



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MÉXICO**

Facultad de Química

**DESARROLLO DE GELES ALGINATO DE SODIO
(AS)-GOMA ARÁBIGA (GA) CONTENIENDO
ÁCIDO ASCÓRBICO (AA) MEDIANTE GELACIÓN
IÓNICA**

TESIS

Que para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presenta:

Oscar Rodrigo Jiménez Oropeza

Director: Dr. César Pérez Alonso

Toluca, México Diciembre 2020

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma del Estado de México por financiar esta tesis mediante el proyecto con clave 4738/2019/CIB, “Desarrollo de geles alginato de sodio (AS)-goma arábica (GA) conteniendo Ácido Ascórbico (AA) mediante gelación iónica”

ÍNDICE GENERAL

1.	ANTECEDENTES	10
1.1	VITAMINAS	10
1.1.1	Ácido Ascórbico	10
1.2	ENCAPSULACIÓN Y MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN	11
1.2.1	Emulsiones	14
1.2.2	Microencapsulación	15
1.2.3	Gelación iónica	18
1.2.4	Extrusión	20
1.3	POLIMÉROS COMO AGENTES ENCAPSULANTES	21
1.3.1	Proteínas	22
1.3.2	Quitosano	23
1.3.3	Mucílagos	24
1.3.4	Carbohidratos de cadena larga	25
1.3.5	Alginatos	28
1.4	MEZCLAS DE BIOPOLÍMEROS	30
1.4.1	Mezcla alginato de sodio (AS) – goma arábiga (GA)	31
2.	JUSTIFICACIÓN	34
3.	HIPÓTESIS	36
4.	OBJETIVOS	38
4.1	OBJETIVO GENERAL	38
4.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	38
5.	MATERIALES Y MÉTODOS	40

5.1	MATERIALES	40
5.2	MÉTODOS	40
5.2.1	Diagrama de fases binario para el estudio de las interacciones de polielectrolitos	40
5.2.2	Formulación y obtención de emulsiones	41
5.2.3	Obtención de los geles en forma de esferas	41
5.2.4	Curva de calibración	41
5.2.5	Rendimiento del proceso de encapsulamiento	42
5.2.6	Evaluación de propiedades de calidad de los geles	42
6.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	46
6.1	Diagrama de fases binario para el estudio de las interacciones de polielectrolitos	46
6.2	Curva de calibración	48
6.3	Rendimiento del proceso de encapsulamiento	50
6.4	Porcentaje de solubilidad	50
6.5	Coefficiente de hinchamiento	51
6.6	Tiempo de disolución	54
6.7	Porcentaje de dispersabilidad	55
6.8	Humectabilidad	55
6.9	Higroscopicidad	56
7.	CONCLUSIONES	59
8.	REFERENCIAS	63
9.	ANEXOS	79
9.1	ANEXO 1. Sistemas de mezclas AS-GA a diferentes concentraciones	79
9.2	ANEXO 2. Cápsulas de estudio de los sistemas 1 y 2	82
9.3	ANEXO 3. Resultados a graficar para construir la curva de calibración blanco	83

9.4	ANEXO 4. Resultados prueba de solubilidad	83
9.5	ANEXO 5. Resultados coeficiente de hinchamiento	84
9.6	ANEXO 6. Resultados porcentaje de dispersabilidad y porcentaje de humedad	84
9.7	ANEXO 7. Resultados de prueba de higroscopicidad	84

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Estructura Química de la vitamina C.	11
Figura 2.	Tipos de agentes encapsulantes (Zuidam y Nedovic, 2010).	12
Figura 3.	Esquema del proceso de secado por aspersión.	16
Figura 4.	Estructura de la goma Arábica (Gracia, 1987).	27
Figura 5.	Sistema de fases binario GA-AS.	47
Figura 6.	Curva de calibración blanco solución de iodato de potasio vs vitamina C.	49
Figura 7.	Coefficiente de hinchamiento vs Temperatura AS-GA prueba 1.	52
Figura 8.	Coefficiente de hinchamiento vs Temperatura AS-GA prueba 2.	52
Figura 9.	Coefficiente de hinchamiento vs Temperatura AS prueba 1.	53
Figura 10.	Coefficiente de hinchamiento vs Temperatura AS prueba 2.	53

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Volúmenes de solución de iodato potásico probables.	49
Tabla 2.	Volúmenes de solución de iodato de potásico para cada sistema de geles.	49
Tabla 3.	Rendimientos de proceso de encapsulamiento.	50
Tabla 4.	Porcentajes de solubilidad.	51
Tabla 5.	Tiempos de disolución.	54
Tabla 6.	Porcentajes de dispersabilidad.	55
Tabla 7.	Humectabilidad.	56
Tabla 8.	Higroscopicidad.	56

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue utilizar alginato de sodio (AS) y mezclas de alginato de sodio (AS)-goma arábica (GA) como material de pared para la encapsulación de ácido ascórbico (AA) mediante gelación iónica. Se obtuvieron esferas de geles por extrusión de las soluciones coloidales de AS y AS-GA conteniendo AA y se evaluaron las características de calidad de estos biopolímeros tales como el rendimiento de encapsulamiento y comportamiento de estos contra factores ambientales y forzados.

La primera parte de este trabajo fue desarrollar un diagrama de fases binario de sistemas alginato de sodio (AS)-goma arábica (GA), donde se estudió el estado físico de la suspensión acuosa previo a la disolución y se identificaron las concentraciones en las que las suspensiones acuosas de AS y AS-GA fueran adecuadas para incorporar el ácido ascórbico, las cuales presentaron el siguiente intervalo de operabilidad AS: 0 a 0.2 % w/w y GA: 0 a 0.2 % w/w.

A partir de este intervalo se seleccionaron tres sistemas para trabajar, un sistema con concentración de AS (0:0.125 % w/w) y uno con mezcla AS-GA (0.075:0.125 % w/w). Se prepararon disoluciones simples con ácido ascórbico y posteriormente se obtuvieron esferas de los geles por extrusión de la disolución.

Se construyó una curva de calibración blanco utilizando el método de titulación con el cual se determinó la cantidad de solución de iodato potásico necesaria para encontrar la concentración de ácido ascórbico en el disoluto. Posteriormente se realizó otra curva de calibración, pero con el ácido ascórbico ya encapsulado y se compararon los resultados determinando que se requiere más solución para encontrar la concentración de la vitamina.

Posteriormente se determinó el rendimiento de encapsulamiento (Y %) los cuales fueron 91.01% para el sistema de la mezcla AS-GA y 77.56 % para el sistema de AS, mostrando que con una diferencia del 15% aproximadamente que el sistema AS-GA es mejor.

Finalmente se evaluaron diferentes propiedades de calidad de los geles y se compararon ambos sistemas para determinar cuál era mejor. Primero se calcularon los porcentajes de solubilidad, se mostró que los dos sistemas son poco solubles, produciendo resultados que van desde 20% a

40% aproximadamente. Los resultados muestran que se presentaron diferencias significativas entre ambos sistemas conforme aumentaba la temperatura, desde el 5 al 10% aproximadamente.

También se realizaron pruebas de hinchamiento, los resultados arrojaron que en ambos sistemas se muestra que en un pH neutro 7 el coeficiente de hinchamiento es mayor, seguido de los pH básicos de 10 y 4, por lo que se dedujo que en medios ácidos el coeficiente de hinchamiento es bajo. Además, también se observó que los mayores coeficientes se obtuvieron a temperatura ambiente.

Se midieron tiempos de disolución (tiempos necesarios para que las capsulas trituradas (en polvo) se reconstruyeran en agua después de su agitación). Dando como resultado que las cápsulas hechas con la mezcla de AS-GA tardan más tiempo en reconstruirse.

Después se analizaron los porcentajes de dispersabilidad, en estos resultados obtenidos podemos observar que los porcentajes son bajos y muy similares (con una diferencia significativa entre los sistemas). Se puede deducir que ambos sistemas tienen la misma facilidad de distribuirse en agua (aunque sea muy baja).

En las pruebas de humectabilidad las cápsulas en mezcla tardan más tiempo en humedecerse, existen diferencias significativas, se muestra que la existencia de GA aumento el tiempo de humectabilidad en comparación con las microcápsulas producidas mediante el uso de AS solo.

Por último, se realizaron pruebas de higroscopicidad. Los resultados muestran que la higroscopicidad del sistema de AS es significativamente menor en comparación con el sistema de AS-GA, con eso se dedujo que el alginato de sodio poseía el contenido de humedad más bajo y el más bajo de higroscopicidad.

INTRODUCCIÓN

En la última década se ha notado un incremento en la demanda de hidrocoloides como agentes emulsionantes, gelificantes, espesantes, estabilizadores y modificadores de textura empleados en la industria alimentaria y farmacéutica; razón por la cual, se están desarrollando metodologías para la obtención de sistemas coloidales provenientes de fuentes vegetales o animales (Salehi y Kashaninejad, 2014). Las vitaminas empleadas en la industria alimentaria son alimentos con un alto valor agregado, pero son sumamente lábiles a factores ambientales, por lo que es necesario brindarles una protección para ser usados. Una manera una manera de lograr esta protección es proporcionándoles una membrana interfacial que amortigüe el efecto de los mecanismos deteriorativos en un medio líquido.

La tecnología de encapsulación es un proceso que reduce la degradación de agentes 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.

Existe en el mercado una diversidad de biopolímeros para ser empleados como agentes emulsionantes, entre los más importantes se encuentran las gomas y los alginatos. Las gomas son un amplio grupo de polímeros de cadenas largas que se caracterizan por su propiedad de formar dispersiones viscosas y/o geles débiles cuando se mezclan con agua, entre ellos se encuentra la goma arábiga la cual es un polisacárido de origen natural que se extrae de la resina de ciertas variedades de la Acacia; tiene como uso funcional su capacidad de incrementar la viscosidad de sistemas acuosos, propiedad para formar geles, así como a su capacidad de estabilizar partículas coloidales diversas a las que dispersan o emulsionan (Sibaja, 2007). Por otra parte los alginatos son polisacáridos naturales no tóxicos, biodegradables, solubles en agua y forman una estructura reticulada que puede enlazarse cursadamente con cationes divalentes o polivalentes para formar una malla insoluble, entre estos se encuentra el alginato de sodio (AS) que es una sal de sodio del ácido algínico, un polímero lineal compuesto de ácido 1,4-ligado ácido D-Manurónico (M) y residuos de ácido α -D-glurónico (G) en diversas proporciones y disposiciones (Patil *et al.*, 2010).

Teniendo en cuenta las propiedades funcionales del alginato de sodio (AS) y la goma arábiga (GA), en este trabajo se emplearon estos dos biopolímeros en mezclas como material de pared para encapsular ácido ascórbico (AA) mediante gelación iónica y analizar si existe un efecto sinérgico entre ambos biomateriales que brinden ciertas características a los geles que se conformaron, como tener altos rendimientos de encapsulamiento ($\geq 80\%$) comparándolas con la encapsulación utilizando solo alginato de sodio como material de pared.

1. ANTECEDENTES

1. ANTECEDENTES

1.1 VITAMINAS

Las vitaminas son nutrientes que junto a otros elementos nutricionales actúan como catalizadores de todos los procesos fisiológicos ya sea directa o indirectamente. La mayoría de las vitaminas no pueden ser sintetizadas por el organismo, por lo que solo puede obtenerlas mediante la ingesta equilibrada de vitaminas contenidas en los alimentos naturales. En los seres humanos hay 13 vitaminas, 9 hidrosolubles (8 del complejo B y la Vitamina C) y 4 liposolubles (A, D, E, K) (Vázquez y López-Nomdedeu, 2005).

1.1.1 Ácido Ascórbico

La vitamina C, o ácido ascórbico, es un compuesto hidrosoluble de 6 átomos de carbono relacionado con la glucosa. Su papel biológico principal parece ser el de actuar como cofactor en diversas reacciones enzimáticas que tienen lugar en el organismo. Actúa como coenzima encargada de hidroxilar la lisina y prolina en el protocógeno, modificación necesaria para que éste pueda formar los enlaces cruzados para formar las fibrillas de colágeno. En este sentido, la vitamina C es importante para el mantenimiento del tejido conjuntivo normal, para la curación de heridas y para la formación del hueso, ya que el tejido óseo contiene una matriz orgánica con colágeno (Ciancaglini, 2001).

En su condición de agente reductor, el ácido ascórbico posee otras propiedades importantes, que parecen ser no enzimáticas. Por ejemplo, ayuda a la absorción del hierro al reducirlo a su estado ferroso en el estómago; protege la vitamina A, vitamina E y algunas vitaminas B de la oxidación; también favorece la utilización del ácido fólico ayudando a la conversión del folato en tetrahidrofolato o mediante la formación de derivados poliglutamato del tetrahidrofolato. Finalmente, la vitamina C es un antioxidante biológico que protege al organismo del estrés oxidativo provocado por las especies oxígeno reactivas.

La vitamina C se encuentra principalmente en alimentos de origen vegetal y puede presentarse en dos formas químicas interconvertibles: ácido ascórbico (forma reducida) y ácido dehidroascórbico (forma oxidada), siendo ambas formas funcionales biológicamente y manteniéndose en equilibrio fisiológico. Si el ácido dehidroascórbico es hidratado se transforma en ácido dicetogulónico, no activo biológicamente, siendo esta transformación irreversible. Esta hidratación ocurre espontáneamente en disolución neutra o alcalina (Ciancaglini, 2001).

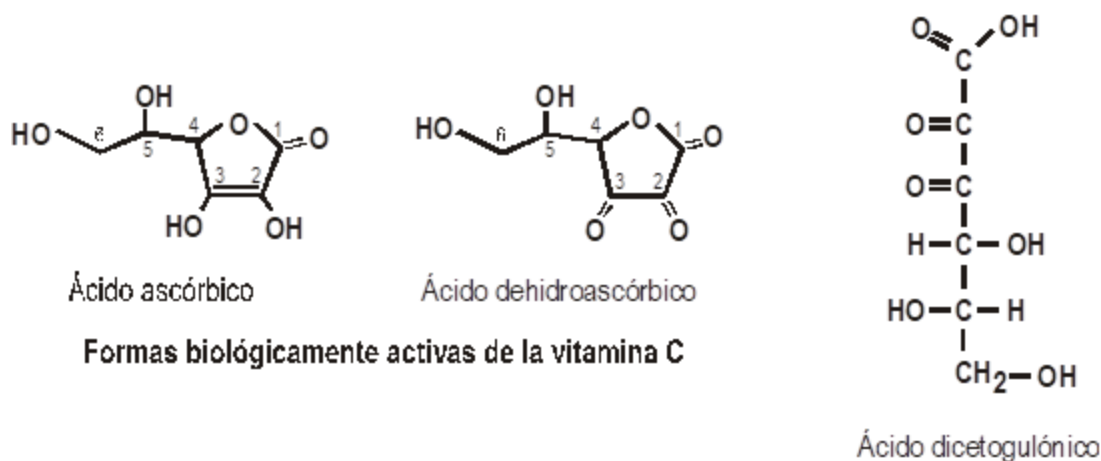


Figura 1. Estructura Química de la vitamina C.

La vitamina C es un compuesto inestable, debido a la facilidad con la que se oxida e hidrata. Se destruyen con facilidad en el procesamiento y conservación de los alimentos, por lo que es utilizada como indicador de la pérdida vitamínica de un alimento durante su procesamiento y almacenamiento. Por otra parte, el calor y los cationes metálicos (cuidado al cocinar en recipientes de cobre) destruyen la vitamina C ya que es muy sensible a los cambios de temperatura y humedad, lo que hace que se degrade más rápido (Trindade y Grosso, 2000). Por lo tanto, es muy importante proteger el ácido ascórbico para que mantenga su funcionalidad.

La vitamina C se puede reconocer mediante azul de metileno. Este colorante cuando está oxidado es de color azul y se reduce fácilmente formando un compuesto incoloro. Por otra parte, la cromatografía y la titulación volumétrica de óxido-reducción son métodos utilizados para cuantificar el contenido de vitamina C de un alimento. La cromatografía líquida de alta presión (HPLC) es el método más utilizado por ofrecer una gran precisión de los resultados. Sin embargo, la técnica de HPLC resulta cara, por ello en esta práctica determinaremos el contenido de vitamina C presente en la fruta, en bebidas preparadas o en complejos vitamínicos mediante una titulación volumétrica de óxido reducción. (Ciancaglini, 2001).

1.2 ENCAPSULACIÓN Y MÉTODOS DE ENCAPSULACIÓN

La encapsulación es un proceso que atrapa una sustancia (agente bioactivo) dentro de otra sustancia conocida como material de pared, produciendo partículas a escala en nanómetros (nano-encapsulación), micrómetros (microencapsulación), o milímetros (Lakkis, 2007; Burgain, Gaiani, Linder y Scher, 2011). La microcápsula protege a la sustancia de los factores ambientales

(Dima *et al.*, 2014). Este proceso suele realizarse con el fin de preservar la estabilidad de los compuestos bioactivos durante su procesamiento y almacenamiento, para evitar interacciones indeseables con las matrices alimentarias, contribuyendo así a una liberación controlada del compuesto encapsulado (Desai y Park, 2005; Nedovic *et al.*, 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 y Harding, 2009; Fang y 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 y Park, 2005).

La selección de la pared los materiales son un paso crucial en el desarrollo de cápsulas ya que determina las características y las propiedades de las cápsulas resultantes. Diferentes tipos de encapsulantes (depósito, matriz, matriz recubierta) podrían ser caracterizados (Figura 1) (Zuidam y Nedovic, 2010).

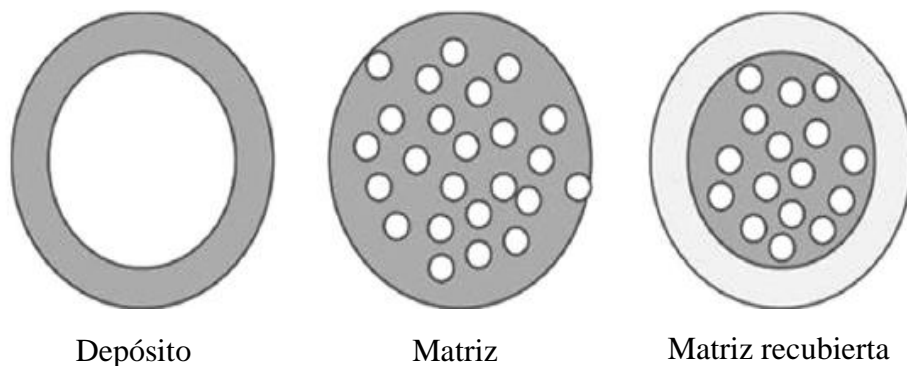


Figura 2. Tipos de agentes encapsulantes (Zuidam y Nedovic, 2010).

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 y 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.

La calidad del proceso de encapsulación depende del aumento de la capacidad de carga, la eficiencia de la encapsulación y el rendimiento obtenido de las microesferas (Chan, 2011).

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 y Hemar, 2009).

1.2.1 Emulsiones

La emulsión es una técnica de encapsulación ampliamente utilizada y puede ser hecha a temperatura ambiente, lo cual es interesante para los constituyentes termo-sensitivos. Este sistema es ampliamente utilizado por las industrias farmacéutica, cosmética y alimentaria como una forma de establecer una barrera protectora para el compuesto activo encapsulado, permitiendo su liberación en sitios específicos y una mayor estabilidad durante el almacenamiento (Azizi *et al.*, 2018).

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 en 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 intervalo 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 se define como el recubrimiento de materiales sólidos, líquidos o gaseosos con una película de material polimérico o graso, que origina partículas micrométricas de flujo libre, el producto de este proceso tecnológico se denomina “microcápsula” o “microesfera”, son sistemas que se diferencian en su morfología y estructura interna (Sáez *et al.*, 2007).

La microencapsulación es una tecnología innovadora que ha sido ampliamente utilizada en la agricultura, industria farmacéutica, industria alimentaria y otras para crear estructuras protectoras o cápsulas para la inmovilización, protección, liberación y funcionalización de ingredientes activos. La microencapsulación de células microbianas reduce la exposición a condiciones ambientales adversas a factores que potencialmente mejoran su viabilidad y estabilidad durante la producción, almacenamiento y transporte. La microencapsulación también confiere protección adicional durante la rehidratación de células secas. (Fávaro-Trindade y Grosso, 2002; Schoebitz *et al.*, 2013; Silva *et al.*, 2012).

1.2.2.1 Secado por aspersión

La microencapsulación mediante secado por aspersión es la tecnología más común y económicamente viable, además, 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). Es una forma efectiva de preservar los compuestos fenólicos de la degradación térmica, que generalmente ocurre cuando están expuestos al calor en una cámara de secado caliente durante poco tiempo (Rocha *et al.*, 2019).

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 3) (Escalona-García *et al.*, 2016).

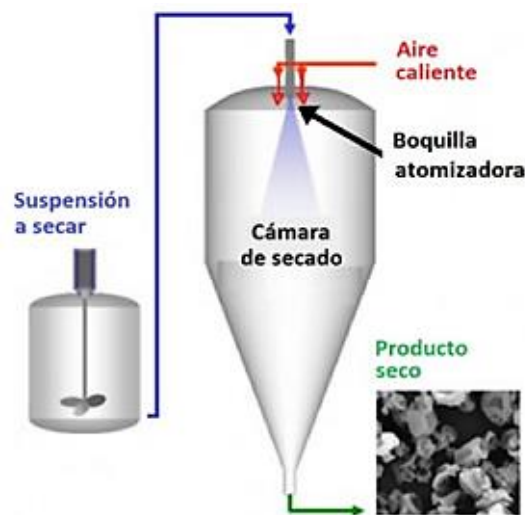


Figura 3. Esquema del proceso de secado por aspersión.

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 y 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).

1.2.2.2 Coacervación

Entre las técnicas de encapsulación está el proceso de coacervación compleja, el cual, se ha utilizado para encapsular diferentes ingredientes activos para aumentar su vida útil en diferentes condiciones de almacenamiento, para permitir el procesamiento de alimentos alternativos y para enmascarar el sabor o controlar liberación de componentes encapsulados. Es la separación de un sistema coloidal en dos fases líquidas (IUPAC, 1997).

El proceso de coacervación consiste principalmente en tres pasos básicos: emulsificación, coacervación, formación y/o endurecimiento de la cáscara (Yan y Zhang, 2014). Se basa en la interacción asociativa entre polímeros con carga opuesta, generalmente una proteína y un

polisacárido (Schmitt y Turgeon, 2011), los cuales se emplean típicamente como materiales de pared, y se han obtenido excelentes resultados para la eficiencia de encapsulación (Wang, Yang, Cao, Zhao y Wang, 2016; Shen *et al.*, 2016; Timilsena *et al.*, 2017; Sponton, Pérez y Santiago, 2017).

Sin embargo, microcápsulas obtenidas por coacervación compleja también se sabe que son frágiles bajo ciertas condiciones. La fuerza iónica a alta concentración y la variación del pH pueden debilitar o prevenir por completo la interacción electrostática existente entre proteínas y polisacáridos que afectan las propiedades reológicas de los coacervados. Por lo tanto, se usan compuestos específicos como reticulación para obtener estructuras más resistentes. Ca^{2+} ion es el más utilizado, esta preferencia podría estar asociada a la red adecuada del gel de Ca-AL y la aceptabilidad del calcio por el organismo humano (Draget, 2009).

La reticulación de coacervato es un proceso irreversible destinado para mejorar propiedades mecánicas, estabilidad del pH, fuerza iónica y alta estabilidad de temperatura (Dong *et al.*, 2008). Requiere la aplicación de compuestos dotados de propiedades para endurecer la estructura de coacervados. Diferentes compuestos químicos como el formaldehído y glutaraldehído se han usado previamente, sin embargo, se ha informado que los compuestos son tóxicos y, por lo tanto, no son adecuados para la aplicación de uso alimenticio.

La utilización de polifenoles en la reticulación natural de biopolímeros ha atraído más atención en parte porque son naturales, renovables materiales, su uso también puede mejorar las propiedades del producto (Gao *et al.*, 2019; Zou *et al.*, 2018). Se informó que la reticulación usando polifenoles a diferentes pH altera la estructura secundaria de las proteínas, mejora la estabilidad térmica y las propiedades reológicas debido a la proteína formada (Aewsiri *et al.*, 2010; Koupantsis, Pavlidou y Paraskevopoulou, 2016; Zhan Yang, Li, Wang y Li, 2018).

1.2.3 Gelación iónica

Un método interesante de encapsulación es la gelificación iónica (IG), dada su simplicidad y versatilidad. La gelación iónica es una técnica que a menudo se utiliza para formar micropartículas cuyo material de pared está compuesto de un polímero formador de gel, que no requiere el uso de solventes o altas temperaturas (Colak *et al.*, 2016; Mukai-Corrêa *et al.*, 2005).

Este método está basado en la capacidad de polielectrolitos para llevar a cabo una unión cruzada en presencia de contraiones multivalentes tales como Ca^{2+} , Ba^{2+} y Al^{3+} , para formar hidrogeles (Jamekhorshid *et al.*, 2014; Traffano-Schiffo *et al.*, 2018). 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, 1983; Hoefler, 2004).

Aunque la gelificación iónica es una técnica simple, los geles producidos son porosos, que pueden acelerar la penetración de oxígeno a través de la matriz o permitir la liberación de compuestos activos con baja masa molar que se insertan en los geles (Sezer y Akbuga, 1999). Sin la presencia de iones específicos a concentraciones adecuadas, el hidrocoloide típicamente tendrá valores bajos en sus propiedades espesantes. Además, la gelificación iónica no permite un buen control de tamaño de partícula (que posteriormente puede variar de 3 a 5 mm), que puede afectar negativamente la textura resultante de los alimentos (Zhao *et al.*, 2011; Comunian, Abbaspourrad, Fávaro-Trindade y Weitz, 2014).

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

Hay dos técnicas principales por las que la gelación iónica puede ser llevada a cabo, estas son la difusión ajustada (externa) y gelación interna (Burey, 2008).

1.2.3.1 Difusión ajustada (Externa)

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). Es un proceso simple utilizado para obtener geles en la cual, una solución de polisacárido aniónico se gotea sobre una solución iónica a concentraciones apropiadas, permitiendo obtener geles de diferentes formas y tamaños que forman estructuras tridimensionales con alto contenido de agua. (Gombotz y Wee, 1998; Smrdel *et al.*, 2008).

La desventaja de esta técnica es que frecuentemente puede causar una gelación no homogénea de las partículas debido al mecanismo de difusión. (Kim, Lee, y Lee, 2016). 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 causará la unión cruzada del hidrocoloide, que es entonces activada por un cambio 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 y una jeringa (Blandino *et al.*, 1999; Cheng y Lim, 2004; Hills *et al.*, 2000; Hunik y 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 afectará 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) 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).

La gelificación iónica por goteo de extrusión representa un método simple y eficiente, es una técnica de encapsulación de bajo costo que no requiere especialización equipo, alta temperatura o solventes orgánicos, lo que lo hace adecuado tanto para compuestos hidrofóbicos como hidrofílicos (Đorđević *et al.*, 2015; Nedovic *et al.*, 2011; Colak *et al.*, 2016; Mukai-Corrêa *et al.*, 2005).

1.3 POLIMÉROS COMO AGENTES ENCAPSULANTES

Los hidrocoloides son un grupo particular de los sistemas coloidales, los cuales se caracterizan por tener una gran afinidad por el agua donde se dispersan. Se consideran biopolímeros de alto peso molecular. Entre ellos podemos encontrar polisacáridos y proteínas (Capitani *et al.*, 2013).

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 y 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).

La mayoría de los biopolímeros utilizados como agentes estabilizantes y texturizantes son principalmente proteínas y polisacáridos solubles en agua, dado que su uso funcional se debe a la capacidad de incrementar la viscosidad de sistemas acuosos, debido a sus propiedades para formar geles, así como a su capacidad para estabilizar partículas coloidales diversas a las que dispersan o emulsifican. El mecanismo por el que estabilizan los polisacáridos es vía modificación de las propiedades reológicas del medio de dispersión (viscosidad o gelación de la fase acuosa continua) (Dickinson, 2003).

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 y 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 aspersión (Lee *et al.*, 2000).

1.3.2 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 empleado 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).

1.3.3 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.

Poseen ventajas económicas y funcionales, ya que son de fácil acceso, bajo costo y buena funcionalidad (Salehi y Kashaninejad, 2014). Constituyen una clase diversa de macromoléculas biológicas localizadas en altas concentraciones en distintas partes de las plantas, ya que forman parte de la célula y su pared celular. Debido a la alta concentración de grupos hidroxilo en los polisacáridos que los constituyen, los mucílagos generalmente tienen una alta capacidad de retención de agua ofreciendo un mecanismo para las plantas frente a los periodos de sequía (Fang *et al.*, 2014).

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 hispánica* L.) (Muñoz *et al.*, 2012b; Capitani *et al.*, 2013).

1.3.4 Carbohidratos de cadena larga

Los carbohidratos como los almidones, sólidos de jarabe de maíz, gomas 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 (Dalgleish, 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 y Singhal, 2006). Su naturaleza hidrofílica puede ser modificada mediante el enlace de cadenas laterales hidrofóbicas como el octenol (Drusch y Schwarz, 2006).

La maltodextrina es un hidrolizado almidón con una amplia gama de ventajas, que incluyen alta solubilidad, baja viscosidad, capacidades de formación de película y propiedades de secado, y asegura la estabilidad de los compuestos bioactivos (Suhag, Nayik y Nanda, 2016), 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).

Las gomas son comúnmente usadas para describir a una gama de polisacáridos, que hoy en día son ampliamente usados en productos alimenticios para desarrollar un número de funciones

incluyendo, gelado, espesado, estabilización de espumas, emulsiones y dispersiones, inhibición de la formación de cristales de hielo y de azúcar y en el control de la liberación del sabor (Orozco-Villafuerte *et al.*, 2003).

Las gomas pueden ser definidas en términos prácticos como moléculas de alto peso molecular con características o hidrofílicas o hidrofóbicas que, usualmente, tienen propiedades coloidales, con capacidad de producir geles al combinarse con el solvente apropiado. De este modo, el término goma se aplica a una gran variedad de sustancias con características gomosas. Sin embargo, es más común la utilización del término goma para referirse a polisacáridos o sus derivados, obtenidos de plantas o por procesamiento microbiológico, que, al dispersarse en el agua fría o caliente, producen soluciones o mezclas viscosas (Saha y Bhattacharya, 2010).

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 y Roudaut, 2002).

1.3.4.1 Goma Arábica

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 una exudación gomosa seca obtenida de la corteza de varias especies de árboles de Acacia de la familia de las leguminosas; árbol nativo de la zona de Sahel, que bordea por el sur el desierto del Sahara en África y abarca una enorme extensión distribuida en varios países (López Franco *et al.*, 2006). Este polisacárido es ampliamente usado en la industria, en áreas como la alimenticia, textil y farmacéutica.

La goma arábica es un polímero que consiste en ácido D-glucurónico (~21%), L-ramnosa (~13%), D-galactosa (~40%), L-arabinosa (~24%), ácido 4-O-metil-D glucurónico (~2%) y con un contenido de proteína de 2 a 5%, además contiene calcio, magnesio y potasio (ver Figura 4).

Las propiedades de emulsificación de la goma arábiga se atribuyen a la presencia de esta fracción de proteína (Dickinson, 2003; Garti y Reichman, 1993).

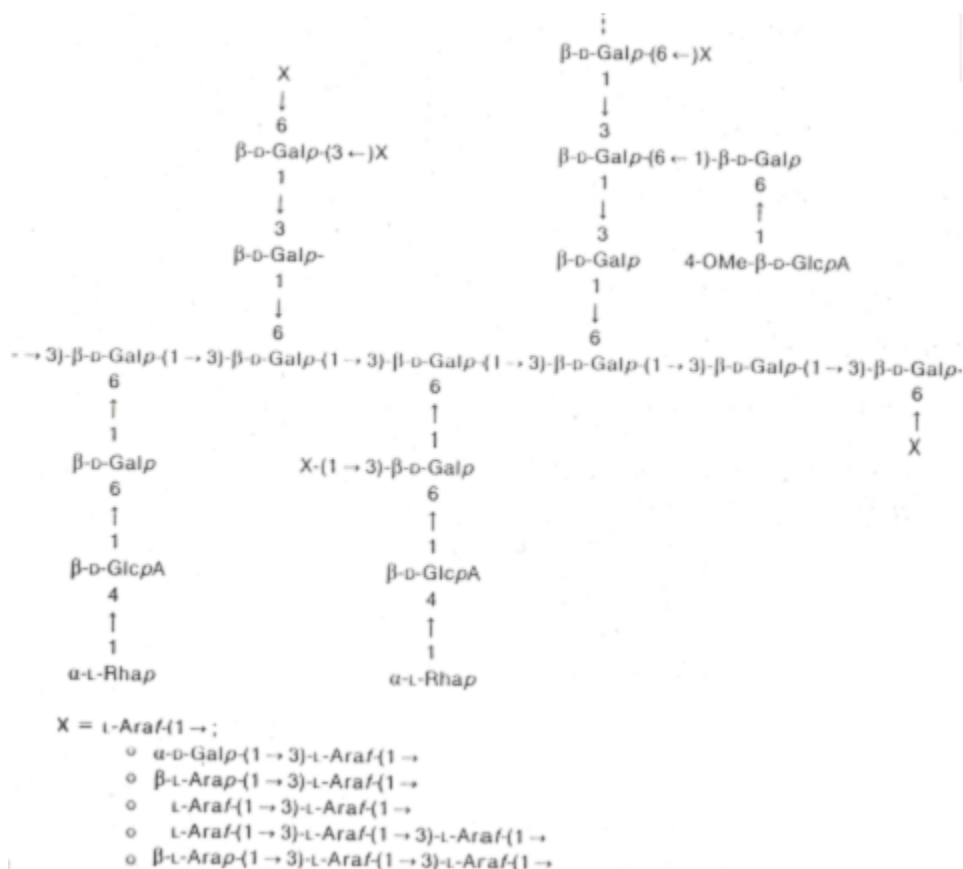


Figura 4. Estructura de la goma Arábiga (Gracia, 1987).

La goma arábiga 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 arábiga, es menor que 0.15. La goma arábiga es ideal para la microencapsulación de lípidos debido tanto a su actividad superficial como a sus propiedades de formación de película.

Debido a su extrema solubilidad en agua, la goma arábiga es única entre los hidrocoloides naturales; permitiendo producir soluciones concentradas (hasta un 50% wt); así también, se puede utilizar en concentraciones mucho menores en combinación con otras gomas (Williams y Phillips, 2000). Se disuelven en mayor o menor medida dependiendo de las condiciones del medio y características químicas de la goma, aunque en muchos casos se requiere de alta

temperatura y vigorosa agitación antes de que se lleve a cabo la disolución completa; lo que conlleva a la modificación de la reología, aumentando la viscosidad del líquido y llegando, en ocasiones, incluso a favorecer la floculación dando un aspecto sólido a ese líquido (Pasquel, 2001).

A concentraciones del 40% w/w las soluciones de goma Arábiga presentan un comportamiento típicamente Newtoniano. Arriba del 40% w/w las soluciones pueden adquirir características viscoelásticas, llegándose a observar un decremento en la viscosidad con un aumento en el esfuerzo cortante. La goma Arábiga es un emulsionante efectivo que tiene las características de baja viscosidad, buena actividad de superficie y capacidad para formar una película protectora en una emulsión; ésta produce películas con las propiedades de un hidrocoloide y puede formar emulsiones estables con la mayoría de aceites esenciales, (Valle-Guadarrama *et al.*, 2008), formando una película visible en la interfase grasa, previniendo la coalescencia de las gotas de aceite aumentando la dispersión de las mismas (Valle-Guadarrama *et al.*, 2008).

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

1.3.5 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 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 rehinchamiento. 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).

1.3.5.1 Alginato de Sodio

El alginato de sodio (AS) es una sal de sodio del ácido algínico, un polisacárido natural y un polímero lineal compuesto de ácido 1,4-ligado ácido D-Manurónico (M) y residuos de ácido α -D-glurónico (G) en diversas proporciones y disposiciones (Patil *et al.*, 2010; Draget y Taylor, 2011; Sarker *et al.*, 2015). Absorbe agua rápidamente y se usa como ingrediente en una variedad de industrias manufactureras como papel, textiles, farmacéutica, odontología, prótesis y diferentes tipos de productos médicos que incluyen cicatrización de heridas, administración de medicamentos, tejidos y materiales de ingeniería. (Cui *et al.*, 2016; Lee y Mooney, 2012; Meng *et al.*, 2017; Rehim *et al.*, 2016).

Además del origen de algas, el alginato puede ser producido por *Azotobacter* y *Pseudomonas* con características similares y amplias aplicaciones biomédicas (Maleki *et al.*, 2015; Almaas, Zotchev, Valla y Ertesvag, 2016; Trujillo-Roldán *et al.*, 2015).

Este polímero presenta varias cualidades que lo hacen adecuado como material encapsulante, como bajo costo, simplicidad de uso, biodegradabilidad, biocompatibilidad (Desai y Park, 2005; Fang *et al.*, 2008). Además, proporciona una protección eficiente cuando se usa como material

de recubrimiento, resultando en valores altos de eficiencia de encapsulación de compuestos fenólicos extraídos de plantas (Deladino *et al.*, 2008; Belščak-Cvitanović *et al.*, 2011; Stojanovic *et al.*, 2012; Deladino *et al.*, 2013). Además, es altamente compatible con el proceso de gelificación iónica, por lo cual se considera uno de los polímeros aniónicos naturales más versátiles (López-Córdoba, Deladino y Martino, 2014; Lozano-Vázquez *et al.*, 2015; Stojanovic *et al.*, 2012).

1.4 MEZCLAS DE BIOPOLÍMEROS

Una mezcla es un material formado por dos o más componentes unidos, pero no combinados químicamente. En una mezcla no ocurre una reacción química y cada uno de sus componentes mantiene su identidad y propiedades químicas. Se sabe que existen dos tipos de mezclas las cuales se distinguen, una por reconocer a simple vista sus componentes (mezcla heterogénea) y la otra por solo poder observar una fase (mezcla homogénea). Al ser una combinación física de dos o más sustancias, estas pueden formar aleaciones, suspensiones, emulsiones o coloides por citar algunos ejemplos (Serdaroğlu *et al.*, 2016).

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).

1.4.1 Mezcla alginato de sodio (AS) – goma arábiga (GA)

La solución acuosa de alginato de sodio se transforma en un gel de consistencia variable por la acción de iones de calcio, que forman enlaces intermoleculares con los grupos carboxilo de gluconato que conduce a la conocida estructura de "caja de huevos" y al establecimiento de un recubrimiento de polímero o "caparazón" (Goh, Heng y Chan, 2012). Sin embargo, incluso la gelificación iónica de alginato por extrusión tiene pérdidas y altas tasas de difusión de compuestos activos a través de alginato poroso, la red limita su aplicación como vehículo de liberación controlada. (López Córdoba, Deladino y Martino, 2014). Para superar esta desventaja, ciertos materiales de relleno a menudo se usan para mejorar la porosidad del alginato gel, prevenir y posponer la liberación rápida del compuesto atrapado del gel a los medios circundantes y mejora la eficiencia de encapsulación (Bušić *et al.*, 2016).

La encapsulación por técnica de gelificación iónica ocurre porque reticulaciones de alginato con cationes divalentes. Se añaden partículas de calcio a la solución de alginato y la liberación de estos iones es inducida por la reducción del pH mediante la adición de ácido, lo que resulta en la gelificación del alginato (Leong *et al.*, 2016). Los iones de calcio liberados reaccionan con las cadenas de alginato, promoviendo la gelificación del polímero.

Como se reporta, es evidente que una amplia gama de polímeros naturales apunta con éxito a mejorar las desventajas de los geles de alginato. Sin embargo, tomando esto en cuenta, otros materiales derivados de plantas ricas antioxidantes polifenólicos también podrían servir como componentes de relleno funcionales a la red de gel de alginato, y de esa manera, además de proporcionar una mejor encapsulación, también podrían enriquecer los sistemas de entrega mediante sus bioactivos presentados naturalmente (Bušić *et al.*, 2018).

La goma arábiga ayuda a incrementar la capacidad adherente de las moléculas de agua en la superficie de las microcápsulas acortando así el tiempo de creación de instancias de mezclas y

carbohidratos a través de una mayor interacción con el agua (Edris *et al.*, 2016; Fernandes *et al.*, 2014).

2. JUSTIFICACIÓN

2. JUSTIFICACIÓN

En la última década se ha notado un incremento en la demanda de hidrocoloides como agentes emulsionantes, gelificantes, espesantes, estabilizadores y modificadores de textura empleados en la industria alimentaria y farmacéutica; razón por la cual, se están desarrollando metodologías para la obtención de hidrocoloides provenientes de fuentes vegetales o animales (Salehi y Kashaninejad, 2014). El consumidor se interesa por productos benéficos para la salud humana, de origen natural, biodisponibles y de bajo costo.

En ese sentido, las gomas y los alginatos surgen como una opción potencial de aplicación en la industria alimentaria y/o farmacéutica ya que son fuentes de hidrocoloides totalmente naturales que tienen propiedades funcionales como agentes emulsionantes, espumantes, espesantes y encapsulantes.

Teniendo en cuenta sus propiedades funcionales, emulsificantes y encapsulantes, se pretende estudiar al alginato de sodio (AS) y la goma arábiga (GA) como material de pared para la encapsulación de ácido ascórbico (AA) mediante gelación iónica, obteniendo esferas de los geles por extrusión de la emulsión y analizar si existe un efecto sinérgico entre ambos biomateriales (biopolímeros) que brinden ciertas características a las esferas de los geles que se conformaran, para tener altos rendimientos de encapsulamiento entre otras características.

Se eligió encapsular vitamina C ya que es empleada en la industria alimentaria y posee alto valor agregado, pero es sumamente lábil a factores ambientales, por lo que es necesario brindarle una protección para ser usada.

3. HIPÓTESIS

3. HIPÓTESIS

La conformación de geles de alginato de sodio (AS)–goma arábiga (GA) presentarán mejores propiedades encapsulantes de ácido ascórbico en comparación con el alginato de sodio puro (AS).

4. OBJETIVOS

4. OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

Desarrollar geles alginato de sodio (AS) y alginato de sodio (AS)-goma arábica (GA) conteniendo ácido ascórbico (AA) para comparar las propiedades encapsulantes de los mismos.

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obtener diagramas de fase del sistema alginato de sodio (AS)-goma arábica (GA).
- Formular geles mediante gelación iónica para encapsular ácido ascórbico.
- Obtener curva de calibración para el ácido ascórbico
- Obtener rendimiento de proceso de encapsulamiento.
- Evaluar propiedades de calidad de los geles (porcentaje de solubilidad, coeficiente de hinchamiento, tiempo de disolución, porcentaje de dispersabilidad, humectabilidad e higroscopicidad).

5. MATERIALES Y MÉTODOS

5. MATERIALES Y MÉTODOS

5.1 MATERIALES

La goma arábica (GA) empleada como agente encapsulante fue adquirida en Industrias Ragar S. A. de C. V. (Ciudad de México)

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

El ácido ascórbico (AA) empleado como material encapsulado fue adquirido en Sigma Aldrich S.A. de C.V., Toluca, Estado de México.

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

El diagrama de fases se realizó siguiendo el método de 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 la emulsificación, y durante la formación del gel por gelación iónica.

Se realizó un diagrama de fases binario de mezclas AS - GA, variando las concentraciones de GA (0-0.2% w/w) y AS (0-.25% w/w) en suspensiones acuosas a temperatura ambiente, de acuerdo con un enfoque de red simple (Correa, 2003; Mestdagh y Axelos, 1999). Para ello, 0, 0.075, 0.1, 0.125 y 0.2 g de GA se introdujeron en 10 mL de dispersiones acuosas que contienen 0, 0.075, 0.1, 0.125, 0.2 y 0.25 g de AS en todas las combinaciones de mezclas. Las dispersiones hidrocoloidales se agitaron utilizando un equipo Vórtex Mixer (IKA, Alemania) a 4000 rpm hasta que completar la hidratación de los polímeros (primero el alginato y posteriormente se agrega la goma arábica).

Posteriormente, el estado físico macroscópico de las suspensiones se caracterizó visualmente como estados de DISP (fluye cuando el tubo está invertido) o GEL (no fluye cuando el tubo está invertido).

5.2.2 Formulación y obtención de emulsiones

Las emulsiones de ácido ascórbico se formularon utilizando tres mezclas de biopolímeros (AS-GA) como agentes dispersantes en tres relaciones distintas (0:100, 50:50 y 62.5:37.5 %). El procedimiento consistió en una etapa inicial, en donde se elaboró una solución de alginato de sodio en agua, se calentó durante 24 h a 45 °C mientras se mantuvo en agitación constante a 300 rpm en una parrilla, la segunda etapa consistió en adicionar goma arábiga a la solución de alginato de sodio con agua (se mantuvo la agitación y la temperatura) entre 2 y 4 h, posteriormente se agregó a la solución biopolimérica el ácido ascórbico (la relación agente dispersante [material de pared] respecto al ácido ascórbico [material de núcleo] fue 1:1) y se homogeneizó mediante un homogeneizador Ultra-Turrax T50 basic (IKA-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EE.UU.) a una velocidad de 5200 rpm durante 12 min, con un baño de hielo para mantener la temperatura por debajo de 30 °C.

5.2.3 Obtención de los geles en forma de esferas

La obtención de los geles de AS-GA se llevó a cabo siguiendo el método propuesto por Chan (2011) con ligeras modificaciones. Las emulsiones fueron extruidas a través de una pipeta Pasteur de 3 mL y se gotearon en una solución de CaCl₂ al 5% en agua contenida en un vaso de precipitado con agitación a 180 rpm usando un agitador magnético. La agitación se continuó durante 40 min para completar la gelación y producir capsulas esféricas. Posteriormente, la mezcla se filtró y las cápsulas separadas se lavaron repetidamente con agua destilada e inmediatamente estas se secaron en una estufa de convección forzada a 45°C durante 24 h. Las esferas secas se almacenaron en un desecador hasta su uso posterior.

5.2.4 Curva de calibración

Para determinar el contenido de vitamina C mediante una volumetría de óxido-reducción se utilizó el procedimiento descrito por Ciancaglini (2001) con ligeras modificaciones en el cual la vitamina C tiene carácter reductor y se utilizó una disolución de yodo como agente oxidante que constituye el titulante patrón.

Primero se obtuvo la curva de calibración blanco, para ello se adicionaron diferentes cantidades de ácido ascórbico (0.1, 0.125, 0.15, 0.175, 0.2, 0.225, 0.25, 0.275, 0.3 g) a un matraz Erlenmeyer que contenía una mezcla de 1 g de KI, 5 mL de HCl 1 M y 100 mL de agua destilada y se adicionó 0.1 g almidón en polvo (indicador). Una vez completada la disolución, se valoró ésta con una disolución patrón de yodato potásico. Se detectó la aparición de un complejo I_3^- - Almidón al notar un ligero color azul.

Se graficaron los resultados y se obtuvo la línea de tendencia y la ecuación de la recta además del valor R^2 .

Por último, se repitió el mismo procedimiento, pero en lugar del ácido ascórbico se utilizaron diferentes cantidades de microcápsulas o geles (0.1, 0.2, 0.3 y 0.4 g).

5.2.5 Rendimiento del proceso de encapsulamiento

El rendimiento del proceso de encapsulación se determinó de acuerdo con la metodología descrita por Benavides *et al.* (2016). El rendimiento es la relación entre la cantidad de esferas obtenidas y la cantidad de emulsión utilizada en el proceso de encapsulación, por lo que se obtiene dividiendo la masa de las capsulas secas entre la masa del material de pared (mezcla de geles) por 100, como se puede apreciar en la siguiente ecuación:

$$Y(\%) = (M_{cap}/M_{emu}) * 100 \quad (1)$$

donde “ M_{cap} ” es la masa total de cápsulas y “ M_{emu} ” es la masa total de emulsión usada.

5.2.6 Evaluación de propiedades de calidad de los geles

5.2.6.1 Porcentaje de Solubilidad

La solubilidad es el último paso de disolución de partículas. y es un factor decisivo para la calidad del polvo que se utilizará como ingredientes para la industria alimentaria (Fernandes *et al.*, 2014). Para calcularla se utilizó el método descrito en Amid y Mirhosseini (2012) con ligeras modificaciones. Se adicionó 1 g de muestra (previamente trituradas) a un vaso de precipitado que contenía 10 mL de agua destilada y se dejó en agitación magnética en una parrilla a 400 rpm por 30 min a diferentes temperaturas (25, 45 y 65 °C) y después las muestras se centrifugaron por 10 min y finalmente se secaron por convección a 45 °C por 2 días. La solubilidad se calculó usando la siguiente ecuación:

$$\%Solubilidad = \frac{Mseca}{Mmuestra} * 100 \quad (2)$$

en la cual “Mseca” es el peso de la muestra diluida después de secar y “Mmuestra” es el peso de la muestra antes de diluir.

5.2.6.2 Coeficiente de Hinchamiento

Para calcular el coeficiente de hinchamiento se utilizó el método descrito en Archana *et al.* (2013) con algunas modificaciones. Se adicionaron 0.5 g de muestra a un vaso de precipitado que contenía 100 mL de agua destilada, los geles son hidratados por 24 h a diferentes temperaturas (25, 45 y 65 °C) y diferentes pH (1, 4, 7 y 10), posteriormente se les removió el agua a las muestras hinchadas y se pesaron. El coeficiente de hinchamiento (SI) fue calculado con la siguiente ecuación:

$$SI \left(\frac{g}{g} \right) = \frac{Mhin - Mseca}{Mseca} \quad (3)$$

en la cual “Mhin” es el peso de las cápsulas hidratadas y “Mseca” es el peso de la muestra antes de hidratar.

5.2.6.3 Tiempo de Disolución

La prueba de disolución se evaluó basándose en la metodología descrita por Quek *et al.* (2007) con algunas modificaciones. Se pesaron aproximadamente 0.05 g de muestra (previamente triturada) y se colocaron en un mini tubo de ensayo al cual se añadió 1 mL de agua destilada. A continuación, se agitó a 2000 rpm usando un agitador orbital Vórtex 3 (IKA, Alemania) durante 10 s. El tiempo para reconstituir completamente los polvos se registró utilizando un temporizador electrónico.

5.2.6.4 Porcentaje de Dispersabilidad

La dispersabilidad de los geles se determinará utilizando el método descrito por Bhusari *et al.* (2014). Se agitaron aproximadamente 2.6 g de microcápsulas (previamente trituradas) con 20 g de agua a temperatura ambiente en un vaso de precipitado. La agitación se realizó a 300 rpm en todo el diámetro del vaso de precipitado durante 60 s. Las microcápsulas se vertieron a través del papel filtro y se dejaron secar en un horno de convección forzada a 45°C por 2 días. La dispersabilidad se calculó usando la siguiente ecuación:

$$DS (\%) = \frac{(W+a)S_p}{a \cdot S_j} \quad (4)$$

donde a (g) es la cantidad de microcápsulas en polvo usadas, W (g) es el peso del agua tomada para la reconstitución, S_p (%) es el porcentaje de sólido total presente en las microcápsulas y S_j (%) es el porcentaje de materia seca presente en las microcápsulas reconstituidas después de haber sido pasado por el papel filtro.

El porcentaje de materia seca de las microcápsulas se estimó midiendo su contenido de humedad, manteniendo la muestra en un horno de convección forzada a 45°C por 5 días hasta que se obtuvo un peso constante y se calculó usando la siguiente ecuación:

$$H = \frac{W_{in} - W_{fi}}{W_{fi}} * 100 \quad (5)$$

Donde W_{in} y W_{fi} son los pesos iniciales y finales del contenido de la unidad de dosificación respectivamente.

El resultado obtenido no debe ser mayor que 12% para el caso de productos secos.

5.2.6.5 Humectabilidad

La humectabilidad de las microcápsulas fue determinada acorde a la metodología propuesta por Fernandes *et al.* (2014) con ligeras modificaciones, para ello, se agregó 1 g de muestra a un vaso de precipitado con 50 mL de agua destilada a temperatura ambiente donde se agitó magnéticamente a 350 rpm en una parrilla y se midió el tiempo necesario para alcanzar la humectación completa (tiempo que tardaron los geles en sumergirse completamente).

5.2.6.6 Higroscopicidad

Para calcular la higroscopicidad se utilizó el método descrito por Cai y Corke (2000) con ligeras modificaciones. Se adiciono 1 g de muestra en un desecador con una solución de NaCl al 75% y se deja reposar por 7 días a temperatura ambiente. Los resultados son expresados como la masa del agua absorbida por 100 gramos de muestra (g/100 g).

Para obtener el porcentaje de higroscopicidad se utilizó la siguiente ecuación:

$$I \left(\frac{g}{100 g} \right) = \left(\frac{P_t - P_s}{P_s} \right) * 100 \quad (6)$$

donde P_t es la masa total después de los 7 días y P_s es la masa de la muestra seca.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

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

Se evaluó el estado físico de las suspensiones acuosas que contenían alginato de sodio (AS) y mezclas de alginato de sodio (AS)-goma arábiga (GA) con el objetivo de identificar las concentraciones en las que las suspensiones acuosas de AS y AS-GA (mezclas) eran adecuadas para emulsionar el ácido ascórbico (que será encapsulado mediante la técnica de gelación iónica). Se observó que las mezclas biopoliméricas de AS-GA 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 GA la suspensión adquiría un color marrón claro característico de la goma arábiga lo que se vería reflejado directamente en el color de las cápsulas.

Posteriormente se construyó un diagrama de fases binario AS-GA en el cual dos estados físicos distintos (GEL, DISP) fueron observados y limitados por una línea de fase teórica (Figura 5). Debajo de la línea, los sistemas fueron fluidos (fase DISP) con un cuerpo homogéneo de aspecto translúcido al inicio y opaco conforme se aumenta la concentración de goma arábiga (GA). 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 la goma. Se concluye que el aumento de la fracción del AS y la disminución de GA promueve la formación del GEL, mientras que la reducción de la concentración de AS y el aumento de GA promueve que las suspensiones permanecen fluidas (DISP).

El análisis del diagrama de fase (Figura 5) permitió ver que la mezcla AS-GA tiene el siguiente rango de concentraciones; AS: 0 a 0.2 g y GA: 0 a 0.2 g, en el cual la mezcla de biopolímeros tiene una fluidez adecuada para la producción de las emulsiones que tendrán la sustancia activa de interés (ácido ascórbico) 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.

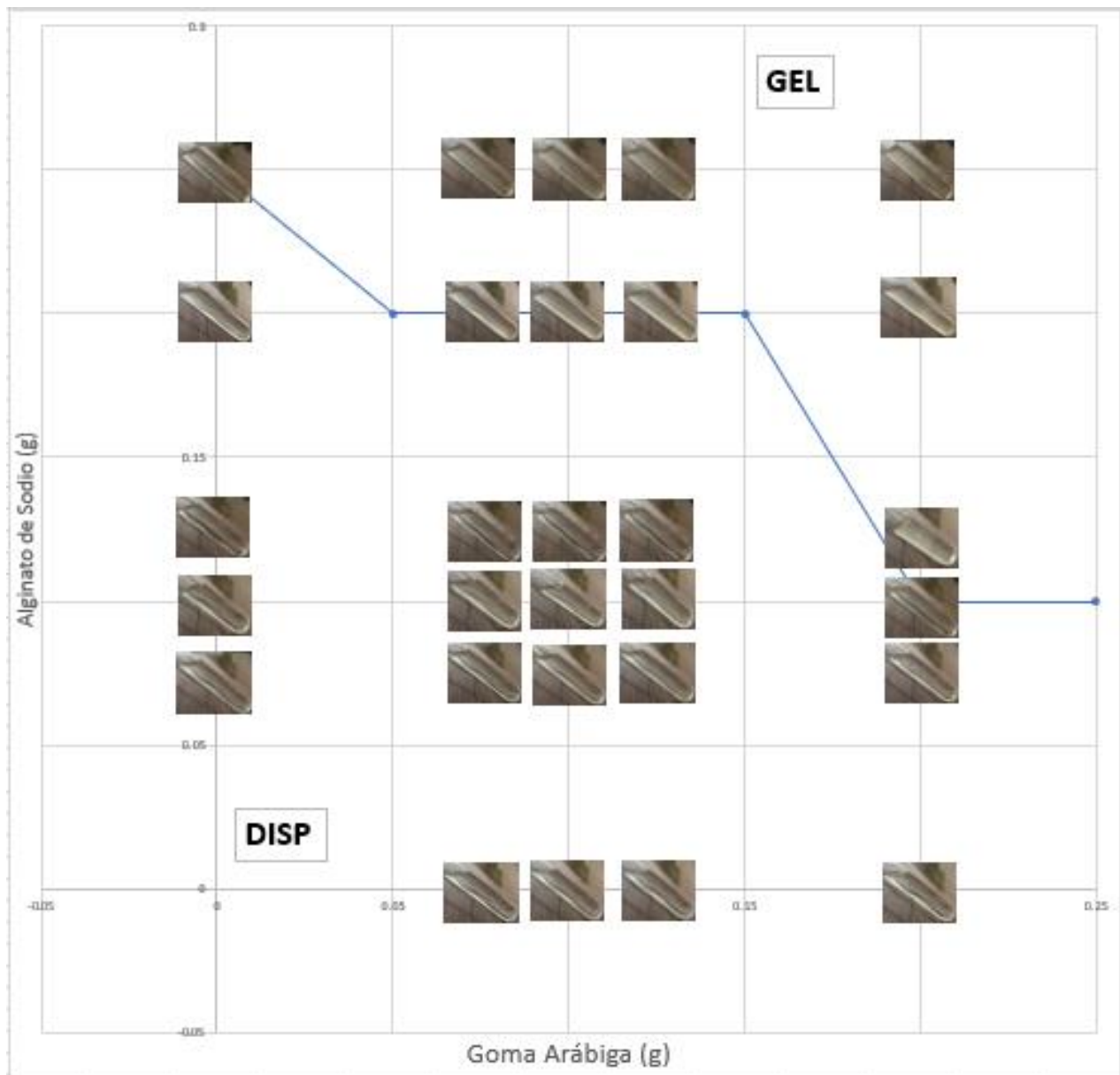


Figura 5. Sistema de fases binario GA-AS.

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 AS (0.125:0 % w/w) y dos sistemas con mezclas AS-GA (0.125:0.075, 0.125:0.125 % w/w) para analizar el efecto que tenían como material de pared en la encapsulación del ácido ascórbico. Al hacer pruebas con las emulsiones correspondientes los resultados fueron óptimos

para el sistema trabajando solo con AS y la mezcla AS-GA (0.125:0.075) ya que las esferas obtenidas no se rompían durante el goteo y posterior secado; pero no fue el mismo caso para el sistema AS-GA (0.125:0.125) ya que dicha solución estaba muy dispersa lo que condujo a que las esferas se rompieran durante el goteo formando una gran masa de gel en lugar cápsulas individuales por lo que tuvo que descartarse, por lo que finalmente solo se desarrollaron los otros dos sistemas (ver ANEXO 2).

Como las cantidades de material de pared era pequeñas se aumentaron por 5 veces respetando los porcentajes masa de cada uno de los dos sistemas.

6.2 Curva de calibración

A través de una titulación volumétrica se evaluó el volumen de disolución de yodato potásico necesaria para reaccionar con la concentración de ácido ascórbico diluido en la muestra. Se utilizó almidón con indicador ya que los iones de yodato reaccionan con este dando como resultado visible un ligero color azul.

Primero se evaluaron las concentraciones especificadas en la metodología, pero dado que los volúmenes obtenidos al graficarlos dieron una R^2 de 0.9882 se decidió expandir la gráfica y se agregaron 4 nuevas concentraciones de ácido ascórbico (0.02, 0.04, 0.06 y 0.08 g), con las cuales finalmente se obtuvo una R^2 de 0.9988 (los resultados se pueden encontrar en el ANEXO 3). Con dichos resultados se construyó la curva de calibración blanco (Figura 6) con la cual también se obtuvo la línea de tendencia y la ecuación de la recta.

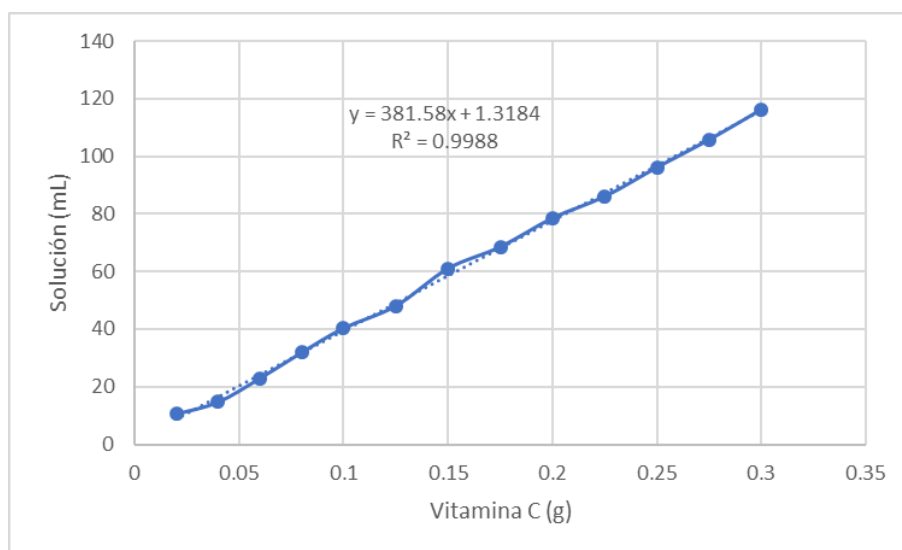


Figura 6. Curva de calibración blanco solución de iodato de potasio vs vitamina C.

Con la ecuación de la recta se procedió a calcular cuales serían los volúmenes posibles de solución de iodato de potasio (Tabla 1) necesarios para conocer la concentración de ácido ascórbico dentro de las capsulas.

Tabla 1. Volúmenes de solución de iodato potásico probables.

Vit C (g)	sln (mL)
0.1	39.48
0.2	77.63
0.3	115.79
0.4	153.95

Una vez calculados los volúmenes probables se compararon con los volúmenes resultantes de las pruebas para conocer la concentración de ácido ascórbico dentro de las cápsulas (vea Tabla 2).

Tabla 2. Volúmenes de solución de iodato de potásico para cada sistema de geles.

Muestra	Peso (g)	Volumen (mL)
AS-GA	0.1	61.9
AS-GA	0.2	100.6
AS-GA	0.3	138.9
AS-GA	0.4	177.1
AS	0.1	55.7
AS	0.2	95.3
AS	0.3	136.4
AS	0.4	175.7

Comparando la Tabla 2 con la Tabla 1 se puede apreciar que para ambos sistemas se requiere más volumen de solución, esto se debe a que el soluto (los geles) contiene el ácido ascórbico que provee una capa que evita que fácilmente reaccione el ácido con el iodato, por lo cual se requiere más solución patrón.

También se puede apreciar que los geles del sistema que solo tiene AS dieron como resultado volúmenes menores que los del sistema de AS-GA, con eso se puede deducir que el material de pared en mezcla es más resistente contra solventes de la vitamina, pero, como las diferencias entre ambos sistemas son significativas y no sobrepasan los 5 mL aproximadamente entre sí, podemos decir que ambos sistemas tienen la misma resistencia en concentraciones pequeñas.

6.3 Rendimiento del proceso de encapsulamiento

Una vez obtenidos los geles se procedió a la evaluación de su calidad. Primeramente, se evaluó el rendimiento del proceso de encapsulación de acuerdo con la cantidad de emulsión utilizada en el desarrollo de los 2 sistemas hidrocoidales y la cantidad final de esferas o cápsulas de AS y AS-GA obtenidas después de su secado (ver Tabla 3).

Tabla 3. Rendimientos de proceso de encapsulamiento.

Sistema AS-GA	Ácido Ascórbico (g)	H ₂ O (g)	Mezcla de biopolímeros (g)	Total de disolución (g)	Cápsulas secas (g)	Y (%)
1	0.1	48.75	0.625:0 % w/w	1.25	0.9695	77.56
2	0.1	48	0.625:0.375 % w/w	2	1.8202	91.01

En base a los resultados presentados se puede decir que el rendimiento para cada uno de los dos sistemas de geles obtenidas es adecuado, pero, está el detalle de que el sistema 2 tiene una diferencia aproximadamente del 15% mayor respecto al sistema 1, indicando que el empleo de mezclas AS-GA en la encapsulación del ácido ascórbico es mejor.

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 del otro sistema que no fue tan viscoso y su transporte no representó pérdidas de emulsión.

6.4 Porcentaje de solubilidad

La solubilidad de los polvos secos es uno de los parámetros críticos de calidad en la industria alimentaria que depende principalmente de la composición química del polvo y su estado físico (Dhanalakshmi, Ghosal, y Bhattacharya, 2011).

Los resultados de este estudio mostraron que los dos sistemas son poco solubles, produciendo resultados que van desde 20% a 40% aproximadamente (Tabla 4). El ácido ascórbico es soluble en agua a temperatura ambiente, mientras que los materiales de pared utilizados para encapsular el ácido ascórbico redujeron su solubilidad. Las microcápsulas producidas que usaron diferentes formulaciones en este estudio mostraron baja solubilidad en agua a temperatura ambiente.

Hubo diferencias notables entre ambos sistemas conforme aumentaba la temperatura, desde el 5 al 10% aproximadamente. A pesar de ser más duros los geles de la mezcla de AS-GA con respecto a las capsulas de AS muestran porcentajes de solubilidad mayores. Como se puede apreciar en la Tabla 4, al principio los porcentajes son prácticamente iguales, pero en la última temperatura notamos que la diferencia es mayor. Aunque en ambos casos el porcentaje es bajo, claramente se nota que el sistema en mezcla tiene un porcentaje que supera por 10% al otro sistema, con esto podemos deducir que agregar GA al sistema causó un aumento en la solubilidad en comparación con el uso de AS solo como material de pared. Este resultado puede atribuirse al hecho que la GA es altamente soluble en agua. Gracias a su carácter anfifílico, las moléculas de proteína tienen buenas propiedades emulsionantes. Cuando el extracto de proteína tiene una buena solubilidad en agua, una gran cantidad de cadenas de proteínas puede difundir y estabilizar pequeñas gotas de emulsión.

Tabla 4. Porcentajes de solubilidad.

Sistemas	Solubilidad (%)		
	Temperaturas		
	25 °C	45 °C	65 °C
AS-GA	23.03	29.98	38.43
	22.46	28.5	39.92
AS	21.96	24.74	29
	20.83	24.65	28

Las pruebas se hicieron por duplicado los resultados obtenidos se pueden encontrar en el ANEXO 4.

6.5 Coeficiente de hinchamiento

Se evaluó la capacidad de los geles para hidratarse en diferentes medios acuosos que variaban en su pH y temperatura. Los resultados obtenidos del coeficiente de hinchamiento para los sistemas

AS y AS-GA se graficaron y muestran dos patrones diferentes para cada uno de los sistemas respectivamente como puede apreciarse en las figuras 6.3, 6.4, 6.5 y 6.6.

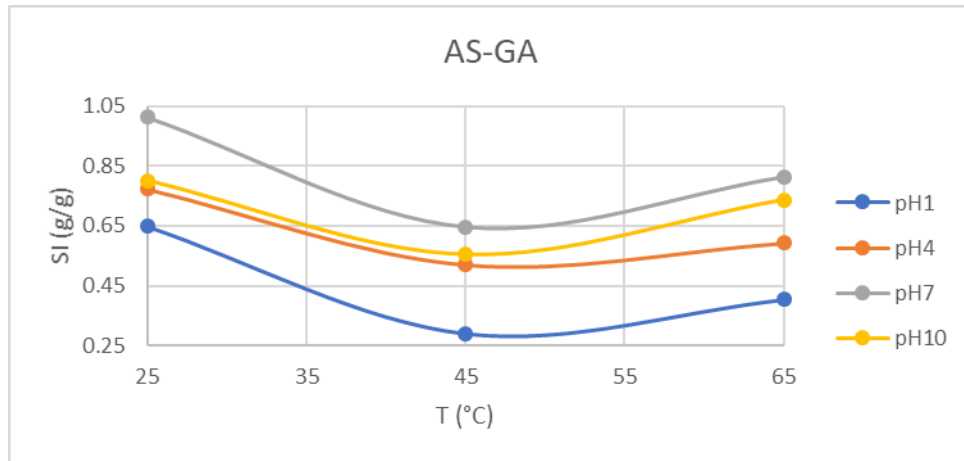


Figura 7. Coeficiente de hinchamiento vs Temperatura AS-GA prueba 1.

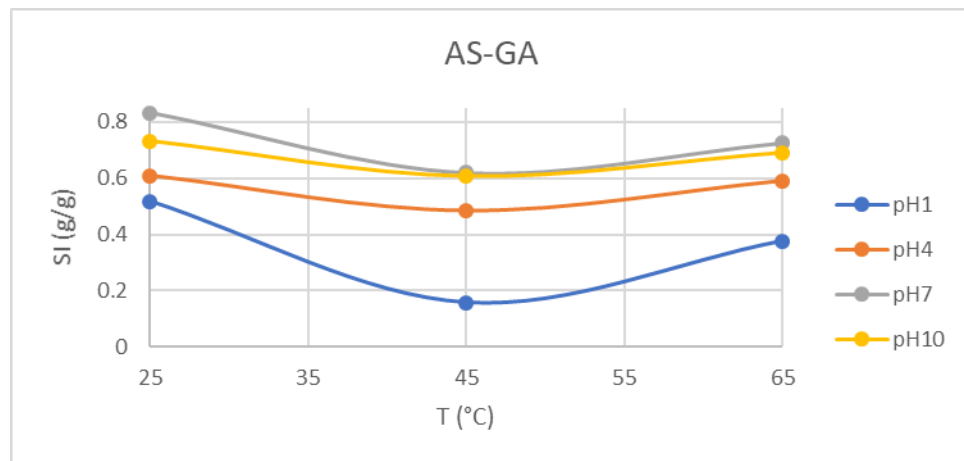


Figura 8. Coeficiente de hinchamiento vs Temperatura AS-GA prueba 2.

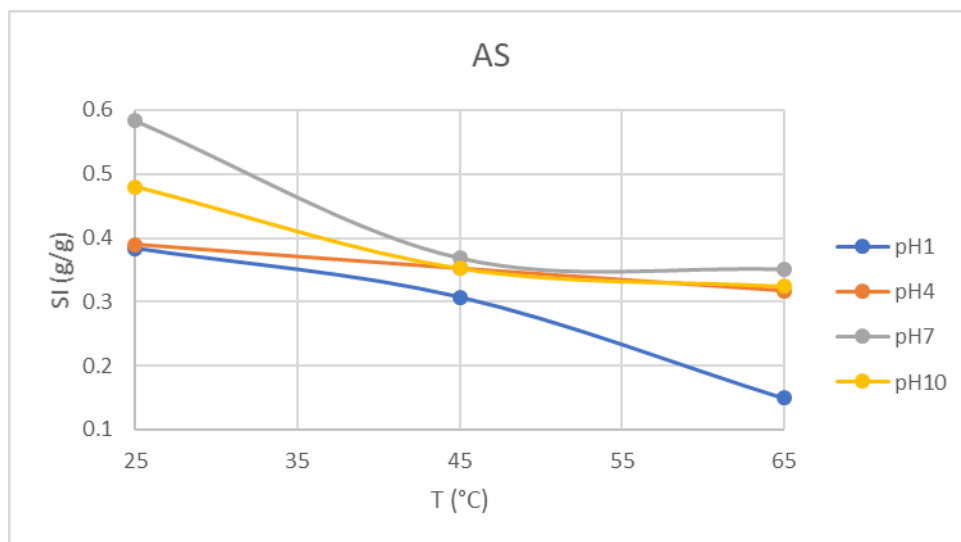


Figura 9. Coeficiente de hinchamiento vs Temperatura AS prueba 1.

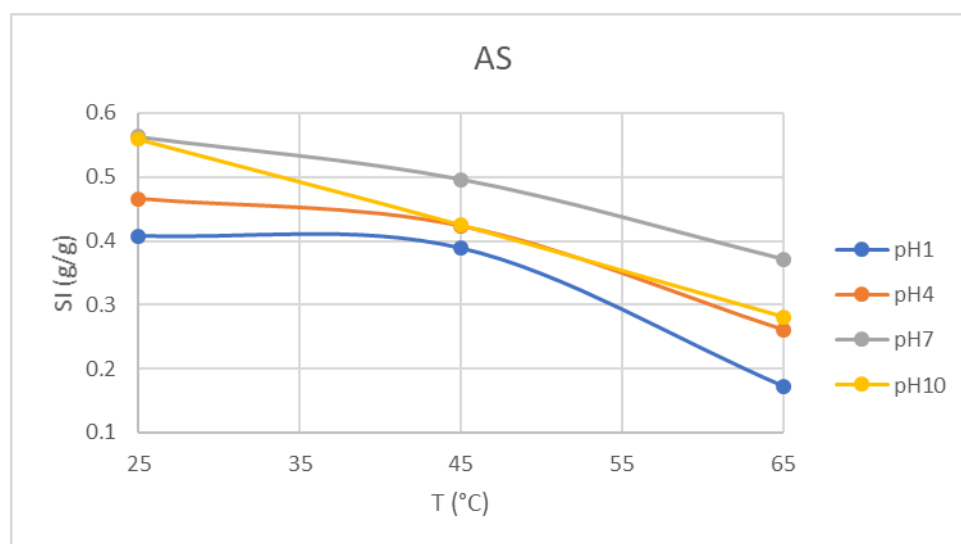


Figura 10. Coeficiente de hinchamiento vs Temperatura AS prueba 2.

Como puede apreciarse en las figuras 7 y 8 las cápsulas hechas con la mezcla AS-GA presentan una tendencia en la cual el coeficiente de hinchamiento es mayor a temperatura ambiente, a 45

°C disminuye drásticamente y a 65°C vuelve a subir, en algunos casos casi igualando al primer valor. En cambio, en las figuras 9 y 10 que corresponden a la capsulas hechas usando solo AS la tendencia va disminuyendo conforme la temperatura va aumentando.

En ambos casos se muestra que en un pH neutro (7) el coeficiente de hinchamiento es mayor (líneas grises), seguido de los pH básicos de 10 y 4, por lo que se dedujo que en medios ácidos el coeficiente de hinchamiento es bajo. Además, también se observa que los mayores coeficientes se obtuvieron a temperatura ambiente, el hinchamiento no se favorece cuando la temperatura aumenta, independientemente del valor del pH, por lo tanto, una mayor capacidad de hinchamiento indicó que la interacción entre las moléculas se vuelva más débil cuando la temperatura incrementa.

Por último, comparando los dos sistemas, la mezcla AS-GA muestra coeficientes de hinchamiento mayores concluyendo que absorben mayor cantidad de agua los geles combinados que el AS por sí solo, es se debe a la alta solubilidad de la goma arábica en agua.

Las pruebas se hicieron por duplicado para cada uno de los dos sistemas. Las tablas con los resultados obtenidos para cada sistema se puede encontrar el ANEXO 5.

6.6 Tiempo de disolución

Se evaluaron por triplicado los tiempos necesarios para que las capsulas trituradas (en polvo) se reconstruyeran en agua después de su agitación. Como se puede observar en la Tabla 5 las cápsulas hechas con la mezcla de AS-GA tardan más tiempo en reconstruirse, esto se puede deber a que como previamente se ha mencionado la goma arábica tiene alta solubilidad en agua por lo que retrasa la reconstrucción de las cápsulas que la contienen.

Tabla 5. Tiempos de disolución

Tiempo (m)	
AS-GA	AS
22:49	15:30
23:38	15:49
23:59	16:33

Las diferencias son notables, para todas las pruebas la diferencia es de 7 minutos aproximadamente entre ambos sistemas, una diferencia considerable dado a que son muestras

pequeñas, por lo que si se usaran muestras más grandes la diferencia en tiempo también sería mayor.

6.7 Porcentaje de dispersabilidad

La dispersabilidad es la facilidad con la que los polvos se distribuyen como partículas individuales en la fase líquida. Para analizar las propiedades instantáneas de las muestras se evaluó su porcentaje de humedad antes de triturar los geles y después de la humectación.

Los porcentajes finales se encuentran en la siguiente tabla:

Tabla 6. Porcentajes de dispersabilidad

	DS (%)
AS-GA	13.32
AS-GA	11.82
AS	11.07
AS	11.28

Analizando los resultados obtenidos podemos observar que los porcentajes son bajos y muy similares (presentando diferencias significativas). Se puede deducir que ambos sistemas tienen la misma facilidad de distribuirse en agua (aunque sea muy baja). Lo único a considerar es que el sistema en mezcla presenta los mayores porcentajes demostrando una vez que agregar GA al sistema encapsulante da como resultado mejores cualidades de encapsulamiento por su gran solubilidad en el agua.

Los resultados de las pruebas se pueden encontrar en el ANEXO 6.

6.8 Humectabilidad

La humectabilidad de las microcápsulas indica su capacidad para absorber agua, cuanto más corto es el tiempo que tarda el polvo en disolverse en el agua mejor es su atributo físico en el procesamiento de alimentos. La humectabilidad de los polvos secos es una de las más importantes características de manejo asociadas con la reconstitución polvos (Crowley *et al.*, 2016). El tiempo necesario para la humectación de todas las microcápsulas es mostrado en (Tabla 7).

Tabla 7. Humectabilidad

	t (min)
AS-GA	02:21
	02:45
AS	01:20
	01:34

Analizando los resultados, los geles en mezcla tardan más tiempo en humedecerse, existen diferencias significativas, esto puede ser debido a que la mezcla crea un encapsulamiento más duro que evita la penetración de agua en sus enlaces lo que evita que fácilmente sea hidratada la mezcla.

Estos resultados mostraron que la existencia de GA aumento el tiempo de humectabilidad en comparación con las microcápsulas producidas mediante el uso de AS solo. Las buenas características de humectación para los tratamientos producidos por agregar GA pueden deberse a el alto contenido de grupos hidrofílicos en los geles, que reaccionan altamente con agua (Dima *et al.*, 2016; Pătrașcu *et al.*, 2016).

La razón de que las cápsulas fueran trituradas antes de hacer las prueba es porque Dima *et al.* (2016) informaron que disminuir el tamaño de partícula aumentaría la humectabilidad, esto podría deberse a que el tamaño de partícula más pequeño aumenta el área de superficie de las microcápsulas que pueden interactuar con el agua.

6.9 Higroscopicidad

La higroscopicidad es la capacidad de un material para absorber la humedad de la atmósfera causando la oxidación y agregación de lípidos en las cápsulas. Los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla 8.

Tabla 8. Higroscopicidad

I (g/100 g)	
AS-GA (g)	AS (g)
26	21.4
28.35	17.33
32.01	18.15

La higroscopicidad del sistema de AS es significativamente menor en comparación con el sistema de base mixta. Anteriores estudios afirman que la muestra con menor contenido de humedad aumenta la higroscopicidad ya que la capacidad de absorber humedad está relacionada con el gradiente de concentración de agua entre el producto y el entorno (Tonon *et al.*, 2008). Sin embargo, los resultados de este estudio mostraron que el alginato de sodio posea el contenido de humedad más bajo y el más bajo de higroscopicidad.

La absorción de humedad por un carbohidrato se atribuye por el hidrógeno presentado en las moléculas de agua y los grupos hidroxilo disponible en goma arábica y β -CD (Fernandes *et al.*, 2014). La higroscopicidad producida en este estudio fue inferior a los valores de higroscopicidad que informaron en los estudios previos al usar goma arábica como material de la pared (Daza *et al.*, 2016).

Los pesos obtenidos después de pasados 7 días se encuentran en el ANEXO 7.

7. CONCLUSIONES

7. CONCLUSIONES

El desarrollo y estudio de los geles de ácido ascórbico (AA) encapsulado con alginato de sodio (AS) y mezclas de alginato de sodio (AS)-goma arábiga (GA) permitió identificar que las proporciones de concentración de los biopolímeros en mezcla influyen sobre las características de la solución (viscosidad aparente) y sobre las características de los geles esféricos (rendimiento de encapsulación) y sus cualidades (solubilidad, hinchamiento, disolución, humectabilidad, dispersabilidad e higroscopicidad).

La construcción de un diagrama de fases binario permitió establecer que la mezcla AS-GA presentase el siguiente intervalo de concentraciones de trabajo; AS: 0.075 a 0.2% y GA: 0.075 a 0.2%, 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 modelado de una curva de calibración para el ácido ascórbico por titulación permitió conocer el volumen de solución de yodato potásico necesario para encontrar la concentración de este. Posteriormente se obtuvo la curva usando las capsulas y se compararon los resultados demostrando que en encapsulado evita que el ácido ascórbico sea hallado fácilmente por lo que se requirió de más volumen de solución. Entre los resultados se observó que las capsulas de AS necesitaban menos volumen de solución que las cápsulas en mezcla por lo que se dedujo que liberan más fácilmente el ácido ascórbico y que son menos duras.

El rendimiento de encapsulamiento para cada uno de los dos sistemas de emulsión y geles obtenidas es adecuado, aunque los sistemas 1 y 2 tienen una diferencia aproximadamente del 15%, indicando que el empleo de mezclas AS-GA en la encapsulación del ácido ascórbico es mejor.

El estudio del porcentaje de solubilidad de las cápsulas permitió conocer cuál de los dos sistemas se solubiliza mayormente. A temperatura ambiente ambos sistemas tienen aproximadamente el mismo porcentaje, pero conforme la temperatura se incrementa llegando hasta los 65 °C el sistema de la mezcla AS-GA mostró un porcentaje mayor que el sistema de AS superándolo por un aproximado del 10 %.

La prueba de hinchamiento arrojó resultados variados, principalmente por el hecho de que los coeficientes de hinchamiento del sistema de AS-GA dibujan parábolas y los del sistema de AS dibujan rectas. Analizando los resultados los dos sistemas muestran que el mayor coeficiente de hinchamiento se da en un pH neutro y a temperatura ambiente, seguido por los pH básicos.

Las pruebas de disolución mostraron que los geles de la mezcla AS-GA tardan más en reconstruirse después de la agitación, todo debido a la goma arábiga y su facilidad para solubilizarse en agua. Teniendo un tiempo aproximado de 23 min para el sistema AS-GA y de 15 minutos para el sistema AS, dando una diferencia de aproximadamente 7 min para todas las pruebas.

El cálculo del porcentaje de dispersabilidad de los geles nos muestra un panorama no prometedor ya que para ambos sistemas los resultados fueron muy bajos teniendo al sistema AS-GA con un valor de 13% aproximadamente y al sistema AS con 11% aproximadamente, se deduce que difícilmente se distribuyen sus partículas en fase líquida.

Los tiempos obtenidos en las pruebas de humectabilidad mostraron que las cápsulas del sistema AS-GA tardan aproximadamente 2:30 minutos en hidratarse completamente y el sistema de AS tarda aproximadamente 1:30 minutos, entre ambos existe una diferencia significativa, sin embargo, con ello se deduce que la presencia de la GA retarda su tiempo de hidratación de las cápsulas debido a su alta reacción con el agua.

Los resultados obtenidos en las pruebas de higroscopicidad muestran la cantidad de agua absorbida por cada 100 gramos de muestra, en el caso de la mezcla AS-GA es de 32.01 g/100g y en el caso del sistema AS de 18.15 g/100g; estos son los valores más altos obtenidos. Como en el caso de la dispersabilidad la presencia de GA aumenta el valor obtenido ya que como se ha mencionado interacciona perfectamente con el agua dando un resultado de casi el doble con respecto al sistema de AS puro.

Finalmente se concluye que en efecto la conformación de geles mediante mezclas de alginato de sodio (AS)-goma arábiga (GA) contribuyó a tener altos porcentajes de rendimiento de encapsulamiento y mejor calidad de los geles debido a la goma arábiga. Además, los resultados demuestran que las microesferas de alginato de sodio y goma arábiga cargadas con ácido

ascórbico pueden prepararse con éxito mediante una emulsión a través de método de gelificación iónica.

8. REFERENCIAS

8. REFERENCIAS

- Aewsiri, T., Benjakul, S., Visessanguan, W., Wierenga, P. A., Gruppen, H. (2010). Antioxidative activity and emulsifying properties of cuttlefish skin gelatin–tannic acid complex as influenced by types of interaction. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 11(4), 712–720.
- 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.
- Archana, G. (2013). Preparation and characterization of mucilage polysaccharide for biomedical applications. *Carbohydrate Polymers*, 98, 89-94.
- Augustin, M.A., Hemar, Y. (2009). Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. *Chemical Society Reviews*, 38, 902–912.
- Azizi, M., Kierulf, A., Connie Lee, M., Abbaspourrad, A. (2018). Improvement of physicochemical properties of encapsulated echium oil using nanostructured lipid carriers. *Food Chemistry*, 246, 448–456.
- 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, 12–28. Washington, DC: American Chemical Society.
- Belščak-Cvitanović, A., Stojanović, R., Manojlović, V., Komes, D., Cindrić, I.J., Nedović, V., Bugarski, B. (2011). Encapsulation of polyphenolic antioxidants from medicinal plant extracts in alginate–chitosan system enhanced with ascorbic acid by electrostatic extrusion. *Food Research International*, 44, 1094–1101.
- Benavides, S. (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.
- Bhusari, N. (2014). Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technology*, 266, 354-364.
- Blandino, A., Macias, M., 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., 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.
- Bušića, A., Belščak-Cvitanović, A., Wang, Y., Vojvodić, A., Karlović, S., Špoljarić, I., Komes, D. (2016). Application of whey protein isolates and zein for the formulation of alginate-based delivery systems encapsulating *Ganoderma lucidum* polyphenols. *Croatian Journal of Food Science and Technology*, 8(2), 99–106.
- Bušića, A., Belščak-Cvitanović, A., Vojvodić, A., Karlović, S., Kovača, V., Špoljarić, I., Mršić, G., Komesa, D. (2018) Structuring new alginate network aimed for delivery of dandelion (*Taraxacum officinale* L.) polyphenols using ionic gelation and new filler materials. *Food Research International*, 111, 245.
- Cai, Y. Z., Corke, H. (2000). Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments. *Journal of Food Science*, 65(7), 1248 - 1252.
- Capitani, M.I., Ixtaina, V.Y., Nolasco, M.S., Tomás, M.C. (2013). Microstructure, chemical composition and mucilage exudation of chia (*Salvia hispánica* 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.
- Chan, E.-S. (2011). Preparation of Ca-alginate beads containing high oil content: Influence of process variables on encapsulation efficiency and bead properties. *Carbohydrate Polymers*, 84(4), 1267–1275.
- 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.
- Ciancaglini, P. (2001). Using a classical method of vitamin C quantification as a tool for discussion of its role in the body. *Biochemistry & Molecular Biology Journal*. Edu. 29: 110-114.
- Colak, N., Torun, H., Gruz, J., Strand, M., Hermosín-Gutiérrez, I., Hayirlioglu-Ayaz, S., Ayaz, F. A. (2016). Bog bilberry phenolics, antioxidant capacity and nutrient profile. *Food Chemistry*, 201, 339–349.
- Comunian, T. A., Abbaspourrad, A., Fávaro-Trindade, C. S., Weitz, D. A. (2014). Fabrication of solid lipid microcapsules containing ascorbic acid using a microfluidic technique. *Food Chemistry*, 152, 271–275.
- Correa, R. M. (2003). Preparación y caracterización de microcápsulas obtenidas por polimerización para alimentos de larvas de peixe. Universidad Estatal de (UNICAMP). Facultad de Ingeniería de Alimentos, 32.
- 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.

- Crowley, S., Kelly, A., Schuck, P., Jeantet, R., O'Mahony, J. (2016). Rehydration and solubility characteristics of high-protein dairy powders *Advanced dairy chemistry*. Springer 99–131.
- Cui, Z., Zhang, Y., Zhang, J., Kong, H., Tang, X., Pan, L., Tai, R. (2016). Sodium alginate-functionalized nano diamonds as sustained chemotherapeutic drug release vectors. *Carbon*, 97, 78e86.
- Dalgleish, D. G. (1997). Adsorption of proteins and the stability of emulsions. *Trends Food Science and Technology*, 8, 1–6.
- Dalgleish, D. G. (2006). Food emulsions—Their structures and structure forming properties. *Food Hydrocolloids*, 20, 415–422.
- Daza, L.D., Fujita, A., Fávoro-Trindade, C.S., Rodrigues-Ract, J.N., Granato, D., Genovese, M.I. (2016). Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts. *Food Bioprocess Technology*, 97, 20–29.
- Deladino, L., Anbinder, P. S., Navarro, A. S., Martino, M. N. (2008). Encapsulation of natural antioxidants extracted from *Ilex paraguariensis*. *Carbohydrate Polymers*, 71, 126–134.
- Deladino, L., Navarro, A. S., Martino, M. N. (2013). Carrier systems for yerbamate extract (*Ilex paraguariensis*) to enrich instant soups. Release mechanisms under different pH conditions. *Food Science and Technology*, 53, 163–169.
- Desai, K.G.H., Park, H.J. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23, 1361–1394.
- Dhanalakshmi, K., Ghosal, S., Bhattacharya, S. (2011). Agglomeration of food powder and applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 51(5), 432–441.
- 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.

- Dima, C., Cotârlet, M., Alexe, P., Dima, S. (2014). Microencapsulation of essential oil of pimento [*Pimenta dioica* (L) Merr.] by chitosan/k-carrageenan complex coacervation method. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 22, 203–211.
- Dima, C., Pătraşcu, L., Cantaragiu, A., Alexe, P. Dima, Ş. (2016). The kinetics of the swelling process and the release mechanisms of *Coriandrum sativum* L. essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules. *Food Chemistry*, 195, 39–48.
- Dong, Z. J., Xia, S. Q., Hua, S., Hayat, K., Zhang, X. M., Xu, S. Y. (2008). Optimization of cross-linking parameters during production of transglutaminase-hardened spherical multinuclear microcapsules by complex coacervation. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 63(1), 41–47.
- Dorđević, V., Balanč, B., Belščak-Cvitanović, A., Lević, S., Trifković, K., Kalušević, A., Nedović, V. (2015). Trends in encapsulation technologies for delivery of food bioactive compounds. *Food Engineering Reviews*, 7(4), 452–490.
- Doublier, J-L., Garnier, C., Renard, D., Sanchez, C. (2000). Protein-polysaccharide interactions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 5, 202–214.
- Draget, K., Taylor, C. (2011). Chemical, physical and biological properties of alginates and their biomedical implications. *Food Hydrocolloids*, 25(2), 251–256.
- Draget, K. I. (2009). Alginates. In O. G. Phillips, & P. A. Williams (Eds.). *Handbook of hydrocolloids* (pp. 807–828). Boca Raton: CRC Press.
- 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.

Edris, A.E., Kalemba, D., Adamiec, J., Piątkowski, M. (2016). Microencapsulation of *Nigella sativa* oleoresin by spray drying for food and nutraceutical applications. *Food Chemistry*, 204, 326–333.

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, G., Tang, F., Cao, L. (2014). Preparation, thermal properties and applications of shape-stabilized thermal energy storage materials. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 40, 237-259.

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

Fang, Y., Al-Assaf, S., Phillips, G. O., Nishinari, K., Funami, K., Williams, P. A. (2008). Binding behavior of calcium to polyuronates: comparison of pectin with alginate. *Carbohydrate Polymers*, 72, 334–341.

Fávaro-Trindade, C.S., Grosso, C.R.F. (2002). Microencapsulation of *L. Acidophilus* (La-05) and *B. Lactis* (Bb-12) and evaluation of their survival at the pH values of the stomach and in bile. *Journal Microencapsulated*, 19, 485–494.

Fernandes, R. V., Borges, S. V., Botrel, D. A. (2014). Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydrate Polymers*, 101, 524–532.

Gao, S., Tang, G., Hua, D., Xiong, R., Han, J., Jiang, S. (2019). Stimuli-responsive bio-based polymeric systems and their applications. *Journal of Materials Chemistry B*, 7(5), 709–729.

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.

- Garti, N., Reichman, D. (1993). Hydrocolloids as Food Emulsifiers and Stabilizers. *Food Structure*, 12, 411-426.
- 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.
- Goh, C. H., Heng, P. W. S., Chan, L. W. (2012). Alginate as a useful natural polymer for microencapsulation and therapeutic applications. *Carbohydrate Polymers*, 88, 1–12.
- Gombotz, W.R., Wee, S.F. (1998). Protein release from alginate matrices. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 31, 267–285.
- Gouin, S. (2004) Microencapsulation: Industrial Appraisal of Existing Technologies and Trends. *Trends in Food Science and Technology*, 15, 330-347.
- Gracia O. (1987). La Goma Arábica: Una maravilla natural que nos beneficia a todos, *Industria Alimentaria*, 9(5), 4-13.
- 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. *Magnetic Resonance in Chemistry*. 38, 719–728.
- 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.
- IUPAC (1997). *IUPAC Compendium Chemical Technology*. USA: North Carolina.
- 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.

- 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, E. S., Lee, J.-S., Lee, H. G. (2016). Calcium-alginate microparticles for sustained release of catechin prepared via an emulsion gelation technique. *Food Science and Biotechnology*, 25(5), 1337–1343.
- 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.
- Koupantsis, T., Pavlidou, E., Paraskevopoulou, A. (2016). Glycerol and tannic acid as applied in the preparation of milk proteins – CMC complex coacervates for flavour encapsulation. *Food Hydrocolloids*, 57, 62–71.
- Krishnan, S., Kshirsagar, A. C., Singhal, R. S. (2005). The use of gum Arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent. *Carbohydrate Polymers*, 62, 309–315.
- Lakkis, J.M. (2007). *Encapsulation and controlled release technologies in food systems*. Oxford, UK: Black well Publishing.
- Le Meste, M., Champion, D., Roudaut, G. (2002). Glass transition and food technology: A critical appraisal. *Journal of Food Science*, 67, 2444–2458.
- Lee, K. Yong, Mooney, D. J. (2012). Alginate: Properties and biomedical applications. *Progress in Polymer Science*, 37(1), 106-126.

- Lee, S.L., Rosenberg, M. (2000b). Preparation and some properties of water-insoluble, whey-protein-based microcapsules. *Journal of Microencapsulation*, 17, 29–44.
- Leong, J.-Y., Lam, W.-H., Ho, K.-W., Voo, W.-P., Lee, M. F.-X., Lim, H.-P., Chan, E.-S. (2016). Advances in fabricating spherical alginate hydrogels with controlled particle designs by ionotropic gelation as encapsulating systems. *Particuology*, 24, 44–60.
- Leroux, J., Langendorff, V., Schick, G., Vaishnav, V., Mazoyer, J. (2003). Emulsion stabilizing properties of pectin. *Food Hydrocolloids*, 17, 455–462.
- Li XY, Li D, Wang LJ, Wu M, Adhikari B. (2012). The effect of addition of flaxseed gum on the rheological behavior of mixed flaxseed gum–casein gels. *Carbohydrate Polymer*, 88:1214–20.
- López Córdoba, A., Deladino, L., Martino, M. (2014). Release of yerba mate antioxidants from corn starch-alginate capsules as affected by structure. *Carbohydrate Polymers*, 99, 150–157.
- López-Córdoba, A., Deladino, L., Martino, M. (2014). Corn starch-calcium alginate matrices for the simultaneous carrying of zinc and yerba mate antioxidants. *LWT – Food Science and Technology*, 59(2P1), 641–648.
- López-Franco Y.L., Goycoolea F.M., Valdez M. A., Calderon-De la Barca A.M. (2006). Goma de Mezquite: Una alternativa de uso industrial. *Interciencia*, 31(3), 183-189.
- Lozano-Vazquez, G., Lobato-Calleros, C., Escalona-Buendia, H., Chavez, G., Alvarez-Ramirez, J., Vernon-Carter, E. J. (2015). Effect of the weight ratio of alginate modified tapioca starch on the physicochemical properties and release kinetics of chlorogenic acid containing beads. *Food Hydrocolloids*, 48, 301–311.
- Maleki, S., Almaas, E., Zotchev, S., Valla, S., Ertesvag, H. (2016). Alginate biosynthesis factories in *Pseudomonas fluorescens*: Localization and correlation with alginate production level. *Applied and Environmental Microbiology*, 82(4), 1227-1236.
- McClements, D.J., Decker, E.A., 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.
- Meng, J., Agrahari, V., Ezoulin, M. J., Purohit, S. S., Zhang, T., Molteni, A., Youan, B. B. C. (2017). Spray-dried thiolated chitosan-coated sodium alginate multilayer microparticles for vaginal HIV microbicide delivery. *The AAPS Journal*, 1-11.
- 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.
- Mirhosseini, H., Amid, B. (2012). A review study on chemical composition and molecular structure of newly plant gum exudates and seed gums. *Food Research International*, 46(1), 387-398.
- Mukai-Corrêa, R., Prata, A. S., Alvim, I. D., Grosso, C. R. F. (2005). Characterisation of microcapsules containing casein and hydrogenated vegetable fat, obtained by ionic gelation. *Brazilian Journal of Food Technology*, 8(1), 73–80.
- Muñoz, L.A., Aguilera, J.M., Rodríguez-Turiénzo, L., Cobos, A., Diaz, O. (2012). Characterization and microstructure of films made from mucilage of *Salvia hispanica* and whey protein concentrate. *Journal of Food Engineering*, 111, 511-518.
- 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.
- Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S., Bugarski, B. (2011). An overview - view of encapsulation technologies for food applications. *Procedia Food Science*, 1, 1806–1815.
- Nussinovitch, A. (1997). *Hydrocolloid Applications*. Chapman and Hall, London.
- Oikonomopoulou, V. P., Krokida, M. K., Karathanos, V. T. (2011). Structural properties of freeze-dried rice. *Journal of Food Engineering*, 107, 326–333.
- Orozco-Villafuerte, J., Cruz-Sosa, F., Ponce-Alquicira, E., Vernon-Carter, E.J. (2003). Mesquite gum: Fractionation and characterization of the gum exuded from *Prosopis laevigata* obtained from plant tissue culture and from wild trees. *Carbohydrate Polymers*, 54, 327-333.

- Pasquel, A. (2001). Gomas: Una Aproximación a la Industria de Alimentos. *Revista Amazónica de Investigación Alimentaria*, 1(1), 1-8.
- 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.
- Phillips G.O., Williams P.A. (2000). *Handbook of Hydrocolloids*. En: Gum Arabig, por Woodhead Publishing Limited and CRC Press Boca Raton, Florida, EUA, 155-169.
- Quek. (2007). The physicochemical properties of spray-dried watermelon powder. *Chemical Engineering and Processing*, 46(5), 386-392.
- Ray, S., Raychaudhuri, U. R., Chakrabort, Y. (2016). An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. *Food Bioscience* 13, 76–83.
- Rehim, M. H. A., El-Samahy, M. A., Badawy, A. A., Mohram, M. E. (2016). Photocatalytic activity and antimicrobial properties of paper sheets modified with TiO₂/Sodium alginate nanocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 148, 194-199.
- Rocha, J. D. C. G., de Barros, F. A. R., Perrone, Í. T., Viana, K. W. C., Tavares, G. M., Stephani, R., Stringheta, P. C. (2019). Microencapsulation by atomization of the mixture of phenolic extracts. *Powder Technology*, 343, 317–325.
- Sáez, V., Hernández, J.R., Peniche, C. (2007). Las microesferas como sistemas de liberación controlada de péptidos y proteínas, *Biotecnología Aplicada*, 24, 98-107.

- Saha, D., Bhattacharya, S. (2010). Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(6), 587–597.
- Salehi, F., Kashaninejad, M. (2014). Effect of Different Drying Methods on Rheological and Textural Properties of Balangu Seed Gum. *Drying Technology*, 32(6), 720-727.
- Sánchez-Sáenz, E. O., Pérez-Alonso, C., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Báez-González, J.G., Rodríguez-Huezo, M.E. (2011). Establishing the most suitable storage conditions for microencapsulated allspice essential oil entrapped in blended biopolymers matrices. *Drying Technology*, 29(8), 863-872.
- Sarker, B., Rompf, J., Silva, R., Lang, N., Detsch, R., Kaschta, J., Boccaccini, A. R. (2015). Alginate-based hydrogels with improved adhesive properties for cell encapsulation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 78, 72–78.
- Schmitt, C., Turgeon, S. L. (2011). Protein/polysaccharide complexes and coacervates in food systems. *Advances in Colloid and Interface Science*, 167, 63–70.
- Schoebitz, M., López, M.D., Roldán, A. (2013). Bioencapsulation of microbial inoculants for better soil-plant fertilization. A review *Agronomy for Sustainable Development*, 33, 751–765.
- 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.
- Serdaroğlu, M., Öztürk, B., Urgan, M. (2016). Emulsion characteristics, chemical and textural properties of meat systems produced with double emulsions as beef fat replacers. *Meat Science*, 117, 187-195.
- Sezer, A.D., Akbuga, J. (1999). Release characteristics of chitosan treated alginate beads: II. Sustained release of a low molecular drug from chitosan treated alginate beads. *Journal Microencapsulation* 16, 687–696.
- Shaikh, J., Bhosale, R., Singhal, R. (2006). Microencapsulation of black pepper oleoresin. *Food Chemistry* 94, 105–110.

Shen, L., Chen, J., Bai, Y., Ma, Z., Huang, J., Feng, W. (2016). Physical properties and stabilization of microcapsules containing thyme oil by complex coacervation. *Journal of Food Science*, 81(9), 2258–2268.

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.

Sibaja, M., Sánchez, A., and Vega, J. (2007). Síntesis y caracterización de hidrogeles de quitosano obtenido a partir de camarón langostino (*pleuron codes planipes*) con potenciales aplicaciones biomédicas. *Revista Iberoamericana de polímeros*, 8, 241-267.

Silva, D.F., Favaro-Trindade, C.S., Rocha, G.A., Thomazini, M. (2012). Microencapsulation of lycopene by gelatin-pectin complex coacervation. *Journal Food of Processing and Preservation*, 36, 185–190.

Smrdel, P., Bogataj, M., Zega, A., Planinsek, O., Mrhar, A. (2008). Shape optimization and characterization of polysaccharide beads prepared by ionotropic gelation. *Journal Microencapsulation*, 5, 90–105.

Sponton, O. E., Perez, A. A., Santiago, L. G. (2017). Protein-polysaccharide associative phase separation applied to obtain a linoleic acid dried ingredient. *Food Hydrocolloids*, 71, 158–167.

Stojanovic, R., Belscak-Cvitanovic, A., Manojlovic, V., Komes, D., Nedovic, V., Bugarski, B. (2012). Encapsulation of thyme (*Thymus serpyllum* L.) aqueous extract in calcium alginate beads. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92(3), 685–696.

Suhag, Y., Nayik, G. A., Nanda, V. (2016). Effect of gum arabic concentration and inlet temperature during spray drying on physical and antioxidant properties of honey powder. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 10(2), 350–356.

Timilsena, Y. P., Adhikari, R., Barrow, C. J., Adhikari, B. (2017). Digestion behaviour of chia seed oil encapsulated in chia seed protein-gum complex coacervates. *Food Hydrocolloids*, 66, 71–81.

Tonon, R.V., Brabet, C., Hubinger, M.D. (2008). Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 88 (3), 411–418.

- Traffano-Schiffo, M.V., Castro-Giraldez, M., Fito, P.J., Perullini, M., Santagapita, P.R. (2018). Gums induced microstructure stability in Ca (II)-alginate beads containing lactase analyzed by SAXS. *Carbohydrate Polymers*, 179, 402–407.
- Trindade, M. A., Grosso, C. R. F. (2000). The stability of ascorbic acid microencapsulated in granules of rice starch and in gum Arabic. *Journal of Microencapsulation*, 17, 169–176. <https://doi.org/10.1080/026520400288409>.
- Trujillo-Roldan, M. A., Monsalve-Gil, J. F., Cuesta-Alvarez, A. M., Valdez-Cruz, N. A. (2015). The production, molecular weight and viscosifying power of alginate produced by *Azotobacter vinelandii* is affected by the carbon source in submerged cultures. *Dyna*, 82(194), 21-26.
- 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.
- Valle-Guadarrama, S., López-Rivera, O., Reyes-Vigil, M., Castillo-Merino, J., Santos-Moreno, A. (2008). Recubrimiento comestible basado en Goma Arábica y Carboximetilcelulosa para conservar frutas en atmósfera modificada. *Revista Chapingo, Serie Horticultura*, 14(3), 235-241.
- 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.
- Vázquez, C, De Cos, A., López-Nomdedeu, C. (2005). *Alimentación y Nutrición*. Madrid, España, Editorial Díaz de Santos, 2^a ed.
- 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.
- Wang, L., Yang, S., Cao, J., Zhao, S., Wang, W. (2016). Microencapsulation of ginger volatile oil based on gelatin/sodium alginate polyelectrolyte complex. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, 64(1), 21–26.

Yan, C., Zhang, W. (2014). Coacervation processes. In A. G. Gaonkar, N. Vasisht, A. R. Khare, & R. Sobel (Eds.). *Microencapsulation in the Food Industry* (pp. 125–138). San Diego: Elsevier Inc.

Zhan, F., Yang, J., Li, J., Wang, Y., Li, B. (2018). Characteristics of the interaction mechanism between tannic acid and sodium caseinate using multispectroscopic and thermodynamics methods. *Food Hydrocolloids*, 75, 81–87.

Zhao, Y., Shum, H. C., Adams, L. L. A., Sun, B., Holtze, C., Gu, Z., Weitz, D. A. (2011). Enhanced encapsulation of actives in self-sealing microcapsules by precipitation in capsule shells. *American Chemical Society*, 27, 13988–13991.

Zou, Y., Zhang, L., Yang, L., Zhu, F., Ding, M., Lin, F. (2018). Click” chemistry in polymeric scaffolds: Bioactive materials for tissue engineering. *Journal of Controlled Release*, 273, 160–179.

Zuidam N.J., Nedovic, V.A. (2010). *Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing*. USA: Springer, 31-35.

9. ANEXOS

9. ANEXOS

9.1 ANEXO 1. Sistemas de mezclas AS-GA a diferentes concentraciones



0 GA/0.075 AS g Dispersión



0 GA/0.1 AS g Dispersión



0 GA/0.125 AS g Dispersión



0 GA/0.2 AS g Dispersión



0 GA/0.25 AS g Gel



0.075 GA/0 AS g Dispersión



0.075 GA/0.075 AS g Dispersión



0.075 GA/0.1 AS g Dispersión

DESARROLLO DE GELES ALGINATO DE SODIO (AS)-GOMA ARÁGIGA (GA) CONTENIENDO ÁCIDO ASCÓRBICO (AA)
MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA



0.075 GA/0.125 AS g Dispersión



0.075 GA/0.2 AS g Gel



0.075 GA/0.25 AS g Gel



0.1 GA/0 AS Dispersión



0.1 GA/0.075 AS g Dispersión



0.1 GA/0.1 AS g Dispersión



0.1 GA/0.125 AS g Dispersión



0.1 GA/0.2 AS g Gel



0.1 GA/0.25 AS g Gel



0.125 GA/0 AS g Dispersión



0.125 GA/0.075 AS g Dispersión



0.125 GA/0.1 AS g Dispersión

DESARROLLO DE GELES ALGINATO DE SODIO (AS)-GOMA ARÁGIGA (GA) CONTENIENDO ÁCIDO ASCÓRBICO (AA)
MEDIANTE GELACIÓN IÓNICA



0.125 GA/0.125 AS g Dispersión



0.125 GA/0.2 AS g Gel



0.125 GA/0.25 AS g Gel



0.2 GA/0 AS g Dispersión



0.2 GA/0.075 AS g Dispersión



0.2 GA/0.1 AS g Dispersión



0.2 GA/0.125 AS g Gel







0.2 GA/0.2 AS g Gel



0.2 GA/0.25 AS g Gel

9.2 ANEXO 2. Cápsulas de estudio de los sistemas 1 y 2

Sistema / Condición	Húmedo	Seco
Sistema 1 (0.125:0 % w/w AS-GA)		
Sistema 2 (0.125:0.075 % w/w AS-GA)		

9.3 ANEXO 3. Resultados a graficar para construir la curva de calibración blanco

Vit C (g)	Sln (mL)
0.02	10.5
0.04	14.7
0.06	22.9
0.08	31.9
0.1	40.3
0.125	48
0.15	61
0.175	68.5
0.2	78.5
0.225	86
0.25	96.1
0.275	105.7
0.3	116.2

9.4 ANEXO 4. Resultados prueba de solubilidad

Sistemas	Temperatura								
	25 °C			45 °C			65 °C		
	Mcon (g)	Mtot (g)	Mdry (g)	Mcon (g)	Mtot (g)	Mdry (g)	Mcon (g)	Mtot (g)	Mdry (g)
AS-GA	1.0271	1.2574	0.2303	1.0435	1.3433	0.2998	1.044	1.4283	0.3843
	1.0097	1.2343	0.2246	1.0146	1.2996	0.285	1.0276	1.4268	0.3992
AS	1.077	1.2966	0.2196	1.016	1.2634	0.2474	1.0499	1.3399	0.29
	1.0819	1.2902	0.2083	1.0369	1.2834	0.2465	1.0216	1.3016	0.28

Mcon=masa del contenedor
 Mtot=masa del contenedor más la masa solubilizada
 Mdry=masa solubilizada
 Dry weight=Mdry
 Sample weight=Masa muestra

9.5 ANEXO 5. Resultados coeficiente de hinchamiento

Sistema AS-GA												
pH	1			4			7			10		
T (°C)	25	45	65	25	45	65	25	45	65	25	45	65
	0.8247	0.6456	0.7022	0.8862	0.7599	0.7961	1.0069	0.8233	0.9073	0.9004	0.7773	0.8684
	0.7583	0.5789	0.6879	0.8047	0.7431	0.7955	0.9165	0.8099	0.8625	0.8664	0.8032	0.8454

Swelling Index												
pH	1			4			7			10		
T (°C)	25	45	65	25	45	65	25	45	65	25	45	65
	0.6494	0.2912	0.4044	0.7724	0.5198	0.5922	1.0138	0.6466	0.8146	0.8008	0.5546	0.7368
	0.5166	0.1578	0.3758	0.6094	0.4862	0.591	0.833	0.6198	0.725	0.7328	0.6064	0.6908

Sistema AS												
pH	1			4			7			10		
T (°C)	25	45	65	25	45	65	25	45	65	25	45	65
	0.6915	0.6536	0.5747	0.6948	0.6762	0.6588	0.7915	0.6846	0.6757	0.7399	0.6762	0.662
	0.7038	0.6941	0.5862	0.7331	0.7118	0.6303	0.7814	0.7481	0.6855	0.7796	0.7124	0.6404

Swelling Index												
pH	1			4			7			10		
T (°C)	25	45	65	25	45	65	25	45	65	25	45	65
	0.383	0.3072	0.1494	0.3896	0.3524	0.3176	0.583	0.3692	0.3514	0.4798	0.3524	0.324
	0.4076	0.3882	0.1724	0.4662	0.4236	0.2606	0.5628	0.4962	0.371	0.5592	0.4248	0.2808

9.6 ANEXO 6. Resultados porcentaje de dispersabilidad y porcentaje de humedad

	Ppf (g)	Pt (g)	Pf	H (%)	Sj (%)
AS-GA	0.8997	2.7571	1.8574	39.9806181	60.0193819
	1.0679	3.0987	2.0308	28.0283632	71.9716368
AS	1.042	3.0062	1.9642	32.3694125	67.6305875
	1.0958	3.1056	2.0098	29.3661061	70.6338939

	pi	pt	ppf	pf	H (%)	Sp (%)
AS-GA	0.5037	1.4853	1.0191	0.4662	8.04375804	91.956242
AS	0.5026	1.5048	1.0408	0.464	8.31896552	91.6810345

9.7 ANEXO 7. Resultados de prueba de higroscopicidad

AS-GA (g)	AS (g)
1.26	1.214
1.2835	1.1733
1.3201	1.1815