gouin, 2004):

- 1) La encapsulación puede proteger el material del núcleo de la degradación reduciendo su reactividad en su exposición al exterior (ejemplo, calor, humedad, aire y luz),
- 2) La razón de vaporización o transferencia del material del núcleo en su exposición al exterior es disminuido, retardado,
- 3) Las características físicas del material original pueden ser modificadas y fácil de manipular,
- 4) El producto puede ser hecho a medida para que se libere lentamente a lo largo del tiempo o en un cierto punto. (ejemplo, para controlar la liberación de los materiales del núcleo hasta el estímulo correcto),
- 5) El sabor del material del núcleo puede ser enmascarado,
- 6) El material del núcleo puede ser diluido cuando solo pequeñas cantidades sean requeridas, así logrando una dispersión uniforme en el material hospedero,
- 7) Esto puede ser empleado para separar componentes en una mezcla que de lo contrario reaccionaría con otro.

Hay varias técnicas disponibles para la encapsulación de compuestos alimenticios. Muchos procedimientos han sido propuestos, pero ninguno de ellos puede ser considerado como un procedimiento universalmente aplicable para todos los componentes bioactivos de alimentos. Esto es causado por el hecho que individualmente los componentes bioactivos de alimentos tienen sus propias características debido a su estructura molecular (Augustin & Hemar, 2009).

1.2.1 Emulsiones

Las emulsiones son usadas en una amplia variedad de productos alimenticios y farmacéuticos. La tecnología de emulsificación es un paso clave en la microencapsulación de aceites. Esto es generalmente aplicado a la encapsulación de agentes bioactivos en soluciones acuosas, las cuales pueden ser usadas directamente en estado líquido o pueden ser secadas (secado por aspersión o liofilización) para formar polvos después de la emulsificación. Por lo tanto, esto es una parte del proceso de microencapsulación.

Por ejemplo, en la microencapsulación de secado por aspersión y liofilización, el núcleo y el material de pared pueden ser preparados por técnicas de emulsión antes del secado final. Las gotas de la emulsión también pueden ser incorporadas dentro de la matriz durante el proceso de extrusión, o actuar como modelo para el proceso de coacervación. Básicamente, una emulsión consiste de al menos 2 líquidos inmiscibles, usualmente aceite y agua, con uno de los líquidos disperso como pequeñas gotas esféricas en el otro.

Un sistema que consiste en gotas de aceite dispersas en una fase acuosa es llamado una emulsión aceite en agua (O/W), mientras que un sistema que consiste en gotas de agua dispersas en una fase aceitosa es llamado una emulsión agua en aceite (W/O).

Múltiples emulsiones, como la emulsión aceiten en agua en aceite (O/W/O) o la emulsión agua en aceite en agua (W/O/W) han sido desarrolladas. Para obtener soluciones estables cinéticamente, emulsionantes o modificadores de textura son comúnmente adicionados en el sistema de la emulsión. El diámetro de las gotas de la emulsión es sistemas alimenticios tiene un rango de 0.1 a 100 μm (Fang and Bhandari, 2010).

Las emulsiones son preparadas homogenizando el aceite, el agua y el emulsionante juntos usando dispositivo mecánico conocido como homogeneizador (mezclador de alto cizallamiento, homogeneizador de alta presión, molino coloidal, sonicador, o homogeneizadora membrana). La emulsión O/W consiste en pequeñas gotas de aceite dispersado en un medio acuoso, con las gotas de aceite rodeadas por una capa delgada de moléculas del emulsionante.

Las ventajas de este sistema es que es relativamente fácil de preparar y de bajo costo, pero tiene inconvenientes de inestabilidad física (cuando se expone a calefacción, refrigeración, congelación, secado, pH extremos y altas concentraciones de minerales) y un control limitado de liberación (McClements *et al.*, 2009; Bakry *et al.*, 2016).

1.2.2 Microencapsulación

La microencapsulación mediante secado por aspersión es ampliamente usada en la industria de alimentos para la preparación de aditivos en polvo tales como aceites esenciales y sabores para protegerlos de factores que puedan causar su deterioro (Cortés-Camargo *et al.*, 2017).

El secado por aspersión es la transformación de un fluido (solución, dispersión o pasta) en un material sólido, atomizándolo en forma de gotas minúsculas en un medio de secado caliente, dando como producto un polvo o pequeñas esferas. En el secado por aspersión el producto está expuesto al aire caliente durante tiempos cortos y la evaporación del líquido en la aspersión mantiene la temperatura del producto a un nivel bajo aún en presencia de gases muy calientes. El aire, que se alimenta a través de un filtro y un calentador, entra por la parte superior de la cámara de secado fluyendo hacia abajo en paralelo con las gotas que se están secando. A medida que caen las gotas atomizadas, se evapora la humedad en el gas caliente, dejando el material sólido en forma de partículas, las cuales son arrastradas por el gas hacia separadores de ciclón (Figura 2) (Escalona-García *et al.*, 2016).

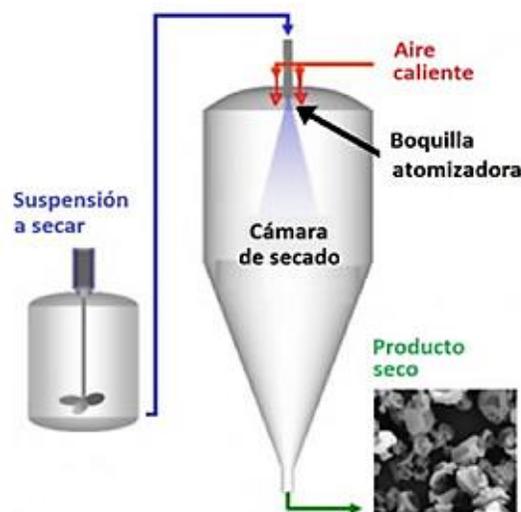


Figura 2. Esquema del proceso de secado por aspersión.

El secado por aspersión ofrece la ventaja de un secado rápido para los productos sensibles al calor, un tamaño y densidad de partícula controlable dentro ciertos límites y costos de operación bajos. El secado por aspersión es la técnica más utilizada en la industria alimentaria, debido a que ofrece ingredientes con bajos contenidos de humedad y estables (Shofinita & Langrish, 2014; Escalona-García *et al.*, 2016).

Además, es un proceso económico y flexible, adaptable a diversos procesos ofreciendo partículas de buena calidad. Los costos de producción asociados a esta técnica son más bajos que aquellos asociados a otras técnicas de secado (Carneiro *et al.*, 2013).

Los procesos de secado consisten en la transferencia simultánea de masa y calor, esto ocasiona cambios significativos en la estructura, composición física y química del material a secar, que dependen de los mecanismos de transporte aplicados. Por lo tanto, la microestructura y morfología de los alimentos, así como la calidad final del producto, están relacionadas con el método de secado y las condiciones aplicadas (Oikonomopoulou *et al.*, 2011). La remoción de agua reduce el contenido de humedad y la actividad de agua, por lo que afecta la fluidez y la pegajosidad e incrementa la estabilidad de almacenamiento debido al efecto de la temperatura de transición vítrea y el comportamiento de cristalización del producto deshidratado (Pavón-García *et al.*, 2011).

Al disminuir el contenido de agua, el secado por aspersión se utiliza para garantizar la estabilidad microbiológica de los productos, retardar la degradación biológica, reducir gastos de almacenamiento y transporte, y obtener un producto con características específicas, como la solubilidad instantánea (Gharsallaoui *et al.*, 2007).

El secado por aspersión es una operación de proceso continuo que involucra diferentes etapas: atomización, mezclado de rocío y aire, evaporación y separación de productos (Sánchez-Sáenz *et al.*, 2011), es la transformación de un fluido (solución, dispersión o pasta) en un material sólido, atomizándolo en forma de gotas minúsculas en un medio de secado caliente, dando como producto un polvo o pequeñas esferas. La distribución del tamaño de las partículas obtenidas por este método es en general menor a 100 μm , lo cual depende de las condiciones del proceso (Velázquez-Gutiérrez *et al.*, 2015).

1.2.3 Gelación iónica

Este método está basado en la habilidad de polielectrolitos para una unión cruzada en presencia de contra-iones multivalentes tales como Ca^{2+} , Ba^{2+} y Al^{3+} , para formar hidrogeles (Jamekhorshid *et al.*, 2014). La gelación iónica se produce a través de enlaces cruzados de cadenas de hidrocoloides con iones, típicamente la gelificación medida por cationes con polisacáridos cargados negativamente (Glicksman, 1983c; Hoefler, 2004).

Sin la presencia de iones específicos a concentraciones adecuadas, el hidrocoloide típicamente tendrá valores bajos en sus propiedades espesantes. Hay dos técnicas principales por las que la gelación iónica puede ser llevada a cabo, estas son la difusión ajustada y gelación interna (Burey, 2008).

La calidad de las gotas del hidrogel preparadas por el método de gelación iónica puede ser mejorada adicionalmente por la técnica del polielectrólito complejo. La fuerza mecánica y barrera permeable de los hidrogeles puede ser mejorada por la adición de otro polielectrólito con carga opuesta a las gotas del hidrogel en la gelación iónica (Patil, 2010).

1.2.3.1 Difusión ajustada

La difusión implica la introducción de una solución hidrocoloidal a una solución iónica, con la gelación ocurriendo a través de la difusión de iones en la solución hidrocoloidal (Glicksman, 1983; Hoefler, 2004; Nussinovitch, 1997).

La desventaja de esta técnica es que frecuentemente puede causar una gelación no homogénea de las partículas debido al mecanismo de difusión. La gelación superficial a menudo ocurre previo a la gelación del núcleo y esto puede inhibir la gelación del núcleo, dando lugar a partículas de gel con superficies exteriores firmes y núcleos débiles. Sin embargo, cuando esta es la microestructura deseada, puede ser la ruta preferida. (Burey, 2008).

1.2.3.2 Gelación interna

La gelación interna supera la principal desventaja de la difusión ajustada, ya que requiere la dispersión de iones previo a su activación para causar la gelación de las partículas del hidrocoloide. Esto usualmente implica la adición de una forma inactiva del ion que causara la unión cruzada del hidrocoloide, que es entonces activada por un cambio ejemplo en pH después de que se completa la dispersión del hidrocoloide (Glicksman, 1983; Hoefler, 2004). Esto es particularmente útil en sistemas de alginato que pueden gelificar rápidamente y pueden volverse sistemas no homogéneos si la gelación ocurre antes de una adecuada dispersión (Burey, 2008).

1.2.4 Extrusión

La extrusión es una técnica comúnmente usada para la formación de partículas en gel. En una escala pequeña, esta implica el uso de una aguja de jeringa (Blandino *et al.*, 1999; Cheng & Lim, 2004; Hills *et al.*, 2000; Hunik & Tramper, 1993). Una solución hidrocoloidal es cargada en una jeringa y luego extruida a través de la aguja, para formar gotas que luego se gelifican según las condiciones en las que se extruye la solución hidrocoloidal. El tamaño de las gotas, y las subsecuentes partículas gelificadas depende del diámetro de la aguja, la razón de flujo y la viscosidad de la solución.

Esta técnica puede ser aplicable a hidrocoloides de gelificación rápida que no requieran iones para gelificación, pero también puede ser usada para extruir gotas en un baño coagulante que contiene iones que promueven la gelificación de la solución. Si el gel es ionotrópico, entonces la concentración de la solución iónica en el baño coagulante afectara el tamaño final del gel. Comúnmente el tamaño del gel empleando esta técnica es de 0.5-6 mm usando el método convencional de goteo (Blandino *et al.*, 1999; Murakata *et al.*, 2001; Ouwerx *et al.*, 1998) y en escala de cientos de micras si se utiliza una técnica modificada para atomizar la solución hidrocoloidal. (Murakata *et al.*, 2001). En una escala industrial extrusores comerciales e intercambiadores de calor de superficie raspada podrían ser usadas para formar partículas en gel (Brown *et al.*, 2004; Peng *et al.*, 2006).

1.3 POLÍMEROS COMO AGENTES ENCAPSULANTES

Los hidrocoloides son polímeros hidrofílicos que generalmente contienen muchos grupos hidroxilos y podrían ser polielectrolitos. Son derivados de origen vegetal, animal, microbiano o sintético y están presentes de forma natural en productos alimenticios o se añaden para controlar propiedades funcionales de tales alimentos (Glicksman, 1983; Hoefler, 2004). En la mayoría de las aplicaciones prácticas de hidrocoloides, son principalmente empleados los polisacáridos, aunque algunas proteínas pueden ser usadas. Los hidrocoloides son usados para modificar diversas propiedades de los alimentos incluyendo reología (la forma de enlazarse y gelificarse) y unión con el agua, así como la estabilización de la emulsión, prevención de recristalización y mejorar propiedades organolépticas (Hoefler, 2004; Nussinovitch, 1997). Aplicaciones adicionales incluyen adhesión, suspensión, floculación, estabilización de espuma y formación de película.

Los hidrocoloides tienen diversas aplicaciones útiles de las cuales las más comunes encontradas son:

- Agentes estructurantes para su uso en productos alimenticios.
- Fases dispersas para aplicaciones en la fuerza y texturización en materiales alimenticios.
- Agentes de liberación controlada para su uso en aplicaciones farmacéuticas, alimenticias y agrícola (Burey, 2008).

La correcta elección del material de pared es muy importante porque tiene efecto en la eficiencia de encapsulación y estabilidad de la microcápsula. El material de pared ideal debe tener las siguientes características (Desai & Park, 2005):

1. Buena propiedad reológica a alta concentración y fácil capacidad de trabajo.
2. Capacidad de dispersar o emulsionar el material activo y estabilizar la emulsión producida.
3. Sin reactividad química con los materiales activos del núcleo a encapsular durante el procesamiento.

4. Capacidad para sellar y mantener el material activo dentro de su estructura durante el procesamiento o almacenamiento.
5. Capacidad de liberar completamente el solvente u otros materiales usados durante el proceso de encapsulación bajo secado u otras condiciones de desolventización.
6. Capacidad para proporcionar la máxima protección al material activo contra las condiciones ambientales (por ejemplo, oxígeno, calor, luz y humedad)
7. La solubilidad del disolvente debería ser aceptable para la industria alimentaria (por ejemplo, agua y etanol).

1.3.1 Proteínas

Aunque los hidrocoloides alimenticios son ampliamente empleados como microencapsulantes de sabor, las proteínas alimenticias como el caseinato de sodio, la proteína de suero de leche y los aislados de proteína de soya aparentemente no han sido usados para este propósito (Kim *et al.*, 1996). Debido a sus diferentes grupos químicos, propiedades anfifílicas, capacidad para auto asociarse e interactuar con una variedad de diferentes tipos de sustancias, alto peso molecular y flexibilidad en la cadena molecular, estas proteínas tienen excelentes propiedades funcionales como solubilidad, viscosidad, emulsificante, y propiedades de formación de película, y deberían ser usadas en la encapsulación.

Durante la formación de la emulsión las moléculas de proteínas se absorben rápidamente en la interfase aceite-agua recién formada. La capa estérica-estabilizante resultante protege inmediatamente las gotas de aceite contra recoalescencia y a partir de entonces proporciona estabilidad física a la emulsión durante el proceso y almacenamiento (Dalglish, 1997; Dickinson, 2001).

En el mercado internacional, las proteínas de suero de leche están disponibles como polvos de aislados de proteínas de suero (95-96% de proteína) o concentrado de proteínas de suero (WPC-50, WPC-70). WPC 70 da propiedades requeridas a la superficie para estabilizar emulsiones. Materiales basados en proteínas como la polipeptona, proteína de soya o

derivados de gelatina son capaces de formar soluciones estables con compuestos volátiles, sin embargo, sus solubilidades en agua fría, su potencial capacidad para reaccionar con carbonilos y su alto costo limita sus potenciales aplicaciones (Bangs & Reineccius, 1988).

La gelatina, un producto de hidrólisis del colágeno, es ampliamente usado en coacervación compleja (Ducel *et al.*, 2004). Este es un material soluble en agua que tiene capacidad para formar una pared cuando mezclas de compuestos volátiles, agua y material de pared son secados por aspersion (Lee *et al.*, 2000).

1.3.2 Carbohidratos de cadena larga

Los carbohidratos como los almidones, sólidos de jarabe de maíz y las maltodextrinas son usados como agentes encapsulantes. Estos materiales se consideran buenos agentes encapsulantes porque presentan bajas viscosidades a altos contenidos de sólidos y una buena solubilidad, pero la mayoría de ellos carecen de las propiedades interfaciales requeridas para una alta eficiencia de microencapsulación, asociado con otros materiales encapsulantes como proteínas o gomas. Además, es conocido que los polisacáridos tienen propiedades gelificantes que podrían estabilizar las emulsiones hacia la floculación y coalescencia (Dagleish, 2006).

Un enfoque novedoso para mejorar las propiedades encapsulantes de materiales de pared comunes consiste en modificaciones químicas de los carbohidratos. Por ejemplo, algunos almidones modificados tienen propiedades de superficie activa y son ampliamente utilizados en el proceso de microencapsulación mediante secado por aspersion. Los productos de almidón hidrolizados son compuestos hidrofílicos, por lo tanto, tienen poca afinidad por los condimentos hidrofóbicos (Shaikh, Bhosale, & Singhal, 2006). Su naturaleza hidrofílica puede ser modificada mediante el enlace de cadenas laterales hidrofóbicas como el octenol (Drusch & Schwarz, 2006).

Las maltodextrinas proporcionan buena estabilidad oxidativa al aceite encapsulado, pero exhibe poca capacidad emulsionante, baja estabilidad a la emulsión y baja retención de aceite

(Kenyon, 1995). La pectina es un polímero capaz de producir emulsiones estables en baja concentración. Las propiedades emulsionantes de la pectina son debido a residuos proteicos presentes en la cadena de pectina y su composición química caracterizada por un mayor contenido de grupos acetilo (Leroux *et al.*, 2003).

El uso de carbohidratos de bajo peso molecular en la microencapsulación generalmente se asocia con problemas de apelmazamiento, colapso y recristalización del carbohidrato amorfo durante el almacenamiento. El apelmazamiento puede ser explicado por la formación de enlaces entre partículas, con partículas adyacentes cuando la viscosidad superficial alcanza un valor crítico (Le Meste, Champion & Roudaut, 2002).

Las gomas son empleadas en la microencapsulación por su formación de película y propiedades de estabilización de la emulsión. Entre todas las gomas; la goma de acacia, generalmente llamada goma arábica, se destaca debido a sus excelentes propiedades de emulsificación y por lo tanto es ampliamente utilizada.

La goma arábica es un polímero que consiste en ácido D-glucurónico, L-ramnosa, D-galactosa y L-arabinosa, con aproximadamente 2% de proteína. Las propiedades de emulsificación de la goma arábica se atribuyen a la presencia de esta fracción de proteína (Dickinson, 2003). La goma arábica es generalmente preferida porque produce emulsiones estables con la mayoría de los aceites en un amplio rango de pH, y también forma una visible película en la interfaz de aceite. Por lo general, la proporción de aceite / material de pared, cuando se usa goma arábica, es menor que 0.15. La goma arábica es ideal para la microencapsulación de lípidos debido tanto a su actividad superficial como a sus propiedades de formación de película.

Sin embargo, otro estudio mostró que la goma arábica no es eficiente como material de pared para la encapsulación de cinco diferentes monoterpenos (citral, linalool, β -mirceno, limoneno, y β -pineno) (Bertolini, Siani & Grosso, 2001).

De hecho, las cápsulas obtenidas a base de goma arábiga muestran una limitada capacidad de barrera contra la oxidación porque actúan como membranas semipermeables y su permeabilidad al oxígeno es un factor preponderante en la vida útil del material del núcleo. Del mismo modo, costos, suministro limitado y variaciones de calidad han restringido el uso de goma arábiga para encapsulación, propósito por el cual investigadores buscan alternativas de materiales microencapsulantes.

1.3.3 Quitosano

El quitosano es un biopolímero que podría usarse para la preparación de diversos productos complejos de polielectrolitos con polianiones naturales como xantano, alginato y carrageninas. Los complejos de polianiones-quitosano han sido ampliamente investigados para aplicaciones como el suministro de fármacos y proteínas, el trasplante de células y la inmovilización de enzimas.

Entre estos complejos, el complejo de quitosano-alginato puede ser el sistema de hidrogel de administración farmacéutica más importante. La fuerte interacción electrostática de los grupos amina de quitosano con los grupos carboxilo de alginato conduce a la formación del complejo de quitosano- alginato. Las gotas de gel de quitosano-alginato con un núcleo de quitosano y una piel de quitosano-alginato se preparan adicionando una solución de alginato en una solución de quitosano.

Debido a la protonación del grupo amino en el quitosano y la ionización del grupo de ácido carboxílico en el alginato, la estabilidad del quitosano está influenciada por parámetros ambientales tales como el pH y la fuerza iónica. Se ha encontrado que el quitosano macromolecular se une rápidamente a la superficie de la gota de alginato, pero se limita a difundirse en el núcleo interno. En orden para aumentar la estabilidad del complejo de quitosano-alginato, solución de quitosano, cloruro de calcio fue empelado para la gelificación del alginato.

La presencia de iones de calcio en la solución de quitosano durante la incubación tiene un gran efecto sobre la capacidad de una capsula de gel para unirse al quitosano. A medida que aumenta la concentración de cloruro de calcio, la velocidad y el alcance del proceso de unión al quitosano también aumenta proporcionalmente (Patil *et al.*, 2010).

1.3.4 Alginatos

El alginato es un polisacárido natural no tóxico, biodegradable, obtenido a partir de algas pardas marinas, y ciertas especies de bacterias. El alginato de sodio es una sal de sodio del ácido algínico, un polisacárido natural y un polímero lineal compuesto de residuos de ácido 1,4- β -D-Manurónico (M) y de ácido α -D-glurónico (G) en diversas proporciones y arreglos. Las regiones homopoliméricas compuestas de bloques M y G se encuentran intercaladas con regiones heteropoliméricas M y G conocidas como "unión caja de huevos".

El alginato de sodio es soluble en agua y forma una estructura reticulada que puede enlazarse cursadamente con cationes divalentes o polivalentes para formar una malla insoluble. Cationes de calcio y zinc han sido reportados para la reticulación de grupos ácidos de alginato.

El alginato parece ser muy prometedor debido a su naturaleza no tóxica, biodegradable y biocompatible y se ha investigado en detalle. Su propiedad única de formar geles de alginato de calcio insolubles en agua a través de gelificación iónica con iones de calcio es una condición simple, moderada y ecológica que ha permitido encapsular agentes macromoleculares bioactivos como células, enzimas, proteínas y vacunas.

Recientemente, muchos esfuerzos en investigación han sido concentrados en el desarrollo de cápsulas de alginato de calcio cargadas con diversos agentes terapéuticos de bajo peso molecular. En varios estudios, las cápsulas de alginato se han utilizado como vehículos excelentes.

Otra propiedad importante de las cápsulas de alginato es su capacidad de re-hinchamiento. Esta propiedad es sensible al pH del ambiente. Por lo tanto, los ácidos sensibles de los fármacos incorporados dentro de las cápsulas pueden protegerse del jugo gástrico (Patil *et al.*, 2010).

1.3.5 Mucílagos

Los mucílagos son biopolímeros complejos con gran capacidad de absorber agua, los cuales son extraídos de plantas (semillas o tallos suaves) mediante el sumergimiento en agua (Kaewmanee *et al.*, 2014). Estos mucílagos tienen propiedades funcionales como agentes espesantes, emulsionantes, espumantes y encapsulantes, por lo que han sido aplicados en la formulación de coacervados, emulsiones, películas comestibles y microcápsulas de compuestos activos, de esta manera representan alternativas interesantes para la industria alimentaria.

Algunos ejemplos de extracción y aplicación de mucílagos obtenidos de distintas fuentes son: el de la planta de *Aloe vera* (Cervantes-Martínez *et al.*, 2014), el de semilla de tamarindo (Alpizar-Reyes *et al.*, 2017), el de semilla de linaza (Kaewmanee *et al.*, 2014), el de cladodios de pitahaya (*Hylocereus undatus*) (García-Cruz *et al.*, 2013), el de semillas de *Lepidium perfoliatum* (Koocheki *et al.*, 2013) y el de semillas de chía (*Salvia hispanica* L.) (Muñoz *et al.*, 2012b; Capitani *et al.*, 2013).

1.3.5.1 Mucílago de nopal

El mucílagos de nopal (MN), obtenido de cladodios de *Opuntia ficus indica* (miembro de la familia *cactaceae*), es una mezcla de polisacáridos ácidos y neutros cuya estructura está compuesta por 24.6–42% de arabinosa; 21–40.1% de galactosa; 8–12.7% de ácido galacturónico; 7–13.1% de ramnosa y 22–22.2% de xilosa, además de glicoproteínas (Sáenz *et al.*, 2004). El MN tiene un peso molecular de 2.3×10^4 a 4.3×10^6 Da y se comporta como un polielectrolito (Medina-Torres *et al.*, 2000).

El análisis proximal del MN en polvo indica que está constituido por carbohidratos (66.65 ± 0.61), proteína (6.34 ± 0.61), cenizas (23.19 ± 0.69), lípidos (0.59 ± 0) y humedad (3.23 ± 0.39) expresado en g/100g (Rivera-Corona *et al.*, 2014).

El MN es un material espesante con un comportamiento reológico no-Newtoniano de tipo pseudoplástico, el cual se atribuye a la configuración de bobina aleatoria (random coil, en

inglés) del mucílago (Medina-Torres *et al.*, 2000). Asimismo, el MN tiene una temperatura de transición vítrea (T_g) de 45°C con una humedad de 7.2% (León-Martínez *et al.*, 2010).

El MN ha sido usado como retenedor de agua, espesante de alimentos, emulsionante (León-Martínez *et al.*, 2010), como agente encapsulante de ácido gálico por secado por aspersion con buenos resultados (Medina-Torres *et al.*, 2013) y como componente de películas comestibles de frutas para extender su tiempo de vida de anaquel tomando ventaja del bajo costo del material (Zambrano-Zaragoza *et al.*, 2014).

1.4 MEZCLAS DE BIOPOLÍMEROS

Las mezclas de biopolímeros pueden conducir a grandes cambios en la conformación y en las interacciones de los biopolímeros, dichos cambios pueden influir en las propiedades fisicoquímicas de las dispersiones como en su apariencia, reología y estabilidad. Además, las interacciones entre biopolímeros podrían formar estructuras con nuevas propiedades funcionales como espesantes, formadores de gel, espumantes, emulsionantes o encapsulantes (McClements, 2005).

El tipo de interacciones entre biopolímeros depende de sus estructuras y de sus características moleculares (peso molecular, hidrofobicidad, carga eléctrica y flexibilidad), así como de sus concentraciones (Li *et al.*, 2012). Por otro lado, considerando que los biopolímeros están cargados eléctricamente, ciertos factores como el pH, la fuerza iónica y el calentamiento tienen un efecto sobre la estabilidad de sus estructuras (Turgeon *et al.*, 2003). Las interacciones más comunes entre biopolímeros que pueden provocar la unión o repulsión de partículas son las interacciones hidrofóbicas, electrostáticas, estéricas o puentes de hidrógeno (McClements, 2005).

En las mezclas entre dos o más polisacáridos las moléculas interactúan formando redes a través de zonas de unión específicas generando geles más robustos, como ocurre con la mezcla de goma de xantana – galactomanana cuya fuerza de gel depende de la proporción de manosa – galactosa (Schorsch *et al.*, 1997). Por otro lado, las interacciones polisacárido –

proteína son normalmente interacciones de tipo electrostáticas entre biopolímeros con cargas opuestas, sin embargo, en algunos casos, las interacciones macromoleculares primarias se dan mediante la formación de puentes de hidrógeno e interacciones hidrofóbicas (Doublier *et al.*, 2000).

2. JUSTIFICACIÓN

2. JUSTIFICACIÓN

En los últimos años la industria alimentaria ha dado un giro radical en torno al tipo de alimentos que se desarrollan, ya que el consumidor se interesa por productos benéficos para la salud humana, de origen natural, biodisponibles, de bajo costo y con un aporte nutricional para mejorar la calidad y estilo de vida, lo que ha impactado positivamente en la demanda de hidrocoloides de origen natural.

En ese sentido, los mucílagos surgen como una opción potencial de aplicación en la industria alimentaria y/o farmacéutica. Los mucílagos son fuentes de hidrocoloides totalmente naturales, con aportes calóricos bajos ideales para el desarrollo de alimentos dietéticos, además de tienen propiedades funcionales como agentes emulsionantes, espumantes, espesantes y encapsulantes.

El mucílago de nopal (MN) es obtenido a partir de cladodios de nopal, una materia prima altamente producida en México, y su producción representa una de las actividades agrícolas con mayor relevancia, ya que gracias a las características de esta especie vegetal es posible cultivarla en diferentes regiones del país. El MN ha sido usado como retenedor de agua, espesante de alimentos, emulsionante, como agente encapsulante de ácidos graso esenciales y como componente de películas comestibles de frutas para extender su tiempo de vida de anaquel tomando ventaja del bajo costo del material, por lo que resulta atractivo la aplicación de este mucílago.

Teniendo en cuenta las propiedades funcionales del mucílago de nopal (MN) en este trabajo se tiene como objetivo de estudio emplear alginato de sodio (AS) y mezclas de mucílago de nopal (MN)-alginato de sodio (AS) como material de pared para la encapsulación de aceite de ajonjolí (AA) mediante gelación iónica obteniendo esferas de los geles por extrusión de la emulsión y analizar si existe un efecto sinérgico entre ambos biomateriales (biopolímero) que brinden ciertas características a las esferas de los geles que se conformaran para tener altas eficiencias de encapsulamiento y retardar la oxidación del aceite, ya que los ácidos grasos insaturados de este aceite son químicamente inestables en presencia de oxígeno y temperatura.

3. HIPÓTESIS

3. HIPÓTESIS

La conformación de geles mediante mezclas de mucílago de nopal (MN)-alginato de sodio (AS) contribuirá a retardar la oxidación del aceite de ajonjolí (AA), y tener altos porcentajes de eficiencia de encapsulamiento.

4. OBJETIVOS

4. OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

Desarrollar geles de mezclas biopoliméricas de mucílago de Nopal (MN)-Alginato de Sodio (AS) conteniendo aceite de ajonjolí (AA) mediante gelación iónica.

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Extraer el mucílago de nopal (MN) mediante un proceso físico y obtenerlo en forma de polvo mediante deshidratación por convección.
- Extraer el aceite de ajonjolí (AA) mediante prensado en frío.
- Obtener un diagrama de fases de sistemas mucílago de nopal (MN)-alginato de sodio (AS).
- Desarrollo de las emulsiones O/W del aceite de ajonjolí (AA).
- Formular y obtener los geles de mucílago de nopal (MN)-alginato de sodio (AS) conteniendo aceite de ajonjolí (AA) mediante gelación iónica.
- Determinar contenido de aceite superficial, total de los geles y eficiencia de encapsulación.
- Realizar perfiles de liberación del aceite contenido en los geles.
- Obtener imágenes de la estructura interna de los geles mediante microscopía óptica.
- Determinar cinéticas de oxidación del aceite encapsulado.

5. MATERIALES Y MÉTODOS

5. MATERIALES Y MÉTODOS

5.1 MATERIALES

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

Los cladodios de nopales (*Opuntia ficus indica*) se obtuvieron en la central de abastos de Toluca, Estado de México, México, y se trataron eliminando las espinas de la piel; su contenido de humedad inicial fue de $93.40 \pm 0.10\%$.

El alginato de sodio (AS) empelado como agente encapsulante fue adquirido en Toluca de Lerdo en la tienda FMC corporación como protanal RF 6650 alginato.

Los reactivos y solventes utilizados son grado analítico, adquiridos en la compañía Sigma Aldrich S.A. de C.V., Toluca, Estado de México.

El agua destilada 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.

5.2 MÉTODOS

5.2.1 Extracción de aceite de ajonjolí

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

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

5.2.2 Extracción de mucílago de nopal

El mucílago de nopal (MN) se extrajo de los cladodios siguiendo el método de León-Martínez *et al.* (2010) con ligeras modificaciones. Los cladodios de nopal se cortaron en rebanadas con un área de contacto de 36 cm² y un grosor de 2±0.2mm. Las rebanadas se pesaron y se colocaron en un contenedor de acero inoxidable al cual se adicionó agua destilada en una proporción 1:2.5 nopal-agua destilada. La mezcla se llevó a una temperatura de 86°C por 2.5 h bajo agitación con un agitador modelo BDC-3030 (Caframo, Ontario, Canadá). El mucílago extraído se separó de la fase sólida por filtración usando una malla metálica No.100. El MN filtrado se colocó en charolas de aluminio y se secó a una temperatura de 65°C por 4 h utilizando un horno de convección modelo HCX II (San-son plus, Estado de México, México). El tamaño del mucílago en polvo se estandarizó usando una malla No. 40 (420 µm). Una vez obtenido el mucílago de nopal seco se guardó en un contenedor de plástico para preservarlo libre de humedad durante su almacenamiento.

5.2.3 Diagrama de fases binario para el estudio de las interacciones de polielectrolitos

El diagrama de fases fue realizado siguiendo el modelo Vasile *et al.* (2017) con ligeras modificaciones para estudiar las interacciones de polielectrolitos y su efecto sobre el estado físico de la suspensión acuosa previo a emulsificación, y durante la formación del gel por gelación iónica.

Se realizó un diagrama de fases binario de mezclas MN-AS, variando las concentraciones de MN (0-2% p/v) y AS (0-25% p/v) en suspensiones acuosas a temperatura ambiente, de acuerdo con un enfoque de red simple (Correa, 2003; Mestdagh & Axelos, 1999). Para ello, 0, 0.075, 0.1, 0.125, 0.2 y 0.25 g de AS se introdujeron en 10 mL de dispersiones acuosas que contienen 0, 0.075, 0.1, 0.125 y 0.2 g de MN en todas las combinaciones de mezclas. Las dispersiones hidrocoloidales se dejaron en reposo durante toda la noche a 25°C para completar la hidratación de los polímeros. Después de eso, el estado físico macroscópico de las suspensiones se caracterizó visualmente como estados de DISP (flujo cuando el tubo está invertido) o GEL (no fluye cuando el tubo está invertido).

5.2.4 Formulación y obtención de emulsiones

Las emulsiones O/W del aceite de ajonjolí (AA) se formularon utilizando tres mezclas de MN-AS (0:100, 50-50 y 62.5-37.5 %) como agentes emulsionantes. Las dispersiones acuosas de los biopolímeros se prepararon a una concentración de 2% (p/v), la relación agente emulsionante (material de pared) respecto al aceite (material de núcleo) fue 1:5 y la fracción volumétrica dispersa ($\phi_{O/W}$) de 0.1. En la tabla 1 se muestran las formulaciones de cada sistema.

Tabla 1. Formulación de los sistemas mucílagos de nopal (MN) – alginato de sodio (AS)

Sistema	AS %	MN %	H ₂ O destilada %	Aceite de ajonjolí %
1	2	0	98	10
2	1	1	98	10
3	0.75	1.25	98	10

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

5.2.5 Obtención de los geles en forma de esferas

La obtención de los geles de MN-AS se llevó a cabo siguiendo el método propuesto por Chan (2011) con ligeras modificaciones. Las emulsiones fueron extruidas a través de una aguja de 0.55 mm y se gotearon en una solución de 100 ml de CaCl₂ contenida en un vaso de precipitado con agitación a 300 rpm usando un agitador mecánico. La agitación se continuó durante 60 min para completar la gelación y producir cápsulas esféricas. Luego la mezcla se

filtró donde las cápsulas separadas se lavaron repetidamente con agua destilada y posterior estas se secaron en una estufa a 45°C durante 24 h. Las esferas secas se almacenaron en un desecador hasta su uso posterior.

5.2.6 Rendimiento del proceso de encapsulación

El rendimiento es la razón entre la cantidad de esferas obtenidas y la cantidad de emulsión utilizada en el proceso de encapsulación. El rendimiento del proceso de encapsulación fue calculado usando la siguiente expresión (Benavides et al 2016):

$$Y(\%) = \frac{M_{Cap}}{M_{emu}} * 100 \quad (1)$$

Donde M_{Cap} es el peso de las cápsulas y M_{emu} es el peso de la emulsión usada.

5.2.7 Aceite superficial en las esferas

El aceite no encapsulado se determinó según el método descrito por Vasile *et al.* (2017). El aceite superficial (SO) fue medido como el aceite extraído después de ser agitado en n-hexano sin la ruptura de la estructura de la capsula durante 60s, suponiendo que este tiempo fue adecuado para extraer el aceite libre de la superficie de la capsula. Aproximadamente 1 g de cápsulas se agitó en un matraz con 5 mL de n-Hexano durante 60 s. El sobrenadante se transfirió a un tubo previamente pesado y el aceite superficial se determinó por diferencias de peso, después de la evaporación del disolvente a temperatura ambiente.

5.2.8 Determinación de aceite total en las esferas

El aceite total se determinó de acuerdo al método descrito por Rodea González *et al.* (2012) con ligeras modificaciones. Se pesaron 5 g de cápsulas, a las cuales se les extrajo el aceite utilizando el equipo de extracción de grasas Soxhlet empleando éter de petróleo como disolvente extractor, durante un espacio de 6 h.

Posteriormente se evaporó el residuo del disolvente (éter de petróleo) empleando la evaporación al vacío a 80°C. Se pesó el aceite obtenido después de la evaporación y se tomó como el contenido de aceite total en las cápsulas, el cual fue calculado gravimétricamente (Jiménez *et al.*, 2006).

5.2.9 Eficiencia de encapsulamiento

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

$$EE\% = \frac{(O_{total} - O_{superficial})}{O_{total}} \times 100 \quad (2)$$

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

5.2.10 Perfiles de liberación del aceite

Los perfiles de liberación del AA de las cápsulas se obtuvieron basados en el método de Peniche *et al.* (2004) con modificaciones. Se llevó a cabo la agitación de muestras de 1g de cápsulas de cada sistema a diferentes intervalos de tiempo (5, 10, 15, 20, 25 y 30 min) adicionadas a 20 mL éter de petróleo contenidos en un vaso de precipitado. Al término las cápsulas se separaron del solvente por filtración, se colocaron en recipientes de aluminio identificados y el residuo del solvente se secó en una estufa a 25°C.

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

5.2.11 Microscopía óptica de las esferas

Las imágenes de microscopía óptica de la estructura interna de las cápsulas fueron obtenidas en un microscopio MOTIC BA-400 Xiamen, China, y empleando también el software MOTIC IMAGES PLUS 3.0, Wetzlar, Alemania, en una resolución de 10X para las muestras de los tres sistemas de cápsulas obtenidas.

Las cápsulas se cortaron cuidadosamente por la mitad con la ayuda de un bisturí, con la finalidad de obtener caras internas de las capsulas, posteriormente las muestras se colocaron sobre un portaobjetos, se cubrieron con un cubreobjetos y se examinaron en el microscopio.

5.2.12 Cinética de oxidación del aceite por valor peróxido

5.2.12.1 Acondicionamiento del aceite y de las esferas

El aceite de ajonjolí (AA) sin encapsular (2.0 mL) y las cápsulas de cada sistema (5 g) se colocaron dentro de mini-desecadores de vidrio de aproximadamente 20 mL y se almacenaron en una estufa (sin luz) a 25°C, 35°C y 45°C para acelerar el proceso de oxidación, con una actividad de agua controlada en el intervalo de 0.2 a 0.4 trabajando con cloruro de magnesio (MgCl₂). La oxidación de las muestras se determinó al tiempo cero y cada semana durante ocho semanas de almacenamiento.

5.2.12.2 Valor peróxido

Para conocer el valor peróxido del aceite encapsulado se tuvo que realizar la extracción del aceite donde 0.5 g de cápsulas se dispersaron en 1 mL de agua para formar una emulsión, así, 0.3 mL de la emulsión reconstituida se mezclaron con 1.5 mL de solución isoctano/isopropanol 3:2 (v/v) en tu tubo de ensayo, y se agitó tres veces por 10 s con un vortex 3 Orbital Shakers (IKA, Alemania). Posteriormente, la muestra se separó usando una centrífuga 5810R (Eppendorf, Hamburgo, Alemania) a 3150×g por 10 min (Niu *et al.*, 2016). Por otro lado, el aceite sin encapsular no tuvo que ser extraído por lo que se utilizó de manera directa.

El valor peróxido del AA sin encapsular y del AA encapsulado se determinó de acuerdo al método de Shanta & Decker (1994) con ligeras modificaciones. 0.2 mL de la fase orgánica extraída de las esferas o del aceite sin encapsular se adicionaron a 2.8 mL de solución metanol/1-butanol 2:1 (v/v) y se hicieron reaccionar con 15 µL de tiocianato de amonio 3.94 M y 15 µL de solución de iones fierro (Fe^{+2}) 0.072 M. La solución de iones fierro (Fe^{+2}) se obtuvo del sobrenadante de la mezcla de 25 mL de BaCl_2 0.132 M con 25 mL de FeSO_4 0.144 M, ambas soluciones preparadas en HCl 0.4 M. Las muestras se dejaron reposar en la oscuridad durante 20 min. Finalmente, la absorbancia de las muestras se leyó a 510 nm usando un espectrofotómetro UV/Vis modelo Genesys 10 (Thermo Scientific, Waltham, MA, EUA) y las concentraciones de hidroperóxidos en el aceite se calcularon usando una curva estándar de hidroperóxidos de cumeno (Niu *et al.*, 2016).

5.2.12.3 Cinética de oxidación del aceite

Las curvas de valor peróxido en función del tiempo del AA sin encapsular y del AA encapsulado se ajustaron a modelos de orden cero y primer orden usando las ecuaciones lineales (3) y (4), respectivamente (Labuza, 1984):

$$C_{HP} = K_{HP}t + C_{HP_0} \quad (3)$$

$$\ln C_{HP} = \ln C_{HP_0} + K_{HP}t \quad (4)$$

donde C_{HP_0} es el valor peróxido inicial al tiempo cero (justo después del secado), C_{HP} es el valor peróxido al tiempo t , K_{HP} es la constante de formación de hidroperóxidos la cual fue obtenida de la pendiente de la curva valor peróxido en función del tiempo; en este caso, K_{HP} tuvo signo positivo ya que la formación de hidroperóxidos aumentó con el tiempo (Escalona-García *et al.*, 2016).

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Diagrama de fases binario para el estudio de las interacciones de polielectrólitos

Se evaluó el estado físico de las suspensiones acuosas que contienen alginato de sodio (AS), y mezclas de alginato de sodio (AS)-mucílago de nopal (MN) con el objetivo de identificar las concentraciones en las que las suspensiones acuosas de AS y MN-AS (mezclas) son adecuadas para emulsionar el aceite de ajonjolí (que será encapsulado mediante la técnica de gelación iónica). Se observó que las mezclas biopoliméricas de MN-AS no manifestaron separaciones macroscópicas de fase en ninguna de las concentraciones estudiadas, lo que indica una buena miscibilidad entre los biopolímeros (Ver **ANEXO 1**). Otro punto observado es que con el aumento de la concentración de MN la suspensión adquiría un color verde característico del nopal lo que se vería reflejado directamente en el color de las cápsulas.

Posteriormente se construyó un diagrama de fases binario MN-AS como se muestra en la Figura 3. Dos estados físicos distintos (SOL, DISP) fueron observados y limitados por una línea de fase teórica (Figura 3). Debajo de la línea, los sistemas fueron fluidos (fase DISP), con un cuerpo homogéneo de aspecto translucido al inicio y opaco conforme se agregó el mucílago de nopal (MN). A concentraciones superiores a la línea teórica, la viscosidad aumentó y se formó un GEL, de igual manera de aspecto translucido en un inicio y opaco agregando el mucílago. Se concluye que el aumento de la fracción del AS y la disminución de MN promueve la formación del GEL, mientras que la reducción de la concentración de AS y el aumento de MN; las suspensiones de MN-AS permanecen fluidas (DISP).

De acuerdo con Pongjanyakul *et al.* (2007) las cadenas de sacáridos son capaz de formar asociaciones intermoleculares por interacciones electrostáticas. En este sentido, los grupos hidroxilo y carboxilo presentes en MN pueden formar enlaces de hidrógeno intermoleculares con AS, aumentando la viscosidad de la dispersión.

El análisis del diagrama de fase (Figura 3) permitió ver que la mezcla MN-AS tiene el siguiente rango de concentraciones; AS: 0.25 a 1% y MN: 0.25 a 1.75%, en el cual la mezcla de biopolímeros tiene una fluidez adecuada para la producción de las emulsiones que tendrán la sustancia activa de interés (aceite de ajonjolí) y para su posterior transporte mediante la

inyección o goteo en el proceso de obtención de cápsulas (esferas). Puesto que la presencia de un GEL dificulta las etapas posteriores de encapsulación.

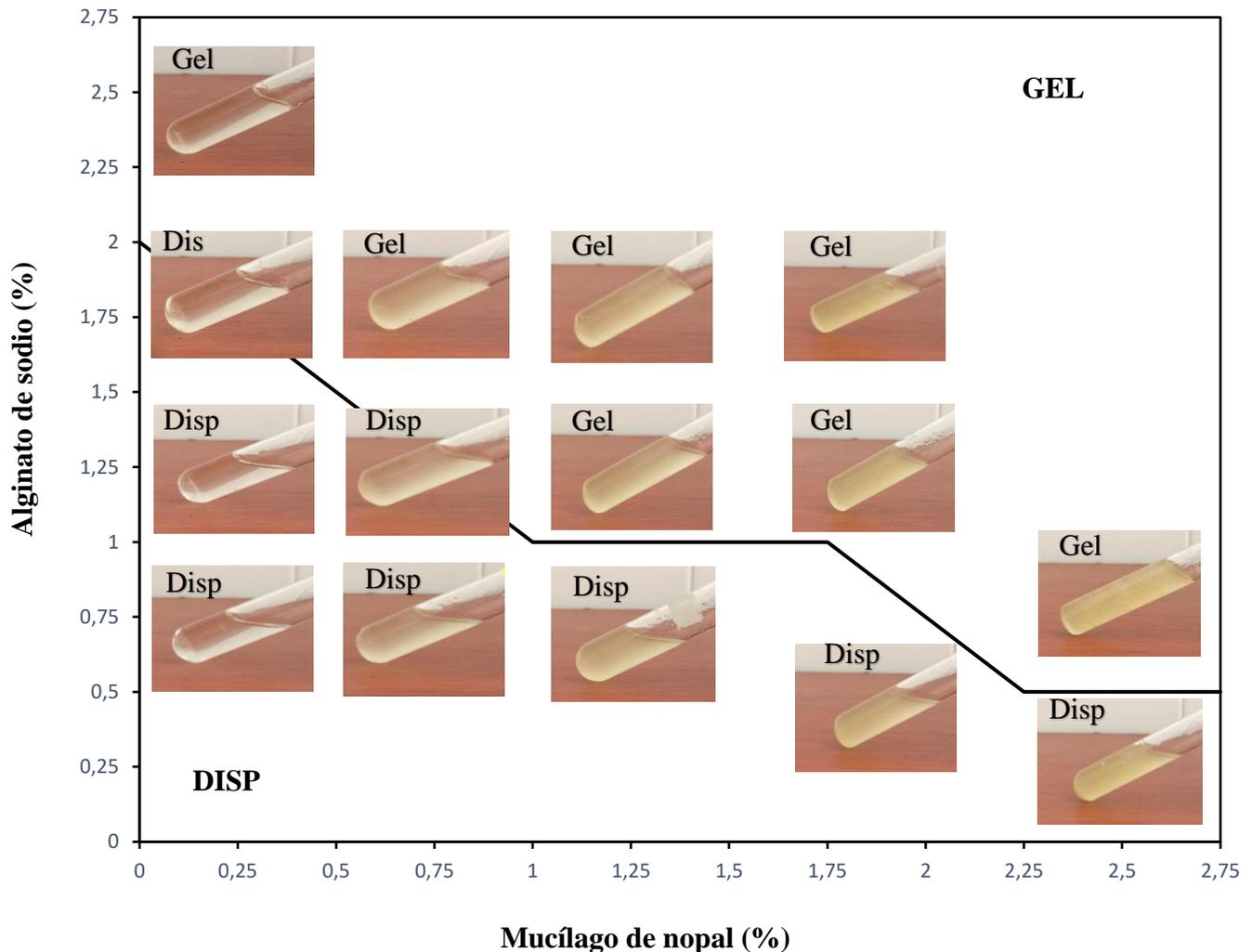


Figura 3. Diagrama de fases binario Alginato de sodio (AS) – Mucílago de nopal (MN).

Tomando como referencia los resultados obtenidos en el análisis del diagrama de fases binario se seleccionaron 3 sistemas para desarrollar las emulsiones de trabajo; un sistema trabajando solo con concentración de AS (0:2 % p/v) y dos sistemas con mezclas MN-AS (1:1, 1.25:0.75 % p/v) y ver el efecto que tienen como material de pared en la encapsulación de aceite de ajonjolí.

6.2 Rendimiento del proceso de encapsulación

De acuerdo a la cantidad de emulsión utilizada en el desarrollo de los 3 sistemas hidrocoloidales y la cantidad final de esferas o cápsulas de AS, y MN-AS obtenidas después de su secado se calculó el rendimiento del proceso de encapsulación (ver Tabla 2).

En base a los resultados presentados se puede decir que el rendimiento para cada uno de los tres sistemas de emulsión y cápsulas obtenidas es adecuado, pero con el detalle de que los sistemas 2 y 3 tienen una diferencia aproximadamente del 20% mayor respecto al sistema 1, indicando que el empleo de mezclas MN-AS en la encapsulación del aceite de ajonjolí es mejor.

Tabla 2. Rendimiento en el proceso de encapsulación de los sistemas AS y MN-AS

Sistema MN-AS	Aceite ajonjolí (g)	H ₂ O (g)	Mezcla de biopolímeros (g)	Total de emulsión(g)	Cápsulas secas (g)	Y (%)
1	10	98	2 (0:2% p/v)	12	8.7	72.50
2	10	98	2 (1:1% p/v)	12	11	91.66
3	10	98	2 (1.25:0.75% p/v)	12	11	91.66

Es importante mencionar que existe pérdida de la emulsión durante el proceso de goteo a través de la jeringa, lo que afecta directamente en el rendimiento, por lo que analizando el desarrollo de las emulsiones, la emulsión del sistema 1 (que contiene solo concentración de alginato de sodio (AS)) al ser más viscosa resulta difícil transportarla a través de la jeringa quedando restos de emulsión en las paredes del contenedor, lo que dio un porcentaje menor al de los dos sistemas que no fueron tan viscosos y su transporte no represento pérdidas de emulsión.

6.3 Aceite superficial y eficiencia de encapsulamiento en las cápsulas (esferas)

El aceite superficial (SO) y eficiencia de encapsulamiento (EE) de las esferas se muestran en la tabla 3.

Tabla 3. SO y EE de las cápsulas (esferas) AS y MN-AS

Sistema	Aceite superficial (%)	EE (%)
1 (0:2 % p/v MN-AS)	7.80	38.64
2 (1:1% p/v MN-AS)	3.00	80.64
3 (1.25:0.75 % p/v MN-AS)	3.00	91.44

La eficiencia de encapsulamiento reflejó la cantidad de aceite de ajonjolí dentro de las cápsulas y el grado en el que la matriz biopolimérica desarrollada pudo prevenir la difusión del aceite a través de la pared.

De acuerdo a la tabla 3, el porcentaje de eficiencia de encapsulamiento de las cápsulas (% *EE*) varía en el intervalo de 38.64 a 91.44% y el porcentaje de aceite superficial (%SO) en el intervalo 3.00 a 7.80%. A medida que la concentración de MN incrementó y la concentración de AS disminuyó en las mezclas MN-AS, los valores de %*EE* también aumentaron lo cual indicó mayor cantidad de aceite de ajonjolí en el núcleo y menor cantidad de aceite superficial en las cápsulas del sistema 2 y 3, caso contrario al sistema 1 donde el %*EE* disminuyó y el %SO aumentó.

En la microencapsulación o encapsulación de compuestos activos es deseable encontrar valores bajos en aceite superficial y valores altos de aceite total interno y de %*EE* ya que pueden conducir a un incremento en el rendimiento y en el tiempo de vida del material encapsulado, respectivamente. En este caso, las cápsulas de aceite de ajonjolí cubiertas con mezclas de MN-AS obtuvieron los mejores resultados frente a las cápsulas de AS para los parámetros evaluados, esto indica que la inclusión de MN en mezclas biopoliméricas propuestas como el material de pared representa un hidrocoloide de uso efectivo en la encapsulación de compuestos o sustancias activas.

6.4 Microscopía óptica de las esferas

Mediante el uso de un microscopio MOTIC BA-400 Xiamen, China, y empleando también el software MOTIC IMAGES PLUS 3.0, Wetzlar, Alemania, en una resolución de 10X se obtuvieron imágenes de la estructura interna de las cápsulas del sistema 1, 2, y 3. Se seleccionaron estructuras de dos cápsulas representativas de cada sistema y se presentan en la figura 4.

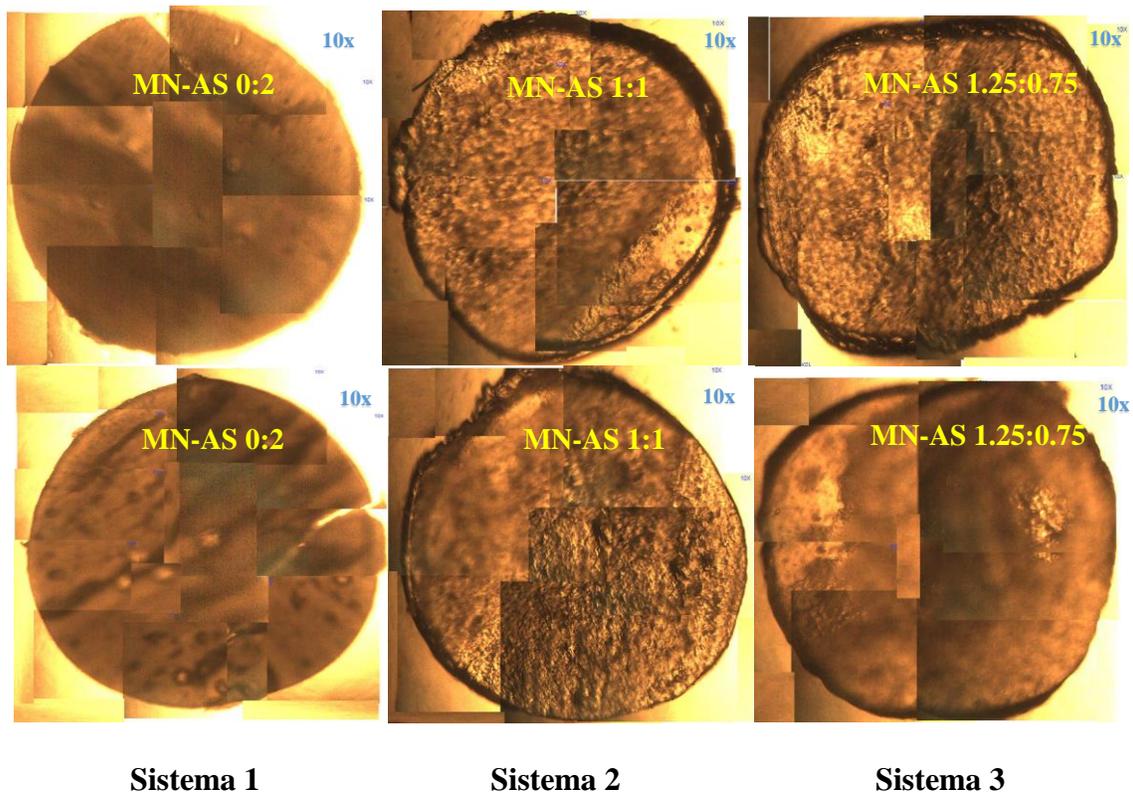


Figura 4. Imágenes obtenidas por microscopía óptica de las cápsulas de aceite de ajonjolí encapsuladas con AS y mezclas de MN-AS.

Para el sistema 1 la apreciación de la conformación interna de la cápsula mostró una estructura lisa con poca presencia del aceite y una capa delgada, aunque manifestó una mejor forma esférica, mientras que en las imágenes de los sistemas 2 y 3 se observó esferas irregulares, pero con una capa gruesa y una estructura porosa con presencia de aceite.

León-Martínez *et al.* (2010) estudiaron la morfología del MN secado por aspersion y encontraron aglomeración en su estructura lo cual fue atribuido al efecto electrostático y a fuerzas de Van der Waals, sin embargo, este efecto también puede ser debido a la higroscopicidad del MN. La higroscopicidad del biopolímero puede llegar a ser indeseable ya que dificulta el flujo y manipulación del material.

En la tabla 4 se muestran las medidas del radio, perímetro y área de las cápsulas, las cuales también se obtuvieron del programa empleado en obtener las imágenes ópticas.

Tabla 4. Radio, perímetro y área de las cápsulas, sistemas 1, 2 y 3.

Sistema	Cápsula	Radio (mm)	Perímetro (mm)	Área (mm ²)
1	1	1.16	7.26	4.19
	2	1.15	7.24	4.16
2	1	1.08	6.86	3.73
	2	1.06	6.85	3.74
3	1	1.02	6.64	3.62
	2	1.01	6.61	3.61

Las cápsulas con solo la concentración de AS tuvieron mayores tamaños de partícula con un diámetro que va de 2.30 a 2.32 mm y las cápsulas de las mezclas MN-AS tuvieron menor tamaño de partícula, con un diámetro que va de 2.02 a 2.16 mm siendo menores en el sistema 3 donde hay mayor concentración de MN.

El menor tamaño en los sistemas 2 y 3 es debido a que las suspensiones desarrolladas de entrada tuvieron baja viscosidad.

6.5 Perfiles de liberación del aceite

La liberación del aceite de ajonjolí en las cápsulas fue analizada por triplicado en los sistemas 1, 2 y 3 (Ver ANEXO 3). La figura 5 muestra los perfiles de liberación de aceite encapsulado con AS y mezclas de MN-AS en un intervalo de tiempo que va de 5 a 30 minutos, en estas circunstancias podemos observar que la liberación del aceite es mayor en el sistema de mezcla 1:1% p/v MN-AS, seguida por el sistema de mezcla 1.25:0.75% p/v MN-AS y, por último, el sistema que solo contiene AS como agente encapsulante. Con esto podemos decir que el empleo de mezclas MN-AS para encapsular tienen un efecto mayor sobre la velocidad de liberación del aceite que el empleo solo de AS, siendo más rápida cuando tenemos la misma cantidad de mucílago de nopal y alginato de sodio, es decir, en la relación 1:1% p/v.

Analizando el estado físico de las cápsulas se notó que las obtenidas con solo la concentración de AS presentaba mayor viscosidad a las obtenidas con las mezclas (ver ANEXO 2) lo cual dificulta la salida del aceite al exterior influyendo directamente en la velocidad de liberación.

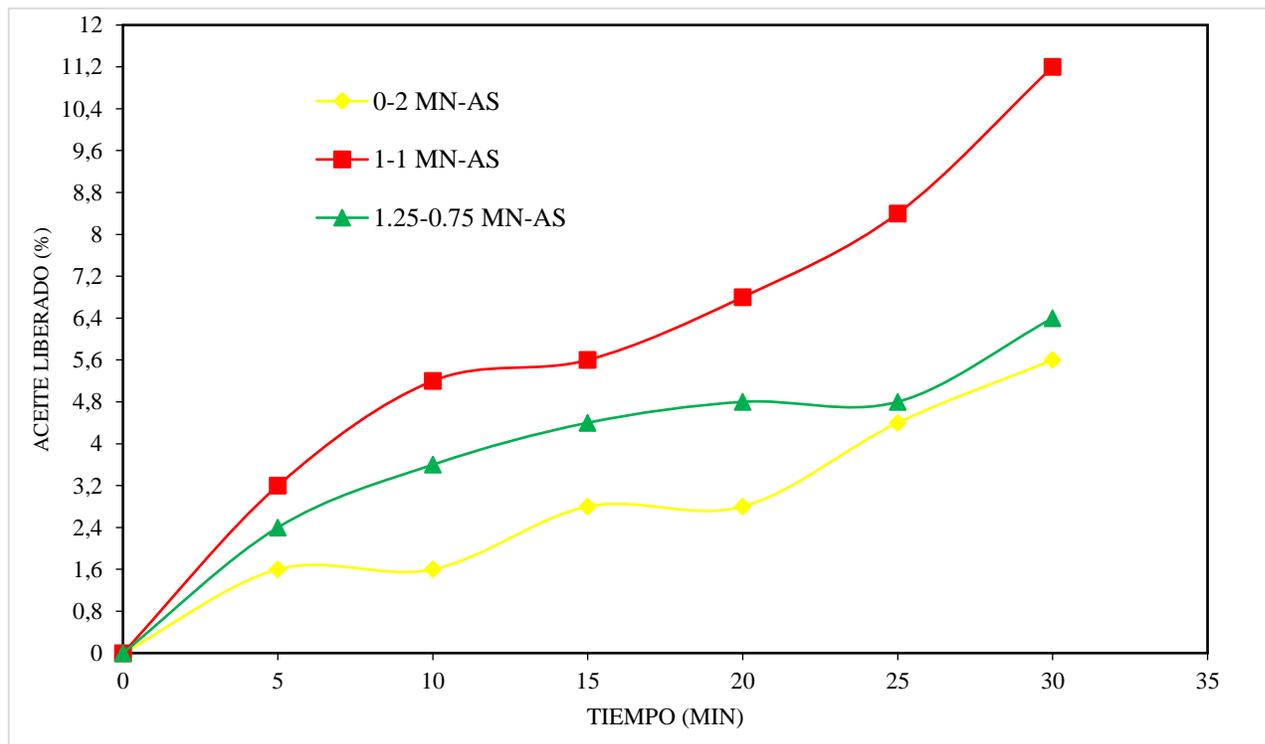


Figura 5. Perfiles de liberación de aceite de ajonjolí encapsulado con AS, y mezclas MN-AS. Los resultados son promedio (n=3).

6.6 Oxidación del aceite por valor peróxido

Las Figuras 6, 7 y 8 muestran cinéticas de oxidación por valor peróxido del aceite de ajonjolí (AA) sin encapsular y del aceite de ajonjolí (AA) encapsulado con AS, y mezclas MN-AS durante ocho semanas de almacenamiento a 25, 35 y 45°C. Los resultados de las cinéticas de oxidación se muestran en el **ANEXO 4**.

Se evaluó el AA sin encapsular el cual en base a los resultados nos damos cuenta que es sensible a la oxidación y se vuelve más sensible cuando las condiciones de temperatura aumentan.

En las condiciones de 25°C de almacenamiento la concentración inicial de hidroperóxidos (HP) fue de 27.79 meq de HP/ kg de AA, y alcanzó un valor máximo de 111.22 meq de HP/ kg de AA en la octava semana. A las condiciones de 35°C la concentración inicial de hidroperóxidos (HP) fue de 33.24 meq de HP/ kg de AA, y alcanzó un valor máximo de 210.86 meq de HP/ kg de AA en la sexta semana, finalmente a 45°C la concentración inicial de hidroperóxidos (HP) fue de 83.19 meq de HP/ kg de AA, y alcanzó un valor máximo de 175.76 meq de HP/ kg de AA en la sexta semana.

Las cápsulas de AA de los sistemas 0:2% p/v MN-AS, 1:1% p/v MN-AS, y 1.25:0.75% p/v MN-AS tuvieron un valor peróxido en el tiempo cero de 2.62, 2.95 y 6.19 meq de HP/ kg de AA respectivamente, en la semana 3 tuvieron un valor de 3.42 (0:2 MN-AS), 4.47 (1:1 MN-AS) y 5.17 (1.25:0.75) meq de HP/ kg de AA mostrando una mayor protección en este tiempo las cápsulas cubiertas solo con AS (0:2 MN-AS), sin embargo, a partir de la semana 4 la concentración de hidroperóxidos tuvo un aumento considerable para los sistemas 0:2 MN-AS y 1.25:0.75 MN-AS, al finalizar el almacenamiento en la semana 8 vemos que el valor peróxido fue 14.90, 8.26 y 14.24 meq de HP/ kg de AA para el sistema 0:2 MN-AS, 1:1 MN-AS, y 1.25:0.75 MN-AS respectivamente, en este caso el sistema 1:1 MN-AS mostro mayor protección al aceite encapsulado y almacenadas a 25°C.

Las cápsulas de AA que fueron almacenados a 35°C tuvieron un valor peróxido en el tiempo cero de 2.62, 2.95 y 6.19 meq de HP/ kg de AA para los sistemas 0:2 MN-AS, 1:1 MN-AS, y 1.25:0.75 MN-AS respectivamente, en la semana 2 tuvieron un valor de 4.22 (0:2 MN-AS), 5.36 (1:1 MN-AS) y 12.61 (1.25:0.75 MN-AS) meq de HP/ kg de AA mostrando una menor protección a este tiempo las cápsulas del sistema 25:0.75 MN-AS, sin embargo a partir de la semana 3 la concentración de hidroperóxidos tuvo un aumento considerable para los sistemas 0:2 MN-AS y 1.25:0.75 MN-AS. La mayor concentración de hidroperóxidos para los tres sistemas fue en la semana 6 teniendo los siguientes valores: 26.97, 12.92 y 28.87 meq de HP/ kg de AA para los sistemas 0:2 MN-AS, 1:1 MN-AS, y 1.25:0.75 MN-AS respectivamente, y de nuevo el sistema encapsulado con 1:1 MN-AS mostro mayor protección al aceite.

Finalmente, las cápsulas de AA de cada sistema que fueron almacenados a 45°C tuvieron un comportamiento similar a las cápsulas almacenadas a 25°C y 35 °C. La protección del sistema encapsulado con la mezcla 1:1 MN-AS se detectó a partir de la semana 4, al finalizar el almacenamiento en la semana 8 vemos que el valor peróxido fue 51.32, 38.26 y 53.75 meq de HP/ kg de AA para el sistema 0:2 MN-AS, 1:1 MN-AS, y 1.25:0.75 MN-AS respectivamente.

En base a los resultados de los tres sistemas y el aceite de ajonjolí almacenados a tres diferentes temperaturas (25°C, 35°C y 45°C) durante ocho semanas podemos decir que en efecto el aceite de ajonjolí se oxida rápidamente y que su oxidación se redujo al encapsularlo con AS y las mezclas de MN-AS, sin embargo, la mezcla 1:1 MN-AS empleada como material de pared influyó más en el nivel de protección

La disminución de los valores peróxido luego de los picos máximos se debe a que la reacción de oxidación continuó formando productos secundarios como:

- Aldehídos
- Cetonas
- Alcoholes
- Etc.

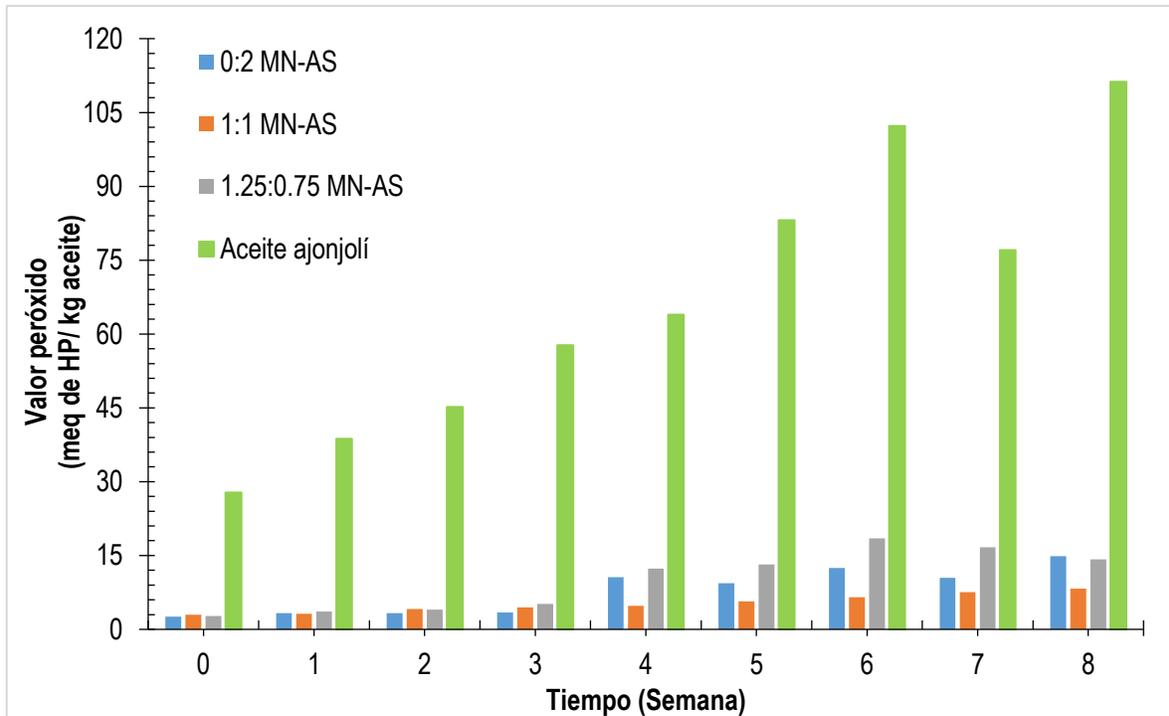


Figura 6. Cinética de oxidación del AA sin encapsular y del AA encapsulado con AS, y mezclas MN-AS, en almacenamiento por ocho semanas a 25°C.

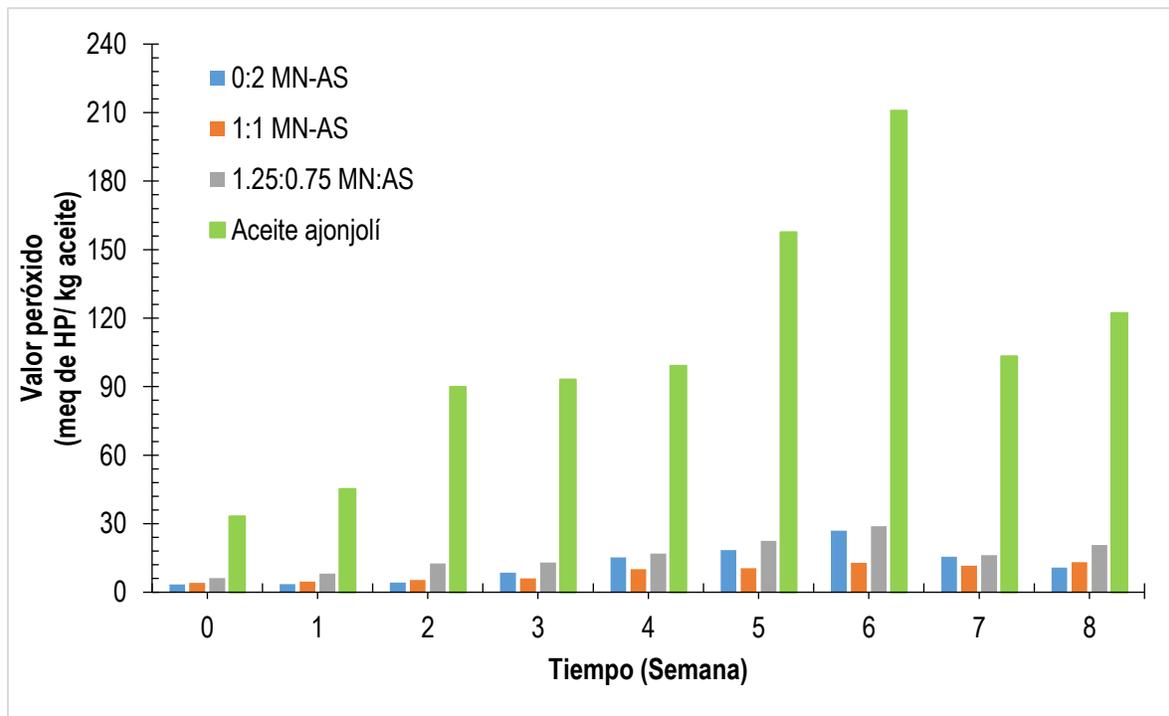


Figura 7. Cinética de oxidación del AA sin encapsular y del AA encapsulado con AS, y mezclas MN-AS, en almacenamiento por ocho semanas a 35°C.

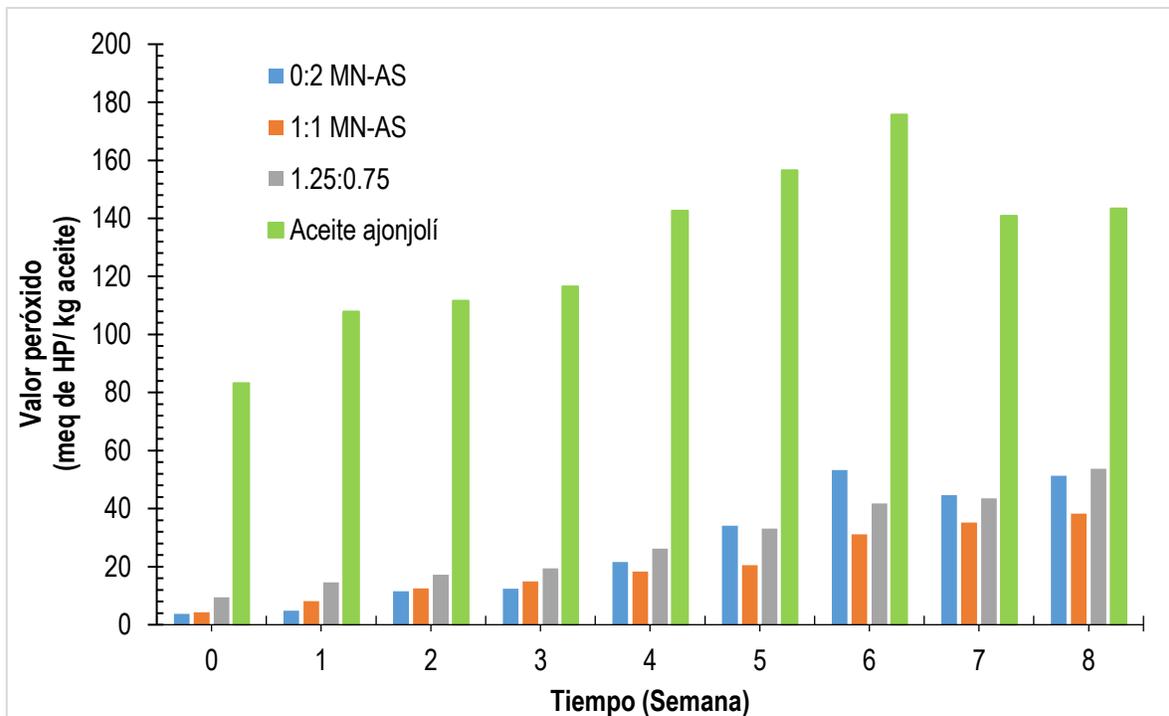


Figura 8. Cinética de oxidación del AA sin encapsular y del AA encapsulado con AS, y mezclas MN-AS, en almacenamiento por ocho semanas a 45°C.

6.6.1 Cinética de oxidación del aceite (Orden de reacción y modelo cinético)

El orden de reacción de la formación de hidroperóxidos (HP) por oxidación se determinó para el AA sin encapsular y el AA encapsulado con AS y las mezclas MN-AS mediante modelos de ley de potencia. Al evaluar los sistemas en reacciones de orden cero y uno a 25, 35 y 45 °C, los resultados (ANEXO 5) muestran que los modelos cinéticos se ajustaron a una reacción de orden 1.

Las tablas 5, 6 y 7 muestran los parámetros del modelo cinético de orden 1 de los sistemas encapsulados y el AA sin encapsular a 25, 35 y 45 °C

Las constantes de velocidad de formación de HP (K_{HP}) del AA encapsulado con la mezcla 1:1 MN-AS (Sistema 2) fue menor que el AA encapsulado con 1.25:0.75 MN-AS (sistema 3) y aun menor que el AA encapsulado con 0:2 MN-AS (sistema 1) lo cual indicó que las matrices constituidas por las mezclas MN-AS lograron una mayor protección del AA contra la oxidación, pero siendo optima la relación 1:1 % p/v de los biopolímeros. Así también vemos que la K_{HP} es una constante independiente de la concentración de las especies que

interactúan en la reacción de oxidación, pero depende fuertemente de la temperatura, mostrando así un incremento de la K_{HP} con el aumento de la temperatura en los diferentes sistemas evaluados.

Tabla 5. Parámetros de cinética de oxidación de orden uno del AA y del AA encapsulado con AS y mezclas MN-AS, a 25 °C de almacenamiento.

	Modelo cinético $\ln C_{HP} = \ln C_{HP_0} + K_{HP} t$	K_{HP} (semana ⁻¹)	r^2
Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 0.92 + 0.24t$	0.24	0.85
Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 1.08 + 0.13t$	0.13	0.98
Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 0.79 + 0.36t$	0.36	0.93
AA	$\ln C_{HP} = 3.44 + 0.19t$	0.19	0.99

MN: mucílago de nopal; AS: alginato de sodio; AA: aceite ajonjolí; C_{HP_0} : valor peróxido inicial al tiempo (t) cero; C_{HP} : valor peróxido al tiempo (t); K_{HP} : constante de velocidad de formación de hidroperóxidos; r^2 : coeficiente de determinación lineal.

Tabla 6. Parámetros de cinética de oxidación de orden uno del AA y del AA encapsulado con AS y mezclas MN-AS, a 35 °C de almacenamiento.

	Modelo cinético $\ln C_{HP} = \ln C_{HP_0} + K_{HP} t$	K_{HP} (semana ⁻¹)	r^2
Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 0.78 + 0.43t$	0.43	0.97
Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 1.27 + 0.22t$	0.22	0.94
Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 1.92 + 0.24t$	0.24	0.97
AA	$\ln C_{HP} = 3.70 + 0.27t$	0.27	0.91

MN: mucílago de nopal; AS: alginato de sodio; AA: aceite ajonjolí; C_{HP_0} : valor peróxido inicial al tiempo (t) cero; C_{HP} : valor peróxido al tiempo (t); K_{HP} : constante de velocidad de formación de hidroperóxidos; r^2 : coeficiente de determinación lineal.

Tabla 7. Parámetros de cinética de oxidación de orden uno del AA y del AA encapsulado con AS y mezclas MN-AS, a 45 °C de almacenamiento.

	Modelo cinético $\ln C_{HP} = \ln C_{HP_0} + K_{HP} t$	K_{HP} (semana ⁻¹)	r^2
Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 1.28 + 0.45t$	0.45	0.97
Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 2.01 + 0.22t$	0.22	0.97
Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	$\ln C_{HP} = 2.47 + 0.19t$	0.19	0.98
AA	$\ln C_{HP} = 4.52 + 0.11t$	0.11	0.95

MN: mucílago de nopal; AS: alginato de sodio; AA: aceite ajonjolí; C_{HP0} : valor peróxido inicial al tiempo (t) cero; C_{HP} : valor peróxido al tiempo (t); K_{HP} : constante de velocidad de formación de hidroperóxidos; r^2 : coeficiente de determinación lineal.

7. CONCLUSIONES

7. CONCLUSIONES

El desarrollo y estudio de las cápsulas del aceite de ajonjolí (AA) encapsulado con alginato de sodio (AS) y mezclas de mucílago de nopal (MN)-alginato de sodio (AS) permitió identificar que las proporciones de concentración de los biopolímeros en mezclas, influyen sobre las características de la emulsión (viscosidad aparente) y sobre las características de las cápsulas (morfología y eficiencia de encapsulación), las cuales a su vez ejercen un efecto sobre el contenido de aceite total interno y aceite superficial, la estabilidad oxidativa del aceite (tiempo de vida de anaquel) y la velocidad de liberación del aceite de la cápsula.

La construcción de un diagrama de fases binario permitió establecer que la mezcla MN-AS presentase el siguiente intervalo de concentraciones de trabajo; AS: 0.25 a 1% y MN: 0.25 a 1.75%, en el cual la mezcla de biopolímeros tiene una fluidez adecuada para la producción de emulsiones y para su posterior transporte mediante la inyección o goteo en el proceso de obtención de cápsulas (esferas) ya que la presencia de un GEL dificulta las etapas posteriores de encapsulación.

El rendimiento para cada uno de los tres sistemas de emulsión y cápsulas obtenidas es adecuado, aunque los sistemas 2 y 3 tienen una diferencia aproximadamente del 20% mayor respecto al sistema 1, indicando que el empleo de mezclas MN-AS en la encapsulación del aceite de ajonjolí es mejor.

La eficiencia de encapsulamiento refleja la cantidad de aceite de ajonjolí dentro y en la superficie de las cápsulas. Las cápsulas de aceite de ajonjolí cubiertas con mezclas de MN-AS obtuvieron los mejores resultados frente a las cápsulas de AS para los parámetros evaluados, esto indica que la inclusión de MN en mezclas biopoliméricas propuestas como el material de pared representa un hidocoloide de uso efectivo en la encapsulación de compuestos o sustancias activas. El sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS) presenta mayor el %EE y menor el %SO siendo el mejor sistema para encapsular el aceite.

Las imágenes ópticas obtenidas de las cápsulas de aceite de ajonjolí encapsuladas con AS y mezclas de MN-AS permitieron apreciar que para el sistema 1 la conformación interna de la cápsula mostro una estructura lisa con poca presencia del aceite y una capa delgada, aunque

manifestó una mejor forma esférica, mientras que en las imágenes de los sistemas 2 y 3 se observó esferas irregulares, pero con una capa gruesa y una estructura porosa con presencia de aceite.

Los perfiles de liberación de aceite encapsulado con AS y mezclas de MN-AS fueron evaluados en un intervalo de tiempo que va de 5 a 30 minutos, en estas circunstancias se observó que la liberación del aceite es mayor en el sistema de mezcla 1:1% p/v MN-AS, seguida por el sistema de mezcla 1.25:0.75% p/v MN-AS y por último el sistema que solo contiene AS como agente encapsulante.

El análisis de la oxidación por valor peróxido realizado permitió evaluar la degradación del AA sin encapsular y el AA encapsulado con AS y mezclas MN-AS, luego de almacenarlos a tres diferentes temperaturas (25°C, 35°C y 45°C). Durante ocho semanas podemos decir que en efecto el aceite de ajonjolí es sensible a parámetros ambientales oxidándose rápidamente y que su oxidación es reducida al encapsularlo, por lo cual la encapsulación del aceite representa una alternativa para su protección, sin embargo es este estudio, el tipo de material de pared influyó en el nivel de protección siendo mejor el empleo de la mezcla de biopolímeros que consiste en 1:1 % p/v MN-AS (sistema 2) reflejando una formación de hidroperóxidos menor. Los modelos cinéticos de la reacción de oxidación de los sistemas a las tres temperaturas de trabajo se ajustaron a un orden 1, teniendo una constante de velocidad de reacción (k_{HP}) menor en el sistema 2, mayor en los sistemas 1, 3 y el AA sin encapsular. Las k_{HP} aumentaron con el incremento de la temperatura.

Finalmente se concluye que en efecto la conformación de geles mediante mezclas de mucílago de nopal (MN)-alginato de sodio (AS) contribuyó a retardar la oxidación del aceite de ajonjolí, y tener altos porcentajes de eficiencia de encapsulamiento. El sistema 3 (1.25:0.75 % p/v MN-AS) tuvo mejores resultados en eficiencia de encapsulamiento y aceite superficial, pero con una deficiente protección del aceite en contra de la oxidación similar al sistema 1, probablemente debido a su estructura mayormente porosa. El sistema 2 (1:1 % p/v MN-AS) en cambio tuvo mayor protección del aceite contra su oxidación y su resultado en eficiencia de encapsulamiento fue casi 10 % menor al sistema 3 y en aceite superficial fue el mismo que el sistema 3.

8. REFERENCIAS

8. REFERENCIAS

- Alpizar-Reyes, E., Carrillo-Navas, H., Gallardo-Rivera, R., Varela-Guerrero, V., Alvarez-Ramirez, J., Pérez-Alonso, C. (2017). Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid. *Journal of Food Engineering*. 209, 68-75.
- Augustin M.A., & Hemar Y. (2009). Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. *Chemical Society Reviews*. 38, 902–912.
- Bakry, A.M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M.Y., Mousa, A., Liang, L. (2016). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 1, 143–182.
- Bangs, W.E. & Reineccius, G.A. (1988). Corn starch derivatives. In: Flavor Encapsulation (edited by S.J. Risch & G.A. Reineccius). ACS Symposium Series 370. Pp. 12–28. Washington, DC: American Chemical Society.
- Benavides, S., Cortés, P., Parada, J., Franco, W. (2016). Development of alginate microspheres containing thyme essential oil using ionic gelation. *Food Chemistry* 204, 77–83.
- Bertolini, A. C., Siani, A. C., & Grosso, C. R. F. (2001). Stability of monoterpenes encapsulated in gum arabic by spray-drying. *Journal of Agriculture and Food Chemistry* 49, 780–785.
- Blandino, A., Macias, M., and Cantero, D. (1999). Formation of calcium alginate gel capsules: Influence of sodium alginate and CaCl₂ concentration on gelation kinetics. *Journal Bioscience Bioengineering*. 88, 686–689.
- Brown, C. R. T., Fairley, P., and Lam, S. (2004). Hair treatment compositions. US Patent no. 6719967.
- Burey, P., Bhandari, B. R., Howes, T., Gidley, M.J. (2008): Hydrocolloid Gel Particles: Formation, Characterization, and Application. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 48(5), 361-377.
- Burgain C., Gaiani C., Linder M., & Scher, J. (2011). Encapsulation of probiotic living cells: from laboratory scale to industrial applications. *Journal of Food Engineering*. 104, 467–483.
- Burt, S. (2004). Essential oils: Their antibacterial properties and potential applications in foods: A review. *International Journal of Food Microbiology*. 94, 223–253.
- Capitani, M.I., Ixtaina, V.Y., Nolasco, M.S., Tomás, M.C. (2013). Microstructure, chemical composition and mucilage exudation of chia (*Salvia hispanica* L.) nutlets from Argentina. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 93, 3856-3862.

Carneiro H. C. F., Tonon R. V., Grosso C. 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.

Cervantes-Martínez, C.V., Medina-Torres, L., González-Laredo, R.F., Calderas, F., Sánchez-Olivares, G., Herrera-Valencia, E.E., Gallegos-Infante, J.A., Rocha-Guzman, N.E., Rodríguez-Ramírez, J. (2014). Study of spray drying of the Aloe vera mucilage (Aloe vera barbadensis Miller) as a function of its rheological properties. *LWT-Food Science and Technology* 55, 426–435.

Cheng, K., Lim, L.-Y. (2004). Insulin-loaded calcium pectinate nanoparticles: Effects of pectin molecular weight and formula pH. *Drug Development Industrial Pharmaceutics* 30, 359–367.

Chowdary, K.P.R., Srinivasa, R.Y. (2003). Preparation and evaluation of mucoadhesive microcapsules of Indomethacin. *Indian Journal of Pharmaceutical Science* 65(1), 49-52.

Correa, R. M. (2003). Preparo e caracterização de microcápsulas obtidas por polimerização iônica para alimentação de larvas de peixe. Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Faculdade de Engenharia de Alimentos.

Cortés-Camargo, S., Cruz-Olivares, J., Barragán-Huerta, B.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.

Dalgleish, D. G. (2006). Food emulsions—Their structures and structure forming properties. *Food Hydrocolloids* 20, 415–422.

Dalgleish, D.G. (1997). Adsorption of proteins and the stability of emulsions. *Trends Food Science and Technology* 8, 1–6.

Desai, K.G.H., Park, H.J. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology* 23, 1361–1394.

Desphande, S.S., Desphande, U.S., Salunkhe, D.K. (1996). Sesame oil, in bailey's industrial oil and fat products. *Interscience Publishers* 5, 457–497.

Dickinson, E. (2001). Milk protein interfacial layers and the relationship to emulsion stability and rheology. *Colloids Interfaces B* 20, 197–210.

Dickinson, E. (2003). Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. *Food Hydrocolloids* 17, 25–39.

Doublier, J-L., Garnier, C., Renard, D., Sanchez, C. (2000). Protein-polysaccharide interactions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science* 5, 202–214.

Drusch, S., Schwarz, K. (2006). Microencapsulation properties of two different types of n-octenylsuccinate-derivatised starch. *European Food Research Technology* 222, 155–164.

Ducel, V., Richard, J., Saulnier, P., Popineau, Y., Boury, F. (2004). Evidence and characterization of complex coacervates containing plant proteins: application to the microencapsulation of oil droplets. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects* 232, 239–247.

Dziezak J.D. (1988). Microencapsulation and encapsulated ingredients. *Food Technology* 42(4), 136–151.

Eng-Seng, Ch. (2011). Preparation of Ca-alginate beads containing high oil content: Influence of process variables on encapsulation efficiency and bead Properties. *Carbohydrate Polymers* 84,1267–1275.

Escalona-García, L.A., Pedroza-Islas, R., Natividad, R., Rodríguez-Huezo, M.E., Carrillo Navas, H., Pérez-Alonso, C. (2016). Oxidation kinetics and thermodynamic analysis of chia oil microencapsulated in a whey protein concentrate-polysaccharide matrix. *Journal of Food Engineering* 175, 93–103.

Ezhilarasi P.N., Indrani D., Jena, Shahidi, F., Han, X.Q. (1993). Encapsulation of food ingredients. *Critical Reviews of Food Science and Nutrition* 33(6), 501–547.

Fang, Z., Bhandari, B. (2010). Encapsulation of polyphenols – a review. *Trends Food Science and Technology* 21, 510–23.

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

García-Cruz, E.E., Rodríguez-Ramírez, J., Méndez-Lagunas, L.L., Medina-Torres, L. (2013). Rheological and physical properties of spray-dried mucilage obtained from *Hylocereus undatus* cladodes. *Carbohydrate Polymers* 91(1), 394–402.

Gharsallaoui A., Roudaut G., Chambin O., Voilley A., Saurel R., 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food. *Food Research International* 40, 1107–1121.

Glicksman, M. (1983a). *Food Hydrocolloids–Volume 1*. CRC Press Inc, Boca Raton.

Glicksman, M. (1983c). *Food Hydrocolloids–Volume 3*. CRC Press Inc., Boca Raton.

Hills, B. P., Godward, J., Debatty, M., Barras, L., Saturio, C. P., Ouwerx, C. (2000). NMR studies of calcium induced alginate gelation. Part II. The internal bead structure. *Magn Reson Chem.* 38, 719–728.

Hirose, N., Inoue, T., Sugano, M., Akimoto, K., Shimizu, H., & Yamada, H. (1991). Sesamin inhibits vascular endothelial cell growth and angiogenic activity of lung adenocarcinoma cells. *Journal of Lipid Research.* 32, 629–638.

Hoefler, A. C. (2004). Hydrocolloids. Eagen Press, Minnesota.

Hunik, J. H., Tramper, J. (1993). Large-scale production of k-carrageenan droplets for gel-bead production: theoretical and practical limitations of size and production rate. *Biotechnology Progress* 9, 186–192.

Hwang, L.S. (2005). Sesame Oil. Bailey's Industrial Oil and Fat Products. John Wiley and Sons, Inc.

Inyang, U. E., Ekanem, I. O. (1996). Effect of dehulling methods and desolventizing temperatures on proximate composition and some functional properties of sesame (*Sesamum indicum* L.) seed flour. *Journal of American Oil Chemist's Society* 73, 1133–1136.

Inyang, U. E., Iduh, A. O. (1996). Influence of pH and salt concentration on protein solubility, emulsifying and foaming properties of sesame protein concentrate. *Journal of American Oil Chemist's Society* 73, 1663–1667.

Jamekhorshid, A., Sadrameli, S.M., Farid, M. (2014). A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 31, 531–542.

Jiménez, M., Garcia, H.S., Beristain, C.I. (2006). Spray-dried encapsulation of conjugated linoleic acid (CLA) with polymeric matrices. *Journal of the Science of Food Agriculture.* 86, 2431-2437.

Kaewmanee, T., Bagnasco, L., Benjakul, S., Lanteri, S., Morelli, C.F., Speranza, G., Cosulich, M.E. (2014). Characterisation of mucilages extracted from seven Italian cultivars of flax. *Food Chemistry* 148, 60–69.

Kenyon, M. M. (1995). Modified starch, maltodextrin, and corn syrup solids as wall materials for food encapsulation. In S. J. Risch & G. A. Reineccius (Eds.), *Encapsulation and controlled release of food ingredients ACS symposium series* (Vol. 590, pp. 42–50). Washington, DC: American Chemical Society.

Kim, Y.D., Morr, C.V., Schenz, T.W. (1996). Microencapsulation properties of gum arabic and several food proteins: liquid orange oil emulsion particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 44, 1308–1313.

Koocheki, A., Taherian, A.R., Bostan, A. (2013). Studies on the steady shear flow behavior and functional properties of *Lepidium perfoliatum* seed gum. *Food Research International* 50(1), 446–456.

Labuza, T.P. (1984). Application of chemical kinetics to deterioration of foods. *Journal of Chemical Education* 61(4), 348-358.

Lakkis, J.M. (2007). Encapsulation and controlled release technologies in food systems. Oxford, UK: Black well Publishing.

Le Meste, M., Champion, D., Roudaut, G., et al. (2002). Glass transition and food technology: A critical appraisal. *Journal of Food Science* 67, 2444–2458.

Lee, S.L., Rosenberg, M. (2000b). Preparation and some properties of water-insoluble, whey-protein-based microcapsules. *Journal of Microencapsulation* 17, 29–44.

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

Leroux, J., Langendorff, V., Schick, G., Vaishnav, V., Mazoyer, J. (2003). Emulsion stabilizing properties of pectin. *Food Hydrocolloids* 17, 455–462.

Li, X.Y., Li, D., Wang, L.J., Wu, M., Adhikari, B. (2012). The effect of addition of flaxseed gum on the rheological behavior of mixed flaxseed gum-casein gels. *Carbohydrate Polymers* 88(4), 1214-1220.

McClements DJ, Decker EA, Park Y, Weiss J. (2009). Structural design principles for delivery of bioactive components in nutraceuticals and functional foods. *Critical Reviews Food Science and Nutrition* 49, 577–606.

McClements, D.J. (2005). Food emulsions: Principles, practices and techniques (2nd ed.). Boca Raton, FL, USA: CRC Press.

Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente, E., Torrestiana-Sanchez, B., Katthain, R. (2000). Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*). *Food Hydrocolloids* 14, 417–424.

Mestdagh, M., Axelos, M. (1999). Physico-chemical properties of polycarboxylate gel phase and their incidence on the retention/release of solutes. *Les Colloques de l'INRA*. 303–314.

Miyahara, Y., Hibasami, H., Katsuzaki, H., Imai, K., Komiya, T. (2001). Sesamol from sesame seed inhibits proliferation by inducing apoptosis in human lymphoid leukemia Molt 4B cells. *International Journal of Molecular Medicine* 7(4), 369–371.

Mondal, N., Bhat, K.V., Srivastava, P.S. (2010). Variation in fatty acid composition in Indian germplasm of sesame. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 87(11), 1263-1269.

Murakata, T., Honma, H., Nakazato, S., Kuroda, C., Sato, S. (2001). Control of particle size of calcium alginate gel bead by application of electric field to interface between aqueous and organic phases. *Journal Chemical Engineering Japan* 34, 299–305.

Namiki, M. (1990). Antioxidants/antimutagens in food. *Critical Reviews of Food Science and Nutrition* 29, 273–300.

Namiki, M. (1995). The chemistry and physiological functions of sesame. *Food Review International*. 11, 281–329.

Niu, F., Niu, D., Zhang, H., Chang, C., Gu, L., Su, Y., Yang, Y. (2016). Ovalbumin/gum arabic-stabilized emulsion: Rheology, emulsion characteristics, and Raman spectroscopic study. *Food Hydrocolloids* 52, 607–614.

Nonaka, M., Yamashita, K., Izuka, Y., & Namiki, M. (1997). Effects of dietary sesaminol and sesamin on eicosanoid production and immunoglobulin level in rats given ethanol. *Bioscience Biotechnology Biochemistry*. 61, 836–839.

Nussinovitch, A. (1997). *Hydrocolloid Applications*. Chapman and Hall, London.

Nychas, G. J. E. (1995). Natural antimicrobials from plants. In G. W. Gould (Ed.), *New methods of food preservation* (pp. 58–89). London: Blackie Academic Professional.

Nzikou, J.M., Mvoula-Tsiéri, M., Ndangu, C.B., Pambou- Tobi, N.P.G., Kimbonguila, A., Loumouamou, Desobry, B. S. (2010). Characterization of seeds and oil of sesame (*Sesamum indicum* L.) and the kinetics of degradation of the oil during heating. *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology* 2(3), 227-232.

Oikonomopoulou V. P., Krokida M. K., Karathanos V. T. (2011). Structural properties of freeze-dried rice. *Journal of Food Engineering* 107, 326–333.

Patil, J.S., Kamalapur, M.V., Marapur, S.C., Kadam, D.V. (2010). Ionotropic gelation and polyelectrolyte complexation: The novel techniques to design hydrogel particulate sustained, modulated drug delivery system: a review. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures* 1, 241 – 248.

Pavón-García L.M.A., Pérez-Alonso C., Orozco-Villafuerte J., Pimentel-González D.J., Rodríguez-Huezo M.E., Vernon-Carter E.J. (2011). Storage stability of the natural colourant

from *Justicia spicigera* microencapsulated in protective colloids blends by spray-drying. *International Journal of Food Science and Technology* 46(7), 1428-1437.

Peng, H., Martineau, L., Shek, P. (2006). Method of producing layered polymeric articles. US Patent No. 20060061005.

Pongjanyakul, T., Puttipipatkachorn, S. (2007). Xanthan–alginate composite gel beads: Molecular interaction and in vitro characterization. *International Journal of Pharmaceutics* 331(1), 61-71.

Ray, S., Raychaudhuri, U. R., Chakraborty, Y. (2016). An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. *Food Bioscience* 13, 76–83.

Rivera-Corona, J.L., Rodríguez-González, F., Rendón-Villalobos, R., García-Hernández, E., Solorza-Feria, J. (2014). Thermal, structural and rheological properties of sorghum starch with cactus mucilage addition. *LWT-Food Science and Technology* 59(2), 806–812.

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

Sáenz, C., Sepúlveda, E., Matsuhira, B. (2004). *Opuntia* spp. mucilage's: A functional component with industrial perspectives. *Journal of Arid Environments* 57, 275–290.

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

Sankar, D., Sambandam, G., Rao, M. R., Pugalendi, K. V. (2005). Modulation of BP, lipid profiles and redox status in hypertensive patients taking different edible oils. *Clinica Chimica Acta* 355(1–2), 97–104.

Schorsch, C., Garnier, C., Doublier, J.L. (1997). Viscoelastic properties of xanthan/galactomannan mixtures: comparison of guar gum with locust bean gum. *Carbohydrate Polymers* 34, 165–175.

Shahidi, F., Liyana-Pathirana, C. M., Wall, D. S. (2006). Antioxidant activity of white and black sesame seeds and their hull fractions. *Food Chemistry* 99(3), 478–483.

Shaikh, J., Bhosale, R., & Singhal, R. (2006). Microencapsulation of black pepper oleoresin. *Food Chemistry* 94, 105–110.

Shantha, N.C., Decker, E.A. (1994). Rapid, sensitive, iron-based spectrophotometric methods for determination of peroxide values of food lipids. *Journal of AOAC International* 77(2), 421–424.

Shofinita D., Langrish T.A.G. (2014). Spray drying of orange peel extracts: Yield, total phenolic content, and economic evaluation. *Journal of Food Engineering* 139, 31-42.

Turgeon, S.L., Beaulieu, M., Schmitt, C., Sanchez, C. (2003). Protein-polysaccharide interactions: Phase-ordering kinetics, thermodynamic and structural aspects. *Current Opinion in Colloid and Interface Science* 8, 401–414.

Uzun, B., Arslan, C., Furat, S. (2008). Variation in fatty acid compositions, oil content and oil yield in a germplasm collection of sesame (*Sesamum indicum* L.). *Journal of American Oil Chemist's Society* 85, 1135–1142.

Vasile, F.E., Judis, M.A., Mazzobre, M.F. (2017). *Prosopis alba* exudate gum as novel excipient for fish oil encapsulation in polyelectrolyte bead system. *Carbohydrate Polymers* 166, 309–319.

Velázquez-Gutiérrez S.K., Figueira A.C., Rodríguez-Huezo M.E., 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, 411–419.

Wandrey C., Bartkowiak A., Harding S.E. (2009). Materials for Encapsulation In: N. J. Zabka M., Pavela R., Slezakova L. (2009). Antifungal effect of *Pimenta dioica* essential oil against dangerous pathogenic and toxinogenic fungi. *Industrial Crops and Products* 30, 250-253.

Zambrano-Zaragoza, M.L., Gutiérrez-Cortez, E., Del Real, A., González-Reza, R.M., Galindo-Pérez, M.J., Quintanar-Guerrero, D. (2014). Fresh-cut Red Delicious apples coating using tocopherol/mucilage nanoemulsion: Effect of coating on polyphenol oxidase and pectin methylesterase activities. *Food Research International* 62, 974–983.

Zuidam N.J., & Nedovic, V.A. (2010). Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing. USA: Springer.

9. ANEXOS

9. ANEXOS

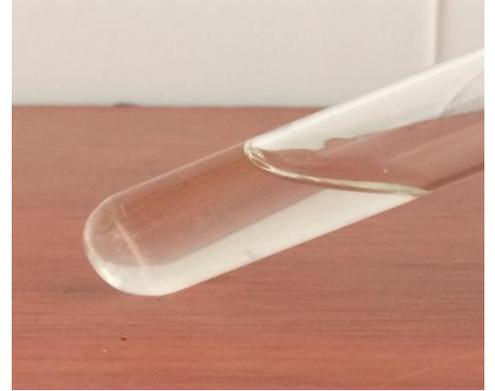
9.1 ANEXO 1. Figura 9. Sistemas de mezclas MN-AS a diferentes concentraciones



0 MN/0.075 AS g Dispersión



0 MN/0.1 AS g Dispersión



0 MN/0.125 AS g Dispersión



0 MN/0.2 AS g Dispersión



0 MN/0.25 AS g Gel



0.075 MN/0 AS g Dispersión



0.075 MN/0.075 AS g Dispersión



0.075 MN/0.1 AS g Dispersión

DESARROLLO DE GELES MUCÍLAGO DE NOPAL-ALGINATO DE SODIO CONTENIENDO ACEITE DE AJONJOLÍ
MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA



0.075 MN/0.125 AS g Dispersión



0.075 MN/0.2 AS g Gel



0.075 MN/0.25 AS g Gel



0.1 MN/0 AS g Dispersión



0.1 MN/0.075 AS g Dispersión



0.1 MN/0.1 AS g Dispersión



0.1 MN/0.125 AS g Gel



0.1 MN/0.2 AS g Gel



0.1 MN/0.25 AS g Gel

DESARROLLO DE GELES MUCÍLAGO DE NOPAL-ALGINATO DE SODIO CONTENIENDO ACEITE DE AJONJOLÍ
MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA



0.125 MN/0 AS g Dispersión



0.125 MN/0.075 AS g Dispersión



0.125 MN/0.1 AS g Dispersión



0.125 MN/0.125 AS g Gel



0.125 MN/0.2 AS g Gel



0.125 MN/0.25 AS g Gel



0.2 MN/0 AS g Dispersión



0.2 MN/0.075 AS g Gel



0.2 MN/0.1 AS g Gel

DESARROLLO DE GELES MUCÍLAGO DE NOPAL-ALGINATO DE SODIO CONTENIENDO ACEITE DE AJONJOLÍ
MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA



0.2 MN/0.125 AS g Gel



0.2 MN/0.2 AS g Gel



0.2 MN/0.25 AS g Gel



0.25 MN/0 AS g Dispersión

9.2 ANEXO 2. Figura 10. Cápsulas de estudio de los sistemas 1, 2 y 3

Sistema / Condición	Húmedo	Seco
Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)		
Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)		
Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)		

9.3 ANEXO 3. Resultados perfiles de liberación

Tabla 8. Peso inicial de la cápsula y aceite real encapsulado

Sistema	1	2	3
Peso cápsula inicial (g)	1	1	1
Aceite real encapsulado	0.833	0.833	0.833

Tabla 9. Resultados de perfiles de liberación del sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)

Prueba	Parámetro \ Tiempo	5	10	15	20	25	30
1	Peso final cápsula (g)	0.99	0.99	0.98	0.98	0.97	0.95
	Aceite liberado (g)	0.01	0.01	0.02	0.02	0.03	0.05
	%Aceite liberado	1.2	1.2	2.4	2.4	3.6	6
2	Peso final cápsula (g)	0.99	0.99	0.98	0.98	0.96	0.96
	Aceite liberado (g)	0.01	0.01	0.02	0.02	0.04	0.04
	%Aceite liberado	1.2	1.2	2.4	2.4	4.8	4.8
3	Peso final cápsula (g)	0.98	0.98	0.97	0.97	0.96	0.95
	Aceite liberado (g)	0.02	0.02	0.03	0.03	0.04	0.05
	%Aceite liberado	2.4	2.4	3.6	3.6	4.8	6
	Promedio % Aceite liberado	1.60	1.60	2.80	2.80	4.40	5.60

Tabla 10. Resultados de perfiles de liberación del sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)

Prueba	Parámetro \ Tiempo	5	10	15	20	25	30
1	Peso final cápsula (g)	0.98	0.96	0.96	0.95	0.94	0.93
	Aceite liberado (g)	0.02	0.04	0.04	0.05	0.06	0.07
	%Aceite liberado	2.4	4.8	4.8	6	7.2	8.4
2	Peso final cápsula (g)	0.97	0.96	0.95	0.94	0.94	0.93
	Aceite liberado (g)	0.03	0.04	0.05	0.06	0.06	0.07
	%Aceite liberado	3.6	4.8	6	7.2	7.2	8.4
3	Peso final cápsula (g)	0.97	0.95	0.95	0.94	0.91	0.86
	Aceite liberado (g)	0.03	0.05	0.05	0.06	0.09	0.14
	%Aceite liberado	3.6	6	6	7.2	10.8	16.8
	Promedio % Aceite liberado	3.20	5.20	5.60	6.80	8.40	11.20

Tabla 11. Resultados de perfiles de liberación del sistema 2 (1.25:0.75% p/v MN-AS)

Prueba	Parámetro \ Tiempo	5	10	15	20	25	30
1	Peso final cápsula (g)	0.98	0.97	0.97	0.96	0.96	0.94
	Aceite liberado (g)	0.02	0.03	0.03	0.04	0.04	0.06
	%Aceite liberado	2.4	3.6	3.6	4.8	4.8	7.2
2	Peso final cápsula (g)	0.98	0.97	0.96	0.96	0.96	0.95
	Aceite liberado (g)	0.02	0.03	0.04	0.04	0.04	0.05
	%Aceite liberado	2.4	3.6	4.8	4.8	4.8	6
3	Peso final cápsula (g)	0.98	0.97	0.96	0.96	0.96	0.95
	Aceite liberado (g)	0.02	0.03	0.04	0.04	0.04	0.05
	%Aceite liberado	2.4	3.6	4.8	4.8	4.8	6
	Promedio % Aceite liberado	2.40	3.60	4.40	4.80	4.80	6.40

9.4 ANEXO 4. Resultados de oxidación por valor peróxido oxidación de los sistemas encapsulados 1, 2, 3 y AA sin encapsular

Tabla 12. Resultados de cinética de oxidación a 25°C

Semana / Concentración	Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	AA
	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite
0	2.6154	2.9530	2.7129	27.7862
1	3.2756	3.1555	3.6207	38.6959
2	3.2831	4.1309	4.0033	45.1540
3	3.4256	4.4685	5.1737	57.6928
4	10.6205	4.8136	12.3161	63.9536
5	9.3958	5.7029	13.1937	83.1490
6	12.4864	6.5097	18.4962	102.2333
7	10.4705	7.5520	16.6976	77.0637
8	14.8970	8.2647	14.2442	111.2247

Tabla 13. Resultados de cinética de oxidación a 35°C

Semana / Concentración	Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	AA
	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite
0	3.4556	4.1384	6.1866	33.2411
1	3.5757	4.6560	8.1522	45.1910
2	4.2209	5.3613	12.6087	89.9573
3	8.5198	5.9915	12.9838	93.0853
4	15.1971	10.0653	16.9601	99.0567
5	18.3974	10.5492	22.5241	157.6824
6	26.9718	12.9207	28.8667	210.8611
7	15.5722	11.6184	16.2924	103.3390
8	10.7781	13.0964	20.6664	122.2121

Tabla 14. Resultados de cinética de oxidación a 45°C

Semana / Concentración	Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	AA
	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite	meq HP / kg Aceite
0	3.6882	4.3109	9.4201	83.1932
1	4.8586	8.1297	14.6044	107.8936
2	11.5283	12.5562	17.1927	111.6137
3	12.4511	14.8894	19.3834	116.4947
4	21.6192	18.3406	26.2525	142.6435
5	34.0537	20.5601	33.1070	156.5889
6	53.2634	31.1348	41.8006	175.7621
7	44.6068	35.1912	43.5350	140.8311
8	51.3291	38.2608	53.7502	143.3718

9.5 ANEXO 5. Resultados de cinéticas de oxidación de los sistemas encapsulados 1, 2, 3 y AA sin encapsular evaluadas en reacciones de orden 0 y 1

Tabla 15. Parámetros cinéticos a 25°C

	Orden 0		Orden 1	
	Modelo cinético $C_{HP} = K_{HP}t + C_{HP0}$	r^2	Modelo cinético $\ln C_{HP} = K_{HP}t + \ln C_{HP0}$	r^2
Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	1.71t + 0.81	0.84	0.24t + 0.92	0.85
Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	0.71t + 2.37	0.98	0.13t + 1.08	0.98
Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	3.12t - 1.44	0.91	0.36t + 0.79	0.93
AA	12.51t + 8.84	0.96	0.19t + 3.44	0.99

Tabla 16. Parámetros cinéticos a 35°C

	Orden 0		Orden 1	
	Modelo cinético $C_{HP} = K_{HP}t + C_{HP0}$	r^2	Modelo cinético $\ln C_{HP} = K_{HP}t + \ln C_{HP0}$	r^2
Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	4.75t - 3.81	0.95	0.43t + 0.79	0.97
Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	1.74t + 2.16	0.94	0.22t + 1.27	0.95
Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	3.92t + 3.29	0.95	0.24t + 1.92	0.97
AA	29.64t + 12.22	0.89	0.27t + 3.70	0.91

Tabla 17. Parámetros cinéticos a 45°C

	Orden 0		Orden 1	
	Modelo cinético $C_{HP} = K_{HP}t + C_{HP0}$	r^2	Modelo cinético $\ln C_{HP} = K_{HP}t + \ln C_{HP0}$	r^2
Sistema 1 (0:2% p/v MN-AS)	7.45t - 4.30	0.91	0.45t + 1.28	0.97
Sistema 2 (1:1% p/v MN-AS)	4.47t + 2.30	0.97	0.22t + 2.01	0.97
Sistema 3 (1.25:0.75% p/v MN-AS)	5.71t + 5.50	0.97	0.19t + 2.47	0.98
AA	14.30t + 85.12	0.94	0.11t + 4.52	0.95