



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**“MICROENCAPSULACIÓN DE ACEITE ESENCIAL
DE TOMILLO POR EL MÉTODO DE SECADO POR
ASPERSIÓN”**

TESIS

Para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presenta:

EDWIN ARTEMIO VALDÉS MARTÍNEZ

Dirigido por:

DR. CÉSAR PÉREZ ALONSO



Toluca, México, Junio 2020

ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS.....	¡Error! Marcador no definido.
LISTA DE TABLAS.....	4
LISTA DE FIGURAS.....	5
RESUMEN	6
INTRODUCCIÓN	8
1. ANTECEDENTES	11
1.1 Aceites esenciales.	11
1.1.1 Composición química de los aceites esenciales.	11
1.1.1.1 Terpenos.....	12
1.2 ACEITE ESENCIAL DE TOMILLO	13
1.2.1 Composición del aceite de Tomillo	13
1.2.1.1 Timol.....	13
1.2.1.2 Carvacrol	15
1.2.2 Aplicaciones del aceite esencial de tomillo.....	15
1.3 Microencapsulación.	16
1.3.1 Utilidades de la microencapsulación.....	17
1.3.1.1 Protección frente a pérdidas nutricionales o funcionales.	17
1.3.1.2 Liberación controlada en el tiempo de nutrientes.	17
1.3.1.3. Estabilidad durante el almacenamiento y disminución de la higroscopicidad.	18
1.3.1.4. Protección de células frente a ambientes desfavorables.	18
1.3.1.5. Modificación del estado de agregación aparente.....	18
1.3.1.6. Generación de materiales de envasado.....	18
1.3.2 Aplicaciones de la microencapsulación.....	18
1.3.3 Técnicas de microencapsulación.....	19
1.3.3.1 Emulsificación.....	21
1.3.3.2 Sistema coaxial de electro aspersion.	22
1.3.3.3 Secado por congelación.	23
1.3.3.4 Coacervación	24
1.3.3.5 Secado por aspersion.	27
1.4 Agentes encapsulantes	31
1.4.1 Tipos de agentes encapsulantes.	33
1.4.1.1 Gomas naturales.	34

1.4.1.2 Proteínas	34
1.4.1.3 Carbohidratos.....	36
1.5 Goma de mezquite.	37
1.6 Maltodextrina y equivalentes de dextrosa.	39
2. JUSTIFICACIÓN.....	41
3. HIPOTESIS.....	44
4. OBJETIVOS.....	45
4.1 OBJETIVO GENERAL.....	45
4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	45
5. MATERIALES Y MÉTODOS.....	46
5.1 Materiales.	46
5.2. Diseño experimental.	46
5.3 Preparación de emulsiones aceite-en-agua O/W.	48
5.4 Obtención de microcápsulas mediante secado por aspersión.	48
5.5 Determinación del aceite superficial en las microcápsulas.	49
5.6 Determinación del aceite total en las microcápsulas.	49
5.7 Determinación de la eficiencia de encapsulación.....	49
5.8 Calculo del contenido de humedad en las microcápsulas.	50
5.9 Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas.....	50
5.10 Análisis estadístico.	50
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	51
6.1 Ajuste de las ecuaciones polinomiales de segundo orden y análisis estadístico.....	51
6.2 Aceite superficial (AS, %).....	56
6.3 Eficiencia de encapsulación (EE, %).....	59
6.3 Contenido de humedad (CH, %).....	62
6.4 Tamaño de partícula (TP).	66
6.5 Determinación de las condiciones óptimas.	68
7. CONCLUSIONES	70
Referencias.....	72

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Diferentes técnicas utilizadas para microencapsulación (Ghosh, 2006).	19
Tabla 2. Procesos de microencapsulación.	20
Tabla 3. Algunos ejemplos de agentes encapsulantes.	34
Tabla 4. Niveles de operación de las variables independientes.	47
Tabla 5. Diseño experimental y valores obtenidos para las variables de respuesta.	51
Tabla 6. Regresión de análisis de varianza. Eficiencia de encapsulación.	53
Tabla 7. Regresión de análisis de varianza. Aceite superficial sobre la microcápsula.	54
Tabla 8. Regresión de análisis de varianza. Contenido de humedad de la microcápsula.	55
Tabla 9. Regresión de análisis de varianza. Tamaño de la partícula.	56

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Mecanismo que explica el origen biosintético de los terpenos. Todos, aunque con estructuras químicas muy distintas, proceden de la condensación, en número variable, de unidades isoprénicas.	13
Figura 2 Mecanismo que explica el origen biosintético de los terpenos. Todos, aunque con estructuras químicas muy distintas, proceden de la condensación, en número variable, de unidades isoprénicas.	23
Figura 3. Secador por aspersion.....	31
Figura 4. Gráfico de contorno de Aceite superficial vs temperatura de entrada del aire y relación del material de pared y del material encapsulado.	58
Figura 5. Gráfico de superficie de respuesta de Aceite superficial vs temperatura de entrada del aire y relación del material de pared y del material encapsulado.	59
Figura 6. Grafico de contorno de la eficiencia vs Temperatura de entrada del aire de secado y la relación de los materiales de pared y del núcleo.....	60
Figura 7. Gráfico de superficie de respuesta de la eficiencia vs Temperatura de entrada del aire de secado y la relación de los materiales de pared y del núcleo.....	61
Figura 8. Gráfico de contorno de la humedad vs Temperatura de entrada del aire de secado y la relación del material de pared y del núcleo.....	64
Figura 9. Gráfico de superficie de respuesta de humedad vs proporción de material de pared y del núcleo y temperatura de entrada del aire de secado.....	65
Figura 10. Gráfico de contorno Tamaño vs Temperatura de entrada y proporción material de pared y del núcleo.	67
Figura 11. Gráfico de superficie de respuesta Tamaño vs Temperatura de entrada y proporción material de pared y del núcleo.	68

RESUMEN

El objetivo de este estudio fue establecer las condiciones de operación más apropiadas del proceso de microencapsulación del aceite de tomillo a partir de un método estadístico.

Se llevó a cabo la microencapsulación del aceite esencial de Tomillo, como agente encapsulante se utilizó una mezcla de dos biopolímeros, una maltodextrina con un equivalente 10 de dextrosa (MD-DE10) y goma de mezquite (GM) empleando diferentes proporciones de estos compuestos, 1:1, 2:1 y 3:1 es decir manteniendo en esta relación el material encapsulado constante y modificando proporcionalmente la mezcla de biopolímeros.

La microencapsulación se llevó a cabo en un secador por aspersión, siendo la temperatura de entrada del aire de secado otra de las variables independientes a modificar, cuyos valores fueron 120,140 y 160°C. La fracción volumétrica dispersa se mantuvo a un valor constante de $\phi_{o/w} = 0.10$. Alternando estos valores de las variables independientes, se obtuvieron variables de respuesta, las cuales son la eficiencia de encapsulamiento (EE, %), el porcentaje de aceite superficial (AS, %), el contenido de humedad (CH, %) y el tamaño de la partícula (TP, en micrómetros).

Una vez que se obtuvieron los valores de las variables de respuesta se buscó predecir en qué condiciones se obtuvo la mayor eficiencia de encapsulación. Además, con los resultados obtenidos, se obtuvieron modelos de regresión polinómicos de segundo orden con interacciones, esto para así analizar cómo influyen las variables independientes en las variables de respuesta, y también examinar si tienen alguna interacción o relación entre ellas mismas.

Para esto, se utilizó un software estadístico que ayudo a obtener los modelos de regresión, y además de ello, con este software se obtuvieron valores de parámetros

estadísticos que sustentan la adecuación de los modelos obtenidos con los resultados experimentales.

Los resultados mostraron que las condiciones óptimas para llevar a cabo la microencapsulación del aceite de Tomillo son con valores cercanos a la proporción 2:1 además de una temperatura de secado a la entrada de 140°C, dando como resultados, una eficiencia máxima de 94.931%, un porcentaje de aceite superficial de 5.069%, un tamaño de partícula de 9.12 micrómetros y un contenido de humedad del 4.026%.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad a nivel mundial, existe una diversidad muy importante de problemas de salud, que en diferentes casos traen consigo algunas complicaciones muy severas. El caso de la mortalidad por enfermedades respiratorias es uno de los casos de alerta en nuestro país, pues no se ha logrado avanzar en su reducción en los últimos años. En efecto, el INEGI documenta, a través de sus Estadísticas sobre Mortalidad, que en 2005 hubo 43 mil 361 defunciones por enfermedades respiratorias agudas, las cuales representaron 8,8% de las 495 mil 240 defunciones ocurridas en ese año. Diez años después, en 2014, el peso de estas enfermedades en la carga de mortalidad general fue idéntica, de 8,8%; pero, en números absolutos, sumaron 55 mil 831, entre las casi 637 mil defunciones acaecidas el año pasado.

Por otro lado, en cuanto a las enfermedades asociadas al sistema digestivo, de acuerdo con una encuesta a nivel nacional, 22 % de la población presenta o ha presentado estreñimiento, mientras 20 % sufre enfermedad por reflujo, y 14 % padece el síndrome del intestino irritable. Este último padecimiento, produce síntomas como inflamación crónica que genera dolor abdominal, urgencia para evacuar, diarreas, sangrado intestinal y flatulencias; todo esto acompañado de fatiga y pérdida de peso. De acuerdo con varios especialistas, existen barreras que impiden que estos padecimientos se diagnostiquen y traten de manera oportuna. Entre ellos, están el poco conocimiento de los médicos de primer nivel, el de los pacientes y el miedo que padecen las personas de ser diagnosticados.

En el pasado, en nuestro país, se utilizaban diferentes remedios caseros que involucraban en gran medida conocimientos en herbolaría. Ahora bien, si estos conocimientos se aplican en la medicina moderna, podemos utilizar las propiedades de diferentes plantas o hierbas medicinales y así aprovechar sus propiedades curativas. Es un hecho que la demanda de fármacos será muy importante para los próximos años. Y para combatir las enfermedades que aquejan a la sociedad hoy

en día será importante el manejo y conocimiento de plantas y hierbas. Un digno representante de la medicina tradicional es el Tomillo, especie que podemos encontrar abundantemente en México.

Thymus o tomillo es un género con alrededor de 215 a 350 especies de hierbas y subarbustos perennes de la familia de las Lamiáceas. Son nativas de las regiones templadas de Europa y Asia, África del Norte y Groenlandia. Existen diversas formas de usar el tomillo, sin embargo, las más comunes se enfrasan en la cocina y en la medicina, así como también en la actualidad se utiliza de manera frecuente en los cosméticos ya que se ha demostrado que tiene un efecto positivo contra el acné.

El tomillo es un fármaco con acción antiespasmódica, expectorante y antiséptica, entre otras. Está muy difundido en nuestro país, donde puede encontrarse solo (fármaco, extracto fluido, aceite esencial, etc.) y en numerosas asociaciones, especialmente mezclas para infusión destinadas al tratamiento de afecciones respiratorias y digestivas o para lavados antisépticos tópicos (cutáneos, bucales, vaginales, etc.).

En la industria alimenticia, los alimentos orgánicos están adquiriendo gran relevancia debido a la tendencia de utilizar en la elaboración de alimentos preparados sustancias naturales como conservadores, potencializadores de sabor y aromatizantes, entre otros. Por esta razón, uno de los principales enfoques actuales en la industria alimentaria es el uso de especies vegetales con fotoquímicos que ayuden en la preservación y mejoramiento del aspecto del alimento.

México, por su ubicación geográfica, características orográficas y climáticas es uno de los principales países productores de especias en el mundo. Poco se sabe de los verdaderos tesoros que guardan los desiertos y semidesiertos mexicanos; su biodiversidad es de las más ricas del mundo, en cuestión de especies vegetales,

siendo una de las más utilizadas en el arte culinario nacional, debido a su amplia gama de olores, aromas y sabores.

Para la industria de los cosméticos, hay diferentes estudios que comprueban la efectividad del Tomillo. Científicos de Leeds, Inglaterra, probaron los efectos de las tinturas de mirra, caléndula y tomillo en *Propionibacterium acnes* (*P. acnes*), la bacteria que causa el acné. Encontraron que el tomillo podría ser efectivo en el tratamiento del acné. Su efecto antibacteriano demostró ser más fuerte que el de las concentraciones estándar de peróxido de benzoilo, el ingrediente activo en la mayoría de las cremas y lavados para el acné. El peróxido de benzoilo también causa una sensación de ardor e irritación en la piel. lo que significa que una tintura de tomillo podría ser una solución para el acné y con menos efectos no deseados que lo que se venden hoy en farmacias.

De las especies del género *Thymus* se utilizan las hierbas secas o frescas, como fuente de aceites esenciales. Sin embargo, sólo una pequeña parte de las especies, como *Thymus mastichina*, *Thymus serpyllum*, *Thymus vulgaris* y *Thymus zygis* son de importancia comercial.

En realidad, lo más valioso de este tipo de hierbas son sus aceites esenciales, mismos que son extraídos casi siempre de la superficie del Tomillo. Desafortunadamente, en algunos casos, los aceites esenciales son difíciles de aplicar directamente, ya que sabe que existen diferentes factores tales como el calor, el oxígeno, la humedad y la luz que pueden desencadenar reacciones de oxidación en estos aceites esenciales. Hasta años recientes, se han utilizado antioxidantes ya sean naturales o sintéticos que han ayudado a preservar las propiedades de estos aceites. Sin embargo, en la actualidad existen otros métodos que ayudan a preservar tales propiedades, con un mayor rendimiento y con costos más bajos, tal es el caso de la microencapsulación por medio del secado por aspersión.

1. ANTECEDENTES

1.1 Aceites esenciales.

Los aceites volátiles, aceites esenciales o simplemente esencias, son las sustancias aromáticas naturales responsables de las fragancias de las flores y otros órganos vegetales. Son sintetizadas y segregadas por determinadas estructuras histológicas especializadas, frecuentemente localizadas sobre o en la proximidad de la superficie de la planta: células oleíferas, conductos o cavidades secretoras, o en pelos glandulosos. Con frecuencia están asociadas con otras sustancias, como gomas y resinas, y tienden a resinificarse por exposición al aire. En el mundo vegetal están muy extendidas en numerosas especies botánicas. Son especialmente abundantes en las coníferas, lamiáceas, apiáceas, mirtáceas, rutáceas y asteráceas. Se le atribuyen variadas funciones en las plantas como protección frente a insectos y herbívoros, adaptación frente al estrés hídrico y son de gran importancia en la polinización, debido a que constituyen elementos de comunicación química por su volatilidad y marcado olor.

Los aceites esenciales, en general, constituyen del 0,1 al 1% del peso seco de la planta. Son líquidos con escasa solubilidad en agua, solubles en alcoholes y en disolventes orgánicos. Cuando están frescos, a temperatura ambiente, son incoloros, ya que al oxidarse se resinifican y toman un color amarillento oscuro. La mayoría de los aceites son menos densos que el agua (salvo excepciones como los aceites esenciales de canela, sazafrán y clavo) y con un alto índice de refracción (Luegon, 2004).

1.1.1 Composición química de los aceites esenciales.

Según afirma Luegon (2004), en cuanto a su composición química, a excepción de las esencias derivadas de heterósidos (como la de las almendras amargas y mostaza), son generalmente mezclas complejas de constituyentes muy variables que pertenecen, de forma casi exclusiva, al grupo de los terpenos y, en menor medida, al grupo de los compuestos aromáticos derivados del fenilpropano (aldehído cinámico, eugenol, anetol, aldehído anísico y safrol, entre otros). Algunos

aceites son casi mono moleculares, ya que poseen casi en exclusiva un solo componente, otros son ricos en 2-3 moléculas. Pero la mayoría son poli moleculares, puesto que contienen 3-4 moléculas mayoritarias, un cierto número de moléculas minoritarias y, en ocasiones, centenares de moléculas diferentes que sólo están presentes en trazas.

1.1.1.1 Terpenos.

Con el nombre de terpenos se conoce a un grupo importante de componentes vegetales que tienen un origen biosintético común. Todos, aunque con estructuras químicas muy distintas, proceden de la condensación, en número variable, de unidades isoprénicas.

La ruta biogénica se inicia por condensación de dos moléculas de AcCoA, dando acetoacetil-CoA el cual se condensa a su vez con otra molécula de AcCoA originando 3- hidroxil-3-metilglutaril-CoA. Este compuesto se reduce para convertirse en ácido mevalónico (3,5-dihidroxil-3-metilvaleriánico) y posteriormente por fosforilación y descarboxilación, en isopentenilpirofosfato (IPP), el cual, por isomerización da lugar a dimetilalil-pirofosfato (DAMP), compuesto altamente reactivo. La condensación, mediante unión “cabeza-cola” de estos dos últimos compuestos origina el geranyl-pirofosfato (GPP) que posee 10 átomos de carbono y es precursor de un gran número de principios activos vegetales (monoterpenos, iridoides, algunos alcaloides, etc.). El acoplamiento a este GPP de nuevas unidades de IPP origina moléculas de mayor peso molecular.

Los compuestos terpénicos están formados por unidades de isopreno (5 carbonos), que pueden ser monoterpenos (10 carbonos) y sesquiterpenos (15 carbonos). Estos monoterpenos y sesquiterpenos pueden ser, a su vez, acíclicos, monocíclicos y bicíclicos, y también oxigenados y no oxigenados.

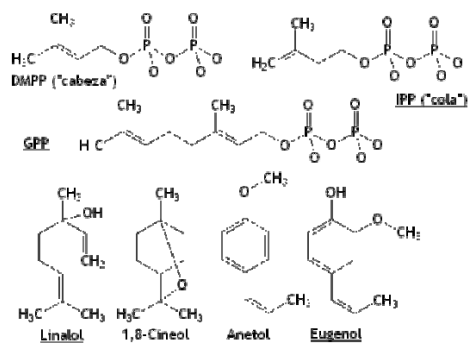


Figura 1. Mecanismo que explica el origen biosintético de los terpenos. Todos, aunque con estructuras químicas muy distintas, proceden de la condensación, en número variable, de unidades isoprenicas.

1.2 ACEITE ESENCIAL DE TOMILLO

1.2.1 Composición del aceite de Tomillo

El tomillo contiene un aceite esencial, de composición variable según la subespecie. Elementos básicos de esta esencia son el timol y el carvacrol, responsables de su aroma, pero también geraniol, linalol, terpineol, etcétera. Contiene además flavonoides, ácidos fenólicos como el ácido caféico y el rosmarínico, taninos en abundancia, y saponósidos. Todos estos principios activos, actuando de forma conjunta, confieren al tomillo distintos efectos terapéuticos, que han merecido la puesta a prueba de numerosos ensayos clínicos. Se considera estimulante del apetito, tónico, expectorante, antiséptico, aperitivo, colerético, antiespasmódico, antiinflamatorio, ligeramente astringente, antiparasitario y antifúngico (Cebrián, 2018).

1.2.1.1 Timol

El timol (2-isopropil-5-metilfenol) es principalmente un bactericida, plaguicida y fungicida. Este aceite esencial tiene efecto también contra organismos mayores (no sólo bacterias) y es un eficaz y ecológico tratamiento contra el parásito varroa, un ácaro que produce la enfermedad conocida como varroasis y que causa verdaderos estragos a la fauna de las abejas.

Uno de los extractos de timol donde más propiedades se han extraído es del tomillo rojo (*Thymus Zigis*). Dicho extracto se puede aplicar de forma preventiva y curativa contra determinados hongos e insectos directamente sobre las plantas. También se ha demostrado su potencial en postcosecha. Aplicado el timol sobre las frutas recolectadas, aumentaban su tiempo de vida y conseguía reducir el desarrollo de las esporas de hongos comunes en la postcosecha (Plantas Medicinales, 2019).

El timol, como constituyente del tomillo lo usaban ya los antiguos egipcios en la preparación de momias por sus propiedades conservantes antimicrobianas y fungicidas. Hoy en día se emplea bastante como antiséptico (p.ej. en la higiene dental) en la medicina humana y veterinaria, como conservante en la industria alimentaria, como aroma en la perfumería, etc. (Junquera, 2018).

El extracto de tomillo al 8% contiene un 8% de timol, y en cuestión, un 38% o más de aceite de tomillo. El resto lo compone estructurantes y materias inocuas. Nada más que la concentración al 8% tiene efectos fungicidas. Se aplica con una dosificación de 4-6 cc/L, fumigado y disuelto en agua (Plantas Medicinales, 2019).

El timol, como la mayoría de los compuestos insecticidas naturales es bastante volátil y se descompone rápidamente cuando está expuesto a los rayos UV de la luz solar. Por ello, su efecto sobre animales expuestos al sol, como ocurre con el ganado, es de corta duración, a lo máximo unos pocos días, a menudo sólo unas horas. Para su uso veterinario esto implica que, si logra matar los parásitos inmediatamente tras el tratamiento, apenas protege contra la reinfestación, es decir, fundamentalmente carece de efecto residual. Esto resulta particularmente desventajoso en la ganadería, pues significa que habría que tratar al ganado muy a menudo. No obstante, por esa misma razón no deja a penas residuos químicos significativos en los tejidos del animal tratado (carne, leche, cueros, pelaje, etc.), lo que puede tener ventajas para su uso o comercialización (p.ej. en la ganadería ecológica) (Junquera, 2018).

1.2.1.2 Carvacrol

El carvacrol o cimofenol, $C_6H_3CH_3(OH)(C_3H_7)$, es un fenol monoterpenoide. Tiene sabor picante y produce el aroma del orégano (Ultee, Slump, Steging, & Smid, 2000).

El carvacrol inhibe el crecimiento de diversas cepas de bacterias por ejemplo *Escherichia coli*. (Du *et al.*, 2008).

Se probó en apio infectado con *Salmonella*, y el carvacrol eliminó las colonias de *Salmonella* inmediatamente. (Marcos-Arias, Eraso, Madariaga, & Quindós, 2011)

Se cree que esta acción puede ofrecer una alternativa para mantener los alimentos libres de tales organismos dañinos (Group, 2016).

1.2.2 Aplicaciones del aceite esencial de tomillo.

El aceite de tomillo se utiliza como bactericida en enjuagues bucales y linimentos (líquidos para aliviar dolores e inflamaciones). También se aplica en el cuero cabelludo para tratar la calvicie y en las orejas para combatir infecciones bacterianas y micóticas. El aceite esencial de tomillo, que se obtiene de sus hojas, se utiliza a menudo como un remedio natural para la tos.

En un estudio, una combinación de hojas de tomillo y de hiedra ayudó a aliviar la tos y otros síntomas de bronquitis aguda. También se utiliza en jabones, acondicionadores y limpiadores faciales que son creados a base de la flor o de la hoja del tomillo; su aceite esencial también hace presencia en estos procesos.

Un equipo del Centro de Estudios de Ciencias Animales y Veterinarias de Portugal estudió la actividad antimicrobiana de los aceites esenciales extraídos de una serie de plantas aromáticas, incluido el aceite de tomillo. Ellos reportaron que el aceite de tomillo, incluso en bajas concentraciones, mostró potencial como un conservante natural de los productos alimenticios contra varias bacterias comunes transmitidas por los alimentos que causan enfermedades humanas.

En un estudio polaco se probó el aceite de tomillo y el aceite de lavanda, y observaron que el aceite de tomillo era eficaz contra cepas resistentes de estafilococo, enterococo, Escherichia y Pseudomonas bacterias (Mannise, 2018).

1.3 Microencapsulación.

Los aceites esenciales son conocidos por sus numerosas actividades biológicas y organolépticas, pero su empleo suele verse limitado por su alta volatilidad y tendencia a degradarse. La microencapsulación es una estrategia válida para superar estos inconvenientes. Es un proceso de construcción de una barrera funcional entre el núcleo y el material de la pared para evitar reacciones químicas y físicas, y así mantener las propiedades biológicas, funcionales y fisicoquímicas del material del núcleo.

La elección de una microencapsulación apropiada, la técnica y el material de la pared dependen del uso final del producto y de las condiciones de proceso involucradas. La microencapsulación tiene la capacidad de mejorar la estabilidad oxidativa, la termo-estabilidad, la vida útil y la actividad biológica de aceites. Además, también puede ser útil para controlar la volatilidad y las propiedades de liberación de los aceites esenciales (Bakry *et al*, 2016). Esta técnica puede envolver una sustancia sólida, líquida o gaseosa con otra sustancia en una capsula sellada muy pequeña.

El material del núcleo es gradualmente difundido a través de las paredes de la capsula ofreciendo así la liberación controlada de las propiedades bajo condiciones deseadas (Fang & Bhandari , 2010).

Por lo tanto, la tecnología de microencapsulación puede ser utilizada para entregar componentes bioactivos, y mejorar sus propiedades útiles. Dependiendo de las propiedades del material del núcleo, la composición del material de las paredes, y de la técnica de microencapsulación, se pueden obtener diferentes tipos de partículas: esferas simples recubiertas por un revestimiento de espesor uniforme,

partículas que contengan una forma irregular en el núcleo, muchas partículas del núcleo incrustadas en una matriz continua del material de las paredes, diferentes núcleos dentro de la misma capsula y microcápsulas con multi paredes (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007).

En resumen, la microencapsulación puede ser definida como un proceso de elaboración de una barrera funcional entre el núcleo y el material de recubrimiento para evitar las reacciones físicas y químicas y mantener las propiedades fisicoquímicas del material del núcleo.

1.3.1 Utilidades de la microencapsulación.

Entre la diversidad de utilidades de microencapsulación, según afirma Redacción AINIA (2011):

1.3.1.1 Protección frente a pérdidas nutricionales o funcionales.

Por ejemplo, para la incorporación en alimentos, cosméticos, etc. de ingredientes naturales, aditivos volátiles, aceites esenciales, antimicrobianos, enzimas, bacterias (como ácido-lácticas como starters o probióticos). Mediante la microencapsulación se puede generar una barrera entre materiales muy delicados y el ambiente y así puede incrementarse el efecto de sustancias bioactivas contenidas en extractos o aceites esenciales y minimizar su impacto sensorial en los alimentos que se desea preservar.

1.3.1.2 Liberación controlada en el tiempo de nutrientes.

La microencapsulación permite ralentizar el efecto de un determinado ingrediente, de manera que éste no se produzca únicamente momentos después de su consumo, si no que su efecto se atenúe y prolongue en el tiempo, de manera sostenida, a medida que las microcápsulas se van liberando.

1.3.1.3. Estabilidad durante el almacenamiento y disminución de la higroscopicidad.

La higroscopicidad es la capacidad de los materiales para absorber la humedad atmosférica. La microencapsulación de ingredientes con efectos positivos permite aportar una protección extra frente a factores externos, como el oxígeno atmosférico, la temperatura y/o la humedad ambiental, el pH del alimento, radicales libres, sustancias incompatibles por contacto, garantizando su llegada al punto de absorción, con una degradación mínima.

1.3.1.4. Protección de células frente a ambientes desfavorables.

Permite su liberación en una forma viable y biológicamente activa. Por ejemplo, en el caso de los alimentos probióticos, esta liberación se desea que se produzca en el intestino.

1.3.1.5. Modificación del estado de agregación aparente.

Conversión de líquidos en sólidos para facilitar la manipulación o fijación de sustancias volátiles para su liberación controlada.

1.3.1.6. Generación de materiales de envasado.

Da respuesta a las necesidades para generar nuevos materiales de envasado o envases para productos frescos de corta vida útil sin perder las cualidades de calidad o de higiene.

Estos beneficios explican el creciente interés que ha despertado este tipo de procesos en los últimos años dada su capacidad de conferir altas prestaciones a sustancias diversas, a utilizar no sólo en el sector alimenticio sino también en múltiples sectores tan diversos como la agricultura, la cosmética y la farmacia.

1.3.2 Aplicaciones de la microencapsulación.

Esta técnica se aplica en la industria alimenticia en bebidas principalmente lácteas, como leches fortificadas con minerales como hierro o manganeso, o aceites con propiedades antioxidantes. En la bollería se encapsulan ingredientes que se liberan una vez que se alcanza un nivel de temperatura específico, un ejemplo de esto es

en ingredientes como el ácido sórbico o ascórbico. Otra aplicación es en productos que contienen células probióticas encapsuladas que al ingerirse en una dosis adecuada puede mejorar la flora. Un ejemplo es el helado con probiótico (Redacción AINIA, 2011).

1.3.3 Técnicas de microencapsulación.

Bakry *et al.* (2016) señalan que se han utilizado numerosas técnicas para la microencapsulación de aceites esenciales, marinos y vegetales. Estas técnicas incluyen emulsificación, secado por aspersion, sistema coaxial de electro aspersion, secado por congelación, coacervación, polimerización *in situ*, extrusión, tecnología de fluido supercrítico y revestimiento de lecho fluidizado.

En general los métodos de microencapsulación se dividen en tres tipos: Métodos químicos, métodos fisicoquímicos y métodos físico-mecánicos. Entre estas técnicas, el lecho fluido o el método de suspensión de aire, la coacervación, la fase de separación, secado por aspersion, congelación por pulverización, y el método de evaporación de solvente son ampliamente utilizados. A continuación, se muestran dos tablas en las que se demuestra la clasificación de los métodos de microencapsulación, así como sus características particulares (Naga Jyothi *et al.*, 2010).

Tabla 1. Diferentes técnicas utilizadas para microencapsulación (Ghosh, 2006).

Procesos químicos	Procesos fisicoquímicos	Procesos físico-mecánicos
Polimerización interfacial	Coacervación y fase de separación	Secado por aspersion y congelación
Polimerización <i>in situ</i>	Encapsulación sol-gel	Fluido de lecho empacado
Policondensación	Microencapsulación asistida por CO_2 supercrítico	Evaporación de solvente

Tabla 2. Procesos de microencapsulación. * El tamaño de 5000 μm no es una limitación para el tamaño de la partícula. Los métodos también son aplicables para el macro revestimiento (Lachman, Lieberman & Kanig, 1987).

Proceso de microencapsulación	Naturaleza del material del núcleo	Tamaño aproximado de partícula (μm)
Suspensión de aire	Sólidos	5-5000*
Coacervación y fase de separación	Sólidos y líquidos	2-5000*
Centrifugación multi orificio	Sólidos y líquidos	1-5000*
Secado por aspersión y congelamiento	Sólidos	600-5000*
Evaporación del solvente	Sólidos y líquidos	600

Existen muchas técnicas disponibles para la encapsulación de alimentos. Se proponen muchos procedimientos, pero ninguno de ellos puede considerarse como un proceso universal aplicable para componentes alimenticios bioactivos. Esto debido al hecho de los componentes alimenticios bioactivos individuales tienen su propia estructura molecular (Augustin & Hemar, 2009).

Desde que los compuestos encapsulados son comúnmente líquidos, muchas tecnologías se basan en el secado. Diferentes técnicas como el secado por aspersión, el secado por pulverización, revestimiento de lecho fluido, y el secado por congelación están disponibles para encapsular agentes activos (Gibbs, Kermasha, Alli, & Mulligan, 1999; Zuidam & Henrich, 2009).

Los costos de producción, el tipo y tamaño que deberán tener las microcápsulas, así como las propiedades físicas y químicas del recubrimiento y el mecanismo de

liberación del principio activo, son los principales aspectos para considerar para seleccionar un método de encapsulación en específico (Villena *et al.*, 2009).

De manera práctica, a continuación, se mencionarán algunas de las técnicas de microencapsulación que se emplean hoy en día.

1.3.3.1 Emulsificación.

Las emulsiones son utilizadas en una amplia variedad de productos farmacéuticos y alimenticios. La tecnología de emulsificación es un paso clave en la microencapsulación de aceites. Es generalmente aplicada para la encapsulación de bioactivos en soluciones acuosas, las cuales pueden ser utilizadas ya sea directamente en el estado líquido o pueden secarse para formar polvos después de la emulsificación.

Por ejemplo, en una microencapsulación de secado por pulverización y congelación, el núcleo y los materiales de las paredes pueden ser preparados por técnicas de emulsión antes del secado final. Básicamente una emulsión consiste en al menos dos líquidos inmiscibles, usualmente aceite y agua, con unos de los líquidos disperso como pequeñas gotas esféricas en el otro.

Un sistema que consiste en gotas de aceite dispersas en una fase acuosa se conoce como una emulsión aceite en agua (oil-in-water) (O/W), mientras que un sistema que consiste en gotas de agua dispersas en una fase aceitosa es llamada agua en aceite (water-in-oil) (W/O). También se han desarrollado emulsiones múltiples, como aceite en agua en aceite (O/W/O) o agua en aceite en agua (W/O/W) (Bakry *et al.*, 2016).

Para obtener una solución estable cinéticamente, los emulsionantes o modificadores de textura son comúnmente añadidos en el sistema de emulsión. Los diámetros de las gotas de la emulsión en un sistema alimenticio tienen un rango de 0.1 a 100 micrómetros (Fang & Bhandari , 2010).

Los emulsionantes son compuestos anfifílicos (lípidos, algunas proteínas, péptidos, y polímeros) utilizados para estabilizar la fase dispersa previniendo los sistemas de la separación de fases. Muchos de los emulsionantes utilizados en la industria alimenticia para estabilizar emulsiones son, ya sea sintéticos (ésteres o a menudo ácidos grasos) o de origen animal (como leche, huevo o proteínas de la carne) (Kralova & Sjoblom, 2009).

Varios métodos de emulsión y doble emulsión son aplicados en la fabricación de micro y nano partículas funcionales usadas para la encapsulación y la liberación controlada. Por ejemplo, partículas de copolímero biocompatibles y biodegradables de ácido glicólico y ácido poli-láctico (PLGA) están entre los sistemas de liberación más importantes en las aplicaciones biomédicas, incluyendo la terapia celular, tratamientos anticáncer, y la ingeniería de tejidos (Ankrum *et al.*, 2014; Chen, Ouyang, Zhou, Li & Ye, 2014; Zhang *et al.*, 2013).

1.3.3.2 Sistema coaxial de electro aspersion.

Este método es una tecnología novedosa para encapsular aceites en alimentos, cosméticos, y en fármacos (Zhang *et al.*, 2011; Koo, Cha, Song, Chung & Pan, 2014).

Recientemente se utilizó un sistema de electro aspersion coaxial de dos fases, las soluciones de entrada y de salida se atomizaron de manera coaxial y simultáneamente a través de dos canales de alimentación diferentes hacia una boquilla. En el proceso de electro aspersion el compuesto de Taylor forma un cono con una estructura del núcleo y cubierta en la parte superior de la boquilla de aspersion, y la solución polimérica de salida encapsula el líquido de entrada. Las pequeñas gotas cargadas se forman cuando el líquido a granel se rompe por la repulsión de Coulomb. Las características principales del método es que es fácil, rápido, y eficiente con la máxima retención del material del núcleo, es decir, se obtuvo la máxima eficiencia de encapsulación (85.15%) con microencapsulación de aceite de menta en una matriz de alginato-pectina.

La siguiente figura muestra una ejemplificación esquemática del sistema de electroaspersión coaxial de dos fases, el cual está compuesto de dos jeringas, una boquilla de acero inoxidable que contiene una aguja, y un generador de alto voltaje. El líquido de las paredes fue preparado en una jeringa (2) y el líquido del núcleo fue inyectado utilizando la jeringa (1). La aguja de la boquilla tenía un diámetro de salida y entrada de 0.51 mm y 0.2 mm, respectivamente. Cada jeringa estaba unida a una válvula programable. Se aplicó un voltaje en el rango de 0 a 30 kV y una corriente límite de 2 mA generada por un generador de alto voltaje a la boquilla coaxial. (Koo, Cha, Song, Chung, & Pan , 2014)

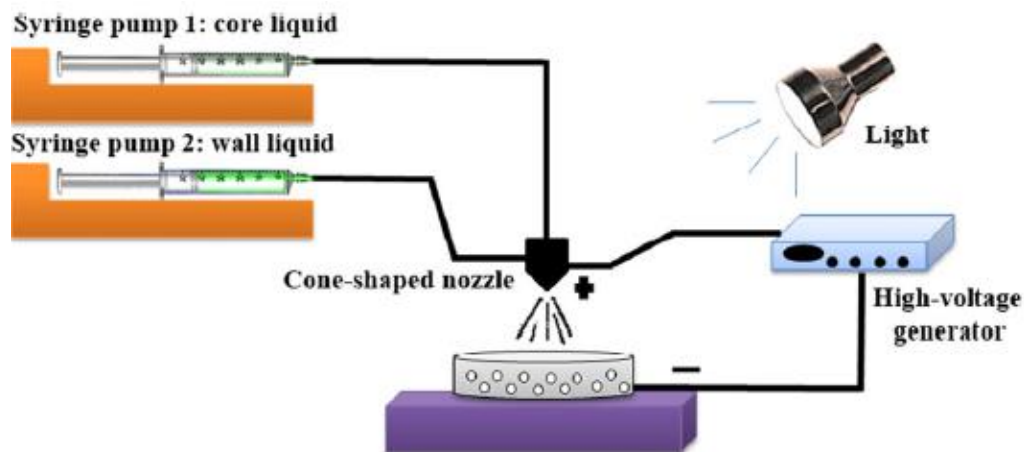


Figura 2. Mecanismo que explica el origen biosintético de los terpenos. Todos, aunque con estructuras químicas muy distintas, proceden de la condensación, en número variable, de unidades isoprénicas.

La electroaspersión coaxial tiene varias ventajas, como la distribución uniforme del tamaño, la alta eficiencia de encapsulación y la protección efectiva de la bioactividad. En consecuencia, el control del proceso en electroaspersión coaxial es difícil en cierta medida. (Zhang, Huang, Si, & Xu, 2012)

1.3.3.3 Secado por congelación.

También conocido como liofilización o criodesecación, es un proceso simple, se utiliza para la deshidratación de casi todos los materiales y aromas sensibles al calor como los aceites. Antes de secar, el aceite se disuelve en agua y se congela (entre -90°C y -40°C) (Heinzelmann, Franke, Velasco & Márquez-Ruiz, 2000; Heinzelmann, Franke, Jensen & Haahr, 2000) y luego se reduce la presión

circundante y se agrega suficiente calor para permitir que el agua congelada en el material sublime directamente de la fase sólida a la fase gaseosa (Oejten & Haseley, 2014).

Los materiales secados por congelación parecen tener la retención máxima de compuestos volátiles en comparación con el secado por aspersion (Krokida & Philippopoulos, 2006). Se ha encontrado que las muestras secadas por congelación fueron más resistentes a la oxidación y con una eficiencia en la microencapsulación más baja (Velasco, Dobarganes, & Marquéz-Ruiz, 2003).

Las mayores desventajas del método incluyen el uso de altos niveles de energía, tiempos de proceso más largos, y costos de producción más altos comparados con otros métodos de secado (Desobry, Netto, & Labuza, 1997).

Los materiales secados por congelación pueden tener una mayor porosidad, por lo que exponen el material nuclear al medio ambiente. Sin embargo, los productos bioactivos de estructuras porosas obtenidos del secado por congelación ofrecen una liberación mayor de los fármacos (Sinha , Agrawal, & Kumria, 2007).

1.3.3.4 Coacervación

La coacervación es una de las técnicas de encapsulación más antiguas y utilizadas. Implica la atracción electrostática entre 2 biopolímeros de cargas opuestas, y la formación de coacervados ocurre en un rango de pH estrecho (Leimann, Goncalves , Machado, & Bolzan, 2009).

De manera que pueden distinguirse, en este sistema, dos zonas, una rica en sustancia coloidal y la otra que contiene una baja proporción de la macromolécula. En la fase rica en coloide, la macromolécula puede quedar constituyendo una fase en forma de pequeñas gotas al estado líquido. Este fenómeno se denomina coacervación y las pequeñas gotas forman el estrato líquido llamado coacervado.

Cuando se forma el coacervado y en condiciones favorables, éste puede producir la microencapsulación de pequeñas partículas sólidas o gotas de líquido inmiscibles que se encuentren en la interfase. La coacervación se ha definido como la separación de un sólido liofílico en forma de gotas líquidas en vez de constituir agregados sólidos.

El proceso de coacervación se ha clasificado en coacervación simple y compleja. La coacervación simple se ha utilizado para encapsular pescado, albahaca, citronela, hierba de limón y aceite de árbol de té. En la coacervación simple, el polímero es salado por la acción de electrolitos, como el sulfato de sodio, o desolvatado por la adición de un no disolvente miscible en agua, como el etanol o aumentando / disminuyendo la temperatura. Estas condiciones promover las interacciones macromolécula-macromolécula (Martins, Rodrigues & Rodrigues, 2009; Ocak, Gulumser & Baloglu, 2011).

Para inducir la fase separación, coacervación simple utiliza sales inorgánicas económicas, mientras que la coacervación compleja es más sensible incluso a un pequeño cambio de pH. Además, la coacervación compleja utiliza relativamente hidrocoloides caros (Sutaphanit & Chitprasert, 2014).

Un ejemplo característico de coacervación compleja es el que se produce cuando reacciona la goma arábica con la gelatina en condiciones apropiadas. La goma arábica posee carga negativa y si se encuentra en un medio con la gelatina cargada en forma positiva, se produce una interacción entre ambas, provocándose la separación de fases y formación de un coacervato. En este caso, la coacervación compleja es muy dependiente de pH, puesto que para que la interacción se produzca en buenas condiciones, es necesario que la gelatina se encuentre cargada fuertemente positiva, y esto ocurre cuando la solución está a un pH por debajo de su punto isoeléctrico.

Para efectuar la microencapsulación por coacervación, es necesario que, una vez producida la separación de fase, se encuentre en la interfase el material formador del núcleo para que el polímero se deposite formando una película sobre él. Esto ocurre si el polímero es capaz de adsorberse en la interfase formada entre el núcleo y la fase líquida del sistema.

La separación de las fases y formación de coacervatos se puede efectuar provocando algunos cambios en el sistema coloidal. Estos pueden referirse ya sea a reducción de la solubilidad del coloide en el líquido que actúa como fase continua, o bien a la introducción de algunas sustancias capaces de reaccionar con el polímero. La separación de fases puede lograrse también aprovechando la diferente solubilidad que presenta, en un solvente determinado, la sustancia coloidal que se utiliza como agente de recubrimiento.

Esta situación puede ejemplificarse con la microencapsulación del n-acetil-p-aminofenol con etilcelulosa. La etilcelulosa se disuelve en ciclohexano a temperaturas relativamente elevadas, pero es insoluble a temperatura ambiente. Para producir la microencapsulación, se dispersa la etilcelulosa, por ejemplo, al 2% en ciclohexano y se calienta hasta disolución completa. En esta solución se dispersa el n-acetil-p-aminofenol, finamente dividido, luego se enfría el sistema bajo agitación continua. Al disminuir la solubilidad de la etilcelulosa en el solvente, se produce la coacervación y el polímero se deposita sobre las partículas del fármaco recubriéndolas con una fina película. El sistema se enfría posteriormente a temperatura ambiente produciéndose la gelación de la microcápsula y la solidificación de la cubierta. Las microcápsulas se separan y se someten después a los procesos de endurecimiento y de desecación que son comunes para este tipo de procedimiento.

La separación de fases con formación de coacervados puede conseguirse también, adicionando al sistema que contiene el material de recubrimiento disuelto, un solvente en el cual, la sustancia formadora de película sea insoluble o una sal que provoque la precipitación.

1.3.3.5 Secado por aspersión.

El secado por aspersión es una técnica utilizada para la encapsulación de compuestos activos y es simple, de bajo costo, reproducible y fácil de escalar. Además, es útil para encapsular materiales sensibles al calor (como el aceite de pescado) por su corto tiempo de secado (5-30s) (Desai & Jin Park, 2005).

Este método produce un polvo con micropartículas de baja actividad en agua (a_w), simplificando el transporte, el manejo, almacenamiento y asegurando la calidad microbiológica (Gouin , 2004). Sin embargo, la encapsulación por secado por aspersión se considera una tecnología de inmovilización en vez de una verdadera tecnología de encapsulación porque algunos de los compuestos activos permanecen expuestos en la superficie de las micropartículas (de Vos, Faas, Spasojevic, & Sikkema, 2010).

En el primer paso, se prepara la dispersión, los materiales de las paredes de la capsula son disueltos en agua destilada con agitación. Las soluciones se mantienen durante las noches en un cuarto especial o en un refrigerador para asegurar la completa saturación de las moléculas de polímero y así evitar cualquier cambio debido a la temperatura. El material del núcleo es añadido a las soluciones con o sin un emulsificante, dependiendo de las propiedades del emulsificante y de las propiedades de los materiales de las paredes, y todo esto antes de entrar a la segunda etapa.

En el proceso de secado por aspersión, las gotas de emulsión inicial están en un rango de entre 0.1 a 100 μm de diámetro. La emulsión formada debe ser estable en un cierto período de tiempo, antes del secado por aspersión, la viscosidad debe ser

lo suficientemente baja para prevenir inclusión de aire en la partícula, y las gotas de aceite deben ser un poco más pequeñas. (Drusch, 2007).

La viscosidad de la emulsión y la distribución del tamaño de la partícula tiene efectos significativos en la microencapsulación por secado por aspersion. Es posible la formación de gotas elongadas y grandes que puedan afectar negativamente el grado del secado, por sus altas viscosidades, las cuales interfieren con el proceso de atomización. También la temperatura de entrada y salida del aire son condiciones que tienen que ser controladas de manera óptima.

La alimentación se atomiza en forma de gotas finas en un medio de secado caliente (aire o nitrógeno). Cuando las pequeñas gotas hacen contacto con el medio de secado a alta temperatura, una rápida evaporación del solvente (principalmente agua) ocurre y se produce instantáneamente un polvo (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007).

De hecho, la temperatura de entrada del aire modifica la viscosidad y fluidez de la emulsión, además de su capacidad para tener una atomización homogénea, y por lo tanto afecta de manera negativa. Cuando la temperatura de alimentación aumenta, la viscosidad y el tamaño de las partículas decrece. Sin embargo, la volatilidad o degradación de algunos componentes sensibles a la temperatura puede ocurrir por las altas temperaturas. Para asegurarse que las gotas de cada atomización alcancen el nivel de secado deseado, la velocidad de atomización se ajusta antes de atomizar hacia la cámara de secado. Además, los ajustes apropiados a la temperatura de entrada del aire y la velocidad de flujo son importantes (Zbicinski , Delag, Strumillo, & Adamiec, 2002).

La eficiencia de la microencapsulación se puede mejorar aumentando la concentración de sólidos (materiales de pared) en la solución, que puede estar relacionado con la formación de un caparazón alrededor del material del núcleo (Young, Sarda, & Rosenberg, 1993).

Rubilar *et al.*, (2012) informaron que “la eficiencia de microencapsulación del aceite de linaza aumentó de 54.6% a 90.7% cuando se usa una alta concentración de 30% de pared material en lugar de usar 25% de material de pared”.

El material de la pared debe ser soluble en agua a un nivel aceptable, ya que casi todos los procesos de secado por pulverización en la industria alimentaria se llevan a cabo a partir de una formulación de alimentación acuosa (Gouin , 2004). Es necesario elegir los materiales de pared con alta eficiencia para la microencapsulación mediante secado por aspersion, ya que juegan un papel importante en la eficiencia de la encapsulación y la estabilidad de las microcápsulas.

Los criterios para seleccionar un material de pared se basan principalmente en sus propiedades fisicoquímicas como la solubilidad, el peso molecular, transición de vidrio /fusión, cristalinidad, difusibilidad y formación de película y propiedades emulsionantes. Además, el costo también debe ser considerado. Por lo tanto, la elección juiciosa del material de encapsulación según la aplicación deseada es una tarea importante (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007).

Un paso importante en el desarrollo de microcápsulas es la selección de un material de pared que cumpla con los criterios requeridos, incluidos la resistencia mecánica, compatibilidad con el producto, liberación térmica o de disolución apropiada y tamaño de partícula apropiado (Brazel, 1999).

La selección de materiales de pared para microencapsulación mediante secado por aspersion ha implicado tradicionalmente procedimientos de prueba y error hasta que se forman las microcápsulas. Luego se evalúan las cápsulas por diferentes pruebas, por ejemplo, eficiencia de encapsulación, tamaño de partícula, estabilidad bajo diferentes condiciones de almacenamiento, grado de protección proporcionado al material del núcleo y morfología de las microcápsulas mediante microscopía de

barrido (Pérez-Alonso, Baez-Gonzalez, Beristain, Vernon-Carter , & Vizcarra-Mendoza , 2003).

La razón principal que limita la técnica de secado por aspersión en la microencapsulación es el número limitado de materiales de pared disponibles, estos, deben de tener una buena solubilidad en agua. Otra desventaja para el secado por aspersión que debe considerarse es que produce un polvo fino de microcápsulas, que necesita más procesamiento como aglomeración.

Además de la menor estabilidad oxidativa debido a las altas temperaturas utilizadas durante el proceso de atomización.

De manera general, los pasos para el secado por aspersión son los siguientes:

- Se tiene un producto inicial en estado líquido
- El producto inicial entra en contacto con el aire caliente
- Se seca hasta el grado que se necesita
- Se recupera el producto final

Todo este proceso se lleva a cabo en una cámara de secado que tiene forma cilíndrica y cuenta con un cono en su parte inferior. La idea es que se pueda retirar el polvo obtenido en este proceso por efecto de la gravedad, a través del cono de la cámara de secado. El aire caliente se enfría y es expulsado por un tubo de salida que se encuentra justo en medio de la cámara de secado. En algunos casos, el aire caliente recibe un tratamiento después de ser utilizado para que vuelva a estar en condiciones de ser expulsado al ambiente. En otros casos se recircula por el sistema de secado hasta que pierde sus propiedades. Los polvos se depositan en la parte inferior del cono, en donde son recuperados.

Al utilizar el secado por aspersión se tienen diversas ventajas, por ejemplo, la producción es más homogénea, es un proceso continuo, controlado, utiliza altas temperaturas y no se afectan las características del producto, hay un alto rendimiento, y el proceso es muy rápido. (QuimiNet, 2011).

Comparado con el secado por congelamiento, el costo del secado por aspersión es de 30 a 50 veces más bajo. El secado por aspersión ha sido considerado como una solución para problemas de secado convencionales porque el proceso no solo ha probado ser eficiente, sino económico. El proceso es flexible, por lo que ofrece una variación sustancial en la matriz encapsulante y produce partículas de buena calidad (Bakry *et al.*, 2016).



Figura 3. Secador por aspersión.

1.4 Agentes encapsulantes

Como antecedente, las microcápsulas se componen principalmente de dos partes, la primera, la parte del núcleo, la cual, es la parte de la microcápsula que nos interesa activar. La segunda parte es el agente encapsulante, o material de pared, este material nos ayuda a evitar la degradación del material nuclear por diferentes causas, tales como luz solar, temperatura, humedad, entre otras.

Otro aspecto para considerar es la aplicación a la cual está destinada la microcápsula, de hecho, se pueden modificar sus propiedades para ajustar ciertas propiedades, entre ellas el mecanismo de liberación, la caracterización de la micropartícula, así como su composición y sin dejar de lado el aspecto económico. Numerosos agentes encapsulantes han sido estudiados para ser adecuados como materiales de pared en el secado por aspersión.

Los agentes encapsulantes para encapsular aceites deben tener propiedades emulsionantes, deben formar una película y tener propiedades de secado, alta solubilidad en agua y baja viscosidad (Bae & Lee, 2008; Kagami *et al.*, 2003; Ré, 1998).

La habilidad de partículas para mezclarse con agua es una de las propiedades más importantes de constitución (Bae & Lee, 2008). La elección de un material de pared es crucial para la producción de micropartículas por el secado por aspersión, porque tiene una fuerte influencia en las propiedades de la emulsión antes del secado, durante la retención del núcleo y de la vida útil del polvo después del secado (Jafari, Assadpoor, Bhandari, & He, 2008).

Los materiales de pared típicos incluyen proteínas y carbohidratos. Además, la incorporación de carbohidratos en los sistemas de pared ha demostrado que mejoran la formación de una corteza seca alrededor de las gotas de secado de la matriz de la pared, muy probablemente al mejorar la formación de una corteza seca alrededor de las gotas de secado y al aumentar la estabilidad oxidativa por la reducción de la permeabilidad de oxígeno (Kagami *et al.*, 2003).

Los sueros de proteína han demostrado ser excelentes agentes encapsulantes para aceites y ácidos grasos y volátiles (Bae & Lee, 2008). Las proteínas se han utilizado ampliamente para estabilizar emulsiones alimenticias. Las proteínas han sido estudiadas mayormente en combinación con carbohidratos para emulsiones secas (Baik *et al.*, 2004).

El almidón hidrolizado es generalmente añadido como un material de pared secundario para mejorar las propiedades del secado (Bae & Lee, 2008).

Sin embargo, estos carbohidratos no pueden ser usados generalmente como materiales de pared en la ausencia de un constituyente de pared con una superficie activa porque ellos no tienen propiedades emulsificantes (Bangs & Reineccius, 1988).

Los carbohidratos carecen de propiedades de superficie activas y deben modificarse químicamente o usarse junto con agentes emulsionantes para encapsular materiales centrales hidrófobos. Las proteínas, como los caseinatos, la gelatina y las proteínas de suero, tienen propiedades funcionales como materiales de pared, que incluyen la capacidad de formar películas, interactuar con el agua y estabilizar las gotas de emulsión (Hogan, McNamee, O'Riordan, & O'Sullivan, 2001).

En el caso de saborizantes y núcleos con aceite, en particular, el agente encapsulante ideal debe tener buenas propiedades emulsificantes, ser un buen formador de película, tener una baja viscosidad en altos niveles de sólidos, exhibir una baja higroscopicidad (baja absorción de humedad) liberar el material cuando se reconstituye en un producto alimenticio terminado y debe brindar una buena protección contra la oxidación (Jafari, Assadpoor, Bhandari, & He, 2008).

1.4.1 Tipos de agentes encapsulantes.

De acuerdo con Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007 “la microencapsulación es usualmente lograda con varios biopolímeros de diferentes fuentes, algunas de ellas son”:

Tabla 3. Algunos ejemplos de agentes encapsulantes.

Gomas naturales	Proteínas	Carbohidratos	Lípidos
Goma arábica	Leche	Almidón (y derivados).	Ceras
Alginatos	Proteínas de leche	Maltodextrinas	Parafinas
Carragenanos	Gelatina	Ciclodextrinas	Grasas

1.4.1.1 Gomas naturales.

La goma natural, también denominada hule o caucho, es un elastómero (hidrocarburo elástico) obtenido originalmente del látex, un coloide lechoso que producen algunas plantas (Habasit, 2019). Son productos obtenidos de resinas y semillas de vegetales, o producidas por microorganismos. En general son indigeribles por el organismo humano, aunque una parte es degradada por los microorganismos presentes en el intestino. Asimilables metabólicamente a la fibra dietética, pueden producir efectos beneficiosos reduciendo los niveles de colesterol en el organismo. Algunos ejemplos más comunes de las gomas son: Goma guar, goma algarrobo, goma arábica (Bristhar Laboratorios, 2010)

1.4.1.2 Proteínas.

Las proteínas son de particular interés en términos de sus propiedades emulsificantes, debido a su naturaleza anfifílica (es decir, tiene ambos grupos, hidrofóbico e hidrofílico) (Foegeding & Davis, 2011).

A diferencia del emulsionante de bajo peso molecular que se difunde rápidamente a la interfaz para proporcionar excelentes capacidades de formación de emulsión, las proteínas tienden a ser más voluminosas y a difundirse a una velocidad más lenta (McClements , 2005).

Una vez en la interfase, a menudo se necesita cierto nivel de desnaturalización parcial (o desentrañamiento), que no es más que un cambio estructural de las proteínas, donde pierden su estructura nativa, y de esta forma su óptimo funcionamiento y a veces cambian sus propiedades fisicoquímicas estructurales,

para exponer los aminoácidos hidrofóbicos enterrados a la superficie. Las proteínas se vuelven a alinear para posicionar la superficie hidrofóbica de los aminoácidos con la fase oleosa y la superficie hidrofílica de los aminoácidos con la fase acuosa (Walstra, 2003).

En consecuencia, la capacidad de emulsión (cantidad de gramos de aceite por gramos de proteína que se puede mantener, antes de que tenga lugar una fase de inversión) tiende a ser menor que con las moléculas de bajo peso molecular (Surh , Decker, & McClements , 2006).

Sin embargo, una vez en la superficie, pueden desarrollarse películas viscoelásticas que resistan tensiones mecánicas y que proveen electrostática (dependiendo de las condiciones de solvente) y estabilización esférica (dependiendo de la proteína) (Tcholakova, Denkov, Ivanov, & Campbell, 2006). Las dispersiones basadas en proteínas, en general, están asociadas con una mayor retención de agua y la capacidad de unión la cual puede contribuir a incrementar la viscosidad del medio (Añón , Sorgentini, & Wagner, 2001).

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

Por ejemplo, la hidrofobicidad de la superficie influye en la capacidad de la proteína para adsorberse en el lado del aceite de la interfaz, donde una mayor integración generalmente conduce a mayores capacidades de emulsión (McClements , 2005).

Por el contrario, la carga superficial de la proteína influye en la solubilidad de las proteínas dentro de la fase acuosa, donde se desea una alta solubilidad por tener mayores tasas de difusión a la interfaz (Karaca, Low, & Nickerson , 2011).

Una vez que se forma la película viscoelástica, las gotas pueden asumir una carga negativa o positiva dependiendo de si el pH de la emulsión está por encima o por debajo del punto isoelectrico de la proteína (y baja fuerza iónica), respectivamente. La alta repulsión electrostática entre las gotas de aceite tiende a conducir a una mayor estabilidad de la emulsión, mientras que en condiciones de pH cercanas al punto isoelectrico de la proteína (o alta fuerza iónica), la floculación / agregación de las gotas domina y conduce a la coalescencia y la inestabilidad.

Dependiendo del tamaño de la proteína, la estructura y la libertad de conformación, los 'bucles' o 'colas' de los segmentos de proteínas pueden irradiarse desde la interfaz compuesta principalmente de aminoácidos hidrófilos, para crear una estabilización estérica, restringiendo físicamente la unión de las gotas (Damodaran , 2006). La presencia de proteínas dentro de la fase continua también actúa para aumentar la viscosidad de la emulsión, reduciendo la movilidad y la difusión de las gotas de aceite dentro de la emulsión (Jafari, Beheshti, & Assadpoor, 2012)

1.4.1.3 Carbohidratos.

Las funciones principales de los carbohidratos en la encapsulación son la promoción de las propiedades de secado de la matriz de pared al aumentar las propiedades de secado de la matriz de pared incrementando la formación de costras secas sobre las gotas de secado (Kagami *et al.*, 2003).

La maltodextrina, por ejemplo, es un derivado del almidón, que se compone de unidades de D-glucosa. Al incrementar el equivalente de dextrosa (DE) de carbohidratos, tiene un efecto protector contra la oxidación (Kagami *et al.*, 2003). Esto es porque la eficiencia de encapsulación aumenta tanto como los valores de dextrosa aumenten.

En un estudio llevado a cabo (Hogan, McNamee, O'Riordan, & O'Sullivan, 2001), la eficiencia de encapsulación del aceite de soya aumento de 0% al 92% cuando el almidón de maíz con DE 50 (equivalente 50 de dextrosa) fue utilizado en vez de almidón de maíz con DE 0 (equivalente 0 de dextrosa).

Para mejorar las características emulsificantes, generalmente los carbohidratos se utilizan con proteínas en la encapsulación de aceites. Sin embargo, la estabilidad de una emulsión estabilizada por proteínas es influenciada por el pH de la emulsión. Específicamente, la capacidad emulsificante de las proteínas es mínima en su punto isoeléctrico. Existe un grupo de compuestos utilizados como agentes encapsulantes para aceites que se componen de carbohidratos y proteínas, los cuales han demostrado resultados importantes en la eficiencia de encapsulación.

Tontul y Topuz (2013) encontraron que la mezcla del caseinato de sodio (que es una proteína láctea con una composición proteica del 90%) con goma arábica tienen la eficiencia de encapsulación más baja para el aceite de semilla de lino, mientras que la proteína de suero concentrada incrementó la eficiencia de encapsulación de la goma arábica.

De manera similar, Goyal *et al.* (2015) reportaron que la proteína de suero concentrada y lactosa combinadas como agente encapsulante obtuvieron una eficiencia de encapsulación mayor en el aceite de semilla de lino en comparación del caseinato de sodio combinado con lactosa.

1.5 Goma de mezquite.

El mezquite es una leguminosa ampliamente distribuida en las zonas áridas y semiáridas del mundo. En condiciones de estrés, el árbol secreta en su corteza un exudado gomoso vítreo conocido como goma de mezquite. Este polisacárido es una arabinogalactana proteica cuyas propiedades químicas, macromoleculares y funcionales son similares a las de la goma arábica, producto de múltiples usos industriales particularmente en alimentos, bebidas y farmacia.

La goma arábiga, obtenida a escala industrial de la corteza de Acacia Senegal y A. seyal en varios países de África, ha satisfecho por décadas la demanda a nivel mundial; sin embargo, su escasez periódica e inseguridad en el suministro y precios, conllevan a la búsqueda de otras fuentes botánicas de goma capaces de remplazar a la goma arábiga. Dentro de éstas, la goma de mezquite reviste un interés especial, toda vez que ambas comparten características fisicoquímicas y funcionales. La relación entre las características químicas, la arquitectura macromolecular y las propiedades emulsificantes de los componentes de la goma de mezquite sugieren que puede competir exitosamente, desde el punto de vista técnico, con la goma arábiga (López-Franco, Goycoolea, Valdéz, & Calderón de la Barca, 2006).

La aplicación industrial de polímeros naturales se fundamenta en su capacidad para modificar las propiedades reológicas de los sistemas acuosos. Estos hidrocoloides tienen la capacidad de inmovilizar las moléculas de agua a través de sitios específicos hidrófobos e ionizables presentes en su estructura. Los hidrocoloides que contienen proteína (p.e. gelatina, goma arábiga, goma de mezquite) son buenos estabilizadores, ya que tienen suficientes grupos hidrofóbicos para actuar como punto de anclaje o de unión. Así mismo, tienen muchos grupos hidrofílicos para reducir la tensión de superficie de una interfaz líquido-líquido o líquido-gas (López-Franco, Goycoolea, Valdéz, & Calderón de la Barca, 2006).

El estudio de las propiedades emulsificantes del exudado de mezquite se ha intensificado en los últimos años, debido a su habilidad para formar películas viscoelásticas en la interfase agua-aceite (Vernon-Carter & Sherman, 1980) y porque se ha supuesto que el mecanismo de emulsificación está estrechamente relacionado con el contenido de proteína de la goma (Vernon-Carter, Predroza-Islas, & Beristain, 1998).

La capacidad de emulsificación es una propiedad esencial para la microencapsulación, usada para la fijación de aromas y sabores. Los agentes micro

encapsulantes más usados han sido la goma arábica y los almidones modificados o hidrolizados (López-Franco, Goycoolea, Valdéz, & Calderón de la Barca, 2006). La goma de mezquite tiene la habilidad para encapsular aceite de naranja (80.5%; (Beristain & Vernon-Carter, 1994), en porcentajes un poco menores a los encontrados en la goma arábica (93.5%).

Aunado a lo anterior, se han estudiado mezclas de ambas gomas (60:40; (Beristain & Vernon-Carter, 1995) y mezclas de mezquite: maltodextrinas en diferentes proporciones (0:1,1:4,2:3,3:2,4:1,1:0). Los resultados sugieren que las mezclas de goma arábica y goma de mezquite son capaces de encapsular la misma cantidad de aceite de naranja que la goma arábica pura. Además, la relación 3:2 maltodextrina: goma de mezquite presentó la mejor capacidad encapsulante (84.6% del total de aceite de naranja) que los polisacáridos de forma independiente.

La goma de mezquite presenta además propiedades como estabilizador, debido a la posibilidad de formar soluciones concentradas (50% p/p), sin aumentar la viscosidad de la solución (Goycoolea, Morris, Richardson, & Bell, 1995)

1.6 Maltodextrina y equivalentes de dextrosa.

Almidones hidrolizados (glucosa, lactosa, sólidos de jarabe de maíz, y maltodextrina) son añadidos como un segundo agente encapsulante (o relleno) para mejorar las propiedades de las gotas de aspersión mejorando la formación de la capa protectora alrededor de las gotas de secado y aumenta la estabilidad oxidativa de los aceites encapsulados reduciendo la permeabilidad de oxígeno de la matriz de la pared (Sheu & Rosenberg, 1995).

Sin embargo, un problema relacionado a estos componentes es su alta susceptibilidad para formar cristales por tener temperaturas de transición vítreas muy bajas. La cristalización de carbohidratos por transición vítrea causa una ruptura de la estructura de la matriz de pared e induce la aglomeración o apelmazamiento de polvos, resultando en una liberación de una parte del aceite y la inducción de la oxidación de lípidos. En este caso, moléculas relativamente con alto peso molecular

de maltodextrinas (MD) con bajo equivalente de dextrosa (DE) tienen mucho mejores temperaturas de transición vítreas, lo que confiere una mayor estabilidad física a los sistemas de matriz de pared (Drusch, Serfert, Scampicchio, Schmidt-Hansberg, & Schwarz, 2006).

2. JUSTIFICACIÓN

En la actualidad las grandes industrias a nivel mundial comienzan a desarrollar nuevas tecnologías para proyectar una mejor calidad de vida para las generaciones futuras. Aspectos tan esenciales del ser humano como su salud, conllevan a gran parte del sector industrial a enfocarse en áreas como la industria alimentaria o la industria farmacéutica.

El enfoque a buscar nuevas tecnologías que sustenten la buena calidad de vida de los seres humanos hace que la investigación científica sea un pilar fundamental para el desarrollo del ser humano.

De manera más específica, existen tecnologías novedosas como la microencapsulación que ayudan de manera trascendental a incrementar los beneficios de los recursos naturales de los cuales disponemos. Con la microencapsulación se busca aprovechar al máximo los beneficios de las sustancias contenidas en vegetales, frutos, minerales, etcétera.

Las razones para la microencapsulación son innumerables. Destacan el aumento de la estabilidad y vida útil de un producto que se encapsula, así como también la facilidad de manipulación de dicho producto y el control de la liberación de sustancias en un tiempo y espacio adecuados.

Es por ello por lo que la microencapsulación está abarcando terreno de manera exponencial, su aplicación en el sector alimenticio, como por ejemplo en la formulación de leche, se aplica el principio de la microencapsulación para liberar de manera controlada las vitaminas, minerales y otras sustancias con el único fin de que el ser humano aproveche al máximo los beneficios del alimento.

Cambiando el enfoque al ramo farmacéutico, la microencapsulación busca como prioridad la liberación controlada de principios activos utilizados en los medicamentos, para aumentar así su nivel de efectividad. De igual manera, se busca que estos principios activos tengan mayor tiempo de vida útil y evitar así su degradación prematura. Un ejemplo claro es cuando se aíslan las vitaminas de los efectos deteriorantes del oxígeno, con esto se retrasa la evaporación de un núcleo volátil.

Ahora bien, en México, contamos con una amplia diversidad de plantas y hierbas que son ricas en aceites esenciales. Como antecedente, tenemos de nuestros antepasados numerosas aplicaciones de estos aceites esenciales, su conocimiento empírico de diferentes hierbas nos hace confirmar los beneficios de las sustancias contenidas en estas plantas. Los aceites esenciales son entonces materias primas que la ciencia debe de potencializar para mejorar la calidad de vida de la población, siendo la microencapsulación una herramienta fundamental.

En México contamos con diferentes especies de Tomillo, el cual tiene efectos medicinales y alimenticios importantes. El aceite esencial de Tomillo contiene timol y Carvacrol, sustancias abundantes en el aceite, y que son principalmente de características herbicidas. De manera integrada, el aceite se considera estimulante del apetito, tónico, expectorante, antiséptico, aperitivo, colerético, antiespasmódico, antiinflamatorio, ligeramente astringente, antiparasitario y antifúngico.

Como agentes encapsulantes, se tienen las proteínas de suero, las cuales son en su mayoría ideales para aumentar la eficiencia en un proceso de microencapsulación. Simultáneamente la correcta utilización de otras sustancias como maltodextrinas y equivalentes de dextrosas (que actúan como emulsificantes) ayudan a tener una buena eficiencia en el proceso de microencapsulación de aceites esenciales.

Por lo anterior, se hace constar de sus múltiples beneficios, los cuales pueden ser incluidos en formulaciones para la industria alimenticia o como principios activos en los medicamentos. De esta manera, se destaca la relevancia de este producto, así como también de la tecnología de microencapsulación la cual sin duda será parte del futuro en la industria, ya que tendrá un impacto positivo en diferentes ámbitos, como el económico, por ejemplo, y es que la microencapsulación por secado por aspersión es una de las técnicas más redituables a nivel económico, sin mencionar la eficiencia de las microcápsulas.

3. HIPOTESIS.

A partir de la metodología de superficie de respuesta, se establecerá un modelo estadístico que permitirá describir adecuadamente el efecto de los factores de operación sobre las variables de respuesta del proceso de microencapsulación mediante secado por aspersión de aceite de Tomillo.

4. OBJETIVOS.

4.1 OBJETIVO GENERAL.

Establecer las condiciones de operación más apropiadas del proceso de microencapsulación del aceite de tomillo a partir de un método estadístico.

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.

- Formular emulsiones simples del tipo aceite-en-agua (O/W), empleando como agentes emulsionantes maltodextrina DE-10 y goma de mezquite.
- Formular emulsiones del tipo aceite en agua con ϕ O/W igual a 0.1.
- Obtener microcápsulas de aceite esencial de Tomillo mediante la técnica de secado por aspersion.
- Determinar el contenido de humedad dentro de las microcápsulas.
- Determinar la eficiencia de encapsulamiento del aceite de Tomillo.
- Determinar el tamaño promedio de las partículas de encapsulación.
- Obtener gráficas de superficie de respuesta para determinar valores óptimos de las variables de respuesta (contenido de humedad, contenido de aceite total, superficial, tamaño promedio de partícula).

5. MATERIALES Y MÉTODOS.

5.1 Materiales.

Para el trabajo experimental se utilizó aceite de Tomillo, el cual se adquirió de una botica llamada “Distribuidora Mier de Botica Moderna”, ubicada en José Vicente Villada 400, Francisco Murguía, Toluca de Lerdo, México. Como agentes encapsulantes se utilizaron goma de mezquite (GM) (*Prosopis laevigata*), la cual fue recolectada del Estado de San Luis Potosí, México en forma de lágrimas y purificada y maltodextrina DE-10 (MD), la cual fue adquirida en la compañía Industrias Ragar S.A. de C.V. (CDMX, México). Los disolventes que se utilizaron fueron grado analítico adquiridos en la compañía SIGMA ALDRICH S.A. de C.V. Toluca, México. En todos los experimentos se utilizó agua desionizada.

5.2. Diseño experimental.

En la aplicación de la metodología de superficie de respuesta se aplicó un diseño factorial 3^k , el cual determina la influencia de dos variables independientes, mismas que se consideró que influían en el proceso de microencapsulación mediante el método de secado por aspersión del aceite de Tomillo. Se determinó utilizar el diseño factorial ya que ha sido utilizado exitosamente en un amplio rango de aplicaciones, por ejemplo, calidad y optimización de procesos, entre otros.

Como variables independientes, se tienen estos parámetros: (X_1) es la relación del material de pared respecto al material del encapsulado ($W_a: C_o$), y (X_2) es la temperatura de entrada del aire de secado (T_i). A continuación, se muestran los niveles de las variables independientes; además, se tiene la fracción volumétrica dispersa, la cual fue constante, su valor es $\phi_{o/w} = 0.10$.

Tabla 4. Niveles de operación de las variables independientes.

		Niveles de operación		
	VARIABLES INDEPENDIENTES	-1	0	1
X_1	Relación de material de pared respecto al material encapsulado	1: 1	2: 1	3: 1
X_2	Temperatura de entrada del aire de secado (°C)	120	140	160

Los valores de los niveles de operación de las variables independientes fueron escogidos con base en estudios preliminares. El diseño experimental consistió en 13 puntos incluyendo cinco repeticiones del punto en que se observó una mayor eficiencia de encapsulamiento. Las variables de respuesta fueron eficiencia de encapsulamiento, el contenido de aceite superficial en las microcápsulas, el contenido de humedad y el tamaño promedio de partícula (Tabla 5).

Los modelos de regresión fueron evaluados para cada variable de respuesta. Los términos no significativos fueron eliminados, y las ecuaciones resultantes se probaron para la adecuación y ajuste mediante un análisis de varianza (ANOVA). La relación entre las variables independientes y las variables de respuesta fue calculada mediante el polinomio de segundo orden (Ec. 1):

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

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

5.3 Preparación de emulsiones aceite-en-agua O/W.

Las diferentes emulsiones de aceite de Tomillo en agua (O/W) fueron preparadas usando una mezcla de biopolímeros, goma de mezquite (GM) con maltodextrina DE10 (MD) (66% en peso de la goma de mezquite + 34% de maltodextrina), las relaciones del material de pared y del núcleo son de 1:1, 2:1, y 3:1, la fase volumétrica dispersa se mantiene constante con un valor de 0.1.

El procedimiento consistió en una etapa inicial, en donde la fase continua se preparó resolviendo la mezcla de biopolímeros en agua 24 h antes de la preparación de la emulsión y se añadió azida de sodio al 0,3% basado en el total de gramos de la emulsión con el orden para evitar la proliferación de microorganismos; en una segunda etapa se añadió la fase dispersa gota a gota a la fase continua y se emulsionó en un homogeneizador Ultra-Turrax T50 basic (IKA-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EE.UU.) a una velocidad de 6.300 rpm durante 10 minutos, con un baño en hielo para mantener la temperatura por debajo de 30°C.

5.4 Obtención de microcápsulas mediante secado por aspersión.

Los diferentes tipos de emulsiones obtenidos se alimentaron al secador por aspersión Nichols/Niro a nivel planta piloto (Turbo Spray PLA, Nueva York, EUA), utilizando un flujo de alimentación de alimentación de 40 ml/min por medio de un dosificador. La temperatura de salida de aire fue de $80 \pm 5^\circ\text{C}$, las diferentes temperaturas del aire de secado utilizadas a la entrada fueron de 120, 140 y 160°C, la presión de atomización es de 4 bar (Pérez-Alonso *et al.*, 2008).

Los polvos obtenidos fueron almacenados en un desecador que contiene sílica gel para prevenir la absorción de humedad, después se almacenan en una bolsa plástica (de polietileno de alta densidad, HDPE) sellada al vacío a una temperatura de 4°C hasta su análisis.

5.5 Determinación del aceite superficial en las microcápsulas.

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

5.6 Determinación del aceite total en las microcápsulas.

Para la determinación del contenido total de aceite en las microcápsulas, se utilizó un método con base en lo descrito por Rodea González *et al.* (2012) con algunas variaciones. Se pesaron 5g de microcápsulas a las cuales se les extrajo el aceite utilizando el equipo de extracción de grasas Soxhlet (VLPL-SER 148/6) empleando hexano, como disolvente extractor, con un tiempo de extracción de 6 horas. Se evaporó el residuo de disolvente empleando la evaporación al vacío a 80°C. Se pesó el aceite obtenido después de la evaporación y se tomó como el contenido de aceite total en las microcápsulas, el cual fue calculado gravimétricamente, tal como lo describen Jiménez, García, & Beristain, (2006).

En otras palabras, el contenido total de aceite fue calculado como la diferencia entre la masa inicial de microcápsulas y la masa del polvo obtenido después de la extracción con el Soxhlet.

5.7 Determinación de la eficiencia de encapsulación.

El porcentaje de eficiencia de la microencapsulación fue determinado mediante el método que sugiere Rodea-González *et al.* (2012):

$$\%EE = \frac{O_{total} - O_{superficial}}{O_{total}} * 100 \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde O_{total} es el contenido de aceite interno y en la superficie de la microcápsula, mientras que el aceite de la superficie $O_{superficial}$ es el aceite de Tomillo que

corresponde al contenido de aceite que se encuentra en la superficie de las partículas.

5.8 Cálculo del contenido de humedad en las microcápsulas.

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

5.9 Distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas.

El tamaño promedio de partícula de las microcápsulas (d_{43}) fue determinado con un Analizador de Tamaño de Partícula y Gota Malvern Mastersizer 2000 (Malvern Instruments, Malvern, Worcestershire, Reino Unido), dispersando los encapsulados en 2-propanol.

5.10 Análisis estadístico.

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

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

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

La relación entre los resultados experimentales obtenidos y las variables independientes fue expresada por una ecuación polinómica de segundo orden con algunos términos de interacción.

$$AS = 679.9 - 28.43X_1 - 8.987X_2 + 3.432X_1^2 + 0.030546X_2^2 + 0.1003X_1X_2 \quad (\text{Ec. 3})$$

$$EE = -579.9 + 28.43X_1 + 8.987X_2 - 3.432X_1^2 - 0.030546X_2^2 - 0.1003 X_1X_2 \quad (\text{Ec. 4})$$

$$CH = 10.115 + 0.198X_1 - 0.04763X_2 + 0.00089X_1X_2 \quad (\text{Ec. 5})$$

$$TP = -3.09 - 4.18X_1 + 0.1098X_2 + 2.863X_1^2 - 0.0221X_1X_2 \quad (\text{Ec. 6})$$

Tabla 5. Diseño experimental y valores obtenidos para las variables de respuesta.

No. corrida	Te (°C)	Wa: Co	Contenido de humedad (% base seca)	Eficiencia de encapsulamiento (%)	Contenido de aceite superficial (%)	Tamaño promedio de partícula (µm)
1	120	1:1	4.627	71.492	28.508	5.62
2	140	2:1	4.09	94.91	5.09	9.75
3	160	3:1	3.676	82.418	17.582	17.41
4	140	2:1	4.067	94.371	5.629	9.24
5	140	3:1	4.264	92.125	7.875	15.76
6	160	1:1	2.847	85.442	14.558	9.32
7	140	2:1	4.049	94.539	5.461	9.85
8	140	2:1	4.062	94.288	5.712	9.6
9	160	2:1	3.076	86.383	13.617	9.47
10	140	2:1	4.026	94.931	5.069	9.12
11	120	3:1	5.385	76.492	23.508	15.48
12	140	1:1	3.919	90.118	9.882	8.67
13	120	2:1	5.09	78.287	21.713	7.23

En donde, AS (Aceite superficial en las microcápsulas), EE (Eficiencia de encapsulamiento), CH (Contenido de humedad), las variables de respuesta anteriores están expresadas en porcentaje mientras que TP (Tamaño de partícula) se encuentra expresada en micrómetros.

La adecuación y el ajuste de los modelos fue probada por regresión del análisis de varianza (ANOVA). Los resultados indicaron que la ecuación representa adecuadamente la relación actual entre las variables independientes y las variables de respuesta.

De acuerdo con Fuentes-Ortega *et al.*, (2017) ANOVA es una técnica estadística que subdivide la variación total de un paquete de datos a partes componentes asociadas con fuentes específicas de variación con el propósito de probar hipótesis sobre los parámetros del modelo. El ANOVA, seguido de la prueba estadística de Fischer (Prueba F) fue aplicado para evaluar la significancia de cada variable.

Los resultados del ANOVA, para AS%, EE%, CH%, TP mostraron un valor F de Fischer de 586.48, 586.48, 160.33, 76.43, respectivamente, lo que implica que el modelo es significativo. El valor de F indica que la mayor parte de la variación en la respuesta puede ser explicada por la ecuación de regresión. El coeficiente de determinación R^2 y R^2 ajustado fueron de igual manera calculados para revisar la adecuación y el ajuste del modelo. Un alto coeficiente R^2 asegura un ajuste satisfactorio del modelo cuadrático a los datos experimentales.

Los valores obtenidos del coeficiente R^2 fueron 0.9976, 0.9976, 0.9816, 0.9745 para EE%, AS%, CH% y TP, respectivamente, lo cual implica que más del 95% de los datos experimentales fueron compatibles. El uso de una R^2 ajustada es para evaluar la adecuación y el ajuste del modelo.

El ajustado valor de R^2 corrige el valor de R^2 para el tamaño de la muestra y para el número de términos del modelo. Los valores de R^2 ajustado (0.9959 para EE%, 0.9959 para AS%, 0.9755 para CH% y 0.9617 para TP) son altos de igual forma y muestra un alta correlación entre los valores observados y los que se predijeron.

Tabla 6. Regresión de análisis de varianza. Eficiencia de encapsulación.

Fuente	DF	Adj SS	Adj MS	Valor F	Valor p
Modelo	5	772.761	154.552	586.48	0.000
Lineal	2	133.05	66.525	252.44	0.000
X_1	1	2.644	2.644	10.03	0.000
X_2	1	130.405	30.405	494.85	0.000
Cuadrático	2	623.615	311.808	1183.22	0.000
X_1^2	1	32.533	32.533	123.45	0.000
X_2^2	1	412.335	412.335	1564.7	0.000
Interacción bidimensional	1	16.096	16.096	61.08	0.000
X_1X_2	1	16.096	16.096	61.08	0.000
Error	7	1.845	0.264		
Falta de ajuste	3	1.486	0.495	5.52	0.066
Error puro	4	0.359	0.09		
Total	12	774.605			

Tabla 7. Regresión de análisis de varianza. Aceite superficial sobre la microcápsula.

Fuente	DF	Adj SS	Adj MS	Valor F	Valor p
Modelo	5	772.761	154.552	586.48	0.000
Lineal	2	133.05	66.525	252.44	0.000
X_1	1	2.644	2.644	10.03	0.000
X_2	1	130.405	30.405	494.85	0.000
Cuadrático	2	623.615	311.808	1183.22	0.000
X_1^2	1	32.533	32.533	123.45	0.000
X_2^2	1	412.335	412.335	1564.7	0.000
Interacción bidimensional	1	16.096	16.096	61.08	0.000
X_1X_2	1	16.096	16.096	61.08	0.000
Error	7	1.845	0.264		
Falta de ajuste	3	1.486	0.495	5.52	0.066
Error puro	4	0.359	0.09		
Total	12	774.605			

Tabla 8. Regresión de análisis de varianza. Contenido de humedad de la microcápsula.

Fuente	DF	Adj SS	Adj MS	Valor F	Valor p
Modelo	3	5.67053	1.89018	160.33	0.000
Lineal	2	5.66927	2.83464	240.44	0.000
X_1	1	0.6221	0.6221	52.77	0.000
X_2	1	5.04717	5.04717	428.11	0.000
Cuadrático	-	-	-	-	-
X_1^2	-	-	-	-	-
X_2^2	-	-	-	-	-
Interacción bidimensional	1	0.00126	0.00126	0.11	0.751
X_1X_2	1	0.00126	0.00126	0.11	0.751
Error	9	0.1061	0.01179		
Falta de ajuste	5	0.10388	0.02078	37.39	0.002
Error puro	4	0.00222	0.00056		
Total	12	5.77664			

Tabla 9. Regresión de análisis de varianza. Tamaño de la partícula.

Fuente	DF	Adj SS	Adj MS	Valor F	Valor p
Modelo	4	142.094	35.524	76.43	0.000
Lineal	2	114.823	57.412	123.52	0.000
X_1	1	104.5	104.5	224.84	0.000
X_2	1	10.323	10.323	22.21	0.002
Cuadrático	1	26.488	26.488	56.99	0.000
X_1^2	1	26.488	26.488	56.99	0.000
X_2^2	-	-	-	-	-
Interacción bidimensional	1	0.783	0.783	1.69	0.230
X_1X_2	1	0.783	0.783	1.69	0.230
Error	8	3.718	0.465		
Falta de ajuste	4	3.312	0.828	8.15	0.033
Error puro	4	0.406	0.102		
Total	12	145.813			

6.2 Aceite superficial (AS, %)

El porcentaje de aceite superficial no cambio de manera significativa con las diferentes combinaciones que se llevaron a cabo con las variables independientes, en cada una de las corridas puede apreciarse un valor de aceite superficial relativamente bajo, estos valores oscilan del 5.069% al 28.508% cuyos valores son el mínimo y el máximo respectivamente (Tabla 5).

Estadísticamente existe una influencia de cada una de las variables independientes, esto se puede revisar analizando la ecuación 3, en la cual existe influencia de ambas variables de manera autónoma, así como de las interacciones de estas variables,

sin embargo, analizando a detalle, observamos que el valor lineal de cada una de las variables tiene un efecto negativo a la variable dependiente, no obstante, el valor cuadrático tiene una mayor trascendencia en la variable X_1 , es decir, en forma cuadrática, el valor de la proporción de los materiales de pared y del núcleo tendrá un mayor impacto en contraste con la temperatura de entrada del aire de secado. La interacción entre ambas variables se muestra significativa, pero con un grado de relevancia relativamente bajo.

Los gráficos de contorno 2D y las superficies de nivel 3D fueron dibujadas para determinar los niveles óptimos de las variables independientes. En el gráfico de contorno 2D (Figura 4) se puede apreciar que el valor mínimo de aceite superficial es cuando se está en un valor cercano a una relación 2:1 del material de pared respecto al material encapsulado y a una temperatura aproximadamente de 143°C, mientras que conforme los valores independientes se van alejando de los valores anteriormente mencionados, el porcentaje de aceite superficial se va incrementando, se puede visualizar un máximo a una relación de 1:1 del material de pared respecto al material encapsulado y a una temperatura aproximada de 120°C.

Al introducir los datos en software Minitab versión 17.0 (Minitab Inc., State College, PA, EE.UU.), se solicitó la respuesta óptima para obtener los valores máximos y mínimos del aceite de superficie, los cuales para el máximo es una proporción 1:1 y una temperatura de 120°C, mientras que para el mínimo es una proporción 2:1 (2.05051:1 de manera exacta) y una temperatura de 143.838°C.

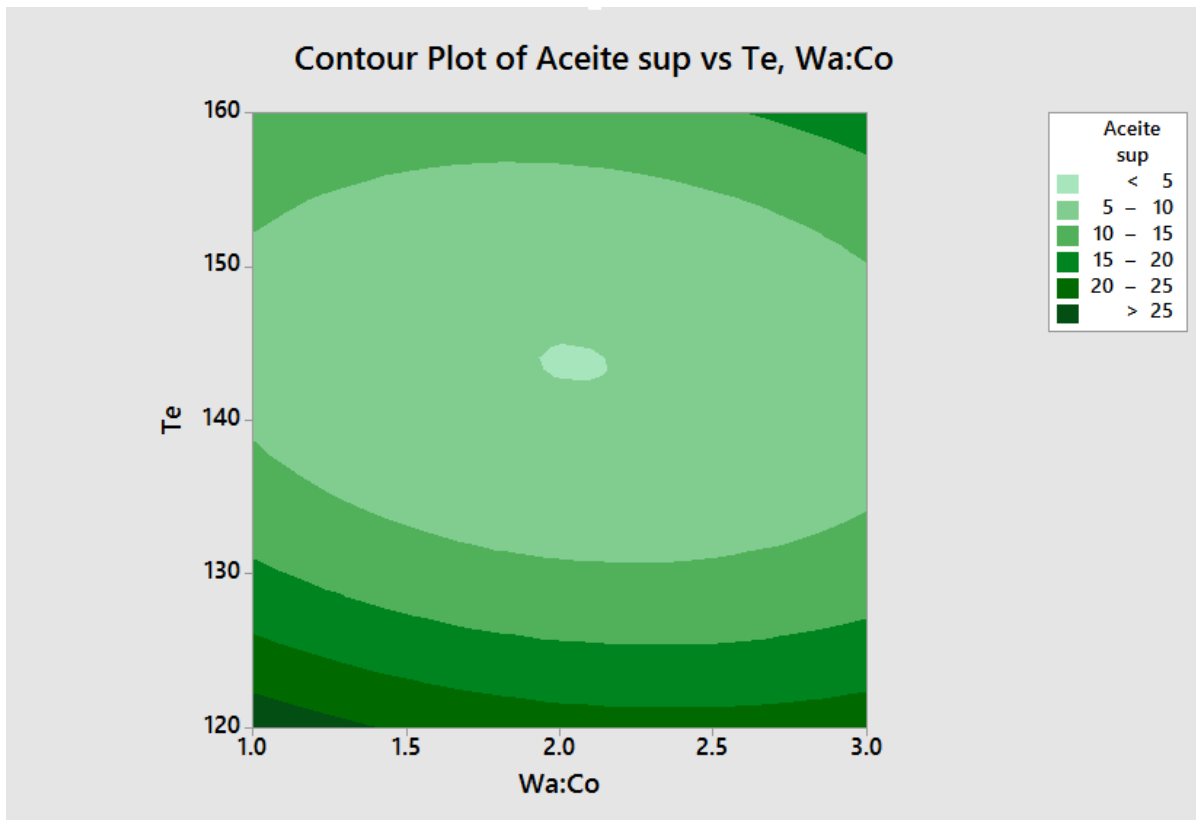


Figura 4. Gráfico de contorno de Aceite superficial vs temperatura de entrada del aire y relación del material de pared y del material encapsulado.

En el gráfico de superficie de respuesta (Figura 5) se puede observar el efecto que tienen las variables independientes en los valores máximos y mínimos de la variable de respuesta, en este caso el aceite superficial. A comparación del gráfico 2D, en este gráfico tridimensional se puede apreciar que el valor máximo de aceite superficial se encuentra únicamente al estar cercano a valores de 1:1 en la relación del material de pared y del núcleo a temperaturas cercanas a los 120°C, en el gráfico bidimensional se apreciaba que el valor máximo podía estar no solo ahí si no que también podía estar en una relación 3:1 a una temperatura de 160°C, descartando de esta manera dicha posibilidad.

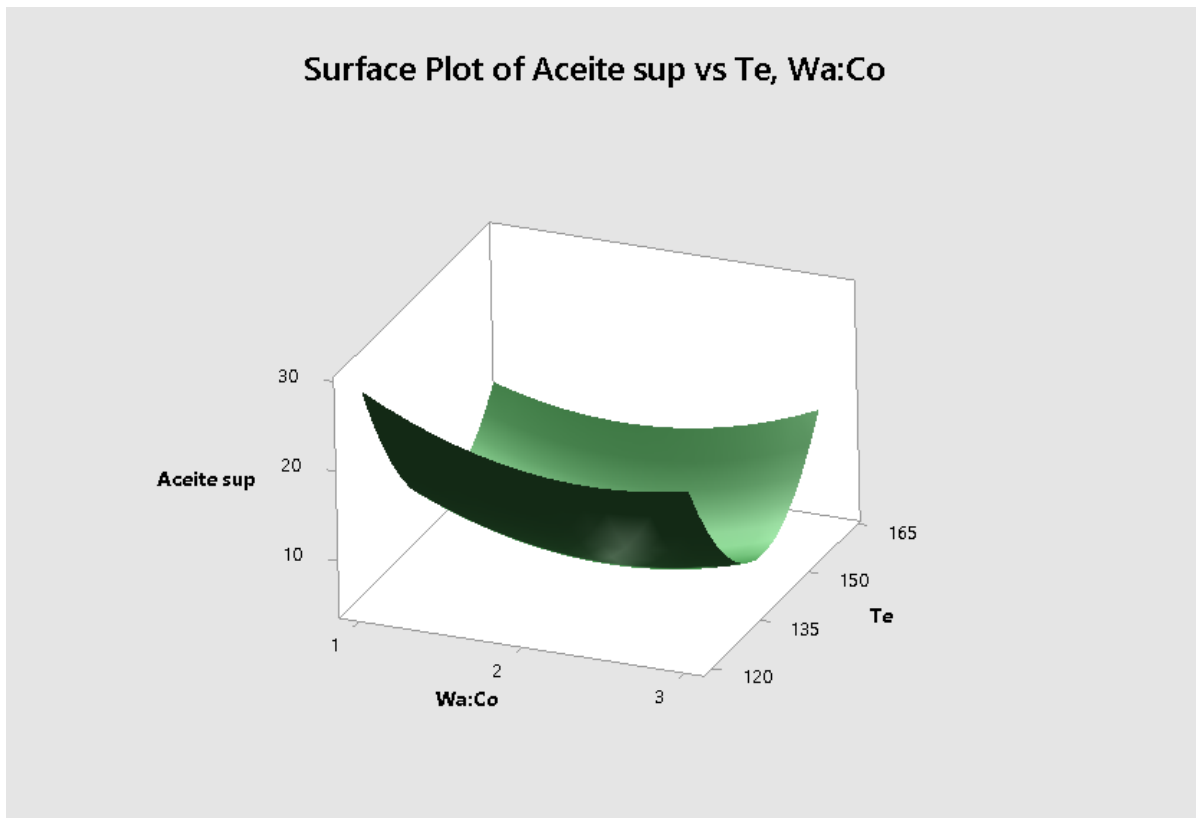


Figura 5. Gráfico de superficie de respuesta de Aceite superficial vs temperatura de entrada del aire y relación del material de pared y del material encapsulado.

6.3 Eficiencia de encapsulación (EE, %).

La eficiencia de encapsulación refleja la cantidad de aceite dentro de las microcápsulas y el grado al cual la matriz puede prevenir la difusión del aceite interno a través de las paredes. De acuerdo con la Tabla 5, el porcentaje de eficiencia de encapsulación varío de 71.492% a 94.931% lo cual puede ser considerado como un buen rendimiento y un adecuado nivel para el aceite en los polvos.

Es importante notar que de acuerdo con la ecuación 4, existe una influencia significativa de ambas variables independientes, en mayor medida, la variable que indica la proporción del material de pared y del núcleo tiene una mayor relevancia en la eficiencia de encapsulación que la temperatura de entrada del aire de secado, sus coeficientes cuadráticos son menores a los coeficientes lineales por lo que el

efecto es mínimo si se compara (recordando que el modelo es válido solo hasta una proporción 3:1 y a una temperatura de 160°C, de acuerdo con nuestro diseño de experimentos); también cabe mencionar que existe una interacción significativa entre las variables.

Analizando la Figura 6 existe un máximo en la eficiencia de encapsulación en valores cercanos a una relación 2:1 en los materiales de pared y del núcleo y a una temperatura de un poco más de 140°C. Se puede observar que conforme los valores de la proporción y de la temperatura especificada se alejan, también lo hace la eficiencia de encapsulación.

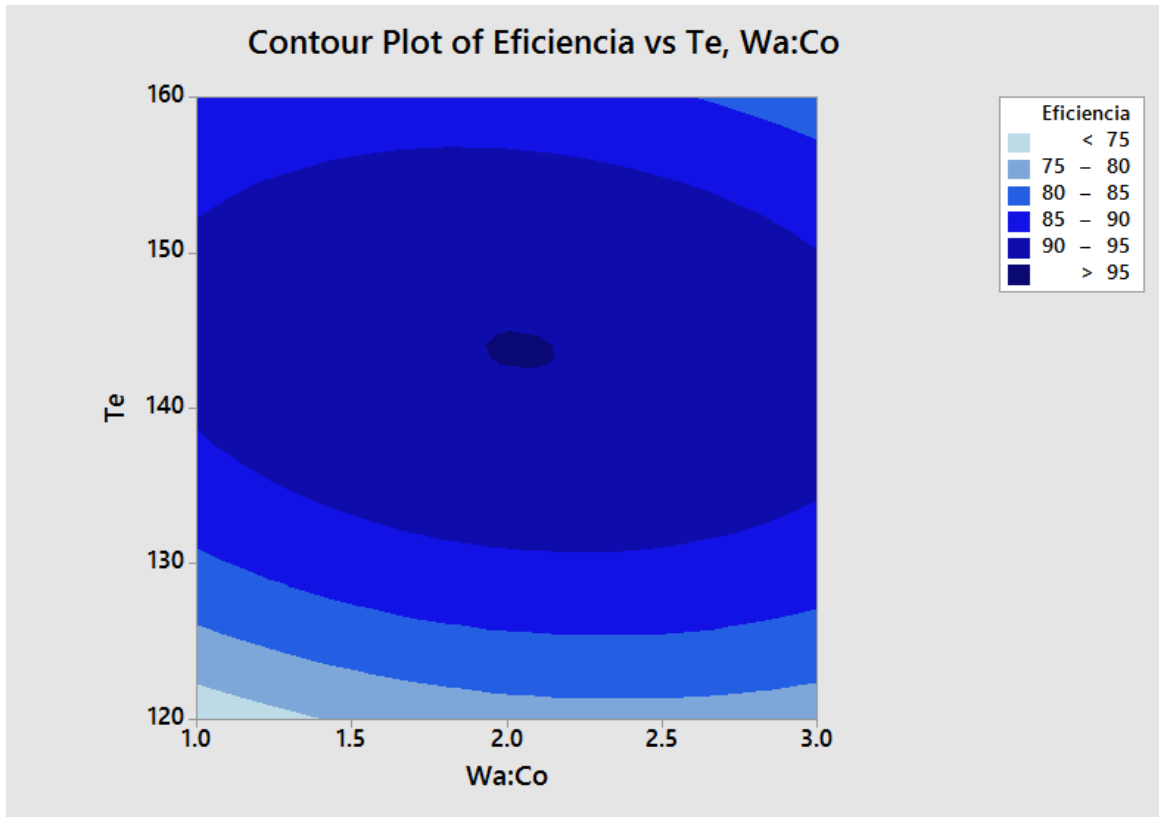


Figura 6. Gráfico de contorno de la eficiencia vs Temperatura de entrada del aire de secado y la relación de los materiales de pared y del núcleo.

En la Figura 7, se puede observar el efecto de las variables independientes en la eficiencia de encapsulación. Se comprueba que a medida que nos acercamos a la relación 2:1 y a la temperatura de 140°C podemos obtener una máxima eficiencia. De acuerdo con el software Minitab, se obtuvo que los valores óptimos exactos para obtener una eficiencia máxima de encapsulación es en una relación 2.0505:1 a una temperatura de 143.8384°C.

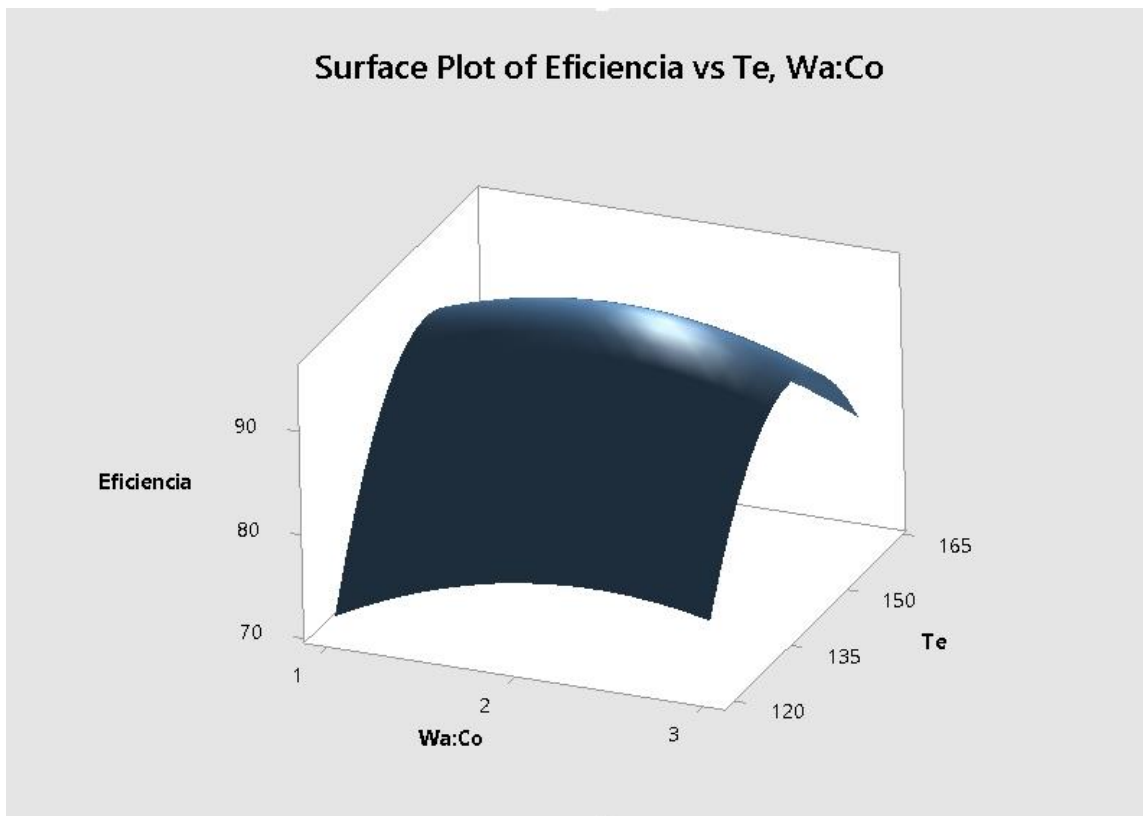


Figura 7. Gráfico de superficie de respuesta de la eficiencia vs Temperatura de entrada del aire de secado y la relación de los materiales de pared y del núcleo.

Las altas cantidades de aceite esencial de Tomillo retenidas en las microcápsulas también son atribuidas a la naturaleza del material de pared utilizado y la cantidad de material de pared utilizado en la formación de emulsiones el cual era apto para emulsionar y en consecuencia retener el aceite usado. Muchas investigaciones han informado acerca de la eficiencia de la goma de mezquite y de las maltodextrinas para encapsular aceites y oleorresinas (Jafari, Assadpoor, Bhandari, & He, 2008).

En este trabajo se propuso la goma de mezquite como parte del material de pared debido a sus propiedades emulsionantes y a la efectiva microencapsulación de aceites previamente utilizada en una diversidad de estudios de microencapsulación.

La goma de mezquita ha sido reportada como un material con propiedades emulsificantes debido a que está compuesta por una cadena de residuos de enlaces (1-3) β -D galactosa, y cadenas laterales (1-6) que contienen L-arabinosa, L-ramnosa, β -D-glucoronato y 4-o-metil- β -D-glucoronato, teniendo una pequeña cantidad de proteína ($2.7 \pm 0.06\%$) unido al resto del polisacárido, el cual es el principal responsable a causa de su excelente capacidad como emulsionante y formado de películas (Pérez-Alonso *et al.*, 2008).

Las maltodextrinas constan de unidades de β -D-glucosa enlazadas principalmente por cadenas glicosídicas (1 \rightarrow 4) y son usualmente clasificadas de acuerdo con su equivalente de dextrosa (DE). La dextrosa de una maltodextrina determina su capacidad reductora y está inversamente relacionado con su peso molecular promedio. La maltodextrina fue elegida principalmente ya que proporcionó excelente estabilidad oxidativa a aceites encapsulados de estudios anteriores (Gharsallaoui, Roudaut, Chambin, Voilley, & Saurel, 2007).

Por lo tanto, la mezcla de biopolímeros MG-MD utilizada en este trabajo como material de pared retuvo y protegió el aceite dentro de las microcápsulas muy bien, y los resultados obtenidos reflejan una alta eficiencia de encapsulación.

6.3 Contenido de humedad (CH, %)

El contenido de humedad de las microcápsulas varió de 2.847% a 5.385% con base en la Tabla 5. La ecuación 5 pone en manifiesto que las variables independientes no influyen de una manera tan drástica en los valores de humedad dentro de la microcápsula. El efecto que tiene de manera independiente la proporción de material de pared y material del núcleo es positivo, es decir, si se desea una cantidad mayor de humedad, de acuerdo con la ecuación, se necesita aumentar la proporción de material de pared y de material a encapsular. Ahora bien, si

analizamos el efecto de la temperatura del aire de secado en la humedad, la ecuación nos confirma lo que nos dice la teoría. Si se aumenta la temperatura de secado, evidentemente se disminuye la cantidad de humedad en las partículas de las microcápsulas. Aunque, no podemos perder de vista que el efecto de la temperatura en la humedad de la microcápsula es menor en comparación de la proporción entre los materiales de pared y el encapsulado.

Por último, podemos observar que existe una mínima interacción entre las variables independientes, pero, aunque es mínima, este factor es significativo estadísticamente.

De acuerdo con la Figura 8, el porcentaje de humedad va disminuyendo conforme aumenta la temperatura del aire de secado, simultáneamente la humedad disminuye si la relación del material de pared y del núcleo es menor. De acuerdo con los resultados obtenidos, el Software Minitab arrojó los valores mínimos de humedad, siendo la proporción 1:1 y la temperatura de 160°C.

Para obtener el valor máximo de humedad los valores de X_1 y X_2 deben ser 3:1 y 120°C respectivamente.

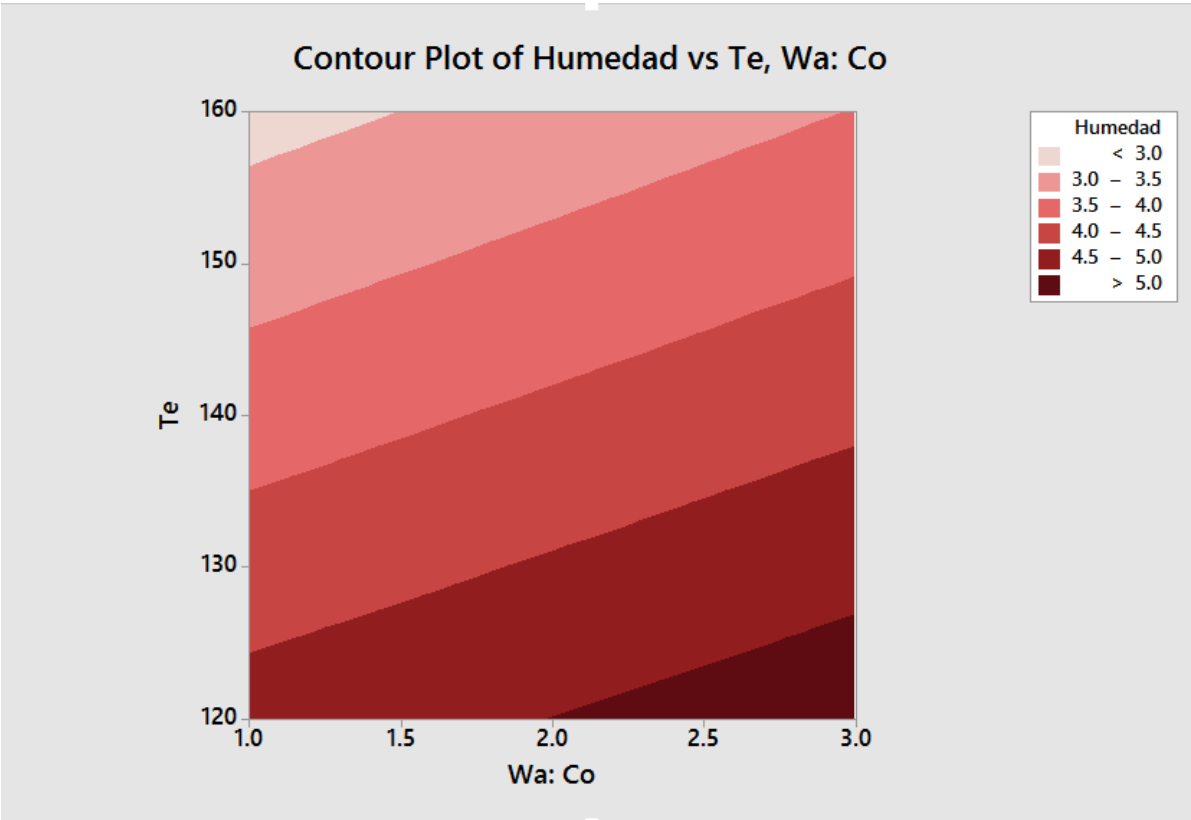


Figura 8. Gráfico de contorno de la humedad vs Temperatura de entrada del aire de secado y la relación del material de pared y del núcleo.

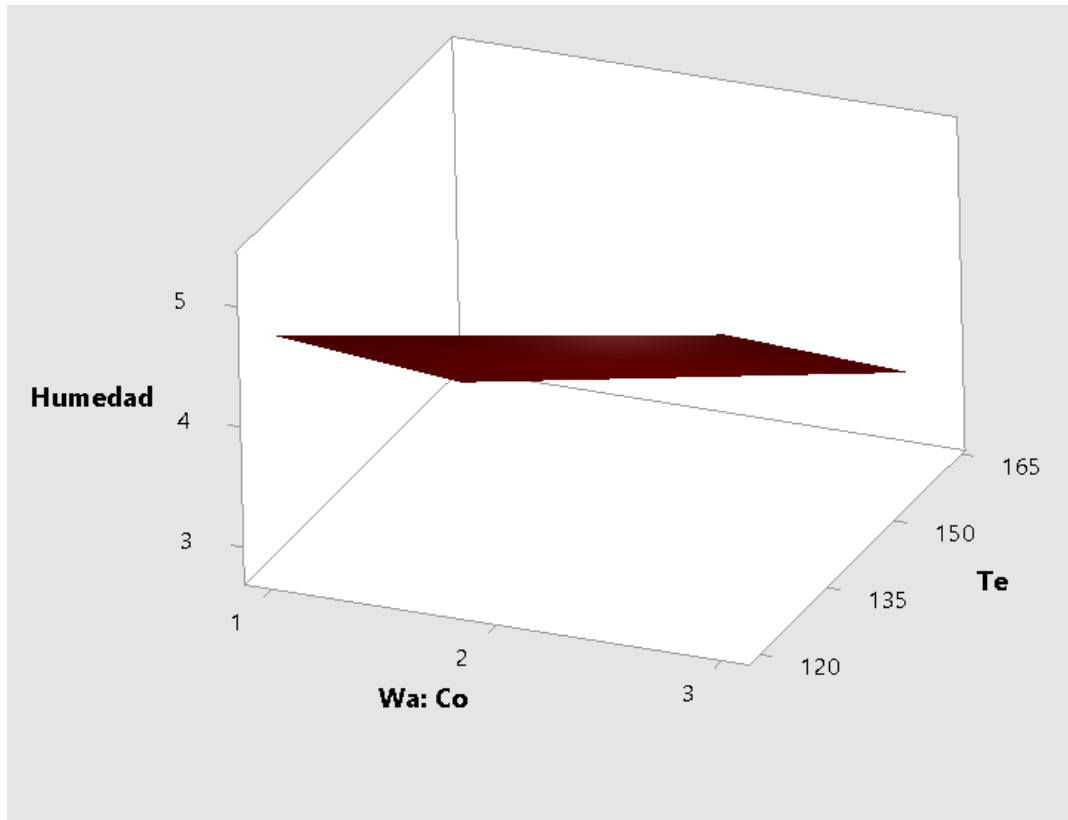


Figura 9. Gráfico de superficie de respuesta de humedad vs proporción de material de pared y del núcleo y temperatura de entrada del aire de secado.

Al ser un comportamiento lineal, el contenido va a depender casi de manera directa del valor de la proporción y de la temperatura de entrada en menor medida como se puede observar en la Figura 9. La especificación mínima de humedad de polvos obtenidos por técnicas de secado en la industria alimenticia está entre 3 y 4g/100 g de agua. (Klaypratid & Huang, 2008). La mayoría de los resultados experimentales están por arriba de 3 gramos de polvos por 100 gramos de agua. Aunque estos valores se pueden deber a la presencia de moléculas de maltodextrina en el material de pared, estas, se unen a las moléculas de agua, lo cual dificulta la difusión del agua.

Además de que posiblemente la temperatura de entrada del aire de secado no generó un aumento en el gradiente de temperatura entre el aire de secado y el producto rociado resultando en una transferencia de calor y masa más baja que disminuyó la tasa de evaporación.

Así que, de acuerdo con lo expuesto anteriormente, el contenido de humedad está dentro de los parámetros que requiere la industria alimenticia, porque la mayoría de las microcápsulas tienen un bajo contenido de humedad y están dentro del intervalo que se considera seguro para evitar el crecimiento de microorganismos y el desarrollo de la alteración del producto relacionado al contenido inicial de humedad (Fuentes-Ortega *et al.*, 2017).

En adición, la cantidad de humedad es un parámetro relevante para el aceite contenido en los polvos porque la oxidación del aceite de encapsulación puede llevarse a cabo rápidamente en un porcentaje alto de humedad.

6.4 Tamaño de partícula (TP).

A grandes rasgos, en la literatura se infiere que el tamaño de partícula (que es una propiedad física) a medida que es más pequeño, el polímero tiende a retener en su coraza una mayor cantidad de aceite, sin embargo, esto no es del todo cierto ya que, al mismo tiempo, depende de las condiciones de secado y del contacto entre el aire y la emulsión.

De acuerdo al diseño experimental, estadísticamente, se ve un efecto negativo de la proporción del material de pared y el encapsulado y un efecto positivo de la temperatura del aire de secado a la entrada, en un grado cuadrático, existe una influencia positiva del tamaño de partícula por la proporción de los materiales de la microcápsula, no hay un valor significativo para el efecto cuadrático de la temperatura de entrada del aire de secado, y a comparación de los polinomios de las demás variables de respuesta existe una interacción mayor entre las variables independientes, aunque por su valor numérico esta sigue siendo débil.

Una vez dicho lo anterior, se infiere teóricamente que el tamaño de partícula se ve afectado de manera positiva por el aumento de la proporción de material de pared y material a encapsular, así como la poca influencia de la temperatura de secado a la entrada en el tamaño de partícula.

En los resultados mostrados en la Tabla 5, se observa que no existe alguna relación entre el aceite superficial (que en porcentaje es complementario al aceite total) y el tamaño de partícula, por lo cual se infiere de manera teórica que las condiciones de operación suponen un factor determinante para evitar que la relación mencionada en la literatura se presente.

Observando la figura 10, tenemos que a medida que conforme disminuye la proporción de aceite con polímero y la temperatura de secado a la entrada también disminuye, el tamaño de partícula se va haciendo más pequeño.

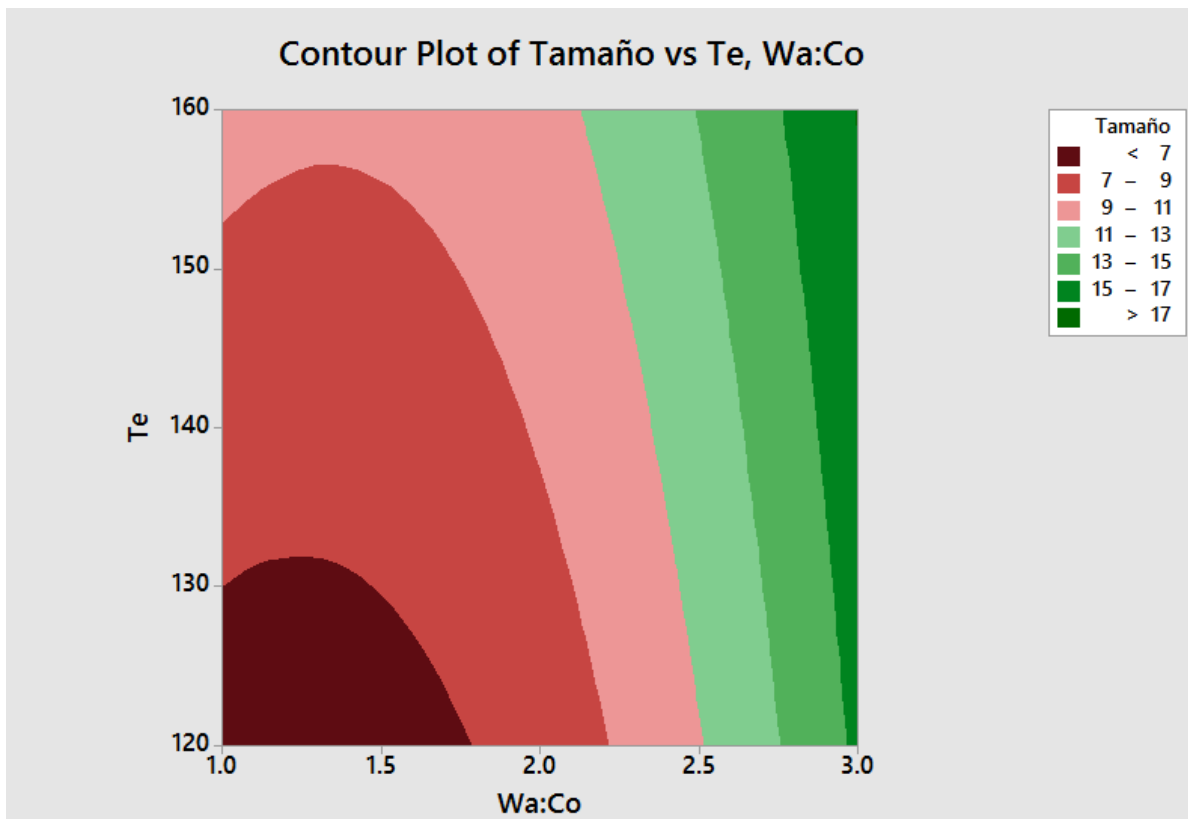


Figura 10. Gráfico de contorno Tamaño vs Temperatura de entrada y proporción material de pared y del núcleo.

Ahora, analizando la figura 11, podemos ver con mayor claridad que el tamaño mínimo se da cuando la proporción de aceite y polímero es cercana a 1:1 y la temperatura tiende a ser 120, mientras que el comportamiento muestra que el tamaño máximo oscila en valores mayores a 150 y en proporciones aproximadas al 3:1.

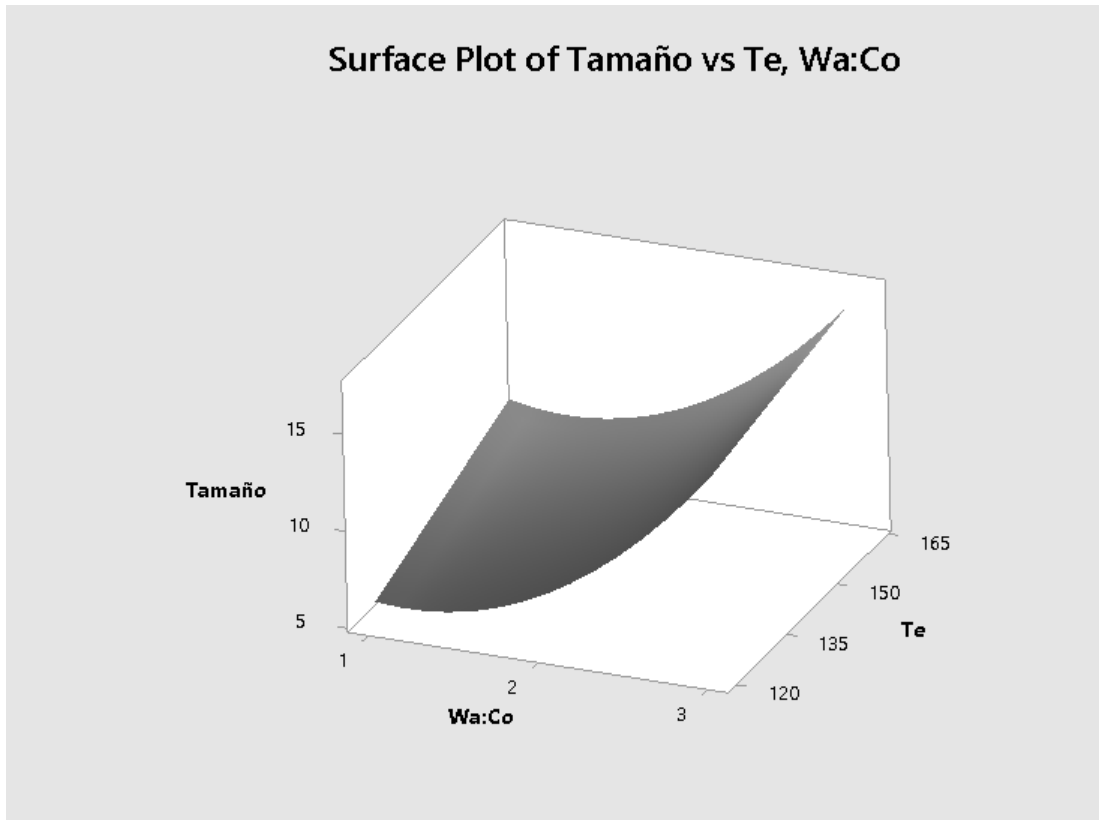


Figura 11. Gráfico de superficie de respuesta Tamaño vs Temperatura de entrada y proporción material de pared y del núcleo.

De acuerdo con los valores proporcionados por Minitab 17, el valor máximo de tamaño se encuentra cuando la proporción es 3:1 y la temperatura es 160°C, mientras que el valor mínimo es 1.20202:1 y 120°C. La tendencia es que conforme se vaya aumentando la proporción, el tamaño de igual manera aumentará (ya que el aumento de la temperatura de entrada no tiene un valor tan significativo como la proporción).

6.5 Determinación de las condiciones óptimas.

El parámetro de proceso que se desea optimizar es la eficiencia de encapsulamiento, y es que, al tener una eficiencia de encapsulamiento elevada, por ende, se tiene una gran cantidad de aceite encapsulada dentro de la coraza del material de pared, además de que se busca tener una cantidad baja de aceite superficial y una cantidad aceptable de humedad.

En este caso al ser un parámetro que tiene influencia únicamente en relaciones que están encaminadas a correlaciones con características de flujo de microcápsulas y a características estructurales de los polímeros, el diámetro de partícula no se considerará como un parámetro crítico para los propósitos de este estudio y por lo tanto no se reflejará en las condiciones óptimas del estudio.

El diseño experimental, así como el conjunto de herramientas estadísticas fueron empleadas para obtener las óptimas variables de proceso. Con el fin de obtener la máxima eficiencia de encapsulación se tomaron las siguientes restricciones, dichas restricciones se tomaron con base a estudios previamente realizados:

1. Se mantuvo la fase volumétrica dispersa con un valor constante de 0.1.
2. Se emplearon tres relaciones entre el material de pared y el material del núcleo (Wa: Co), las cuales fueron (1:1), (2:1) y (3:1).
3. Se tomaron como referencia temperaturas a la entrada del aire de secado de 120, 140 y 160°C.

De acuerdo con estas consideraciones, así como con el diseño experimental y el método de superficies de respuesta, los valores óptimos para la microencapsulación del aceite esencial de Tomillo en la mezcla de Maltodextrina con un equivalente 10 de dextrosa (MD-DE10) son de 140°C para la temperatura de entrada del aire de secado, a una proporción de 2:1 para el material de pared y el polímero encapsulante, dando como resultados, una eficiencia máxima de 94.931%, un porcentaje de aceite superficial de 5.069%, un tamaño de partícula de 9.12 micrómetros y un contenido de humedad del 4.026%. Lo cual cumple con el máximo de eficiencia, el mínimo de aceite superficial y el contenido de humedad adecuado.

7. CONCLUSIONES

El aceite de Tomillo es un aceite esencial el cual es mucho menos pesado en comparación de los ácidos grasos. El presente estudio se realizó con el objetivo de mostrar las condiciones óptimas para lograr la eficiencia máxima de microencapsulación. El aceite de Tomillo cuenta con una gran diversidad de aplicaciones en diferentes áreas de la industria, en las que destacan la farmacéutica, la alimenticia, la industria de pinturas y el área de cosméticos. El tener este estudio puede servir como una base para futuras investigaciones en estos ámbitos. Las propiedades benéficas del Tomillo son muchas, por lo que no extrañaría que este aceite sea muy útil para el futuro de la biotecnología y de la ciencia en general.

En la parte experimental, se tomó como agente encapsulante una mezcla de polímeros como lo es la Maltodextrina con un equivalente 10 de dextrosa (MD-DE10), el cual ha demostrado por investigaciones y pruebas anteriores una gran capacidad como material emulsificante, además de ser un buen protector de aceites esenciales contra de las condiciones ambientales que pueden degradarlo, como la luz, temperatura, humedad, etcétera.

El secado por aspersión es una técnica simple, de bajo costo, reproducible y fácil de escalar. La elección del método fue en gran medida también por la poca humedad que mantienen las microcápsulas, lo cual asegura una mejor conservación del aceite de Tomillo. Se llevaron a cabo 13 lecturas, incluyendo 5 repeticiones, el criterio utilizado para llevar a cabo estas repeticiones fueron las corridas que mostraban una mayor eficiencia de encapsulación.

El método de superficie de respuesta (RSM) ofrece un conjunto de herramientas estadísticas que por un modelo de regresión de segundo grado y, en consecuencia, una vez que se genera un análisis de varianza (ANOVA) se pueden obtener una serie de funciones polinomiales, las cuales sirven para predecir de manera teórica el impacto que tienen las variables independientes en las ecuaciones polinómicas de cada una de las variables de respuesta; además de que también pueden medir

el grado de interacción entre estas mismas. Con las ecuaciones polinomiales resultantes y sus respectivos análisis de varianza, fue posible encontrar las condiciones óptimas de operación que nos lleven al mejor porcentaje de eficiencia de encapsulación, el cual nos llevara de manera directa a preservar de mejor manera el aceite que se desea encapsular.

Es importante resaltar que el objetivo general se cumplió, así como cada uno de los objetivos específicos. El modelo de diseño experimental y nuestras herramientas estadísticas sirvieron como base para obtener un resultado óptimo. Los valores numéricos para la máxima eficiencia de encapsulación son: 140°C para la temperatura de entrada del aire de secado, a una proporción de 2:1 para el material de pared y el polímero encapsulante, dando como resultados, una eficiencia máxima de 94.931%, un porcentaje de aceite superficial de 5.069%, un tamaño de partícula de 9.12 micrómetros y un contenido de humedad del 4.026%.

Las variables independientes tienen entre si una interrelación débil, esto se pudo observar con los coeficientes de interacción en cada una de las ecuaciones polinomiales, puesto que una de las variables (la proporción del material de pared y del aceite encapsulado) pertenece al proceso de la elaboración de la emulsión, mientras que la otra variable (la temperatura del aire de secado a la entrada) pertenece propiamente al proceso del secado por aspersion, es decir, es un parámetro de operación del secador.

Como conclusión general, la hipótesis planteada se cumplió de manera satisfactoria, ya que la metodología de superficie de respuesta proporcionó ecuaciones polinomiales que se ajustaban de manera adecuada a las necesidades del diseño experimental planteado. La adecuación de los modelos se determinó mediante la evaluación de la falta de ajuste, el valor de la prueba de Fisher (valor F), coeficiente de determinación (R^2), y coeficiente de determinación ajustado- R^2 obtenidos a partir del análisis de la varianza (ANOVA). La prueba de significación estadística se basa en los criterios de error totales con un nivel de confianza del 95%.

Referencias

- Ankrum, J., Miranda, O., KS, N., Sarkar, D., Xu, C., & Karp, J. (2014). Engineering cells with intracellular agent-loaded microparticles to control cell phenotype. *Nature Protocols*, 9 (2), 233-245.
- Añón , M. C., Sorgentini, D. A., & Wagner, J. R. (2001). Relationship between different hydration properties of commercial and laboratory soybean isolates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49 (10), 4852-4858.
- Augustin, M. A., & Hemar, Y. (2009). Nano-and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. *Chemical Society Reviews*, 38 (4), 179-184.
- Bae, K., & Lee, S. J. (2008). Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. *Journal of Microencapsulation*, 25 (8), 549-560.
- Baik, M., Suhendro, Y., Nawar, E. L., McClements, W. W., Decker, D. J., A., E., & Chinachoti, P. (2004). Effects of antioxidants and humidity on the oxidative stability of microencapsulated fish oil. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 81 (4), 355-360.
- Bakry, A. M., Ali, B., Abbas, S., Majeed, H., Y Abouelwafa, M., Mousa, A., & Liang , L. (2016). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15 (1), 143-182.
- Bangs, W. E., & Reineccius, G. A. (1988). Corn starch derivates: Possible wall materials for spray dried flavor manufacture. *Flavor encapsulation*, 370 (3), 12-28.
- Beristain, C., & Vernon-Carter, E. (1994). Utilization of mesquite gum as emulsion stabilizing agent for spray-dried encapsulated orange peel oil. *Drying Technologies*, 12 (7), 1727-1733.
- Beristain, C., & Vernon-Carter, E. (1995). Studies on the interaction of mesquite (*Prosopis juliflora*) gum as emulsion stabilizing agent for spray-dried encapsulated orange peel oil. *Drying Technology*, 13 (1-2), 455-461.
- Brazel, C. (1999). Microencapsulation: offering solutions for the food industry. *Cereal Foods World*, 44 (6), 388-390.

- Bringas-Lantigua, M., Expósito-Molina, I., Reineccius, G. A., López-Hernández, O., & Pino, J. A. (2011). Influence of Spray-Dryer Air Temperatures on Encapsulated Mandarin Oil. *Drying Technology: An International Journal*, 29 (5), 520-526.
- Bristhar Laboratorios. (2010). Obtenido de <http://www.bristhar.com.ve/gomas.html>. [Consultado en Octubre 2019]
- Cebrián, J. (14 de Diciembre de 2018). *Webconsultas*. Obtenido de <https://www.webconsultas.com/belleza-y-bienestar/plantas-medicinales/composicion-del-tomillo-y-beneficios-para-la-salud> [Consultado en Octubre 2019]
- Chen, M., Ouyang, H., Zhou, S., Li, J., & Ye, Y. (2014). PLGA-nanoparticle mediated delivery of anti-OX40 monoclonal antibody enhances anti-tumor cytotoxic T cell responses. *Cellular Immunology*, 287 (2), 91-99.
- Damodaran, S. (2006). Amino acids peptides and proteins. En S. Damodaran, *Food Chemistry 3* (págs. 54-66). New York: In O. R. Fennema.
- de Vos, P., Faas, M., Spasojevic, M., & Sikkema, J. (2010). Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. *International Dairy Journal*, 20 (4), 292-302.
- Desai, K., & Jin Park, H. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23 (7), 1361-1394.
- Desobry, S., Netto, F., & Labuza, T. (1997). Comparison of spray-drying, drum-drying and freeze-drying for B-carotene encapsulation and preservation. *Journal of Food Science*, 62 (6), 1158-1162.
- Drusch, S. (2007). Sugar beet pectin: A novel emulsifying wall component for microencapsulation of lipophilic food ingredients by spray-drying. *Food Hydrocolloids*, 21 (7), 1223-1228.
- Drusch, S., Serfert, Y., Scampicchio, M., Schmidt-Hansberg, B., & Schwarz, K. (2006). Physicochemical characterization and oxidative stability of fish oil encapsulated in an amorphous matrix containing trehalose. *Food Research International*, 39 (7), 807-815.
- Du, W. X., Olsen, C. W., Avena-Bustillos, R. J., McHugh, T. H., Levin, C. E., & Friedman, M. (2008). Storage Stability and Antibacterial Activity against *Escherichia coli*

- O157:H7 of Carvacrol in Edible Apple Films Made by Two Different Casting Methods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56 (9), 3082-3088.
- Fang, Z., & Bhandari, B. (2010). Encapsulation of polyphenols-a review. *Trends in Food Science & Technology*, 21 (10), 510-523.
- Foegeding, E. A., & Davis, J. P. (2011). Food protein functionality: A comprehensive approach. *Food hydrocolloids*, 25 (8), 1853-1864.
- Fuentes-Ortega, T., Martínez-Vargas, S. L., Cortés-Camargo, S., Guadarrama-Lezama, A. Y., Gallardo-Rivera, R., Baeza-Jiménez, R., & Pérez-Alonso, C. (2017). Efectos de las variables de proceso en la microencapsulación de aceite de ajonjolí (*Sesamum indica* L.) mediante secado por aspersión. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 16 (2), 477-490.
- Fundación Wikipedia, Inc. (6 de Septiembre de 2019). *Wikipedia, Enciclopedia Libre*. Obtenido de <https://es.wikipedia.org/wiki/Thymus> [Consultado en Octubre 2019]
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40 (9), 1107-1121.
- Ghosh, S. (2006). *Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Gibbs, B. F., Kermasha, S., Alli, I., & Mulligan, C. N. (1999). Encapsulation in the food industry: a review. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 50 (3), 213-224.
- Gouin, S. (2004). Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in Food Science & Technology*, 15 (7-8), 222-227.
- Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M. K., Tomar, S. K., Arora, S., Sabikhi, L., & Singh, A. K. (2015). Development and physico-chemical characterization of microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. *Powder Technology*, 286 (1), 527-537.
- Goycoolea, F., Morris, E., Richardson, R., & Bell, A. (1995). Solution rheology of mesquite gum in comparison with gum arabic. *Carbohydrates Polymers*, 27 (1), 37-45.

- Group, D. E. (5 de Agosto de 2016). *Global Healing Center*. Obtenido de <https://www.globalhealingcenter.net/salud-natural/que-es-el-carvacrol.html#referencias> [Consultado en Septiembre 2019]
- Habasit*. (2019). Obtenido de <http://www.habasit.com/es/goma-natural.htm> [Consultado en Septiembre 2019]
- Heinzelmann , K., Franke, K., Velasco, J., & Marquez-Ruiz, G. (2000). Microencapsulation of fish oil by freeze-drying techniques and influence of process parameters on oxidative stability during storage. *European Food Research and Technology*, *211* (4), 234-239.
- Heinzelmann, K., Franke, K., Jensen, P., & Haahr , A. (2000). Protection of fish oil from oxidation by microencapsulation using freeze-drying techniques. *European Journal of Lipid Science and Technology*, *102* (2), 114-121.
- Hogan, S. A., McNamee, B. F., O'Riordan, E. D., & O'Sullivan, M. (2001). Microencapsulating properties of whey protein concentrate 75. *Food engineering and Physical Properties*, *66* (5), 675-680.
- Jafari, S. M., Assadpoor, E., Bhandari, B., & He, Y. (2008). Nano-particle encapsulation of fish oil by spray drying. *Food Research International*, *41* (2), 172-183.
- Jafari, S., Beheshti, P., & Assadpoor, E. (2012). Rheological behavior and stability of p-limonene emulsions made by a novel hydrocolloid (Angum gum) compared with Arabic gum. *Journal of Food Engineering*, *109* (1), 1-8.
- Jiménez , M., Garcia, H. S., & Beristain, C. I. (2006). Spray-dried encapsulation of conjugated linoleic acid (CLA) with polymeric matrices. . *Journal of the Science of Food Agriculture*, *86* (1), 2431-2437.
- Junquera, P. (21 de Noviembre de 2018). *Parasitipedia.net*. Obtenido de https://parasitipedia.net/index.php?option=com_content&view=article&id=3662&Itemid=473
- Kagami, Y., Sugimura, S., Fujishima , N., Matsuda , K., Kometani, T., & Matsumura, Y. (2003). Oxidative stability, structure, and physical characteristics of microcapsules formed by spray-drying of fish oil with protein and dextrin wall materials. *Journal of Food Science*, *68* (7), 2248-2255.

- Karaca, A. C., Low, N., & Nickerson, M. (2011). Emulsifying properties of chickpea, faba bean, lentil and pea proteins produced by isoelectric precipitation and salt extraction. *Food Research International*, 44 (9), 2742-2750.
- Klaypradid, W., & Huang, Y. W. (2008). Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer. *LWT Food Science and Technology*, 41 (1), 1133-1139.
- Koo, S., Cha, K., Song, D., Chung, D., & Pan, C. (2014). Microencapsulation of peppermint oil in an alginate-pectin matrix using a coaxial electrospray system. *International Journal of Food Science & Technology*, 49 (3), 733-739.
- Kralova, I., & Sjoblom, J. (2009). Surfactants used in food industry: a review. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 30 (9), 1363-1383.
- Krokida, M., & Philippopoulos, C. (2006). Volatility of apples during air and freeze drying. *Journal of Food Engineering*, 73 (2), 135-141.
- Lachman, L., Lieberman, H. A., & Kanig, J. L. (1987). *Microencapsulation. The theory and practice of industrial pharmacy* 3. Philadelphia.
- Leimann, F., Goncalves, O., Machado, R., & Bolzan, A. (2009). Antimicrobial activity of microencapsulated lemongrass essential oil and the effect of experimental parameters on microcapsules size and morphology. *Materials Science and Engineering*, 29 (2), 430-436.
- López-Franco, Y. L., Goycoolea, F. M., Valdéz, M. A., & Calderón de la Barca, A. M. (2006). GOMA DE MEZQUITE: UNA ALTERNATIVA DE USO INDUSTRIAL. *Interciencia: Revista de ciencia y tecnología de América*, 31 (3), 183-189.
- Luegon, M. T. (Julio de 2004). *ELSEVIER*. Obtenido de <https://www.elsevier.es/es-revista-offarm-4-articulo-los-aceites-esenciales-13064296>
- Mannise, R. (1 de Septiembre de 2018). *Ecocosas*. Obtenido de <https://ecocosas.com/plantas-medicinales/tomillo/> [Consultado en Septiembre 2019]
- Marcos-Arias, C., Eraso, E., Madariaga, L., & Quindós, G. (2011). In vitro activities of natural products against oral *Candida* isolates from denture wearers. *BMC Complementary & Alternative Medicine* 1 (1), 11-119.
- Martins, I., Rodrigues, S., Barreiro, F., & Rodrigues, A. (2009). Microencapsulation of thyme oil by coacervation. *Journal of Microencapsulation*, 26 (8), 667-675.

- Mc Clements, D. J. (2004). Protein stabilized emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*(9), 305-313.
- McClements , D. J. (2005). Food emulsions: Principles, practice and techniques. En D. J. McClements, *Food emulsions: Principles, practice and techniques*. Florida,USA: CRC Press Taylor & Francis Group.
- Naga Jyothi, N. V., Muthu, P. P., Narayan Sakarkar, S., Surya PrabHa, K., Seetha Ramaiah, P., & Srawan, G. Y. (2010). Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. *Journal of Microencapsulation*, 27 (3), 187-197.
- Ocak, B., Gulumser , G., & Baloglu, E. (2011). Microencapsulation of Melaleuca alternifolia (tea tree) oil by using simple coacervation method. *Journal of Essential Oil Research*, 23 (4), 58-65.
- Oejten, G., & Haseley, P. (2014). Antioxidant activity of fractions from oregano essential oils obtained by molecular distillation. *Food Chemistry*, 156 (1), 212-219.
- P., C., L., C. A., M., L., & D., G.-G. (2012). Influence of the microencapsulation on the quality parameters and shelf-life of extra-virgin olive oil encapsulated in the presence of BHT and different capsule wall components. . *Food Research International*, 45 (1), 256-261.
- P., W. (2003). Physical chemistry of foods. En W. P., *Physical chemistry of foods*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Pérez-Alonso, C., Baez-Gonzalez, J., Beristain, C., Vernon-Carter , E., & Vizcarra-Mendoza , M. (2003). Estimation of the activation energy of carbohydrate polymers blends as selection criteria for their use as wall material for spray-dried microcapsulaes. *Carbohydrate Polymers*, 53 (2), 197-203.
- Pérez-Alonso, C., Cruz-Olivares, J., Barrera-Pichardo, J., Rodríguez-Huezo, M. E., Báez-González, J. G., & Vernon-Carter, E. J. (2008). DSC thermo-oxidative stability of red chili oleoresin microencapsulated in blended biopolymers matrices. *Journal of Food Engineering*, 85 (4), 613-624.
- Plantas Medicinales*. (2019). Obtenido de <https://www.deplantasmedicinales.net/el-timol-y-el-tomillo/> [Consultado en Octubre 2019]

- QuimiNet*. (04 de Noviembre de 2011). Obtenido de <https://www.quiminet.com/articulos/el-secado-por-aspersion-funcionamiento-y-ventajas-2636278.htm> [Consultado en Octubre 2019]
- Ré, M. I. (1998). Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*, *16* (6), 1195-1236.
- Redacción AINIA. (2011). AINIA. Obtenido de <https://www.ainia.es/tecnoalimentalia/consumidor/conoce-las-aplicaciones-y-utilidades-que-le-puede-aportar-la-microencapsulacion/> [Consultado en Octubre 2019]
- Rodea-González, A., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Rodríguez-Huezo, M., Vernon-Carter, E., & Pérez-Alonso, C. (2012). Spray-dried encapsulation of chia essential oil (*Salvia hispanica* L.) in whey protein concentrate polysaccharide matrices. *Journal of Food Engineering*, *111* (1), 102-109.
- Rubilar, M., Morales, E., Contreras, K., Ceballos, C., Acevedo, F., Villaroel, M., & Shene, C. (2012). Development of a soup powder enriched with microencapsulated linseed oil as a source of omega 3 fatty acids. *European Journal of Lipid Science and Technology*, *114* (4), 423-433.
- Sheu, T. Y., & Rosenberg, M. (1995). Microencapsulation by spray-drying ethyl caprylate in whey protein and carbohydrate wall systems. *Journal of Food Science*, *60* (1), 98-103.
- Sinha, V., Agrawal, M., & Kumria, R. (2007). Influence of operational variables on properties of piroxicam pellets prepared by extrusionpheronization: a technical note. *AAPS PharmSciTech*, *8* (1), 137-141.
- Surh, J., Decker, E. A., & McClements, J. (2006). Properties and stability of oil-in-water emulsions stabilized by fish gelatin. *Food hydrocolloids*, *20* (5), 596-606.
- Sutaphanit, P., & Chitprasert, P. (2014). Optimisation of microencapsulation of holy basil essential oil in gelatin by response surface methodology. *Food Chemistry*, *150* (1), 313-320.
- Tcholakova, S., Denkov, N. D., Ivanov, I., & Campbell, B. (2006). Coalescence stability of emulsions containing globular milk proteins. *Advances in Colloid and Interface Science*, *123-126* (16), 259-293.

- Tontul, I., & Topuz, A. (2013). Mixture design approach in wall material selection and evaluation of ultrasonic emulsification in flaxseed oil microencapsulation. *Drying Technology, 31* (12), 1362-1373.
- Ultee, A., Slump, R. A., Steging, G., & Smid, E. J. (2000). Antimicrobial Activity of Carvacrol toward *Bacillus cereus* on Rice. *Journal of Food Protection, 63* (5), 620-624.
- Vega-Rojas, L. J., Contreras-Padilla, M., Rincon-Londoño, N., Del Real-López, A., Lima-García, R. M., Palacios-Rojas, N., & Rodriguez-Garcia, M. E. (2000). *Officials methods of analysis. 17th edition*. Gaithersburg.
- Velasco, J., Dobarganes, C., & Marquéz-Ruiz, G. (2003). Variables affecting lipid oxidation in dried microencapsulated oils. *Grasas y Aceites, 54* (3), 304-314.
- Vernon-Carter, E., & Sherman, P. (1980). Rheological properties and applications of mesquite tree (*Prosopis juliflora*) gum 4. Rheological properties of mesquite gum films at the oil-water interface. *Journal Dispersion Science Technology, 2* (4), 399-413.
- Vernon-Carter, E., Predroza-Islas, R., & Beristain, C. (1998). Stability of *Capsicum annum* oleoresin-in-water emulsions containing *Prosopis* and *Acacia* gums. *Journal of Texture Studies, 29* (5), 553-567.
- Villena, M. e. (2009). Técnicas de microencapsulación: una propuesta para microencapsular probióticos. *Ars Pharmaceutica, 50* (1), 43-50.
- Young, S. L., Sarda, X., & Rosenberg, M. (1993). Microencapsulation properties of whey proteins 1, Microencapsulation of anhydrous milk fat. *Journal of Dairy Science, 76* (10), 2868-2877.
- Zbicinski, I., Delag, A., Strumillo, C., & Adamiec, J. (2002). Advanced experimental analysis of drying kinetics in spray drying. *Chemical Engineering Journal, 86* (1-2), 207-216.
- Zhang, G., Hou, R., Zhan, D., Cong, Y., Cheng, Y., & Fu, F. (2013). Fabrication of hollow porous PLGA microspheres for controlled protein release and promotion of cell compatibility. *Chinese Chemical Letters, 24* (8), 710-714.

- Zhang, L., Huang, J., Si, T., & Xu, R. (2012). Coaxial electrospray of microparticles and nanoparticles for biomedical applications. *Expert Review of Medical Devices*, 9 (6), 595-612.
- Zhang, S., Kawakami, K., Yamamoto, M., Masaoka, Y., Kataoka, M., Yamashita, S., & Sakuma, S. (2011). Coaxial electrospray formulations for improving oral absorption of a poorly water-soluble drug. *Molecular Pharmaceutics*, 8 (3), 807-813.
- Zuidam, N. J., & Henrich, J. (2009). *Encapsulation technologies for food active ingredients and food processing*. Springer.