

UNIVERSIDAD DE LAS AMÉRICAS PUEBLA

**Escuela de Ingeniería
Departamento de Ingeniería Química, Alimentos y Ambiental**

UDLAP®

**Microencapsulación de aceite de linaza con postbióticos
mediante las técnicas de emulsión y secado por atomización**

Tesis que, para completar los requisitos del Programa de Honores presenta la
estudiante:

Mariana Alejandra Vázquez López

167575

Ingeniería química

Directora de tesis:

Dra. María Teresa Jiménez Munguía

San Andrés Cholula, Puebla.

Primavera 2024

Hoja de firmas

Tesis que, para completar los requisitos del Programa de Honores presenta el
estudiante **Mariana Alejandra Vázquez López 167575**

Directora de Tesis

Dra. María Teresa Jiménez Munguía

Presidente de Tesis

Dra. Nelly Ramírez Corona

Secretario de Tesis

Dr. Jocksan Ismael Morales Camacho

Índice	
Índice	2
I. Introducción	4
II. Justificación	5
III. Objetivos	6
III.1 Objetivo general	6
III.2 Objetivos específicos	6
IV. Marco teórico	7
IV.1 ¿Qué es la microencapsulación?	7
IV.2 Técnicas de encapsulamiento	9
IV.2.1 Secado por atomización (Spray-drying)	9
IV.2.2 Liofilización (Freeze-drying)	10
IV.3 Ácidos grasos omegas	12
IV.4 Ácidos grasos de cadena corta	14
IV.5 Postbióticos	15
IV.6 Aplicaciones	16
V. Metodología	18
V.1 Materiales	18
V.2 Métodos	18
V.2.1 Preparación de emulsiones (Etapa 1)	18
V.2.2 Caracterización de emulsiones (Etapa 2)	19
V.2.2.1 Densidad	19
V.2.2.2 Separación de fases - Creaming	19
V.2.2.3 pH	19
V.2.3 Microencapsulación mediante secado por atomización	20
V.2.3.1 Determinación de rendimiento	20
V.2.3.2 Porcentaje de humedad (base húmeda)	20
V.2.3.3 Tamaño de partícula	20
V.2.3.4 Densidad aparente y compacta	20
V.2.3.5 Índice de Carr y coeficiente de Hauser	21
V.2.3.6 Eficiencia de encapsulación	21
V.2.3.6.1 Aceite total	21
V.2.3.6.2 Aceite libre superficial	22

V.2.3.6.3	Aceite libre accesible	22
V.2.3.7	Índice de peróxidos (IP)	22
V.2.3.8	Actividad de agua (a_w).....	23
V.2.3.9	Espectroscopía por Infra-rojo (FTIR).....	23
VI.	Resultados y discusión.....	24
VI.1	Preparación y caracterización de las microemulsiones de aceite de linaza... 24	
VI.1.1	<i>Tamaño de partícula</i>	24
VI.1.2	<i>Densidad y pH</i>	26
VI.1.3	<i>Separación de fases - Creaming</i>	26
VI.2	Encapsulación del aceite de linaza mediante secado por atomización	27
VI.2.1	<i>Tamaño de partícula del polvo</i>	28
VI.2.2	<i>Rendimiento</i>	29
VI.2.3	<i>Eficiencia de encapsulación</i>	30
VI.2.4	<i>Densidad compacta y aparente</i>	31
VI.2.5	<i>Otras propiedades</i>	32
VII.	Conclusión y recomendaciones.....	35
VIII.	Bibliografía.....	37

I. Introducción

Debido al creciente interés por el consumo de diversas sustancias bioactivas las cuales tienen beneficios para la salud, la industria alimentaria ha puesto especial atención en desarrollar y mejorar diversas técnicas para el encapsulamiento de varias sustancias para protegerlas e inclusive añadirlas a una variedad de alimentos de consumo regular.

Específicamente, en este documento se abordan los ácidos grasos de cadena larga y de cadena corta, PUFA y SCFA respectivamente, por sus siglas en inglés. Los cuales en numerosos estudios han demostrado tener un impacto positivo en la salud de los consumidores ya que llegan a actuar como auxiliares en el tratamiento de diversas enfermedades, así como complementos en la prevención de enfermedades con la ventaja de que existen diversas fuentes para obtenerlos. Sin embargo, tienen la desventaja de ser sustancias que se afectan fácilmente por las interacciones con el ambiente.

Por otra parte, estudios recientes han demostrado que los compuestos generados a partir de la fermentación con probióticos (microorganismos benéficos para la flora nativa de los seres humanos), generan beneficios a la salud; algunos de los compuestos muestran actividad antioxidante, antiinflamatoria y antimicrobiana, entre otras. Su aplicación en diferentes productos aún queda por explorar y las técnicas de encapsulación son una alternativa para poder generar ingredientes en diferentes presentaciones, ya sea líquida o sólida.

Los factores ambientales –luz, temperatura y humedad, por mencionar algunos— representan un reto para la industria alimentaria que busca poder lograr la preservación de estos compuestos durante su procesamiento hasta el consumo de éstos. Por consiguiente, para poder preservarlos e inclusive añadirlos a diversos productos sin modificar su sabor, olor o textura, se hace uso de técnicas de encapsulación para así poder proteger a los compuestos de elementos que los pueden modificar.

Más aún, con estas técnicas se busca conseguir cápsulas de tamaños pequeños y con protecciones altas para así ser añadidos a diversos alimentos para no afectar sus propiedades sensoriales. Cabe señalar, que existen dos categorías principales para el encapsulamiento que son la micro y nano-encapsulación y que, para lograr alguna de ellas, se pueden aplicar diversas condiciones de operación usando tratamientos como el secado por atomización, la liofilización, la microfluidización y la coacervación.

Así, en este proyecto de investigación, se estudiaron diversos sistemas de emulsiones en los que el aceite de linaza y los postbióticos –ambos conteniendo compuestos que resultan ser inestables ante las condiciones ambientales pero que contribuyen de manera significativa para la salud— puedan conformar un sistema estable mediante los tratamientos para la encapsulación como lo son la emulsión y en secado por atomización.

II. Justificación

En los últimos años se ha incrementado entre la población el interés por productos alimenticios que contengan propiedades que beneficien su salud o que inclusive funcionen como complementos para el tratamiento de enfermedades, lo cual ha provocado un incremento las investigaciones acerca de ingredientes bioactivos o alimentos funcionales.

De esta manera, los agentes bioactivos seleccionados son los PUFA, específicamente de los aceites omegas, así como los postbióticos. Respecto a los PUFA, se han estudiado diversas fuentes –además de las ya conocidas como aceite de pescado o alga–, sin embargo, en este estudio se seleccionó al aceite de linaza como fuente rica en aceites omegas, ya que no hay muchos estudios sobre su estabilidad. Sobre los postbióticos, estos han demostrado tener beneficios principalmente a la salud intestinal. También se ven como una opción atractiva como ingredientes en los alimentos, pero debido a su acidez, olor y sabor no son tan comúnmente añadidos.

Mediante la producción de emulsiones que contengan algún agente encapsulante, se puede lograr la protección de los compuestos bioactivos de los ácidos grasos omegas y los postbióticos. Asimismo, para preservar la bioactividad de los compuestos, el secado por atomización, en donde el agua contenida en las microcápsulas de la emulsión es evaporada para así obtener un polvo, provee una vida de almacenamiento más larga de los compuestos microencapsulados y que además puede ser añadida fácilmente a diversos productos. Además, esta técnica ha sido ampliamente estudiada por su versatilidad para la microencapsulación de compuestos bioactivos, alto rendimiento del producto y rapidez de producción. El presente estudio propone evaluar a la maltodextrina como único agente encapsulante, ya que en la literatura se ha encontrado su aplicación en mezclas.

III. Objetivos

III.1 Objetivo general

Evaluar la viabilidad de la microencapsulación del aceite de linaza con postbióticos mediante las técnicas de emulsión y secado por atomización.

III.2 Objetivos específicos

1. Caracterizar física y fisicoquímicamente las microemulsiones del aceite de linaza con y sin postbióticos.
2. Determinar la estabilidad de las microemulsiones del aceite de linaza con y sin postbióticos, mediante la cinética de separación de fases (creaming).
3. Evaluar las condiciones de operación del secado por atomización para la microemulsión del aceite de linaza seleccionada con postbióticos.
4. Determinar las propiedades físicas y químicas del polvo obtenido de la microencapsulación del aceite de linaza con postbióticos.

IV. Marco teórico

IV.1 ¿Qué es la microencapsulación?

La microencapsulación es un método por el cual se capturan moléculas y algunos componentes en una matriz mediante diferentes técnicas las cuales resultan en partículas de tamaños pequeños que se encuentran en un rango de 0.1 a 100 μm , es decir desde un submicrómetro hasta algunos milímetros. Más aún, las partículas producidas por microencapsulación pueden tener diversas formas dependiendo de los materiales, las necesidades y los métodos usados para prepararlos (Bakry, et. al., 2016; González-Ortega, et. al., 2020).

Además, las cápsulas obtenidas tienen diversas ventajas las cuales son permitir una liberación controlada de los ingredientes, protección de la degradación producida por diversas condiciones del ambiente, disolución en diversos sistemas, se evitan pérdidas nutricionales y logra mantener las propiedades físicas —como propiedades reológicas y mecánicas, por mencionar algunas— biológicas, funcionales y fisicoquímicas de las sustancias, además de que los sabores desagradables pueden ser ocultados (Gobert, Segersa, Luca, Teixeira, Kuhnd, Braekena, & Thomassen, 2019; Bakry, et. al., 2016; Stangierski, Rezler, Kaweck, y Peplińska, 2020).

Se debe agregar la microencapsulación tiene como uno de sus principales objetivos empaquetar sustancias bioactivas, es decir, que generen un impacto en la nutrición del consumidor al actuar como agentes preventivos de enfermedades o como complementos nutricionales (Raddatz y de Menezes, 2021; Suganya & Anuradha, 2017). Las vitaminas, los carbohidratos, las proteínas, antioxidantes, probióticos, prebióticos y lípidos son algunos ejemplos de sustancias bioactivas que se pueden encapsular para ser incluidas en matrices alimenticias (Raddatz y de Menezes, 2021). De igual manera, se busca que, por medio de la microencapsulación y las cápsulas producidas por esta, los compuestos estén protegidos de factores externos que puedan alterar las propiedades y la composición.

Específicamente, se debe señalar que los más grandes retos que concierne a la micro es lograr estabilidad, evitar la pérdida de compuestos volátiles y evitar la oxidación de los compuestos encapsulados (Bakry, et. al., 2016; Raddatz y de Menezes, 2021) así como su resistencia a factores dentro del cuerpo humano como la acidez estomacal y enzimas presentes en el tracto digestivo (Raddatz y de Menezes, 2021). Debido a esto, resulta de vital importancia proteger los ingredientes bioactivos de las condiciones ambientales adversas en los alimentos y entorno al mejorar su capacidad de agua, mejorar la compatibilidad de su matriz alimentaria, reducir cualquier afectación en los sabores, controlar sus perfiles de liberación, mejorar su estabilidad en el tracto gastrointestinal y mejorar su biodisponibilidad (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021).

En otras palabras, por medio de la microencapsulación, los compuestos pueden ser protegidos en su totalidad para así garantizar que el resultado final cumpla de la mejor manera posible esa protección; aunque dependiendo de la naturaleza de los recursos con los que se esté trabajando, las complejidades van a variar. Ya que como mencionan Hosseini,

Ramezanzade y McClements (2021) la microencapsulación depende de la partícula deseada, las peculiaridades del producto, la velocidad de liberación y los materiales de las paredes de la cápsula.

De las condiciones previamente señaladas, es donde surge la importancia de diseñar técnicas y procesos que permitan garantizar que los compuestos conservan sus características iniciales, evitando que estas se modifiquen con respecto a las que fueron diseñadas originalmente, generando malos olores, sabores o generación de radicales libres, por mencionar algunos ejemplos (Bakry, et al., 2016). Para lograr la protección que se busca, se debe poder liberar las sustancias contenidas en las cápsulas y por consiguiente, se deben producir vehículos de entrega creados a partir de una gama de ingredientes de grado alimenticio, ya sea solos o en combinación, como polisacáridos, proteínas, lípidos y tensioactivos. Esto debido a que, al estar en contacto con el cuerpo de los seres humanos, debe de contar con un grado de biocompatibilidad, para que, por medio de esta, las sustancias puedan ser asimiladas, alterando así el metabolismo y bioactividad dentro del cuerpo (Gharibzahedi et al., 2018; Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2020)

De igual forma, para llevar a cabo una buena encapsulación, sin importar el tamaño de la cápsula, Raddatz y de Menezes (2021) señalan que se tiene que tomar en cuenta el contenido, la velocidad de liberación, así como las particularidades de los materiales a encapsular. También se deben considerar la naturaleza química y física de los materiales del núcleo y de la corteza, la evaluación de sus interacciones, así como su proporción en la formulación de las cápsulas, los cuales resultan ser importantes parámetros que determinan las propiedades finales de las partículas (Raddatz y de Menezes, 2021). Sin embargo, también existen factores que pueden alterar las cápsulas durante su producción, como son las velocidades de producción, presiones en las membranas, las fases dispersas, las y las propiedades de los emulsificantes (Gobert, Segersa, Luca, Teixeira, Kuhnd, Braekena, & Thomassen, 2019), por lo que el proceso de encapsulamiento requiere de bastante cuidado.

Haciendo referencia al proceso de encapsulación, es importante conocer que las cápsulas están conformadas por dos elementos importantes, los cuales consisten en un núcleo que se encuentra rodeado por una coraza. Respecto al núcleo, este es conocido como fase interna de la cápsula y se puede encontrar en fase sólida, líquida o como una mezcla; además, es la que determina la estabilidad de las micropartículas y la eficiencia del proceso (Gobert, Segersa, Luca, Teixeira, Kuhnd, Braekena, & Thomassen, 2019). Por otro lado, el recubrimiento o coraza, resulta importante ya que cubre el núcleo y enmascara aspectos sensoriales indeseados; las proteínas y los polisacáridos son los más usados (Gharibzahedi et al., 2018; Ramezanzade y McClements, 2021). Además, Ramezanzade y McClements (2021) señalan que estos pueden afectar el tamaño, forma, viscosidad, y estabilidad de las cápsulas.

Para llevar a cabo una encapsulación, se envuelve una sustancia que puede estar en diversas fases como establecen Gobert, Segersa, Luca, Teixeira, Kuhnd, Braekena, & Thomassen (2019). El material central de la cápsula es gradualmente difundido a través de las paredes de esta, ofreciendo así liberar propiedades en las condiciones deseadas (Bakry,

et. al., 2016). Conociendo esto, resulta necesaria la construcción de una barrera entre el núcleo y el material de las paredes para garantizar la protección de los materiales contenidos; esto implica, que, en la mayoría de los casos, el tamaño y la forma de las microcápsulas formadas van a depender de los materiales de la pared y los métodos utilizados para prepararlos.

De la misma manera, otro factor que influye sobre las propiedades de las cápsulas, son los métodos de encapsulamiento, pues cada uno brinda diferentes propiedades. Algunas de estas técnicas son polimerización in situ, secado por atomización (spray-drying), liofilización (freeze-drying); las cuales son obtenidas por métodos físicos (Raddatz y de Menezes, 2021). Asimismo, la coacervación compleja es un método fisicoquímico por medio de microencapsulación (Raddatz y de Menezes, 2021). Por otro lado, se encuentra la microfibrización, obtenida por nano-encapsulación (Bakry, et. al., 2016), por mencionar algunos ejemplos.

IV.2 Técnicas de encapsulamiento

IV.2.1 Secado por atomización (Spray-drying)

La técnica de spray-drying o de secado por atomización, es uno de los procedimientos más comunes dentro de la industria para el encapsulamiento de aceites esenciales, ingredientes volátiles y también para otros compuestos (Bakry, et. al., 2016; Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao, 2017); específicamente, se emplea para aquellos compuestos con ingredientes hidrofílicos o lipofílicos (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021). Además, Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao (2017) señalan que este secado está presente en las industrias desde el año de 1950. Más aún, Bakry, et. al. (2016) y Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao (2017), mencionan que esta técnica trae consigo varias ventajas pues permite producir cápsulas de manera sencilla, en operaciones continuas, con un menor tiempo de producción, así como con un tamaño y volumen pequeño y, además, con un costo bajo.

Para este proceso de encapsulación, primero se utilizan técnicas como la dispersión del material del núcleo en la sustancia de recubrimiento y la posterior pulverización para así llevar a cabo la introducción del núcleo y por último se lleva a cabo la solidificación (Suganya y Anuradha, 2017). Así, es preciso señalar que, para la pulverización, esta se lleva a cabo a temperaturas muy altas, lo que conlleva a la evaporación del agua contenida en las sustancias de forma rápida, por consiguiente, una corteza se forma y el encapsulamiento del aceite o compuesto con el que se trabaja, se lleva a cabo casi de manera instantánea (Bakry, et. al., 2016).

Asimismo, Chen, et. al. (2013) señalan que la producción de cápsulas mediante esta técnica resulta en partículas de tamaño pequeño, en forma esférica y con una distribución estrecha entre ellas; cualidades que le brindan a los productos finales mayor grado de estabilidad. De igual forma, se debe considerar que las propiedades finales del producto

encapsulado también van a depender del material del que se encuentre en el núcleo (Bakry, et. al., 2016).

Así, para poder llevar a cabo este proceso de encapsulación por secado, primero se tiene que realizar la elección de la formulación de alimentación óptima tomando en cuenta la viscosidad, materiales del núcleo y de la pared y su contenido de las materias primas para adecuar los parámetros de secado, por ejemplo, temperaturas de entrada/salida, caudal de alimentación y aire, entre otros. Luego, se prepara una emulsión tomando en cuenta las características que se buscan del producto, después se homogeniza; de ahí se lleva a cabo la atomización de la emulsión y por último se realiza la deshidratación por medio de aire caliente de las partículas contenidas en esta (Aghbaslo, Mobli, Madadlou y Rafiee, 2012; Bakry, et.al, 2016; Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao, 2017).

Se debe señalar que, para la etapa de deshidratación, la emulsión preparada se coloca en una cabina a través de una bomba peristáltica. Después, un motor sopla aire caliente con una velocidad regulada por un aspirador, así, la cantidad de aire de secado calentado podría aumentarse o disminuirse (Aghbaslo, Mobli, Madadlou y Rafiee, 2012; Bakry, *et.al.*, 2016; Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao, 2017). El aire empleado en este proceso debe tener dos temperaturas, la primera que haga que el agua contenida se evapore y la otra para poder enfriar las partículas. El aire de entrada en algunos experimentos ya realizados se encontraba a una temperatura de entre 180°C, mientras que el aire de salida se encontraba alrededor de 80°C; además este tenía una velocidad de aproximadamente de 35 m³/h como señalan Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao (2017), quienes reportaron estas condiciones para el encapsulamiento de aceites de pescado.

Sin embargo, este procedimiento también cuenta con algunas desventajas y limitaciones para ser empleado. Cabe señalar que los materiales empleados deben ser solubles en agua –es decir, hidrofílicos– o en su defecto lipofílicos, lo cual limita las posibilidades de materiales para crear las emulsiones; además, debido al uso de solventes orgánicos esto llega a implicar niveles de toxicidad y flamabilidad (Gharibzahedi et al., 2018; Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021). Todavía cabe añadir que, debido a las altas temperaturas con las se las sustancias son secadas durante el proceso de atomización, como resultado se obtiene una menor estabilidad oxidativa; otra desventaja señalada por Hosseini, Ramezanzade y McClements (2021) es la disminución de la vida útil de los polvos obtenidos debido a las altas temperaturas utilizadas en el secado.

IV.2.2 Liofilización (Freeze-drying)

La técnica de encapsulación por freeze-drying o liofilización, es aquella en la que se lleva a cabo mediante la deshidratación y posterior sublimación de compuestos que son sensibles al calor (Pudziuelyte, Marksa, Sosnowska, Winnicka, Morkuniene y Bernatoniene, 2020). Este método puede verse como un proceso de varias etapas en el cual el agua primero es congelada y luego removida de la muestra, inicialmente por sublimación y posteriormente por desorción. La encapsulación por criodesecación es lograda al secar una solución

acuosa o una dispersión que contenga agentes bioactivos y materiales de coraza. (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021; Pudziuvelyte, Marksa, Sosnowska, Winnicka, Morkuniene y Bernatoniene, 2020).

Más aún, este proceso de encapsulación resulta sencillo y fácil de operar; además, se han realizado investigaciones para demostrar que esta técnica podría llegar a ser más efectiva que el secado por atomización ya que produce capsulas con mayor resistencia a la degradación por temperatura y por oxidación (González-Ortega, et. al., 2020). Se debe añadir que, por medio de este procedimiento se pueden crear polvos con partículas de tamaño y forma irregular que además logran mantener parte de la características y estructuras originales de los compuestos (González-Ortega, et. al., 2020).

Asimismo, Chen, et. al. (2013) mencionan que este procedimiento se realiza con tres elementos importantes: vacío, temperaturas bajas y temperatura ambiente. Así, son estas características las que disminuyen el riesgo de que se lleve a cabo la oxidación y permiten la modificación química de los productos, lo que lo hace especialmente atractivo para secar componentes bioactivos sensibles al calor (Chen, et. al., 2013). Específicamente, González- Ortega, et. al. (2020) mencionan que es en la etapa de congelación es la que propiedades estructurales de las matrices, lo cual afecta la porosidad y la fuerza de los sólidos.

Igualmente, mediante esta técnica los materiales de la coraza tienen un papel importante en el proceso de encapsulación, puesto que estos pueden modificar la eficiencia, las propiedades fisicoquímicas y la seguridad de las cápsulas (Pudziuvelyte, et. al., 2020); en consecuencia, estas pueden impactar la estabilidad de los polvos resultantes del procedimiento. También, los factores de formulación como la concentración de solutos en la solución inicial, la relación existente entre el núcleo y la matriz o la composición de la matriz afectan la eficiencia de encapsulación, la microestructura y las propiedades termo físicas (González-Ortega, et. al., 2020).

Por otro lado, para poder llevar a cabo este tipo de encapsulación, sustancias como leche descremada, maltodextrina, caseinato de sodio, goma arábica, maltodextrina resistente y beta-ciclodextrina (Pudziuvelyte, et. al., 2020) son usadas como agentes encapsulantes debido a las diversas investigaciones que los señalan como algunos de los compuestos estables para esta técnica. Más aún, como resultado de esta técnica de encapsulación, se ha observado que se obtienen cápsulas con estructuras de tamaño y forma irregular debido a que dichas cápsulas están hechas de una matriz vítrea que contiene celdas de aire cuyo tamaño y forma dependen de las condiciones de procesamiento utilizadas y la composición del sistema inicial (González-Ortega, et. al., 2020).

Respecto al procedimiento que se sigue para esta técnica, a continuación, se muestra un ejemplo de cómo se realiza haciendo énfasis en que este requiere de la sublimación y deshidratación. Primero la emulsión fue colocada en placas de aluminio y se congela a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$

durante 24 horas. Segundo, se coloca en la cámara de FD la presión de 20 Pa. Además, durante el proceso de secado, la temperatura del estante de calor se estableció en 40 °C y la trampa de frío se estableció en menos de -50 °C. Por último, la emulsión congelada se secó durante 36 h (Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao, 2017). El procedimiento previamente señalado, fue realizado para poder mostrar los resultados que comparaban las encapsulaciones de aceites de pescado mediante spray-drying, freeze drying y spray-freeze-drying para comparar las cápsulas resultantes.

A pesar de los beneficios señalados anteriormente, la liofilización también presenta algunas desventajas, de las cuales la más notoria es la estructura porosa de sus cápsulas. Esta característica puede provocar que las sustancias encapsuladas tiendan a tener mayor humedad lo que puede desarrollar contaminación por bacterias (Pudziuvelyte, et. al., 2020). Además, esta cualidad produce que las cápsulas se encuentren en contacto con aire, a menos que estas estén al vacío (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021). Lo anterior, resulta en otra desventaja que es la baja eficacia de encapsulación, puesto que no se tienen una alta protección contra la oxidación, así como alto consumo de energía para su producción, largos tiempos para procesamiento y altos costos (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021).

Cabe señalar, que es importante considerar las ventajas, así como las desventajas que cada técnica tiene; ya que dependiendo de las propiedades de las sustancias a encapsular, es que un método se llega a adecuar mejor, logrando una mejor conservación de la sustancia y de sus propiedades; los ácidos grasos omegas son un ejemplo de sustancias bioactivas que resultan interesantes para encapsular debido a su baja estabilidad ante condiciones ambientales.

IV.3 Ácidos grasos omegas

Los ácidos grasos son vistos como excelentes agentes bioactivos ya que estos son reconocidos por los diversos efectos benéficos en la salud; además, son bastante estudiados debido a los retos que resultan al tratar de integrar este tipo de lípidos en suplementos o alimentos fortificados como productos lácteos, huevos, pasta, margarinas, algunas carnes y bollería (Jiménez, Pérez, Ruiz y Antequera, 2015; Bakry, et. al., 2016).

Por otro lado, este tipo de sustancias están compuestas de largas cadenas de grasas poliinsaturadas y estas cadenas están compuestas de átomos de carbono con un grupo ácido (COOH) en un extremo y un grupo omega o metilo (CH₃) en el otro extremo (Ashraf, Adnan, Patel, Siddinqui, Sachidanandan, Snoussi y Haidi, 2020). De esa posición es de donde según Xu (2015) obtienen el nombre de ácidos grasos omegas 3 o ácidos grasos n-3 –los cuales tienen un doble enlace en la primer y tercer posición después del metil terminal del compuesto– o en otro caso los ácidos grasos omega 6 o n-6.

Dentro de la categoría de ácidos grasos, se pueden encontrar diversas clasificaciones, las cuales surgen debido a características como los son el largo, existencia

de dobles enlaces, localización de los átomos de hidrógeno en los dobles enlaces (Ashraf, et. al., 2020). Asimismo, se debe señalar que Ashraf, et. al., (2020) afirman que hay tres tipos de ácidos grasos los cuales son: ácidos grasos saturados (SFA), ácidos monosaturados (MUFA) y los ácidos grasos polisaturados (PUFA), en la cual se encuentran los omega 3 y omega 6.

Se debe agregar que, dentro de la categoría de los ácidos grasos polisaturados (PUFA) se pueden encontrar tres principales grupos los cuales son DHA, EPA y ALA correspondientes al grupo de los omega 3. El primero es el ácido docosahexanoico (DHA), el segundo es el ácido ecosapentanoico (EPA) y el tercero es el ácido alfa (α) linoleico (ALA) (Ashraf, et. al, 2020; Xu, 2015).

En cuanto a su importancia, estas fuentes resultan significativas puesto que son necesarios para la estructura de las membranas celulares y debido a que están insaturados (Xu, 2015), lo cual denota su relevancia nutricional y biofuncional ya que estos ácidos tienen papeles importantes en la estructuración y funcionamiento del cuerpo humano. A su vez, para los tres grupos de los ácidos grasos, dependiendo de la estructura química, las sustancias pueden ser lipofílicas, hidrofílicas o anfifílicas, además de ser compuestos no polares (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021).

Habría que decir también, que dentro de las fuentes más importantes de estos ácidos se encuentran las semillas y el aceite de la linaza (*Linum usitatissimum*), la perilla (*Perilla frutescens*), la soya (*Glycine max*), la canola (*Brassica spp.*), la nuez (*Juglans regia*), así como chicharos, frijoles y vegetales de hojas verdes como importantes fuentes de ALA (ácido alfa linoleico) (Kamal y Yanishlieva, 2002; Xiangqian y Taneja, 2006). Mientras que para DHA (ácido docosahexanoico) y EPA (ácido eicosapentanoico), los productos marinos son los principales proveedores y algunos de los de mayor consumo y gran cantidad de DHA y EPA son los aceites marinos se producen a partir de caballa, cazón espinoso, arenque, trucha, fletán negro, salmón y sardinas, por mencionar algunos (Ashraf, et. al, 2020)

Específicamente, se va a hacer referencia a las fuentes de origen marino. Ashraf, et. al., (2020) mencionan que estos recursos son fuentes importantes de micronutrientes como aminoácidos, proteínas, colágeno, carotenoides, péptidos, vitaminas A, D, E, B –B3, B6 Y B12–, minerales –zinc, hierro, calcio, fósforo, selenio–, así como cantidades importantes de PUFA. En vista de que estos compuestos tienen varias propiedades benéficas, estos se emplean como tratamientos preventivos en varios campos de la medicina, específicamente, en el área cardiovascular.

Sin embargo, a pesar de tener grandes beneficios, los omegas resultan ser sustancias que, debido a su gran nivel de insaturación, esto provoca que sean altamente susceptibles a la oxidación, así como su insolubilidad en agua (Ashraf, et.al., 2020; Bakry, et. al, 2016). Se debe agregar que, Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao, (2017) y Bakry, et. al., (2016) afirman que la oxidación debido a las temperaturas es un factor importante por el cual se desarrollan en los productos olores y sabores desagradables, así como productos

secundarios; aunque también es significativo mencionar que esta reacción también implica una pérdida nutricional (Jiménez, Pérez, Ruiz y Antequera, 2015).

Otro rasgo que se debe resaltar es que resulta compleja la protección completa de los omegas de la oxidación debido a cambios de temperatura, luz, presión y humedad a los que se enfrentan durante el proceso y durante el almacenamiento (Bakry, et. al., 2016). Sin embargo, para poder preservar la mayor cantidad posible, se ha empleado alfa-tocoferol y glicoproteínas como la lactoferrina y nisina para evitar la oxidación de los lípidos (Stanguierki, Rezler, Kawecki y Peplińska, 2019). Todavía se debe añadir que algunos de los elementos más usados para la preservación de los ácidos grasos son las nano y microencapsulaciones, pues gracias a estas que se puede ocultar el olor a pescado y sus sabores en el producto final (Xiangqian y Taneja, 2006).

IV.4 Ácidos grasos de cadena corta

Los ácidos grasos de cadena corta –SCFA, por sus siglas en inglés– son una categoría de los ácidos grasos que hace referencia a aquellas sustancias derivadas de metabolitos primarios que atraviesan un proceso de fermentación anaerobia por bacterias (Tang & Li, 2020; Rotondo, Wang, Luan, Fiehn, Sun, & Michail, 2021; Annunziata, Arnone, Ciampaglia, Tenore & Novellino, 2020). Además, Arnone, Ciampaglia, Tenore y Novellino (2020) señalan que los productos más importantes derivados de esta fermentación son el ácido acético, el ácido propiónico y el ácido butírico, siendo este último el que mayor presencia tiene. Asimismo, estas sustancias cuentan con amplios beneficios para la salud que van desde el apoyo para la prevención de enfermedades hasta auxiliares en el tratamiento de estas.

Respecto a los beneficios que estos ácidos generan en la salud, se pueden encontrar la disminución de inflamación, regulación de la glucosa, aumento en la sensibilidad a la insulina, junto con el hígado pueden sinterizar mejor el colesterol y ácidos grasos de cadena larga, son fuente de energía para el cerebro, estimulan y regulan el sistema nervioso, promueven la secreción de hormonas metabólicas –como leptina y ghrelina–, logran inducir la glucogénesis intestinal, protegen de posibles daños autoinmunes y promueven regulación del apetito, por mencionar algunos (Tang y Li, 2020; Rotondo, et, al., 2021; Luu, et. al., 2021). Con esto se puede inferir que también son un buen complemento para la prevención de padecimientos como la diabetes tipo 2, enfermedades del sistema nervioso central, enfermedades del riñón, enfermedad de Crohn, colitis, cáncer, entre otras (Tang y Li, 2020; Rotondo, et, al., 2021; Luu, et. al., 2021, You-Lin Tain et al., 2021).

Por otro lado, respecto a la composición de estos ácidos, es importante mencionar las propiedades químicas que estos tienen. Estos compuestos están formados por cadenas de entre dos a seis carbonos y cuentan con un gran nivel de solubilidad en agua, es decir son compuestos en su mayor parte hidrofílicos. Específicamente, los ácidos grasos de cadena corta son moléculas que tienen una región apolar hidrofóbica que repele el agua y una región polar hidrofílica que es la interactúa con el agua. Es decir, gracias a que la

región hidrofóbica es más corta, los SCFA resultan ser más solubles que los ácidos grasos de cadena larga (Tang & Li, 2020; Rotondo, et. al., 2021; Luu, et. al., 2021, You-Lin Tain et al., 2021).

Asimismo, Nakamura, O’Nelli, Williams, Cau, Nakatsuji, Horswill, Gallo (2020) mencionan que son compuestos volátiles debido a su corta cadena de carbonos, también son estables en el calor y resistentes a las protonaciones. Cabe añadir, que después de su síntesis y esterificación estos logran ser esterificados a mono, di y triésteres (You-Lin Tain et al., 2021). Asimismo, el pH en el que se deben encontrar debe oscilar entre 6.0 y 7.2 para así asegurar su conservación, entre más bajo el pH mejor; más aún, el pK de estos ácidos es cercano a 4.8 y el grado de ionización del ácido aumenta con el pH y es de aproximadamente 100/1 con un pH 7.0 (Berruezo, Martínez y Valencia, 2011; Nakamura, O’Nelli, Williams, Cau, Nakatsuji, Horswill, Gallo, 2020).

Respecto a su encapsulamiento, se busca que los ácidos grasos de cadena corta al ser encapsulados puedan ser liberados continuamente y que lleguen en buenas condiciones al sistema digestivo, específicamente a los intestinos para colonizarlos y así obtener sus beneficios (Van Immerseel, et. al., 2004). Los ácidos acético, propiónico y fórmico, son comúnmente los más encapsulados; además se ha encontrado que, si se encapsulan de manera individual, cada ácido proporciona un nivel de colonización diferente a los intestinos. Para las microcápsulas que contienen ácido butírico, estudios de Van Immerseel et al. (2004) señalan que se produjeron de forma exitosa mediante spray cooling, mientras que los demás ácidos grasos de cadena corta –ácido acético, propiónico y fórmico, comúnmente usadas en formulaciones comerciales– se produjeron con film coating.

Específicamente, para el encapsulamiento del ácido butírico por medio de spray-drying, se han usado materiales como la proteína de suero de leche y ciclodextrinas (gama, que actúan como fuente de energía de las bacterias encargadas de la fermentación) e inulina, como materiales de las paredes, tiene un alto grado de retención del compuesto encapsulado. Cabe añadir que este tipo de emulsiones pasan por dos fases de homogenización para crear una masa homogénea estable, posteriormente debe ser secada (Donovan et al., 2017).

IV.5 Postbióticos

Estos son compuestos bioactivos resultantes de un proceso de fermentación que tienen como principal ventaja que no deben mantenerse vivos ya que no son células microbianas. Además, estos tienen la facilidad para mantener su estabilidad, así como para ser añadidos a diversas matrices alimentarias que no sean capaces de albergar células viables de microorganismos probióticos (Toca, Burgos, Fernández, Giglio, Orsi, Sosa, Tabacco, Ursino, Ussher y Vinderola, 2020; Dunand, Burns, Binetti, Bergamini, Peralta, Forzani, Reinheimer y Vinderola, 2019).

Más aún, los postbióticos resultan sustancias favorables para la salud ya que cuentan con gran capacidad antimicrobiana y enzimática que contribuye a la digestión intestinal,

capacidad antiinflamatoria, capacidad inmunoestimuladora y sirven como refuerzo de la barrera epitelial intestinal (Toca, et. al., 2020).

Respecto a su obtención, existen diversas formas para lograrlo. Una posible manera es que los microorganismos pueden eliminarse del medio de fermentación usando técnicas de centrifugación o filtración e inclusive pueden permanecer inactivos en dicho medio. Otra forma es mediante la inactivación in situ del microorganismo utilizado un tratamiento térmico, que puede ir acompañado de un proceso de deshidratación, como la liofilización o spray drying (Toca, et. al. 2020).

Cabe señalar que, para cualquier forma de extracción de los postbióticos, Dunand, et. al. (2019) mencionan que una condición importante que se debe buscar mantener durante el proceso de obtención de los postbióticos son niveles de pH cercanos a la neutralidad.

IV.6 Aplicaciones

A pesar de que resulta complicado trabajar con los ácidos grasos debido a su poca estabilidad y gran facilidad de oxidación, es mediante las diversas técnicas de encapsulamiento mencionadas previamente, que se han podido añadir estas sustancias provenientes de diversos pescados, en su mayoría, a diferentes alimentos y así preservar estas sustancias y además poder potenciar las cualidades nutricionales de aquellos alimentos que los contienen (Bakry, et. al., 2016).

Jiménez, et. al., (2015), han logrado enriquecer nuggets de pollo que posteriormente fueron analizados y finalmente se encontró que productos cárnicos congelados previamente fritos con aceite de pescado, mejorando la vida útil oxidativa y preservando las características de calidad sensorial de los productos enriquecidos (Jiménez, et. al., 2015). Asimismo, se han producido salchichas que han sido fortificadas con aceite de pescado logrando que no se perciba el sabor ni el olor de este compuesto (Stangierski, Rezler, Kawecki, y Peplińska, 2020).

Además, Estrada, Boeneke, Bechtel y Sathivel (2011) realizaron un estudio en el que se creó un yogurt fortificado con aceite de salmón, producido a través de una microencapsulación. Por otro lado, Hosseini, Ramezanzade y McClements (2021) mencionan estudios sobre desarrollo nano cápsulas de EPA/DHA mediante coacervación compleja y las agregó al jugo de frutas sin afectar negativamente sus características sensoriales deseables (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021). Otro ejemplo es respecto a la incorporación de aceite fortificado con DHA en una formulación de leche reconstituida causó menos cambios en los atributos organolépticos deseables del producto cuando se encapsuló usando electropulverización asistida por gas presurizado (EAPG) que en la forma libre (Hosseini, Ramezanzade y McClements, 2021).

Finalmente, es importante considerar que, en su mayoría, las sustancias bioactivas tienden a ser difíciles de conservar y añadir debido a su inestabilidad. Sin embargo, logrando un correcto encapsulamiento de los compuestos tomando en cuenta sus necesidades, estos pueden ser añadidos a diversos productos que pueden ir desde alimentos hasta medicamentos, que además producirán un beneficio a los consumidores.

V. Metodología

En la siguiente sección se describe detalladamente la metodología utilizada para el siguiente trabajo.

V.1 Materiales

Se utilizaron aceite de linaza extra virgen (Inés, Jalisco, México) y postbióticos *Lactiplantibacillus plantarum* 299v para la encapsulación. Tween 80 (Merck, Francia) como agente emulsificante. Y maltodextrina de 10 equivalentes de dextrosa (Ingredion S.A. de C.V., México) como agente encapsulante.

V.2 Métodos

V.2.1 Preparación de emulsiones (Etapa 1)

La preparación de las emulsiones se realizó mediante sonicación. Para ello se realizó una emulsión de aceite en agua (O/W) añadiendo 10 g de maltodextrina y disolviendo en 89 mL de agua destilada con ayuda de un agitador magnético. Esta mezcla se colocó en un vaso enchaquetado a 18°C. El sistema se homogeneizó empleando ultrasonido (Ultrasonic Processor CP 505, Cole Parmer, EE. UU) con amplitud de onda del 70% por un tiempo de 15 minutos; asegurando que la sonda del ultrasonido estuviera sumergida 2 cm dentro de la mezcla y la temperatura de la misma se mantuviera constante (18°C). Durante la homogeneización se añadió una mezcla de 1g de Tween 80 y 5 g de aceite de linaza gota a gota (fase dispersa), asegurándose de que estas gotas cayeran en el centro del vortex generado por el equipo. Una vez transcurrido el tiempo de homogeneización, se añadieron 10 mL de postbióticos a partir de *Lactiplantibacillus plantarum* 299v y se mantuvo en agitación constante. La Tabla 5.1 muestra las diversas formulaciones que se realizaron para su posterior análisis.

Tabla 5.1 Formulación de microemulsiones

Emulsión	Ingredientes
2.5 MD + Postbióticos	2.5 g MD 1 g Tween 5 g Aceite de linaza 91.5 g Agua 10 mL postbióticos
5 MD	5 g MD 1 g Tween 5 g Aceite de linaza 89 mL Agua
5 MD + Postbióticos	5 g MD 1 g Tween 5 g Aceite de linaza 89 g Agua 10 mL postbióticos
10 MD	10 g MD 1 g Tween

	5 g Aceite de linaza 84 g Agua
10 MD + Postbióticos	10 g MD 1 g Tween 5 g Aceite de linaza 84 g Agua 10 mL postbióticos

V.2.2 Caracterización de emulsiones (Etapa 2)

V.2.2.1 Densidad

La densidad se determinó por gravimetría. Se utilizaron picnómetros de vidrio de 25 mL a peso constante. Se determinó el peso de la emulsión y se calculó la relación de la masa y volumen, utilizando en la siguiente ecuación 1. Primeramente, se colocaron los picnómetros en una estufa a 105°C para así asegurarse de que estén a peso constante. Posteriormente, se pesaron vacíos y luego, se llenaron con la emulsión preparada y se pesaron nuevamente; este procedimiento se llevó a cabo por triplicado.

$$\rho = \frac{m}{V} \text{ Ec. 1}$$

Donde:

ρ = densidad (g/mL)

m = masa contenida en el picnómetro (g)

V = volumen del picnómetro (mL)

V.2.2.2 Separación de fases - Creaming

Después de la preparación de cada emulsión, 50 mL de emulsión fueron depositados en un tubo Falcon. Posteriormente, se realizó un monitoreo de la separación de fases de la emulsión por cada 30 min, 1, 2 y 3 horas. Se registraron los mililitros de separación o creaming de las emulsiones y se utilizó la ecuación 2 para calcular el porcentaje de creaming. Esta metodología se realizó por triplicado.

$$\% \text{ Creaming} = \frac{mL \text{ separados}}{mL \text{ totales}} \text{ Ec. 2}$$

Donde:

$mL \text{ separados}$ = son los mililitros de las fases separadas

$mL \text{ totales}$ = mililitros del tubo Falcón (50 mL)

V.2.2.3 pH

El pH de las emulsiones se determinó por medio de un potenciómetro (HI 2210 Hanna Instruments, EE. UU). En el cual se sumergió el electrodo en la emulsión para la medición correspondiente, llevándose a cabo por triplicado.

V.2.3 Microencapsulación mediante secado por atomización

V.2.3.1 Determinación de rendimiento

Para determinar el rendimiento, se calculó la relación de la cantidad de polvo recuperado respecto a la cantidad teórica inicial de sólidos contenidos en la emulsión. Así, el rendimiento es expresado en porcentaje mediante la siguiente ecuación 3:

$$R = \frac{SR}{ST} * 100 \text{ Ec. 3}$$

Donde:

R = rendimiento de la emulsión (%)

SR = cantidad de sólidos recuperados del polvo (g)

ST = cantidad teórica inicial de la emulsión (g)

V.2.3.2 Porcentaje de humedad (base húmeda)

La humedad de los polvos se determinó mediante gravimetría. Se pesaron 1 g de cada muestra y se coloraron en una estufa a 105°C por 24 horas. La ecuación 4 se empleó para el cálculo porcentaje de humedad del polvo.

$$H_{b.h.} = \frac{P_i - P_f}{P_f} \text{ Ec. 4}$$

Donde:

$H_{b.h.}$ = Humedad en base húmeda

P_i = peso de la charola + peso polvo

P_f = peso de la charola + peso polvo ya seco

V.2.3.3 Tamaño de partícula

El tamaño de partícula se determina usando un analizador de tamaño de partícula mediante difracción laser (Bluwave, Microtrac, EE. UU). Se cargo aproximadamente 1 g de cada muestra en la porta muestra. El análisis se realizó por triplicado. Primero, el equipo se configuró en modo seco, luego se realizó la limpieza del equipo para posteriormente colocar el polvo en la porta muestra y se realizaron las mediciones con un índice de refracción de 1.47. todo esto realizándose por triplicado. Reportándose el D_{10} , D_{50} y D_{90} del polvo (Mis Solval et al., 2016).

V.2.3.4 Densidad aparente y compacta

La densidad aparente o densidad de bulto, es aquella en la que se toma en cuenta los espacios entre cada partícula del polvo (Carneiro, Tonon, Grosso y Hubinger, 2013). Para la determinación, se empleó el método especificado por Carneiro, Tonon, Grosso y Hubinger (2013) en el cual se necesita una bureta de 10 mL. En esta, se midió el volumen ocupado por 1 g de polvo y se calculó mediante la relación de la masa de polvo entre el volumen ocupado, esta fue expresada en g/mL. Por otro lado, para la densidad compacta, la bureta fue golpeada suavemente sobre alguna superficie 150 veces. Posteriormente, se leyó nuevamente el valor del volumen ocupado y se calculó la densidad de forma similar (g/mL).

V.2.3.5 Índice de Carr y coeficiente de Hauser

El índice de Carr y el coeficiente Hauser son factores de compresibilidad que relacionan la densidad compactada y la densidad bulto. Estos parámetros son útiles cuando se quiere conocer el tipo de polvo que se tiene, así como su desplazamiento (Droźłowska, Bartkowiak, Trocer, Kostek, Tarnowiecka-Kuca, y Łopusiewicz, 2021). El índice de Carr se expresó de la siguiente manera (Ecuación 5):

$$C_{\%} = \frac{\rho_{comp} - \rho_{bulto}}{\rho_{comp}} \text{ Ec. 5}$$

Donde:

$C_{\%}$ = Índice de Carr

ρ_{comp} = Densidad compacta (g/mL)

ρ_{bulto} = Densidad de bulto (g/mL)

Mientras que para el coeficiente de Hauser se determinó con la siguiente ecuación 6:

$$HR = \frac{\rho_{comp}}{\rho_{bulto}} \text{ Ec.6}$$

Donde:

HR = Coeficiente de Hauser

ρ_{comp} = Densidad compacta (g/mL)

ρ_{bulto} = Densidad de bulto (g/mL)

V.2.3.6 Eficiencia de encapsulación

La eficiencia de encapsulación hace referencia a la cantidad existente de principio activo encapsulado dentro de las partículas de polvo y se obtiene mediante la ecuación 7 (Jafari, Assadpoor y Bhandari 2007):

$$EE = \frac{\text{Aceite total} - \text{Aceite no encapsulado}}{\text{Aceite total}} \text{ Ec. 7}$$

Donde:

EE = Eficiencia de encapsulación (%)

Aceite total = Aceite contenido en el núcleo del polvo y en los poros de este (g)

$\text{Aceite no encapsulado}$ = Aceite libre en la superficie de las partículas más el aceite libre accesible (g)

V.2.3.6.1 Aceite total

Para determinar el aceite total del polvo, se pesó 1g de polvo en un tubo Falcon y se agregaron 4 mL de agua destilada a 50°C. Posteriormente, se añadieron 45 mL de una mezcla de hexano/isopropanol (3:1, v/v) (Meyer, México). Se centrifugaron a 1000 rpm durante 15 minutos. La parte superior ósea la fase orgánica se separó y se colocó en un matraz evitando la evaporación de la mezcla; luego, se agregaron 45 mL de hexano/isopropanol (3:1, v/v) al tubo y se volvió a centrifugar a las mismas condiciones. Se vertió toda la mezcla al matraz y se dejó reposar durante media hora para asentar las dos fases. Luego, se recolectaron los fondos del matraz en un vaso, mientras que la fase orgánica se vierte a un matraz Kitasato por la parte de arriba del matraz de separación para evitar la contaminación del aceite. Se debe añadir que se deben hacer dos filtrados para

asegurar que no la mezcla se vea turbia y posteriormente se vierte al matraz pesado anteriormente. Se dejó en baño María hasta que el líquido dentro del matraz se haya casi evaporado; es importante que la temperatura de este no sobrepase los 70°C. Finalmente, el matraz se evaporó al vacío durante 20 minutos y nuevamente se pesó (Cuvelier, Hernández-Sánchez y Turchiuli., 2014).

V.2.3.6.2 Aceite libre superficial

Para el aceite superficial se hizo una extracción con solvente simple. Se colocaron 1g de polvo sobre papel filtro en un embudo que se encuentra conectado a un matraz Kitasato conectado al vacío. Se realizaron dos lavados de 10 mL de hexano (Meyer, México) cuidando que el vacío no succionara el líquido. Luego, se vertió el líquido a un matraz a peso constante y se evaporó al vacío para eliminar el solvente y posteriormente pesar el matraz. El polvo utilizado será utilizado para calcular el aceite libre accesible y se llamará polvo residual (PR) y se registró su peso.

V.2.3.6.3 Aceite libre accesible

El aceite libre accesible se determinó al pesar el PR en un matraz a peso constante, se le agregaron 40 mL de hexano (Meyer, México) y se dejó reposar durante 48 h, agitando de forma manual de vez en cuando. Después de las 48 h, se filtró y se evaporó al vacío para finalmente pesar el matraz. La cantidad de aceite libre accesible se obtiene al calcular la diferencia de peso del matraz.

V.2.3.7 Índice de peróxidos (IP)

Se tomó como guía el procedimiento establecido en la ISO 3960: *Determinación del índice de peróxidos* con ligeras modificaciones. Se colocó 1 g de yoduro de potasio de grado analítico en cristales (Golden Belt, México) en un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Posteriormente se añadieron 30 mL de una mezcla de ácido acético glacial (Supelco, Alemania) y cloroformo (Meyer, México) en una relación 3:2. A la mezcla anterior se agregaron 1g de muestra la cual se agito rápidamente para su completa disolución; la muestra se torna de color amarillo. El matraz se colocó dentro de un baño con agua a 60°C por 1 min; pasado ese tiempo se sacó y se le añadieron 30 mL de agua destilada y 0.5 mL de una solución de yoduro de potasio de grado analítico (5% p/v) y se dejó reposar durante 1 minuto o hasta que se tornara a un color gris o morado claro. Finalmente, se añadieron 2 mL de almidón de grado reactivo (Productos Químicos Monterrey S.A., México) al 2% y se deja reposar la muestra por 5 min para después ser titulada gota a gota con una solución de tiosulfato de sodio pentahidratado (Meyer, México) 0.01N hasta que los cristales desaparecieran.

Se calculó el índice de peróxidos y se expresó como miliequivalente (meq) de la muestra utilizando la siguiente ecuación:

$$IP = \frac{N*V*1000}{m} \text{ Ec.8}$$

Donde:

IP = Índice de peróxidos

N = normalidad del tiosulfato de sodio ya valorada (N)

V = volumen gastado del titulante (mL)

m = masa de la muestra (g)

V.2.3.8 Actividad de agua (a_w)

La actividad de agua (a_w) de los polvos se determinó un equipo que analiza el punto de rocío utilizando un higrómetro (AquaLab, AquaLav 4TEV Water Activity Meter, EE. UU.). Las mediciones se realizaron por triplicado a temperatura ambiente.

V.2.3.9 Espectroscopía por Infra-rojo (FTIR)

La espectroscopía por Infra-rojo es un método analítico y cualitativo con el cual se puede determinar grupos funcionales de los compuestos químicos. Este estudio se utilizó para analizar si aún después del secado por atomización, la presencia de los grupos funcionales de interés (ácidos grasos omega) se encontraban presentes en el producto final. Para esta prueba, se empleó el equipo Cary 630 (Agilent Technologies, Ca, USA) configurado a un espectro de absorbancia respecto a la longitud de onda de 4000 a 600 cm^{-1} , al cual absorben energía los grupos funcionales, identificando los compuestos químicos de interés en el polvo del microencapsulado de linaza con postbióticos (Cebi, Yilmaz, Sagdic, Yuce y Yelboga, 2017).

VI. Resultados y discusión

VI.1 Preparación y caracterización de las microemulsiones de aceite de linaza

VI.1.1 Tamaño de partícula

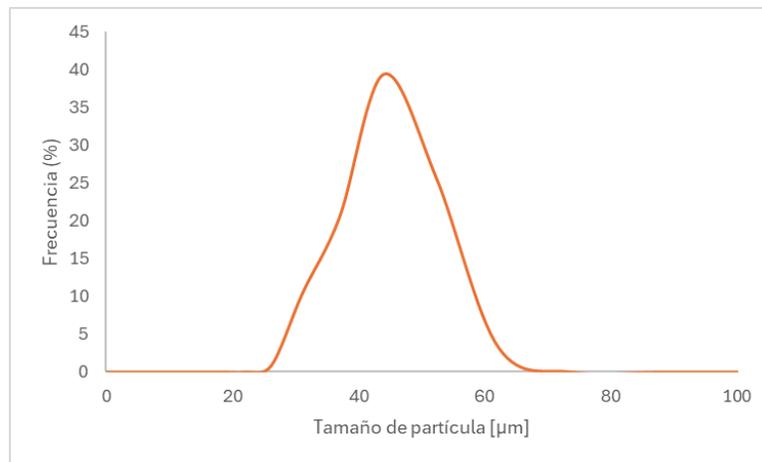
El tamaño de partícula de las emulsiones permite conocer la estabilidad a largo plazo de las mismas, ya que determina diversas propiedades fisicoquímicas y de ahí su importancia. De esta manera, para los sistemas con los que se estuvo trabajando, Klinkersorn, Sophanodora, Chinachoti, y McClements (2004) señalan que existe una relación de la maltodextrina con las características del tamaño de partícula de las emulsiones, pues se puede observar que cuando un sistema tiene mayor cantidad de maltodextrina, las gotas se ven forzadas a estar muy juntas debido a la fuerte atracción entre ellas (depletion); simultáneamente el tamaño de partícula se ve afectado por la concentración de los materiales de las paredes (Tontul y Topuz, 2014).

La Tabla 6.1, muestra el tamaño de partícula de las emulsiones realizadas con postbióticos. Ahí se puede ver que conforme el contenido de maltodextrina aumenta, el tamaño de las gotas de la emulsión también aumenta, tal como señalaron previamente Tontul y Topuz, (2014), siendo la emulsión de 10 MD + Postbióticos la que tiene un mayor tamaño de partícula.

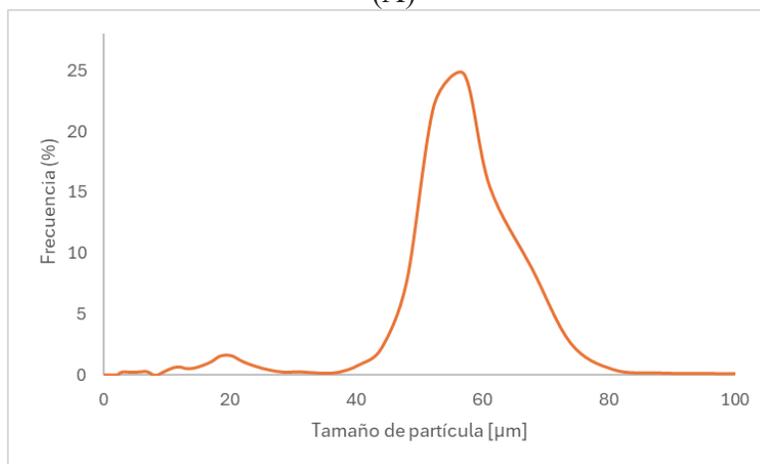
Tabla 6.1 Tamaño de partícula de microemulsiones con postbióticos

Emulsión	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀
2.5 MD + Postbióticos	58.47 μm	47.77 μm	36.41 μm
5 MD + Postbióticos	69.42 μm	57.46 μm	20.57 μm
10 MD + Postbióticos	84.90 μm	71.26 μm	30.24 μm

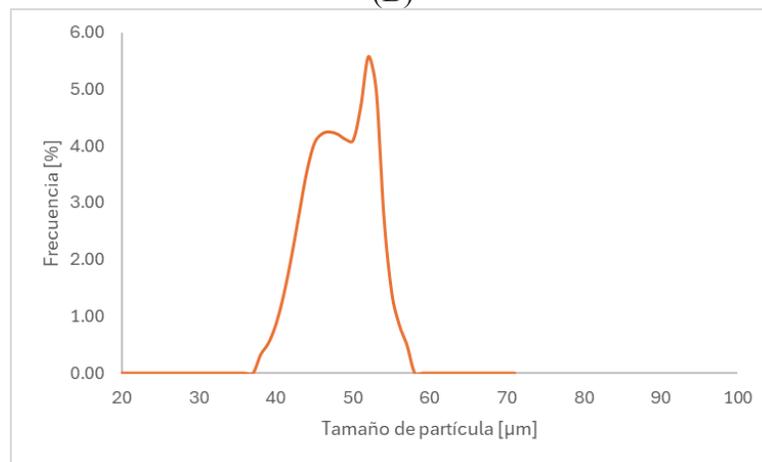
Por otro lado, Sourdet, Relkin, y Cesar (2003) explican que una razón de tener un mayor tamaño de partícula se podría deber a que hubo coalescencia de glóbulos de grasa; lo cual en el caso de los sistemas preparados se pudo deber a que, como se mencionó anteriormente, entre mayor contenido de maltodextrina las gotas se encuentran más juntas logrando en algunos casos unirse, formando de esta manera, gotas con mayor tamaño que por consiguiente producen una emulsión que no logra ser estable, como se verá con el creaming en la Figura 6.2. Todavía cabe señalar que en la Figura 6.1, se puede notar con mayor precisión la distribución de tamaño de partícula de las microemulsión de 2.5, 5 y 10 MD + Postbióticos, todas tomadas después de 1 hora de haber sido preparadas.



(A)



(B)



(C)

Figura 6.1 Distribución de tamaño de partícula de microemulsión de (A) 2.5 MD + Postbióticos, (B) 5 MD + Postbióticos y (C) 10 MD + Postbióticos

Así, de la figura anterior, se puede ver que la emulsión de 2.5 g de MD parece solo tener una moda, lo cual habla de una emulsión con partículas de tamaño homogéneo, siendo el diámetro mediano de 47.77 μm . Asimismo, la emulsión de 5 g de MD, presenta varias

modas lo cual indica una emulsión heterogénea y, por consiguiente, con poca estabilidad; más aún, la emulsión de 10 g de MD tiene un comportamiento bimodal, estando las dos principales modas en 45 μm y 55 μm . Además, es importante señalar que todas las partículas de la emulsión se encuentran en el rango de 35 μm y 84 μm .

VI.1.2 Densidad y pH

El pH también resulta ser un factor que modifica la estabilidad de la emulsión, así como el tamaño de partícula. De esta manera, emulsiones con un pH cercano a 7, tienen tamaños de partícula pequeños y mientras el pH se va acercando a 4 y 5, el tamaño de las gotas aumenta, lo que posteriormente también favorece la floculación de la emulsión (Du, Tang, Xu, Lyu, Zhang, Qiu, Liu y Ding, 2021).

En la Tabla 6.2, se puede ver como las emulsiones con postbióticos tienen un pH ácido, lo cual se tiene gracias a que los postbióticos acidifican los sistemas (pH=3.4). El valor obtenido de pH complementa lo que se registró en la Figura 6.2 de porcentaje creaming, ya que en la mayoría de las emulsiones hubo una rápida floculación debido al pH ácido de estas, así como al contenido de maltodextrina, que siendo mayor cambia las propiedades de la emulsión afectando principalmente su estabilidad como se mencionó anteriormente.

Tabla 6.2 Caracterización de microemulsiones

Emulsión	pH	Densidad (g/cm^3)
5 MD	5.56 ± 0.01	1.13 ± 0.10
10 MD	5.67 ± 0.01	1.23 ± 0.01
2.5 MD + Postbióticos	3.72 ± 0.01	1.01 ± 0.01
5 MD + Postbióticos	3.73 ± 0.01	1.08 ± 0.10
10 MD + Postbióticos	3.77 ± 0.01	1.21 ± 0.01

Si bien, no hay una gran diferencia en los valores de pH para cada sistema, en la densidad si se puede notar como está incrementa por el contenido de maltodextrina de los sistemas. Otros autores reportan valores de densidad del aceite de $0.92 \pm 0.00 \text{ g}/\text{cm}^3$ (Ishag, et al, 2020), por lo que el aumento gradual de la densidad concuerda con la cantidad de maltodextrina que fue añadida, siendo la microemulsión de 10 MD + Postbióticos la que mayor densidad tiene.

VI.1.3 Separación de fases - Creaming

El fenómeno de creaming se da cuando una emulsión se encuentra inestable, de esta manera, ésta causa una separación macroscópica de la emulsión en una parte de crema y otra de suero (Droźłowska, et al. 2021). Más aún, el índice de creaming se ve afectado por la viscosidad y la distribución de partícula de la fase dispersa en las emulsiones; así, los índices bajos de creaming se dan en emulsiones que son estables, mientras que los altos índices de creaming indican una emulsión poco estable. De esta manera, Droźłowska, et al. (2021) señalan que un alto nivel de creaming puede deberse a que se excede la concentración crítica de agentes estabilizantes como la maltodextrina (MD), lo que produce floculación de las gotas por las moléculas de maltodextrina no absorbidas en la fase acuosa de la emulsión.

En la Figura 6.2 se puede ver que la emulsión con un menor contenido de sólidos (2.5 g de MD) es la que mejor estabilidad tiene en el tiempo, mientras que conforme el

contenido de maltodextrina aumenta, los sistemas se vuelven más inestables. Cabe mencionar que, se formularon emulsiones con mayor concentración de MD con el fin de aumentar los sólidos en la emulsión, lo que demuestra tener una dispersión del aceite muy heterogénea, lo cual puede representar inestabilidad en el tiempo (Figura 6.2). Esto demuestra que la adición de MD como estabilizante de las microemulsiones tiene un óptimo con 10 g de MD. Sin embargo, la emulsión de 2.5 MD + Postbióticos, se puede considerar como la emulsión con mayor estabilidad en fase líquida, por lo que, en caso de no requerir el secado por atomización, esta sería la mejor opción por su alta estabilidad que llegó a ser de más de 24 horas.

Por otra parte, también se evaluó el efecto de la adición de postbióticos a las emulsiones, ya que éstos son ácidos y al modificar el pH de las emulsiones, pudiesen causar inestabilidad (Tabla 6.2). De esta manera, en la emulsión con 5 g de MD es en la única en la que se observa un efecto del cambio de pH en la emulsión ya que el creaming se presenta más rápidamente sin la presencia de postbióticos.

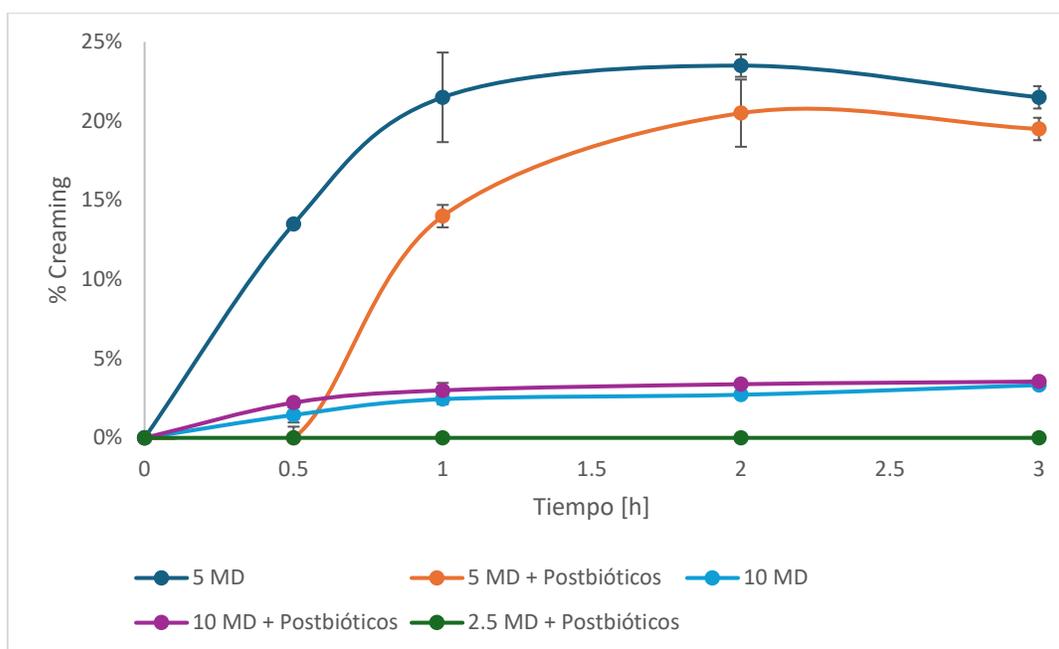


Figura 6.2 Creaming para diferentes formulaciones de aceite de linaza con postbióticos y diferentes concentraciones de maltodextrina.

VI.2 Encapsulación del aceite de linaza mediante secado por atomización

Para iniciar con el análisis de las propiedades del polvo que fue secado, es necesario primero conocer las condiciones iniciales de la emulsión de 10 MD + Postbióticos para posteriormente analizar si el secado fue una forma efectiva de proteger al aceite. De esta manera, se analizó el índice de peróxidos (IP) (oxidación de los lípidos totales) así como el porcentaje de inhibición del DPPH (capacidad antioxidante) del aceite de linaza. Sobre el IP, se obtuvo 0.98 ± 0.49 miliequivalente O_2/kg de grasa, lo cual según la norma CODEX STAN 19-2015 del Codex Alimentarius (OMS y FAO, 2021) para aceites vírgenes, grasas y aceites prensados en frío debe ser máximo $15 \text{ meq } O_2/kg$ de grasa, lo cual indica que el

aceite con el que se realizó la emulsión se encontraba en buenas condiciones para su consumo.

Por otro lado, el porcentaje de inhibición del DPPH en el aceite de linaza obtenido fue de $89.21\% \pm 1.72$ (determinado con n-hexano), demostrando de esta manera que el aceite cuenta con un alto grado de capacidad antioxidante lo cual llega a ser una ventaja ya que se puede considerar como un buen agente antioxidante y como inhibidor de procesos de oxidación biológicamente dañinos que ocurren en el cuerpo humano (Ishag, et. al., 2020). Habría que decir también que Ishag, et. al. (2020) reportan porcentajes de inhibición de DPPH para el aceite de linaza, de $26\% \pm 0.05$ determinado con éter de petróleo y $28\% \pm 0.09$ para el determinado con n-hexano, por lo que, al compararlo con el porcentaje obtenido del aceite utilizado en la presente investigación, se puede observar que este presenta una mayor capacidad antioxidante.

Cabe añadir que bajo las condiciones anteriores de la emulsión seleccionada (10 MD + Postbióticos), se obtuvieron otras propiedades como la viscosidad y porcentaje de sólidos totales en base húmeda, las cuales se ven en la Tabla 6.3.

Tabla 6.3 Viscosidad y porcentaje de sólidos de la formulación de 5% de aceite y 10 g MD

Viscosidad cinemática (cSt)	2.46 ± 0.06
% sólidos totales (bh)	16.00 ± 0.01
% Humedad base húmeda	84.39 ± 0.001

Respecto a la viscosidad cinemática, Ishag, et. al. (2020) reportan una viscosidad para el aceite de linaza de 70.36 ± 0.13 cSt. Sin embargo, al medir la densidad de este al encontrarse en los sistemas preparados, se puede observar cómo es que esta tiene una grande disminución ya que pasó a 2.46 ± 0.06 cSt. Una posible razón por la que esta haya disminuido es debido a que el aceite logró ser encapsulado por la MD, dejando así únicamente al agua y el tween como los agentes que mayor influencia tienen en esta propiedad. Respecto a las otras dos propiedades, % de sólidos totales y % humedad en base húmeda, no se encontraron resultados reportados.

VI.2.1 Tamaño de partícula del polvo

La Tabla 6.4 muestra los valores de tamaño de partícula que se obtuvieron del polvo que fue secado a 180°C y flujo de 10 mL/min. Se presentan los datos de los parámetros D_{10} , D_{50} y D_{90} , los cuales representan al equivalente del diámetro volumétrico al 10%, 50% y 90% del volumen acumulativo respectivamente.

Tabla 6.4 Tamaño de partícula

D_{10}	68.58 μm
D_{50}	49.41 μm
D_{90}	16.65 μm

Por otro lado, es importante mencionar que Goyal, et. al. (2015) obtuvieron tamaños de partícula $d_{4,3}$ que se encontraban en un rango de entre 5.82 a 10.01 μm para un sistema que contenía suero de leche como agente encapsulante. Este tamaño de partícula resulta menor que el que se obtuvo con el sistema que contiene MD, por lo que se infiere que la MD llega a tener un efecto en el tamaño de las cápsulas obtenidas, haciéndolas de mayor tamaño.

Otro rasgo importante para analizar es la información que se presenta en la Figura 4.3, en donde se puede ver con mayor claridad la distribución que tienen las partículas del polvo. De la figura se puede ver que el polvo presenta dos modas, es decir que tienen una distribución bimodal, las cuales se encuentran aproximadamente entre 30 μm y 60 μm —siendo esta la predominante—. Estos datos significan los dos tamaños sobresalientes en la muestra. De igual manera, la gráfica presenta un sesgo positivo, lo que significa que el polvo tiene en su mayoría partículas de tamaños pequeños, lo cual podría tener efectos negativos en las propiedades de fluidez como se analizará en el índice de Carr y coeficiente de Hausner.

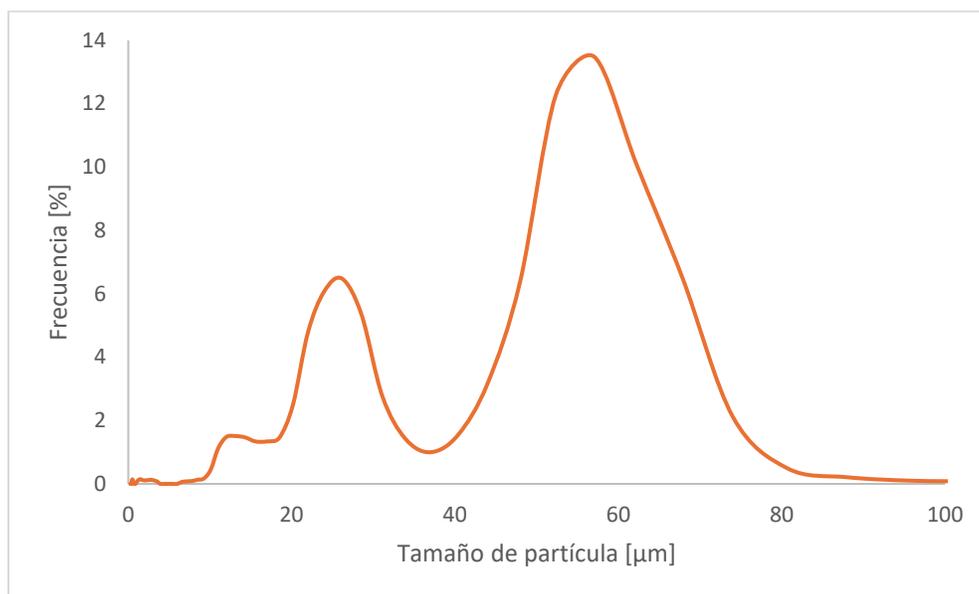


Figura 6.3. Distribución de las partículas del polvo secado a 180°C y 10 mL/min

Más aún, Carneiro, Tonon, Grosso y Hubinger (2013) señalan que el tamaño de la gota atomizada varía directamente con la viscosidad de la emulsión a una velocidad de atomización constante. Es decir, que en cuanto mayor es la viscosidad de la emulsión, mayores son las gotas que se forman durante la atomización y, por tanto, mayores son las partículas en polvo obtenidas, lo cual indicaría que en caso de la microemulsión secada, la viscosidad no tuvo un valor alto.

VI.2.2 Rendimiento

Para determinar la temperatura para el secado de la emulsión seleccionada, así como el flujo adecuado, se realizaron dos pruebas con flujos de entrada de 5 mL/s y 17 mL/s para

así determinar la temperatura con un mayor rendimiento del polvo obtenido. Así, de la Tabla 6.5, se puede inferir que el flujo de alimentación tiene un efecto positivo en el rendimiento; en otras palabras, entre mayor flujo, se tendrá un mayor rendimiento, aunque factores como la temperatura de salida del aire, también influyen en este como se demuestra a continuación.

Tabla 6.5 Prueba de rendimiento a diferentes temperaturas

Flujo	5 mL/min	10 mL/min	17 mL/min
180°C	42.47%	77.41%	47.40%
160°C	12.70%	ND	ND

*ND: no se determinó porque hubo apelmazamiento en el equipo “wet quenching”.

Cabe señalar que, con las pruebas antes presentadas, se determinaron las condiciones de entrada del secador; 180°C temperatura de entrada y el flujo se modificó a 10 mL/min. De esta forma, para poder secar al flujo establecido, se fijó un porcentaje de bomba de 22%, la temperatura de entrada fue de 180°C y la de salida registrada fue de 112°C. Bajo estas condiciones se obtuvo un rendimiento de 77.41% y un contenido de sólidos en la emulsión de $16.00\% \pm 0.001$, como se señaló anteriormente. Para los flujos de 5 mL/min la temperatura de salida fue 104°C, mientras que para el flujo de 17 mL/min la temperatura de salida fue de 110°C.

Yuqi, Xu, Guangye y Wenchao (2017) señalan que el rendimiento del polvo obtenido se ve influenciado por la temperatura del aire de secado, así como un flujo de alimentación de la emulsión. De esta manera, las condiciones requieren generar un ambiente en el que la humedad en la cámara de secado sea la óptima para evaporar el agua en la emulsión, pero sin que se pegue a las paredes del equipo, ya sea por una alta temperatura ya que el polvo puede comenzar a pasar al estado gomoso (sucedido en el flujo de 5 mL/min) o no se seque lo suficiente por una baja temperatura (flujo de 5 mL/min a 160°C).

VI.2.3 Eficiencia de encapsulación

La eficiencia de encapsulación hace referencia a la cantidad de aceite que logró ser retenido en las cápsulas. Para el polvo secado a 180°C y 10 mL/min, se determinó una eficiencia de encapsulamiento de $71.96\% \pm 1.92$; lo cual infiere que del aceite total colocado en la emulsión una gran parte es conservado. Más aún, en la Tabla 6.6, se puede ver detalladamente los gramos de aceite que estaban contenidos en el 1 gramo de polvo analizado. Además, se puede notar que una pequeña parte del aceite se encontraba en los poros lo cual significa que el restante se encontraba en el núcleo de las cápsulas, lo cual de igual manera nos puede asegurar que la oxidación del aceite también se podría ver reducida debido a la protección que la cápsula le genera.

Tabla 6.6 Eficiencia de encapsulación

Flujo	Aceite superficial (g)	Aceite total (g)	Eficiencia de encapsulamiento (%)
10 mL/min	0.08 ± 0.001	0.27 ± 0.02	71.96 ± 1.92

Por otro lado, otros autores reportan una eficiencia de encapsulación para otros sistemas que contienen maltodextrina, pero con otros agentes encapsulantes como proteína de suero concentrada (WPC) con maltodextrina (MD) con 62.3%, goma arábica (GA) y maltodextrina (MD) 83% y Capsul (derivado de tapioca) con maltodextrina (MD) con 95.7% de eficiencia (Carneiro, Tonon, Grosso y Hubinger, 2013). Si bien, no hay información sobre sistemas que solo ocupen maltodextrina como agente encapsulante, al tener los datos anteriores, se puede hacer una comparación y se puede observar que la eficiencia de encapsulamiento se mantiene en valores altos, por lo que específicamente para la maltodextrina, no sería necesario añadir algún otro agente para lograr eficiencias de encapsulamiento buenas y así lograr la protección de los compuestos de interés.

VI.2.4 Densidad compacta y aparente

La densidad de compacta y la aparente son parámetros físicos que afectan propiedades de transporte de los productos, así como la estabilidad del polvo (Elik, et al.,2021). De la misma manera, Carneiro, Tonon, Grosso y Hubinger (2013) señalan que la densidad aparente puede indicar una menor cantidad de aire ocluido en los espacios entre las partículas, lo que puede ayudar a prevenir la oxidación de los lípidos; lo cual en el caso del aceite de linaza es uno de los principales beneficios que se busca al encapsularlo. Con estas observaciones, la Tabla 6.7 muestra los resultados obtenidos de densidad aparente y compacta.

Tabla 6.7 Densidad de los polvos

	180°C y 10 mL/min
Densidad aparente (g/cm ³)	2.93 ± 0.15
Densidad compacta (g/cm ³)	2.00 ± 0.10

Comparando los resultados de la densidad de bulto con otros autores, se encontraron sistemas que contenían maltodextrina (MD) más otros agentes encapsulantes como lo son maltodextrina (MD) con suero de leche concentrado (WPC) 0.28 g/cm³ y maltodextrina (MD) con goma arábica (GA) 0.40 g/cm³ (Carneiro, Tonon, Grosso y Hubinger, 2013). En cuanto a esta propiedad, se puede ver que al solo contener maltodextrina el sistema se vuela mucho más denso. Por consiguiente, al ser más denso las propiedades de transporte, mencionadas anteriormente, se ven afectadas lo cual se puede ver reflejado en los valores de índice de Carr y la relación de Hauser ya que ambos brindan una mejor interpretación de los factores de compresibilidad del polvo obtenidos.

Respecto al valor del índice de Carr, este fue de 0.47±0.06; mientras que para la relación de Hauser se obtuvo un valor de 1.47±0.06. En concreto, Hao (2015) menciona que la relación de Hauser inferior a 1.18 o el índice de Carr menor a 0.15 se consideran buena fluidez del polvo. No obstante, para el caso de la relación de Hauser, un valor superior a 1.22 así como para el índice de Carr un valor superior a 0.18 son indicadores de una mala fluidez. De los datos obtenidos para el sistema secado, ambos valores se encuentran bajo las

condiciones de mala fluidez tanto para el índice de Carr así como la relación de Hauser, y esto se puede deber al porcentaje de humedad del polvo (Tabla 6.8) que al este incrementar también incrementa los valores del índice de Carr y la relación de Hauser y con ello la fluidez del polvo.

VI.2.5 Otras propiedades

Otras propiedades importantes de analizar para así conocer la estabilidad del polvo, así como los efectos de la temperatura de secado, son las que se presentan en la Tabla 6.8, siendo el índice de peróxidos –para conocer el grado de oxidación del aceite después de secado—, actividad de agua (a_w) –para determinar la humedad del producto— y el porcentaje de humedad en base húmeda –cociente del agua del material y la masa total—. Estas propiedades fueron medidas en un tiempo igual a cero ($t=0$), es decir, recién el polvo fue secado.

Tabla 6.8 Otras propiedades en tiempo 0

	180°C y 10 mL/min
Índice de peróxidos (meq O ₂ /kg de grasa)	1.15 ± 0.26
Actividad de agua (a_w)	0.16 ± 0.01
% Humedad base húmeda	2.36% ± 0.01

Por lo que refiere al índice de peróxidos, haciendo la comparativa del aceite sin encapsular con el aceite contenido en las cápsulas, se puede ver si hubo un incremento en la oxidación, ya que pasó de 0.98 ± 0.49 meq O₂/kg de grasa a 1.15 ± 0.26 meq O₂/kg de grasa, lo cual para la CODEX STAN 19-2015 del Codex Alimentarius (OMS y FAO, 2021), se encuentra bajo las condiciones aceptables para los aceites vegetales que es de 15 meq O₂/kg de grasa. Además, se puede inferir que el proceso de secado por atomización y la temperatura a la que estuvo expuesto el aceite, no lo oxidó tanto ya que la mayor parte del aceite fue encapsulado y protegido de factores como la temperatura, como se comprobó con la eficiencia de encapsulamiento (Tabla 6.6).

Para la actividad de agua (a_w), las mediciones fueron tomadas a 25°C. Para esta propiedad específicamente se esperaba que la actividad de agua registrada fuera baja dado que esto permite la fácil manipulación y almacenamiento además de que también protege el material activo contra reacciones indeseables como la oxidación, así como el crecimiento de microorganismos (Carneiro, Tonon, Grosso y Hubinger, 2013). De esta manera, para polvos que contienen aceite de linaza y que además poseen postbióticos, se tienen registrados como valores aceptables de actividad de agua entre 0.11, 0.22 y 0.43 (Vesterlund, Salminen y Salminen, 2012); por lo que el valor registrado para el polvo que fue de 0.16 ± 0.002 , se encuentra dentro del rango reportado, lo cual de igual manera indica que al encontrarse en este rango, hay menor riesgo de crecimiento de microorganismos así como que el aceite se oxide rápidamente debido a la presencia de humedad.

En cuanto al porcentaje de humedad en base húmeda, este determina la cantidad de humedad que estaba contenida en el polvo lo cual de igual forma contribuye a la oxidación del aceite contenido. Además, como se mencionó anteriormente, entre mayor sea el

porcentaje de humedad del polvo, este modifica propiedades como el índice de Carr y el coeficiente de Hauser. Cabe señalar, que otros autores reportan valores de humedad de 3 a 4% para un sistema con aceite de linaza, suero de leche y caseinato de sodio; por lo que el porcentaje obtenido para el polvo secado si se encuentra dentro de lo reportado por Goyal et. al. (2015).

Finalmente, para determinar si los ácidos omegas del aceite de linaza se conservaron después del secado. Por medio de espectrofotometría FTIR se realizó un estudio cualitativo en el cual se pudo determinar si los grupos funcionales de los omegas seguían presentes. Dicho lo anterior, el aceite de linaza está reportado que contiene de entre 30-50% de ácido linoleico (ALA) y el resto de ácido docosahexanoico (DHA), el segundo es el ácido ecosapentanoico (EPA) (Yang et al., 2021). Así, dado que el ácido alfa linoleico es el que mayor presencia tiene en el aceite, es pertinente hacer la comparación de espectros con el ácido linoleico y el polvo, para así analizar si se conservó presencia de este después del secado. De esta manera, la Figura 6.4 es el espectro IR del ácido linoleico donde se pueden ver los grupos funcionales característicos de este ácido (NIST, s/f). Asimismo, la Figura 6.5 es el espectro IR del aceite contenido en el polvo.

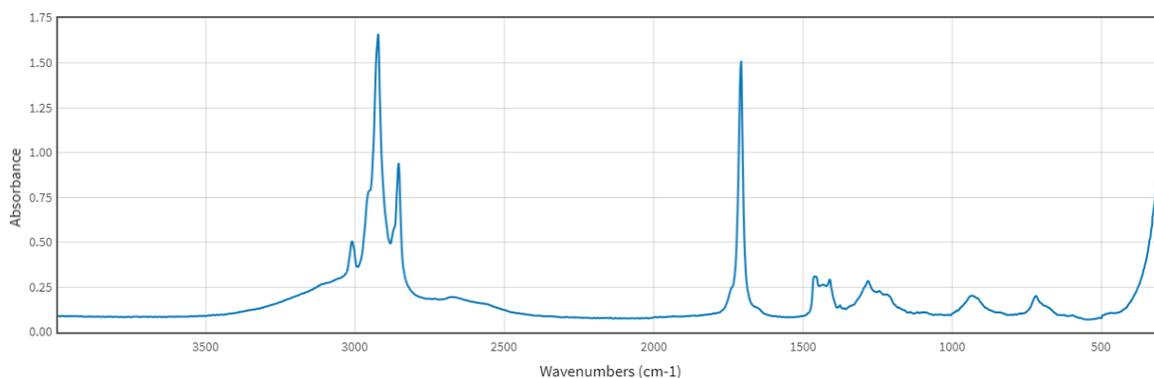


Figura 6.4. Espectro IR del ácido linoleico (NIST, s/f)

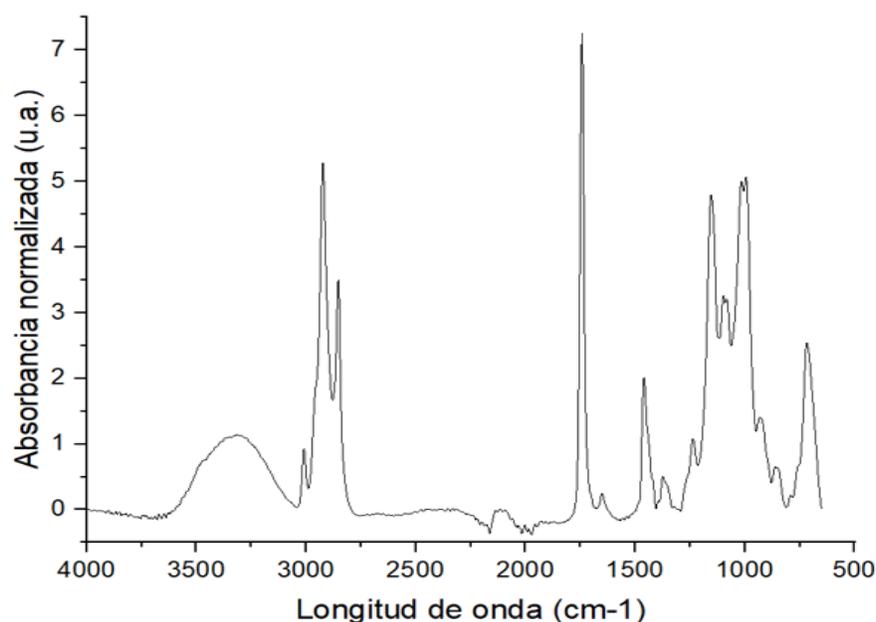


Figura 6.5. Espectro IR del aceite de linaza contenido en el polvo

De la Figura 6.5 se tiene el espectro IR del aceite que estaba contenido en el polvo en donde se puede ver la absorbancia normalizada del aceite contenido. Se debe señalar que en el espectro de la Figura 6.5 se llegan a observar diferencias respecto al de la Figura 6.4 (obtenida de la base de datos del NIST), ya que la muestra no era aceite puro, sino aceite encapsulado por lo que la lectura se vio modificada por la presencia de otros compuestos, específicamente en el rango de 3500 a 3000 cm^{-1} . Más aún, para hacerla similar a la Figura 6.4, la Figura 6.5 tuvo un ajuste de la línea base del espectro con OriginPro 2024.

De esta manera, de ambos espectros se puede ver que a una longitud de aproximadamente 3000 cm^{-1} , en 1000 cm^{-1} el espectro marcó señales similares, lo cual indicaría que se mantuvo la presencia del principal ácido graso del aceite de linaza que es el ácido linoleico (ALA). Por lo que se podría inferir que, por medio de emulsiones, así como el secado por atomización, se logra mantener los compuestos bioactivos.

VII. Conclusión y recomendaciones

Se realizó un análisis de microemulsiones que contienen diferentes cantidades de maltodextrina (MD) (2.5, 5 y 10 g de MD). Se determinó que, en caso de no requerir el secado por atomización, la emulsión de 2.5 MD + Postbióticos, se debe considerar como el mejor sistema ya que la estabilidad de esta llega a más de 24 horas; además, su tamaño de partícula es más pequeño a comparación del resto de emulsiones preparadas. Por otro lado, se eligió la microemulsión con 10 g de MD como el mejor sistema para posteriormente utilizar el método de secado por atomización debido a que presentaba un mayor porcentaje de sólidos y un menor creaming a comparación de las microemulsión de 5 g de MD.

Asimismo, se comprobó que conforme el contenido de maltodextrina aumentaba en los sistemas, propiedades como la densidad y el tamaño de partícula aumentaban; sin embargo, se observó que el pH no tuvo cambios significativos entre las microemulsiones que contenían postbióticos.

Por otra parte, del polvo obtenido por secado por atomización, se realizó una caracterización mediante la cual se pudo determinar si las condiciones de secado fueron las óptimas para conservar las propiedades benéficas del aceite de linaza. Así, se pudo comprobar que, a temperaturas de secado inferiores a 180°C, el sistema experimenta wet quenching, es decir que no se lograba evaporar el agua contenida en la microemulsión y no fue posible obtener un polvo.

A su vez, se confirmó que al flujo establecido de 10 mL/min y 180°C, se obtuvo un buen rendimiento del polvo, siendo éste de 77.41%. Además, bajo estas condiciones de secado, se obtuvo una eficiencia de encapsulamiento de 71.96%±1.92 que, al ser comparada con lo reportado en la literatura en la que además de contener MD usaban otro componente como agente encapsulante (goma guar, capsul y suero de leche concentrado), se pudo demostrar que el uso de MD como único agente encapsulante, sí tiene un impacto positivo para la encapsulación de compuestos. Considerando lo anterior, el alto porcentaje de encapsulación se reflejada en propiedades como el IP en donde se observó un ligero incremento – de 0.98 ± 0.49 meq O₂/kg de grasa a 1.15 ± 0.26 meq O₂/kg de grasa–, valores que se encuentran bajo los estándares establecidos por normas como lo es la CODEX STAN 19-2015 del Codex Alimentarius.

Por lo que se refiere al tamaño de partícula, se determinó que el polvo presenta un comportamiento bimodal, para el cual los principales tamaños se encuentran entre 30 µm y 60 µm –siendo ésta la predominante–. Sin embargo, a pesar de ser un polvo que contiene partículas finas, se determinó que éste no presenta buenas condiciones de fluidez las cuales son determinadas por para el índice de Carr así como la relación de Hauser, con lo cual se concluye que es un polvo que tiene dificultades para su desplazamiento y esto es debido a la alta presencia de la maltodextrina y a las propiedades de esta.

Finalmente, por medio de espectroscopia de infrarrojo, se pudo determinar que la presencia de los grupos funcionales característicos del ácido alfa linoleico (ALA) aún se encontraban presentes cuando se leyó en el espectro IR. Si bien, éste es sólo un método

cualitativo, de identificación de compuestos, se puede inferir que al secar la microemulsión, el compuesto principal del aceite de linaza sigue presente en el polvo.

Sobre las recomendaciones, se consideraría oportuno buscar otro agente encapsulante diferente a la MD que se pueda secar por secado por atomización como lo podrían ser gomas como la goma arábiga que en se encontró en diversos sistemas reportados en la literatura consultada, así como alguna proteína. De igual manera, se podría explorar añadir a las microemulsiones diferentes cantidades de aceite, específicamente añadiendo menor cantidad para que con este se analicen las mismas propiedades y ver si bajo alguna de estas condiciones se encuentra el punto óptimo de estabilidad de la emulsión, así como el porcentaje de sólidos.

Por último, sería interesante buscar aplicaciones para los sistemas obtenidos durante la investigación realizada a algún producto, lo cual permitiría evaluar si ambas técnicas utilizadas –creación de emulsiones y secado por atomización—, lograron encapsular el fuerte y ácido sabor que tienen tanto el aceite de linaza, como los postbióticos; lo cual significaría que sería más fácil para las personas integrar ambos compuestos a su alimentación.

VIII. Bibliografía

- Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A., & Rafiee, S. (2013). Fish oil microencapsulation as influenced by spray dryer operational variables. *International Journal of Food Science and Technology*, 48(8), 1707-1713.
- Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A., & Rafiee, S. (2012). Integrated optimization of fish oil microencapsulation process by spray drying. *Journal of Microencapsulation*, 29(8), 790-804. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.3109/02652048.2012.692398>
- Annunziata, G., Arnone, A., Ciampaglia, R., Tenore, G. C., & Novellino, E. (2020). Fermentation of Foods and Beverages as a Tool for Increasing Availability of Bioactive Compounds. Focus on Short-Chain Fatty Acids. *Foods*, 9(8), 999. MDPI AG. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.3390/foods9080999>
- Ashraf, S., Adnan, M., Patel, M., Siddiqui, J., Sachidanandan, M., Snoussi, M., & Hadi, S. (2020). Fish-based Bioactives as Potent Nutraceuticals: Exploring the Therapeutic Perspective of Sustainable Food from the Sea. *Marine Drugs*, 18(265), 265. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.3390/md18050265>
- Bakry, A. M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M. Y., Mousa, A., & Liang, L. (2016). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. *Comprehensive Reviews in Food Science & Food Safety*, 15(1), 143-182. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1111/1541-4337.12179>
- Berruezo, G., Martínez, C., y Valencia, J.A. (2011). Biodisponibilidad de los ácidos grasos de cadena corta: mecanismos de absorción. *Real Academia de Ciencias veterinarias de andalucía oriental*, 24 (1), 125-134. <http://hdl.handle.net/10396/9453>
- Carneiro, H. C. F., Tonon, R. V., Grosso, C. R. F., & Hubinger, M. D. (2013). Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*, 115(4), 443–451. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.03.033>
- Cebi, N., Yilmaz, M. T., Sagdic, O., Yuce, H., & Yelboga, E. (2017). Prediction of peroxide value in omega-3 rich microalgae oil by ATR-FTIR spectroscopy combined with chemometrics. *Food Chemistry*, 225, 188–196. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.013>
- Chen, Q., Zhong, F., Wen, J., McGillivray, D., & Quek, S. (2013). Properties and Stability of Spray-Dried and Freeze-Dried Microcapsules Co-Encapsulated with Fish Oil, Phytosterol Esters, and Limonene. *Drying Technology*, 31(6), 707–716. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1080/07373937.2012.755541>
- Cuvelier, M. E., Hernández-Sánchez, M. R., & Turchiuli, C. (2014). Oil distribution in spraydried O/W emulsions: methodology for oil extraction. XII Euro Fed Lipid Congress, (pp. 14-17). Montpellier .
- de Moura, S. C., Berling C. L., Germer, S.P., Alvim I. D., y Hubinger, M.D. (2018). Encapsulating anthocyanins from Hibiscus sabdariffa L. calyces by ionic gelation: Pigment stability during storage of microparticles. *Food Chemistry*, 241, 317-327. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.08.095>

- Donovan, J. D., Bauer, L., Fahey, G. C., & Lee, Y. (2017). In Vitro Digestion and Fermentation of Microencapsulated Tributyrin for the Delivery of Butyrate. *Journal of Food Science (John Wiley & Sons, Inc.)*, 82(6), 1491–1499. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1111/1750-3841.13725>
- Droźłowska, E., Bartkowiak, A., Trocer, P., Kostek, M., Tarnowiecka-Kuca, A., y Łopusiewicz, Ł. (2021). Formulation and Evaluation of Spray-Dried Reconstituted Flaxseed Oil-in-Water Emulsions Based on Flaxseed Oil Cake Extract as Emulsifying and Stabilizing Agent. *Foods*, 10(2), 256. <https://doi.org/10.3390/foods10020256>
- Du, Q., Tang, J., Xu, M., Lyu, F., Zhang, J., Qiu, Y., Liu, J., y Ding, Y. (2021). Whey protein and maltodextrin-stabilized oil-in-water emulsions: Effects of dextrose equivalent. *Food Chemistry*, 339, 128094. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128094>
- Dunand, E., Burns, P., Binetti, A., Bergamini, C., Peralta, G. H., Reinheimer, J., Vinderola, G., & Forzani, L. (2019). Postbiotics produced at laboratory and industrial level as potential functional food ingredients with the capacity to protect mice against Salmonella infection. *Journal of Applied Microbiology*, 127(1), 219–229. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1111/jam.14276>
- Elik, A., Koçak Yanık, D., & Göğüş, F. (2021). A comparative study of encapsulation of carotenoid enriched-flaxseed oil and flaxseed oil by spray freeze-drying and spray drying techniques. *LWT*, 143, 111153. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111153>
- Estrada, J. D., Boeneke, C., Bechtel, P., & Sathivel, S. (2011). Developing a strawberry yogurt fortified with marine fish oil. *Journal of Dairy Science*, 94(12), 57605769. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.3168/jds.2011-4226>
- Gharibzahedi, S. M. T., George, S., Greiner, R., Estevinho, B. N., Frutos Fernández, M. J., McClements, D. J., & Roohinejad, S. (2018). New Trends in the Microencapsulation of Functional Fatty Acid-Rich Oils Using Transglutaminase Catalyzed Crosslinking. *Comprehensive Reviews in Food Science & Food Safety*, 17(2), 274-289. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12324>
- Gobert, S. R. L., Segers, M., Luca, S., Teixeira, R. F. A., Kuhn, S., Braeken, L., & Thomassen, L. C. J. (2019). Development of a continuous reactor for emulsion-based microencapsulation of hexyl acetate with a polyuria shell. *Journal of Microencapsulation*, 36(4), 371–384. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1080/02652048.2019.1633433>
- González-Ortega, R., Faieta, M., Di Mattia, C. D., Valbonetti, L., & Pittia, P. (2020). Microencapsulation of olive leaf extract by freeze-drying: Effect of carrier composition on process efficiency and technological properties of the powders. *Journal of Food Engineering*, 285. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.110089>
- 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, 527–537. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.08.050>
- Hao, T. (2015). Understanding empirical powder flowability criteria scaled by Hausner ratio or Carr index with the analogous viscosity concept. *RSC Advances*, 5(70), 57212–57215. doi:10.1039/c5ra07197f
- Hosseini, S. F., Ramezanzade, L., & McClements, D. J. (2021). Recent advances in nanoencapsulation of hydrophobic marine bioactives: Bioavailability, safety, and sensory attributes of nano-fortified functional foods. *Trends in Food Science & Technology*, 109, 322-339. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1016/j.tifs.2021.01.045>
- Ishag, O., A. Khalid, A., Abdi, A., Yaagoub Erwa, I., Babiker Omer, A., & H. Nour, A. (2020). Proximate Composition, Physicochemical Properties and Antioxidant Activity of Flaxseed. *Annual Research & Review in Biology*, 1–10. <https://doi.org/10.9734/arrb/2019/v34i230148>
- Jafari, S. M., He, Y., & Bhandari, B. (2007). Optimization of nano-emulsions production by microfluidization. *European Food Research & Technology*, 225(5-6), 733. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1007/s00217-006-0476-9>
- Jimenez, E., Perez, T., Carrascal, J. R., & Rojas, T. A. (2016). Enrichment of Chicken Nuggets with Microencapsulated Omega-3 Fish Oil: Effect of Frozen Storage Time on Oxidative Stability and Sensory Quality. *Food and Bioprocess Technology*, 9(2), 285. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1007/s11947-015-1621-x>
- Kamal, A., y Yanishlieva, N. (2002). N-3 fatty acids for human nutrition: stability considerations. *EUROPEAN JOURNAL OF LIPID SCIENCE AND TECHNOLOGY*, 104(12), 825–836. <https://udlap.idm.oclc.org/login?url=https://search-ebshost-com.udlap.idm.oclc.org/login.aspx?direct=true&db=edsWSC&AN=000180113000008&lang=es&site=eds-live>
- Klinkesorn, U., Sophanodora, P., Chinachoti, P., y McClements, D. J. (2004). Stability and rheology of corn oil-in-water emulsions containing maltodextrin. *Food Research International*, 37(9), 851–859. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2004.05.001>
- Li, W., Zhou, W., Kim, E.-J., Shim, S. H., Kang, H. K., & Kim, Y. H. (2015). Isolation and identification of aromatic compounds in Lion's Mane Mushroom and their anticancer activities. *Food Chemistry*, 170, 336-342. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.08.078>
- Luu, M., Riester, Z., Baldrich, A., Reichardt, N., Yuille, S., Buseti, A., Klein, M., Wempe, A., Leister, H., Raifer, H., Picard, F., Muhammad, K., Ohl, K., Romero, R., Fischer, F., Bauer, C. A., Huber, M., Gress, T. M., Lauth, M., ... Visekruna, A. (2021). Microbial short-chain fatty acids modulate CD8 + T cell responses and improve adoptive immunotherapy for cancer. *Nature Communications*, 12(1), 4077. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1038/s41467-021-24331-1>

- Mis Solval, K., Bankston, J., Bechtel, P., & Sathivel, S. (2016). Physicochemical Properties of microencapsulated omega-3 salmon oil with egg white powder. *Journal of Food Science*, 81(3), 600-609.
- Moll, P., Salminen, H., Schmitt, C., & Weiss, J. (2021). Impact of microfluidization on colloidal properties of insoluble pea protein fractions. *European Food Research & Technology*, 247(3), 545-554. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1007/s00217-020-03629-2>
- Nakamura, K., O'Neill, A. M., Williams, M. R., Cau, L., Nakatsuji, T., Horswill, A. R., & Gallo, R. L. (2020). Short chain fatty acids produced by *Cutibacterium acnes* inhibit biofilm formation by *Staphylococcus epidermidis*. *SciRep*, 10, 21237. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-77790-9>
- Organización Mundial de la Salud [OMS], Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura [FAO]. (2021) CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD: CODEX ALEMENTARIUS, NORMA PARA GRASAS Y ACEITES COMESTIBLES NO REGULADOS POR NORMAS INDIVIDUALES. https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/es/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252Fstandards%252FCXS%2B19-1981%252FCXS_019s.pdf
- Pinedo, P., Arroyo, J. L., Herrera, O. y Cisneros, H. (2016). Efecto antiinflamatorio y antioxidante del aceite de *Linum usitatissimum* L. "linaza." CONOCIMIENTO PARA EL DESARROLLO, 7(1). <https://revista.usanpedro.edu.pe/index.php/CPD/article/view/64>
- Popa, V., Lukinich, A.T., Raba, D. y Dumbrava, G. (2012). Fatty acids composition and oil characteristics of linseed (*Linum Usitatissimum* L.) from Romania. *Journal of Agroalimentary Processes and Technology*, 18(2), 136-140
- Pudziuelyte, L., Marksa, M., Sosnowska, K., Winnicka, K., Morkuniene, R., Bernatoniene, J., Barreiro, M. F., & Fernandes, I. P. (2020). Freeze-Drying Technique for Microencapsulation of *Elsholtzia ciliata* Ethanolic Extract Using Different Coating Materials. *Molecules*, 25(9), 2237. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.3390/molecules25092237>
- Raddatz, G. C., & de Menezes, C. R. (2021). Microencapsulation and co-encapsulation of bioactive compounds for application in food: challenges and perspectives. *Ciência Rural*, 51(3), 1–8. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1590/0103-8478cr20200616>
- Rotondo, T. S., Wang, B., Luan, Y., Fiehn, O., Sun, F., & Michail, S. (2021). Reduced fecal short-chain fatty acids in hispanic children with ulcerative colitis. *Physiological Reports*, 9(14), 1–7. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.14814/phy2.14918>
- RUI XU. (2015). Important Bioactive Properties of Omega-3 Fatty Acids. *Italian Journal of Food Science*, 27(2), 1-7.

- Suganya, V., & Anuradha, V. (2017). Microencapsulation and nanoencapsulation: A Review. *International Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 9(3), 233-239. doi: 10.25258/ijpcr.v9i3.8324
- Sourdet, S., Relkin, P., y Cesar, B. (2003). Effects of milk protein type and pre-heating on physical stability of whipped and frozen emulsions. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 31(1-4), 55–64. [https://doi.org/10.1016/s0927-7765\(03\)00043-2](https://doi.org/10.1016/s0927-7765(03)00043-2)
- Stangierski, J., Rezler, R., Kawecki, K., & Peplińska, B. (2020). Effect of microencapsulated fish oil powder on selected quality characteristics of chicken sausages. *Journal of the Science of Food & Agriculture*, 100(5), 2043-2051. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1002/jsfa.10226>
- Toca, M. D. C., Burgos, F., Fernández, A., Giglio, N., Orsi, M., Sosa, P., Tabacco, O., Ursino, F., Ussher, F., & Vinderola, G. (2020). Gut ecosystem during infancy: The role of “biotics.” *Archivos Argentinos de Pediatría*, 118(4), 278–285. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.5546/aap.2020.eng.278>
- Tontul, I., & Topuz, A. (2014). Influence of emulsion composition and ultrasonication time on flaxseed oil powder properties. *Powder Technology*, 264, 54–60. doi:10.1016/j.powtec.2014.05.002
- Van Immerseel, F., Fievez, V., de Buck, J., Pasmans, F., Martel, A., Haesebrouck, F., & Ducatelle, R. (2004). Microencapsulated Short-Chain Fatty Acids in Feed Modify Colonization and Invasion Early After Infection with Salmonella Enteritidis in Young Chickens. *Poultry Science*, 83(1), 69-74. <https://doi.org/10.1093/ps/83.1.69>
- Velasco, J., Holgado, F., Dobarganes, C., & Márquez-Ruiz, G. (2009). Influence of relative humidity on oxidation of the free and encapsulated oil fractions in freeze-dried microencapsulated oils. *Food Research International*, 42(10), 1492–1500. 10.1016/j.foodres.2009.08.007
- Vesterlund, S., Salminen, K., & Salminen, S. (2012). Water activity in dry foods containing live probiotic bacteria should be carefully considered: a case study with *Lactobacillus rhamnosus* GG in flaxseed. *International journal of food microbiology*, 157(2), 319–321. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2012.05.016>
- William E. Acree, Jr., James S. Chickos, " Infrared Spectra " en NIST Chemistry WebBook, NIST Standard Reference Database Number 69, Eds. P.J. Linstrom and W.G. Mallard, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg MD, 20899, <https://doi.org/10.18434/T4D303>, (obtenido 2 abril 2024).
- Xiangqian Zhu, & Taneja, A. (2006). The trouble with omega-3 oils. *Functional Foods & Nutraceuticals*, 57, 26-28.
- Yang, J., Wen, C., Duan, Y., Deng, Q., Peng, D., Zhang, H., & Ma, H. (2021). The composition, extraction, analysis, bioactivities, bioavailability and applications in food system of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) oil: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 118, 252–260. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.09.025>

Yuqi Pang, Xu Duan, Guangyue Ren, & Wenchao Liu. (2017). Comparative Study on Different Drying Methods of Fish Oil Microcapsules. *Journal of Food Quality*, 1-7. <https://doi-org.udlap.idm.oclc.org/10.1155/2017/1612708>