

# UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA ANTONIO NARRO

## DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL



**Evaluación del efecto térmico sobre la actividad antioxidante de microcápsulas de gelatina- alginato cargadas con extracto de cáscara de nuez (*Carya illinoensis*)**

Por:

**GI SELA FERNADA PADILLA GARCÍA**

**TESIS**

Presentada como requisito parcial para obtener el título de:

**INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS**

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México.

Diciembre, 2021

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA "ANTONIO NARRO"  
DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL

Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos

Evaluación del efecto térmico sobre la actividad antioxidante de  
microcápsulas de gelatina-alginato cargadas con extracto de cáscara de nuez  
(*Carya illinoensis*)

TESIS

Presentada por

**GISELA FERNANDA PADILLA GARCÍA**

que somete a consideración del H. Jurado Examinador como requisito parcial para obtener el  
título profesional de

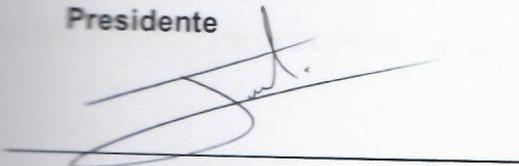
**INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS**

**A P R O B A D A**



Dr. Mario Alberto Cruz Hernández

Presidente



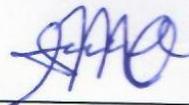
Dr. Josué Israel García López

Vocal



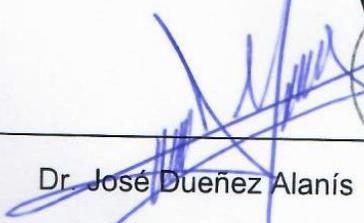
Dra. Sonia Noemí Ramírez Barrón

Vocal



Dr. Héctor Iván Meléndez Ortiz

Vocal



Dr. José Dueñez Alanís

**Coordinador de la División de Ciencia Animal**

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

Diciembre de 2021



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA "ANTONIO NARRO"**  
**DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL**

Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos

**Evaluación del efecto térmico sobre la actividad antioxidante de  
microcápsulas de gelatina-alginato cargadas con extracto de cáscara de nuez  
(*Carya illinoensis*)**

**T E S I S**

Presentada por

**GISELA FERNANDA PADILLA GARCÍA**

Y que somete a consideración del H. Jurado Examinador como requisito parcial para obtener el  
título profesional de

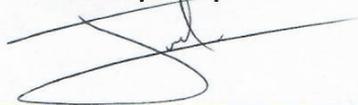
**INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS**

Fue dirigida por el siguiente comité



\_\_\_\_\_  
Dra. Sonia Noemí Ramírez Barrón

**Asesor principal**



\_\_\_\_\_  
Dr. Josué Israel García López

**Co-asesor**



\_\_\_\_\_  
Dr. Mario Alberto Cruz Hernández

**Co-asesor**



\_\_\_\_\_  
Dr. Héctor Iván Meléndez Ortiz

**Asesor externo**

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

**Diciembre de 2021**

## **AGRADECIMIENTOS**

Le agradezco a Dios por su infinito amor de haberme acompañado y guiado a lo largo de mi carrera. Por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sabiduría para afrontar todos los retos que me he propuesto.

A mi madre hermosa por apoyarme ya que siempre en los momentos más difíciles de mi vida siempre ha estado presente motivándome, por los valores que me ha inculcado y haberme dado la oportunidad de tener una excelente educación en el transcurso de mi vida. Sobre todo, por ser un gran ejemplo de vida a seguir, te amo mamita.

Quiero agradecer a la Universidad Autónoma Agraria Antonio por abrirme las puertas, por ser la sede de todo el conocimiento adquirido en estos años, y permitirme realizar todo el proceso experimental dentro de su establecimiento educativo.

De manera especial a mi tutor de tesis, por haberme guiado, no solo en la elaboración de este trabajo de titulación, sino a lo largo de mi carrera universitaria y haberme brindado el apoyo para desarrollarme profesionalmente y seguir cultivando mis valores.

Agradezco al Q.F.B. Luis Carlos Olvera Ríos por la colaboración brindada en el proceso de encapsulación y determinación de humedad.

Agradezco al Dr. Josué Israel García López por la colaboración brindada en el proceso de la determinación de la actividad antioxidante (ATS Y DPPH).

## **DEDICATORIAS**

A mi madre que siempre confió en mí y nunca me abandonó. Quien con su amor, paciencia y esfuerzo me han permitido llegar a cumplir hoy un sueño más, gracias por inculcar en mí el ejemplo de esfuerzo y valentía, de no temer las adversidades porque Dios está conmigo siempre.

A mi hermano ya que en momentos de debilidad a estado ahí apoyándome y brindándome palabras de aliento. Ustedes son lo más importante en mi vida ya que nunca bajaron los brazos para que yo tampoco lo hiciera aun cuando todo se complicaba, los amo.

## ÍNDICE GENERAL

---

<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
<b>2. Objetivos</b>	<b>2</b>
<b>2.1 Objetivo General</b>	<b>2</b>
<b>2.2 Objetivos específicos</b>	<b>2</b>
<b>3. Justificación</b>	<b>3</b>
<b>4. Antecedentes</b>	<b>4</b>
<b>4.1. Microcápsulas</b>	<b>4</b>
4.1.1. Métodos de obtención	5
4.1.2. Materiales para la obtención de microcápsulas	8
<b>4.2. Nuez</b>	<b>9</b>
4.2.1. Aplicaciones de la cáscara de nuez	13
4.2.2. Actividad antioxidante de extractos de cáscara de nuez	14
<b>5. Metodología</b>	<b>14</b>
<b>5.1. Localización del estudio</b>	<b>14</b>
<b>5.2. Acondicionamiento de cáscara de nuez</b>	<b>14</b>
<b>5.3. Optimización de la extracción de antioxidantes de cáscara de nuez</b>	<b>15</b>
5.3.1. Determinación de la actividad antioxidante de los extractos obtenidos	16
<b>5.4. Obtención de microcápsulas de alginato-gelatina</b>	<b>16</b>
5.4.1. Caracterización de microcápsulas cargadas con extracto de cáscara de nuez	17
5.4.2. Determinación de tamaño y morfología de las microcápsulas mediante microscopía óptica	17
5.4.3. Caracterización química mediante espectroscopía infrarroja (FT-IR)	17
5.4.4. Análisis termogravimétrico (TGA)	18
5.4.5. Determinación del mejor método de secado	18
5.4.6. Determinación de % de humedad	18
5.4.7. Determinación de Influencia del tipo de aguja en el tamaño de la microcápsula	19
5.4.8. Determinación del efecto térmico en las microcápsulas de alginato-gelatina en la actividad antioxidante	20
<b>5.5. Análisis estadístico</b>	<b>21</b>
<b>6. Resultados</b>	<b>21</b>

<b>6.1. Determinación de la capacidad antioxidante de los extractos de cáscara de nuez</b>	<b>21</b>
6.1.1. Determinación de 2,2-Difenil-1-Picrilhidrazilo (DPPH)	21
6.1.2. Determinación de TPTZ (2,4,6-tri(2-piridil)-s-triazina) y FeCl <sub>3</sub> (FRAP)	22
<b>6.2. Influencia de la longitud de la aguja en el tamaño de partícula</b>	<b>24</b>
<b>6.3. Caracterización de microcápsulas</b>	<b>25</b>
6.3.1. Determinación de la morfología y tamaño	25
6.3.2. Análisis termogravimétrico	28
6.3.3. Espectroscopía infrarroja (FT-IR)	29
6.3.4. Determinación de humedad	31
<b>5.3. Influencia de la temperatura en la capacidad antioxidante de los extractos microencapsulados</b>	<b>32</b>
5.3.3. Capacidad antioxidante ABTS	32
5.3.4. Capacidad antioxidante DPPH	34
<b>7. Conclusiones</b>	<b>36</b>
<b>8. Bibliografía</b>	<b>37</b>
<b>9. Anexos</b>	<b>40</b>
Anexo 1. Análisis de varianza de la capacidad antioxidante mediante FRAP de los extractos de cáscara de nuez con diferentes solventes	40
Anexo 2. Análisis de varianza de la capacidad antioxidante mediante DPPH de los extractos de cáscara de nuez con diferentes solventes.	40
Anexo 3. Análisis de varianza del tamaño de partícula de las microcápsulas obtenidas con diferentes concentraciones de gelatina-alginato	41

## ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura I. Diferencia entre microcápsulas y microesferas	5
Figura II. Taxonomía de nogal pecanero	10
Figura III. Obtención del extracto	15
Figura IV. Cápsulas con extracto de cáscara de nuez (alginato, 3:1 alginato- gelatina, 1:1 alginato – gelatina).	17
Figura V. Tipo de aguas utilizadas para determinar en el tamaño de la microcápsula	19
Figura VI. Morfología de las microcápsulas observadas en un microscopio óptico en ampliación 10 x	26

## ÍNDICE DE TABLAS

---

Tabla I. Composición química de la nuez.....	11
Tabla II. Contenido de vitaminas y minerales de la nuez .....	12
Tabla III. Contenido de lípidos de la nuez .....	12
Tabla VI. Diseño de experimentos utilizado para evaluar la influencia del calentamiento en la actividad antioxidante de las microcápsulas.....	20
Tabla V. Medición de las microcápsulas realizadas con agujas de 6 mm.....	27
Tabla VI. Medición de las microcápsulas realizadas con agujas de 8 mm.....	27
Tabla VII. Porcentaje de humedad en las muestras (MCA, MCAG (3:1), MCAG (1:1)..	31

## ÍNDICE DE GRÁFICAS

---

Gráfica I. Determinación de 2,2-difenil-1-picrilhidrazilo (dpph).....	22
Gráfica II. Determinación de frap .....	23
Gráfica III. Mediciones de las cápsulas con las agujas de 6mm .....	24
Gráfica IV. Mediciones de las cápsulas con las agujas de 8mm.....	25
Gráfica V. Análisis termogravimétrico de las microcápsulas de alginato y el alginato microencapsulado .....	29
Gráfica VI. Espectro infrarrojo de a) gelatina b) mca c) mcag d) alginato. ....	30
Gráfica VII. Capacidad antioxidante ABTS.....	33
Gráfica VIII. Determinación de la capacidad antioxidante (DPPH).....	35

## 1. Introducción

En la actualidad, existe un gran interés en la búsqueda de nuevas fuentes naturales de compuestos antioxidantes y el estudio de sus efectos una vez que son adicionados en distintos productos alimentarios. Se sabe que existe una cantidad significativa de compuestos fenólicos en los alimentos que se consumen habitualmente, como frutas, verduras, entre otros; y estas son responsables de su calidad sensorial y nutricional, por lo que hoy en día son ampliamente estudiados. (Toro Rojas, M. T. 2012).

Por otro lado, el gran desarrollo que ha alcanzado la actividad agroindustrial ha repercutido negativamente en el medioambiente. Uno de los principales efectos es el incremento en la generación de residuos, esto ha impulsado a buscar nuevas técnicas o métodos para el aprovechamiento de los residuos. Cada residuo generado en el proceso agroindustrial puede ser aprovechado en otras aplicaciones, como la obtención de ingredientes funcionales destinados a la mejora de alimentos para consumo humano o animal. Específicamente la cáscara ya que no son valorados como fuentes de aditivos funcionales para productos alimentarios, sin embargo, estos residuos son ricos en polifenoles y además poseen capacidad antioxidante y antimicrobiana, por lo que se hace imprescindible la búsqueda de nuevos métodos de obtención de estos compuestos bioactivos provenientes de residuos. (Toro Rojas, M. T. 2012).

Las micropartículas enriquecidas con polifenoles se pueden usar en el proceso de producción de alimentos para mejorar la estabilidad, textura, perfil de sabor, propiedades de nutrientes y defensa antimicrobiana de los alimentos que, en películas comestibles aplicadas como materiales de empaque con el objetivo de mejorar la actividad antimicrobiana y antioxidante, proporcionando más duración. (Dušanka A. Popović, 2019). Además, puede permitir un mejor manejo y enmascaramiento del sabor astringente que tienen la mayoría de los compuestos fenólicos. (Macías Cortés E., 2020). Por lo tanto, el objetivo del presente trabajo fue determinar el efecto térmico sobre la actividad antioxidante de microcápsulas de gelatina-alginato cargadas con extracto de cáscara de nuez.

## 2. Objetivos

### 2.1 Objetivo General

- ✚ Encapsular extractos acuosos de *Carya illinoensis* que y evaluar su efecto térmico sobre la actividad antioxidante de microcápsulas de gelatina - alginato cargadas con extracto de cáscara de nuez (*Carya illinoensis*).

### 2.2 Objetivos específicos

- ✚ Determinar cuál es el mejor solvente para la extracción de compuestos antioxidantes
- ✚ Optimizar el proceso de encapsulación de antioxidantes en una matriz de gelatina-alginato
- ✚ Evaluar el efecto térmico sobre la actividad antioxidante de microcápsulas de gelatina-alginato cargadas con extracto de cáscara de nuez (*Carya illinoensis*)
- ✚ Determinar el contenido de humedad de las cápsulas

### **3. Justificación**

En México el cultivo del nogal es una importante fuente de divisas y generadora de empleos. (NOHEMI D., 2019). Existen diversas variedades de nueces, sin embargo, el consumo de ellas nos atrae como consecuencia los residuos, dado el ritmo de su crecimiento, constituyen uno de los problemas más graves de la sociedad actual.

En la agroindustria frutícola, se generan dos tipos de residuos: líquidos y sólidos. Para efectos de esta investigación se enfocará en los residuos sólidos y de origen vegetal, ya que aplica al caso de estudio que es la cáscara de nuez. La cáscara de éste fruto, cuando se desarrolla forma tres capas epicarpio, mesocarpio y endocarpio, que cuando es sometida al proceso de pelado se desecha el endocarpio (cáscara) que es de textura dura y arrugada (Marte Rosario, 2011). En caracterización química de la cáscara de la nuez, se puede mostrar que contiene alto contenido en potasio y calcio, y una menor cantidad de fósforo y sodio (Bustamante Puel, 2020).

Por lo tanto, el propósito principal de esta investigación es estudiar la posibilidad de la incorporación del extracto encapsulado ya que su función es proteger a los antioxidantes de la descomposición obtenida de la cáscara de la nuez, para su implementación en la industria alimentaria con la intención de aprovechar este residuo que la naturaleza concede y con esto lograr la disminución de los residuos.

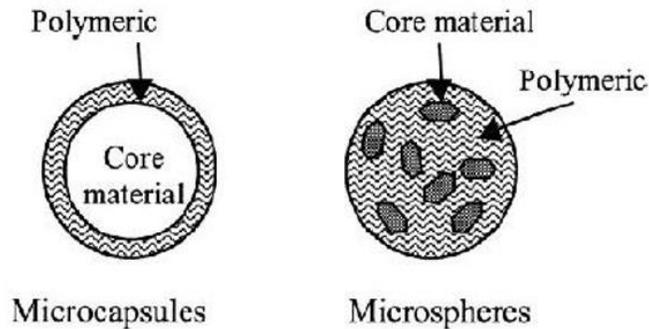
## **4. Antecedentes**

### **4.1. Microcápsulas**

La microencapsulación consiste en la aplicación de una cubierta delgada sobre pequeñas partículas de sólido, gotitas de líquido o de dispersiones, con el objeto de proteger algunos materiales, separarlos o facilitar su almacenamiento y manipulación. De esta forma el material queda cubierto de manera individual y es así protegido del ambiente y de agentes externos. También puede tener por finalidad provocar la cesión de la sustancia recubierta en condiciones particulares o en forma diferida o prolongada. Estas condiciones necesarias para la cesión, pueden ser la humedad, el pH, la fuerza física o la combinación de ellas. (Herranz Gómez, G., 2016)

Dentro del término de microencapsulación, se incluyen las microcápsulas y las micropartículas. La diferencia entre estos dos productos reside en la que se encuentra el material que queremos encapsular. El término “microcápsula” se debe utilizar para describir partículas en el que el núcleo que contiene el material está completamente rodeado por una cubierta de polímero. El núcleo puede ser sólido, líquido o gas; la cáscara es una capa polimérica continua, porosa o no porosa. Por otro lado, “microesferas” se definen como macropartículas donde la sustancia homogéneamente se disuelve o dispersa en la matriz polimérica. Estos sistemas de suministro monolíticos también pueden ser descritos como soluciones sólidas o dispersiones sólidas del material en una matriz polimérica a microescala. Las microesferas muestran diferentes propiedades de liberación en comparación con microcápsulas verdaderas y una función adicional es que no puede haber una explosión de la sustancia debido a la ruptura de la cascara. (Herranz Gómez, 2016)

Figura I. Diferencia entre microcápsulas y microesferas



Las partículas que se recubren en la microencapsulación tienen un tamaño que varía entre unos pocos y alrededor de 200 micrones; sin embargo, algunos autores extienden el tamaño hasta partículas del orden de los 5000 micrones. En general todas las partículas que tengan un tamaño inferior a 1 mm serán consideradas microcápsulas, en cambio, cuando las partículas poseen un tamaño inferior a 1  $\mu\text{m}$ , el producto resultante del proceso de microencapsulación recibe la denominación de “nanoesferas”, “nanopartículas” o “nanocapsulas”. (Herranz Gómez, 2016).

#### 4.1.1. Métodos de obtención

##### 1. Secado por atomización

El método de encapsulación de secado por atomización (spray drying) es muy utilizado en la encapsulación de aromas y volátiles. Este proceso permite el uso de una amplia gama de materiales para encapsular, da una buena estabilidad al producto acabado y presenta buen rendimiento del proceso de modo continuo. El proceso conlleva la dispersión de la sustancia a encapsular en el agente encapsulante, seguido de una atomización de la muestra en una cámara a alta temperatura. Las microcápsulas resultantes son transportadas a un ciclón separador para su recuperación. La formación de una emulsión estable es importante a la hora de encapsular aromas. La retención de volátiles en el secado por atomización depende de las propiedades fisicoquímicas del material

encapsulante, del compuesto a encapsular, del contenido en sólidos de la emulsión y de la temperatura de procesado. (Hernández Sánchez, P., 2011).

## 2. Secado por congelamiento/enfriamiento

Esta técnica involucra la dispersión del material a encapsular en una grasa fundida o cera (agente encapsulante), esta dispersión es atomizada por medio de aire frío, esta reducción de temperatura produce una solidificación del lípido de pared y el atrapamiento de la sustancia activa en el centro de la cápsula. En la aspersion por congelamiento, el material de cubierta es derretido y atomizado a través de una boquilla neumática en un recipiente, generalmente este contiene un baño de hielo de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), (temperatura -50°C) en una cama fluidizada derretida. Así, las gotas se adhieren sobre las partículas y forman una película de cubierta solidificada. Estos procesos son adecuados para la protección de algunos materiales hidrosolubles, que de otro modo pueden volatilizarse o dañarse durante el procesamiento térmico. (Castillo, J., 2018)

## 3. Recubrimiento en lecho fluidizado

Esta técnica es útil cuando el material central son partículas sólidas, las cuales se localizan en una cámara con corriente de aire hacia arriba donde el recubrimiento se atomiza. Las partículas hacen ciclos aleatorios dentro de la cámara con el fin de recibir sucesivas capas delgadas, lo que posibilita la aplicación de diferentes tipos de material de recubrimiento. Sin embargo, la aspersion es el de mayor aplicación en la industria de alimentos porque ofrece mayor versatilidad y altos volúmenes de producción. (Aldana, A.,2004).

## 4. Extrusión

La microencapsulación por extrusión involucra el paso de una emulsión del material activo y el material pared a través de un dado a alta presión. La extrusión constituye el segundo proceso más usado, después del secado por aspersion, para la encapsulación de sabores. Un proceso típico involucra la mezcla de

sabores con jarabe de maíz o almidón modificado caliente, extrudiendo la mezcla en forma de esferitas (pellets) dentro de un baño con un disolvente frío como el isopropanol. El disolvente frío solidifica el jarabe en un sólido amorfo, bañando los sabores. (Parra Huertas, 2010).

#### 5. Extrusión centrífuga

Es un tipo de tecnología de extrusión que se utiliza muy comúnmente en los procesos de micro-encapsulación, para su aplicación utilizan boquillas que consisten en orificios concéntricos, en donde la solución de polímero acuoso calentado fluye a través del tubo exterior y el aceite a encapsular fluye a través del tubo interior y, finalmente, los fluidos se descargan en un flujo de movimiento del fluido portador; el tamaño de las microcápsulas obtenidas por este método son de 500 a 1.000 micras, siendo estas microcápsulas de tamaño grandes para ser incorporadas en alimentos, ya que las partículas por encima de aproximadamente 100 micras impacta sensación en la boca. (Córdoba Leyton, M. M.)

#### 6. Coacervación

Es un método físico-químico que se basa en la separación de fases, consiste en tres pasos:

1. Formación de un sistema de tres fases químicamente inmiscibles (una fase líquida o fase continua, un material a recubrir y un material de cobertura o de pared).

2. Deposición del material polimérico líquido que formará la cubierta sobre el material a cubrir.

3. Solidificación de la cubierta. Con esta técnica, se pueden obtener microcápsulas esféricas muy pequeñas, de hasta de 4  $\mu\text{m}$  y con una carga de material a encapsular de alrededor del 90%. Además, proporcionan una buena protección contra las pérdidas por volatilización y contra la oxidación. (Villena, M., 2009).

## 7. Liofilización

Este proceso de deshidratación se realiza a temperaturas y presiones bajas garantizando así alta retención de compuestos volátiles. Es un método simple y suave, pero con un largo período de deshidratación, además las cápsulas presentan una estructura porosa que facilita la interacción con el medio ambiente. Se utiliza para la encapsulación de esencias solubles en agua, aromas naturales y drogas. (Aldana, A.,2004).

## 8. Liposomas

Son partículas microscópicas hechas de lípidos y agua principalmente. Son estructuras compuestas de una bicapa de lípidos que engloban un volumen acuoso. Se elaboran con moléculas anfifílicas que poseen sitios hidrofóbicos, por ejemplo, fosfolípidos como la lecitina. En la fase acuosa se coloca en material a encapsular cuando es hidrofílico o bien se agrega en el solvente orgánico donde se disuelven los fosfolípidos, si es lipofílico. (Villena, M., 2009).

### 4.1.2. Materiales para la obtención de microcápsulas

Existen diferentes tipos de materiales utilizados para realizar las microcápsulas, además, estos se van ampliando ya que van surgiendo nuevos materiales y aplicaciones. Los materiales se dividen en diferentes grupos según la función que tengan en el proceso:

- Agentes encapsulantes: Es el material del cual está hecha la cobertura de la microcápsula y el encargado de proteger al componente activo. El tipo de agente encapsulante empleado tendrá influencia sobre la estabilidad de la emulsión antes de secar, sobre el tamaño de partícula, las propiedades y sobre la vida útil del material encapsulado deshidratado. Se pueden dividir en distintas categorías:
  1. Ceras y lípidos: Parafinas, diglicéridos, monoglicéridos, aceites, grasas, ácido, trisetearina.
  2. Proteínas: Gluten, caseína, albumina, gelatina.

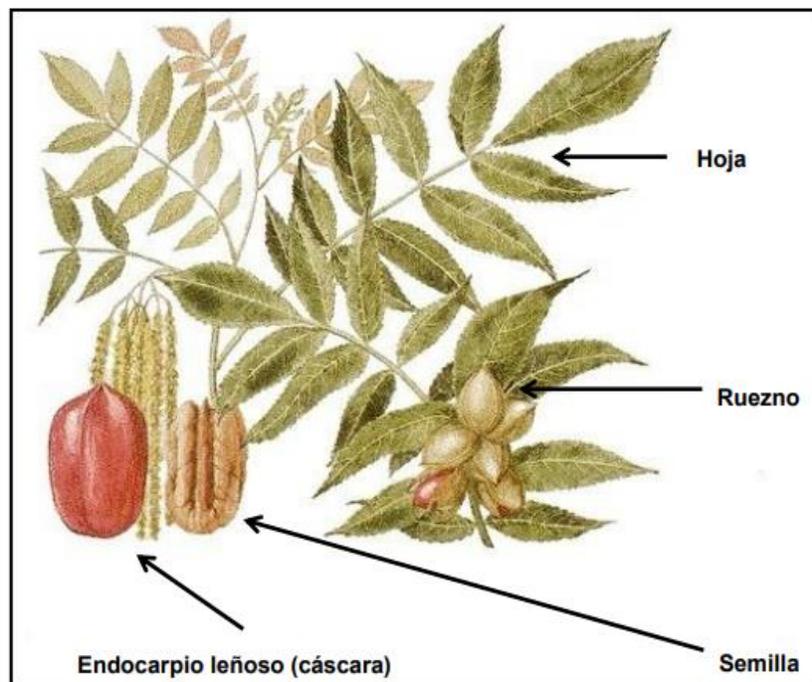
3. Carbohidratos: Almidón, dextranos, sacarosa, jarabes de maíz.
  4. Polímeros: Polipropileno, polibutadieno, poliestireno.
  5. Gomas: Agar, alginato de sodio, goma arábiga.
- Agentes activos: Es el material que se quiere encapsular. - Disolventes: Para disolver bien las sustancias activas empleadas y que, además, sean relativamente miscibles con agua como el acetato de etilo, la acetona o el metanol.
  - Emulsionantes: Encargados de facilitar el proceso de emulsión de los ingredientes. Algunos ejemplos son los coloides poliméricos hidrofóbicos, surfactantes no iónicos, alcohol polivinílico o similares.
  - Tensioactivos: Influyen por medio de la tensión superficial en la superficie de contacto entre dos fases. Hay diversos como el SDS o el SMA.
  - Reticulantes: se utilizan para mejorar las propiedades físicas de la microcápsula y actúan uniendo las diversas moléculas entre sí para mejorar la solidez y estabilidad de las microcápsulas. Algunos ejemplos son el glutaraldehído o el formaldehído.
  - Antiespumantes: Para evitar la generación de espuma, los más destacados urea, glicerol y propilenglicol).  
(Herranz Gómez, 2016.)

#### 4.2. Nuez

La nuez es un fruto comestible y de importancia económica. En términos botánicos un fruto es definido como el órgano de una planta que se forma a partir del ovario de la flor tras la fecundación y que generalmente contiene a las semillas. Al madurar, las paredes del ovario se desarrollan y forman el pericarpio, constituido por tres capas: epicarpo, mesocarpo y endocarpo, mientras que los óvulos se transforman en semillas. En el caso

de la nuez, el fruto es sometido a un proceso de pelado, en el que se desecha el epicarpo y mesocarpo, siendo la nuez que se comercializa una parte del fruto: el endocarpio (“cáscara”), de textura dura, lignificado y arrugado, compuesto por dos 2 valvas, con su interior dividido incompletamente en dos o cuatro celdas y la semilla (fracción comestible) con dos o cuatro lóbulos. Vulgarmente, en el lenguaje productivo-comercial, se denomina “cascos” a las valvas del endocarpio y “pepita”, “pepa” o “pulpa” a la semilla. Ésta puede extraerse en dos mitades denominados "mariposas" (o media mariposa, si de la pepa de la nuez se extraen cuatro cuartos). La semilla está cubierta por un tegumento o piel que puede presentar distintas tonalidades, desde claras a oscuras. (Parra, 2008).

Figura II. Taxonomía de nogal pecanero



Fuente: Lloyd-Jones, s.a.

➤ Composición química

Las nueces tienen gran valor nutritivo. Son una importante fuente de lípidos (65,2%), proteínas (15,2%) e hidratos de carbono (13,7%). Aportan al organismo alrededor de 650 kilocalorías cada 100 gramos de producto. (Parra, 2008)

Otra característica significativa es el contenido de vitaminas y minerales. Entre las primeras se destacan los folatos y la vitamina A, aunque también es importante el contenido de vitamina E, con comprobada acción antioxidante (reduce el deterioro de las células del cuerpo). Estudios

Tabla I. Composición química de la nuez

COMPUESTO	UNIDAD	VALOR CADA, 100 GRAMOS
Agua	g	4,07
Energía	Kcal	654
Proteínas	g	15,23
Lípidos totales	g	65,21
Cenizas	g	1,78
Hidratos de carbono	g	13,71
Fibra	g	6,7

recientes comprueban que ésta última disminuye el riesgo de trastornos cardiovasculares, además de algunos cánceres. Sin embargo, no sólo la vitamina E es antioxidante, las vitaminas en general desempeñan esta misma función. Respecto a su perfil de minerales, son importantes las cantidades que presenta de potasio, fósforo, magnesio y calcio, elementos cuyo déficit puede provocar diversos trastornos, ya que forman parte de la estructura ósea y dental, regulan el balance de agua dentro y fuera de la célula e intervienen en la excitabilidad nerviosa y en la actividad muscular, entre otras funciones. (Parra, 2008)

Tabla II. Contenido de vitaminas y minerales de la nuez

VITAMINAS			MINERALES		
Compuesto	Unidad	Valor cada 100 gramos	Compuesto	Unidad	Valor cada 100 gramos
Vitamina C	Mg	1,30	Calcio	mg	98
Tiamina	Mg	0,34	Hierro	mg	2,91
Riboflavina	Mg	0,15	Magnesio	mg	158
Niacina	Mg	1,13	Fósforo	mg	346
Ácido pantoténico	Mg	0,57	Potasio	mg	441
Vitamina B6	Mg	0,54	Sodio	mg	2
Folatos	mcg	98	Zinc	mg	3,09
Vitamina A, IU	IU	20	Cobre	mg	1,59
Vitamina E	Mg	0,70	Magnesio	mg	3,41
Vitamina K	mcg	2,70	Selenio	mcg	4,9

Una mención especial merece la composición de lípidos de las nueces, que muestra nada despreciables cantidades de grasas monoinsaturadas y una importante cantidad de grasas poliinsaturadas. Las primeras, consumidas en cantidad suficiente protegen nuestro sistema cardiovascular; reducen los niveles de colesterol total en sangre. Las segundas también colaboran con la reducción del colesterol total y los niveles de triglicéridos en sangre, además de presentar acción antiagregante plaquetaria (reducen el riesgo de formación de trombos o coágulos). (Parra, 2008)

Tabla III. Contenido de lípidos de la nuez

LÍPIDOS		
Compuesto	Unidad	Valor cada 100 gramos
Ácidos grasos saturados	g	6,13
Ácidos grasos monoinsaturados	g	8,93
Ácidos grasos poliinsaturados	g	47,17

#### 4.2.1. Aplicaciones de la cáscara de nuez

- ✓ Industria de las pinturas y tinturas

De las dos capas externas del fruto de la nuez se obtiene un colorante denominado “nogalina”. Se utiliza para teñir muebles. El aceite extraído a altas temperaturas es utilizado como base de ciertas pinturas y tintas. (Parra, 2008)

- ✓ Fitoterapia

Las hojas y las dos capas externas del fruto de la nuez contienen abundantes taninos que le confieren su propiedad fuertemente astringente; así como derivados quinónicos, el más importante de los cuales se denomina “juglona”, sustancia amarga que le confiere propiedades antisépticas, cicatrizantes, tónicos, vermífugas e hipoglucemiantes. (Parra, 2008)

- ✓ Los residuos de la cáscara de nuez pecana como refuerzo de materiales bioplásticos.

Un residuo agroindustrial poco aplicado como relleno de materiales bioplásticos es la cáscara de nuez pecana, la cual tiene una ventaja para los biocompuestos que quieran utilizarse en aplicaciones que requieran una alta estabilidad dimensional. La elaboración de biocompuestos a partir de la cáscara de nuez y ácido poliláctico pueden ser considerados para la fabricación de envases por ser un material totalmente biodegradable, además, de darle un uso al principal residuo de la nuez pecana. (Sanchez Acosta, 2017).

#### **4.2.2. Actividad antioxidante de extractos de cáscara de nuez**

Las vitaminas E y C, carotenos, así como diferentes polifenoles proporcionan la actividad antioxidante en frutas y vegetales. La medición individual de los antioxidantes no permite conocer con certeza la actividad antioxidante total de una preparación, compuesto o fluido biológico, por los efectos sinérgicos que puedan establecerse entre los antioxidantes presentes en él. Las diversas metodologías desarrolladas para determinar el potencial de la actividad antioxidante son de inhibición. En estas mediciones se usa una especie generadora de radicales libres y una sustancia que estabiliza a estas especies para estimar la actividad antioxidante y disponer de una herramienta de laboratorio para recomendar el consumo de alimentos que muestren una actividad antioxidante aceptable. Al ser añadida la muestra, su actividad antioxidante inhibe la generación de estos radicales. La determinación de la actividad antioxidante de los compuestos fenólicos presentes en los alimentos, se realiza a partir de algunos compuestos cromógenos, como los radicales ABTS\*\* y DPPH. (Téllez Escobedo, 2013).

### **5. Metodología**

#### **5.1. Localización del estudio**

El proyecto se llevó a cabo en la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro, Unidad Saltillo en el Departamento de Ciencias Básicas, División de Ingeniería, Ubicada en la ex hacienda Buenavista, municipio de Saltillo, Coahuila, a 7 km al sur de esta ciudad, sobre la carretera 54 (Saltillo – Zacatecas). Se localiza entre las coordenadas geográficas 25° 22´ de latitud norte y 101° 02´ longitud oeste y a una altitud de 1742 msnm.

#### **5.2. Acondicionamiento de cáscara de nuez**

La nuez seca fue obtenida de la ciudad de Parras, Coahuila, posteriormente, se comenzó por separar la cáscara de la nuez seca del fruto para su posterior molienda en un molino

micropulverizador de bolas marca Fritsch modelo Pulverisette 6. La siguiente etapa de la investigación fue efectuada en el Laboratorio de Bioquímica UAAAN, en la cual, el polvo obtenido de la molienda, fue pasado por tamices Tyler número 60, con abertura de 250  $\mu\text{m}$  (Núñez, 2008) hasta obtener un polvo fino, eliminando las partículas más grandes.

### 5.3. Optimización de la extracción de antioxidantes de cáscara de nuez

Se realizaron 3 experimentos usando agua y etanol como solvente. En el experimento 1, se agregaron 2 gramos de la cáscara de nuez molida y 200 ml de agua en un matraz bola de fondo redondo (dos bocas) a una temperatura de 80° C por 4 horas en reflujo constante, de la misma forma en el experimento 2 se agregó la misma cantidad de cáscara de nuez en 200 mL pero esta vez usando como solvente etanol, finalmente en el experimento 3 se pesaron 2 g de cáscara de nuez y esta vez se le agregaron 200 mL de una mezcla 1:1 de etanol-agua . Luego en todos los casos que la mezcla de reacción se enfrió, se procedió a filtrar la muestra (utilizando un embudo, un vaso de precipitado y un soporte universal) y así obtener el extracto.

Figura III. Obtención del extracto



### **5.3.1. Determinación de la actividad antioxidante de los extractos obtenidos**

Se pesaron 0.004 gr ABTS y se agregaron 1 ml de agua en un tubo ensaye con tapa rosca, posteriormente se pesaron 0.007 gr de persulfato potásico aforado en 10 ml de agua. Una vez teniendo los reactivos listos se mezclaron 1 ml de cada uno y se dejó reposar por 12 horas en oscuridad antes de realizar la lectura, teniendo en cuenta que el tiempo de reposo no debe de exceder más de 16 horas.

Una vez que transcurrió el tiempo se agrega la mezcla en un matraz de 100 ml y se agrega aproximadamente 50 ml de metanol al 80 % hasta obtener una absorbancia de 1 (el blanco es metanol al 80 %). A continuación, se prepararon las muestras con 0.05 ml de extracto y se agregan 1.5 ml de reactivo y se deja reaccionar en oscuridad por 30 min., para que finalmente se proceda a leer absorbancia a 734 nm.

### **5.4. Obtención de microcápsulas de alginato-gelatina**

En un vaso precipitado se agregaron 0.5 g de gelatina y 20 ml de agua para calentarlo a 70°C con la finalidad de poderla disolver. En otro vaso precipitado se agregaron 77 ml de agua y 2.5 g alginato agitando constantemente por 20 min para poderla disolver. Teniendo listas las dos mezclas se agregaron en un mismo recipiente y en otro se mezclaron en agitación constante 10 ml de CaCl<sub>2</sub> a 0.2m con 10 ml de extracto que sería la muestra a encapsular. Repetimos el procedimiento lo cual solo cambio en las concentraciones ya que en esta ocasión solo se agregaron 1:1 g de alginato- gelatina para la encapsulación. Después se realizó la última encapsulación utilizando únicamente 3 g de alginato disueltos en 97 ml de agua para encapsular 10 ml de CaCl<sub>2</sub> a 0.2m mezcladas en agitación constante 10 ml de extracto.

#### 5.4.1 Caracterización de microcápsulas cargadas con extracto de cáscara de nuez

Figura IV. Cápsulas con extracto de cáscara de nuez (alginato, 3:1 alginato- gelatina, 1:1 alginato – gelatina).



#### 5.4.2. Determinación de tamaño y morfología de las microcápsulas mediante microscopía óptica

El tamaño de partícula de las microcápsulas fue medido usando un microscopio óptico marca provisto de adaptador digital Dino-lite AM3111 0.3MP, para obtener las imágenes y mediciones correspondientes.

#### 5.4.3. Caracterización química mediante espectroscopía infrarroja (FT-IR)

Las microcápsulas cargadas con los extractos fueron caracterizadas mediante FT-IR, para observar las bandas características de los grupos funcionales presentes en los extractos y el encapsulado. El análisis se llevó a cabo en un espectrómetro Nicolet Magna 5500. Los espectros infrarrojos de las micropartículas se obtuvieron mediante ATR.

#### **5.4.4. Análisis termogravimétrico (TGA)**

Los instrumentos de análisis termogravimétrico (TGA) pueden medir una serie de parámetros como pérdida de humedad, descarboxilación, pirolisis, pérdida de solvente, pérdida de plastificante, oxidación y descomposición de biomasa u otras sustancias. El funcionamiento de este aparato se basa en el cambio de masa de la muestra con el cambio de temperatura o tiempo. (Basu, 2018).

Esta técnica se llevó a cabo en un equipo TGA labSys evo (Setaram Instrumentation). En el cual se colocaron alrededor de 10 mg de las microcápsulas en una celda de aluminio, a una velocidad de calentamiento de 10 °C /min, desde temperatura ambiente hasta 800 °C en una atmósfera de nitrógeno.

#### **5.4.5. Determinación del mejor método de secado**

Para determinar cuál es el mejor método de secado, se secaron las microcápsulas obtenidas mediante 3 métodos: secado a temperatura ambiente, secado por liofilización y secado en horno, posteriormente se realizaron 10 mediciones de las microcápsulas en un microscopio óptico siguiendo la metodología que se describió anteriormente en el apartado **5.4.2**.

#### **5.4.6. Determinación de % de humedad**

Para la determinación de la humedad se pesó la muestra la cual eran las cápsulas que se habían hecho (etanol, etanol/ agua, agua, alginato/gelatina (3:1), alginato/ gelatina (1:1)), posteriormente pesamos el crisol. Teniendo el peso de los crisoles y las muestras procedimos a colocar la muestra dentro del crisoles que se encontraban roturados. Se calentó por 3 horas a 100° C en la estufa, después de haber transcurrido ese tiempo se volvieron a pesar los crisoles en la báscula con el fin de tener un peso constante. Para

que posteriormente con los datos obtenidos se llevara a cabo la siguiente fórmula para la determinación de humedad:

#### FÓRMULA

$$X_p (\%) = \left[ \frac{0.5 g - cw}{0.5 g} \right] * 100$$

#### 5.4.7. Determinación de Influencia del tipo de aguja en el tamaño de la microcápsula

Para determinar la influencia del tipo de aguja utilizada en el método por goteo se utilizaron dos diferentes las cuales fueron: 31 G x 6mm y 31 G x 8mm. Posteriormente se determinó el tamaño de partícula usando un microscopio óptico y realizando 10 mediciones de las microcápsulas siguiendo la metodología que se describió anteriormente en el apartado 5.4.2.

Figura V. Tipo de aguas utilizadas para determinar en el tamaño de la microcápsula



#### 5.4.8. Determinación del efecto térmico en las microcápsulas de alginato-gelatina en la actividad antioxidante

Para determinar el efecto térmico en las muestras obtenidas, las cuales corresponden a las microcápsulas de alginato cargadas con el extracto etanólico de nuez (MCA), las microcápsulas de alginato-gelatina en proporción 1:1 cargadas con el extracto etanólico de nuez (MCAG (1:1)), y las microcápsulas de alginato-gelatina en proporción 3:1 cargadas con el extracto etanólico de nuez (MCAG (3:1)) se sometieron a 3 diferentes temperaturas (100, 150 y 200 °C) y tiempos (1 y 2 h) quedando así en total 18 tratamientos diferentes.

Tabla VI. Diseño de experimentos utilizado para evaluar la influencia del calentamiento en la actividad antioxidante de las microcápsulas

Muestra	TIEMPO (h)	TEMPERATURA (°C)
MCA	1, 3	100, 150, 200
MCAG (1:1)		
MCAG (3:1)		

Como control también se evaluó el Tiempo 0, lo cual consiste en no someter las cápsulas a ninguna temperatura. Una vez listas las muestras se procedió a triturarlas para después agregarlas a un vaso de precipitado que contenía 20 ml de Citrato de sodio 0.2M en agitación constante. Después de 20 min se filtró la muestra y se almacenó en refrigeración hasta la determinación de la capacidad antioxidante por el método fe FRAP, ABTS y descritos anteriormente.

## 5.5. Análisis estadístico

Todos los experimentos fueron llevados a cabo por triplicado y se analizó el grado de significancia entre varias medias mediante análisis de varianza (ANOVA) a un nivel de  $P < 0.05$ .

Para la determinación del efecto térmico en las microcápsulas se aplicó un diseño factorial completo de dos niveles para el diseño de experimentos. Todos los tratamientos se llevaron a cabo por triplicado y se analizó el grado de significancia entre varias medias mediante análisis de varianza (ANOVA) a un nivel de  $P < 0.05$ .

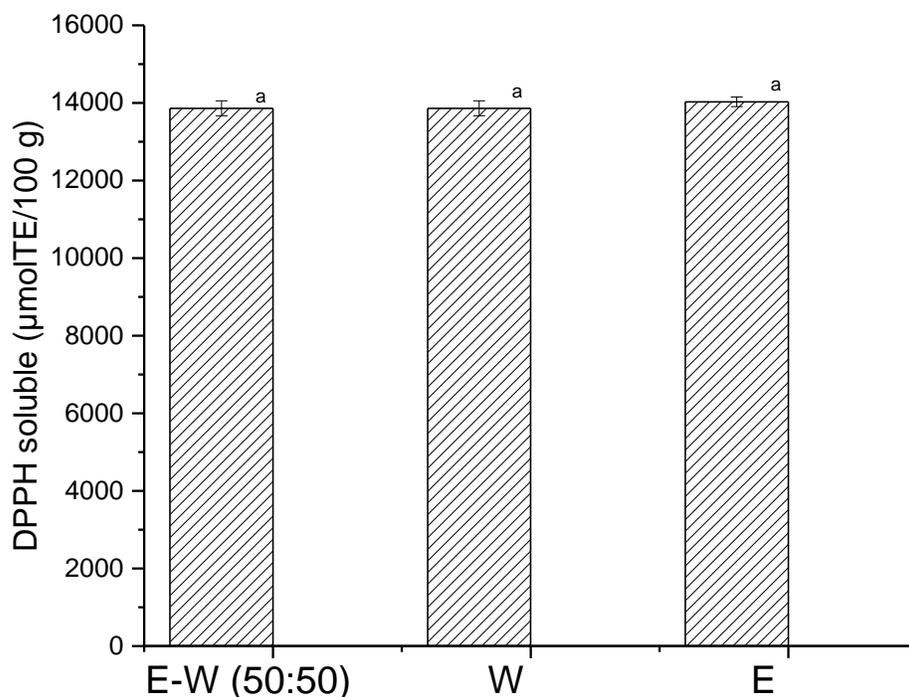
## 6. Resultados

### 6.1. Determinación de la capacidad antioxidante de los extractos de cáscara de nuez

#### 6.1.1. Determinación de 2,2-Difenil-1-Picrilhidrazilo (DPPH)

Como se mencionó anteriormente, se realizaron 3 diferentes extractos con etanol (E), agua (W) y etanol-agua (50:50) de cáscara de nuez. El análisis mediante DPPH muestra que todos los extractos poseen alta capacidad antioxidante de 13860  $\mu\text{mol TE}/100\text{g}$  cuando el solvente de extracción es E-W, 13861.66  $\mu\text{mol TE}/100\text{g}$  cuando el solvente de extracción es W y 14028.33  $\mu\text{mol TE}/100\text{g}$  cuando el solvente es etanol. No se muestran diferencias significativas en ningún tratamiento según el análisis estadístico realizado. Según lo reportado por Pinheiro do Prado y col. (2009) se obtuvo una capacidad antioxidante al realizar un extracto similar con agua, esto puede ser debido a que, en esa investigación, el tiempo de extracción fue muy corto (10 min) en comparación con lo reportado en el presente trabajo (2h).

Gráfica I. Determinación de 2,2-difenil-1-picrilhidrazilo (DPPH)



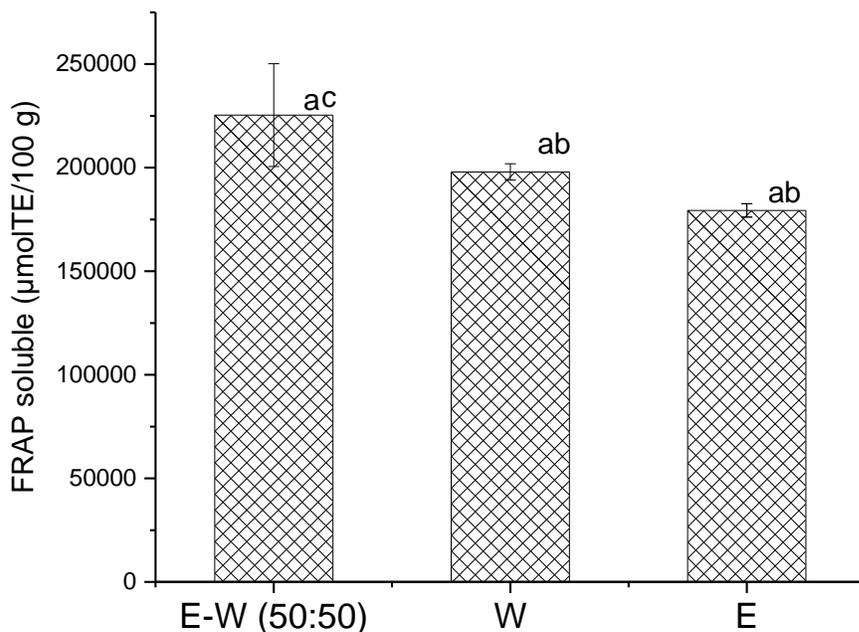
Los valores representan la media y la desviación estándar de los tratamientos. Las medias con una letra común no son significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.5$ )

### 6.1.2. Determinación de TPTZ (2,4,6-tri(2-piridil)-s-triazina) y FeCl<sub>3</sub> (FRAP)

El procedimiento se siguió de acuerdo al método descrito por (Benzie, I. F. F., 1996) método FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power). El método FRAP se fundamenta en la reducción del hierro férrico (Fe<sup>+3</sup>) presente en el reactivo de FRAP hasta la forma ferrosa (Fe<sup>+2</sup>) por presencia de antioxidantes. Reactivo FRAP: buffer ácido acético-acetato de sodio (pH 3,6), TPTZ (2,4,6-tri(2-piridil)-s-triazina) y FeCl<sub>3</sub>. Se genera una coloración azul, de intensa proporcionalidad a la capacidad reductora de la muestra (se genera un complejo ferroso-TPTZ) que puede cuantificarse por colorimetría (593nm) en base a un patrón de sulfato ferroso. (Rioja Antezana, 2018). Se realizaron 3 diferentes

extractos con etanol (E), agua (W) y etanol-agua (50:50) de cáscara de nuez los cuales ya se habían mencionado anteriormente. La Determinación de TPTZ (2,4,6-tri(2-piridil)-s-triazina) y FeCl<sub>3</sub> (FRAP) muestra que los extractos E-W poseen alta capacidad antioxidante cuando el solvente es etanol- agua (50: 50). Cuando el solvente de extracción es etanol la capacidad antioxidante disminuye, pero es más perceptible la disminución cuando el solvente es agua.

Gráfica II. Determinación de FRAP

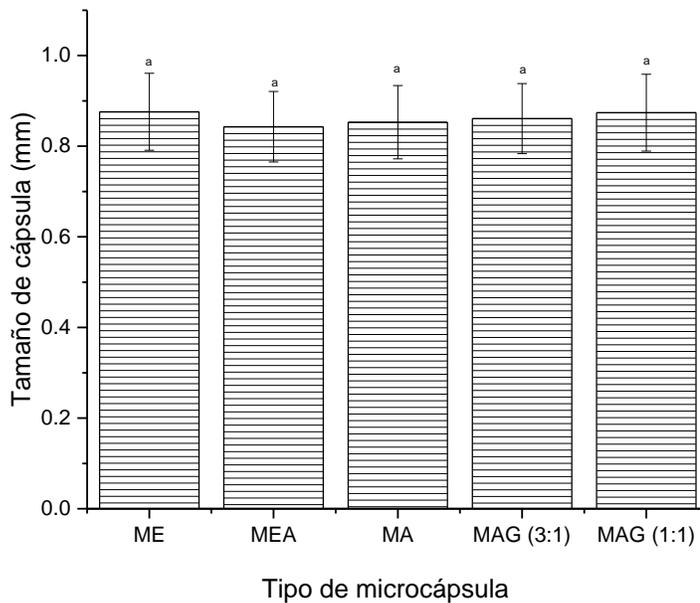


Los valores representan la media y la desviación estándar de los tratamientos. Las medias con una letra común no son significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.5$ )

## 6.2. Influencia de la longitud de la aguja en el tamaño de partícula

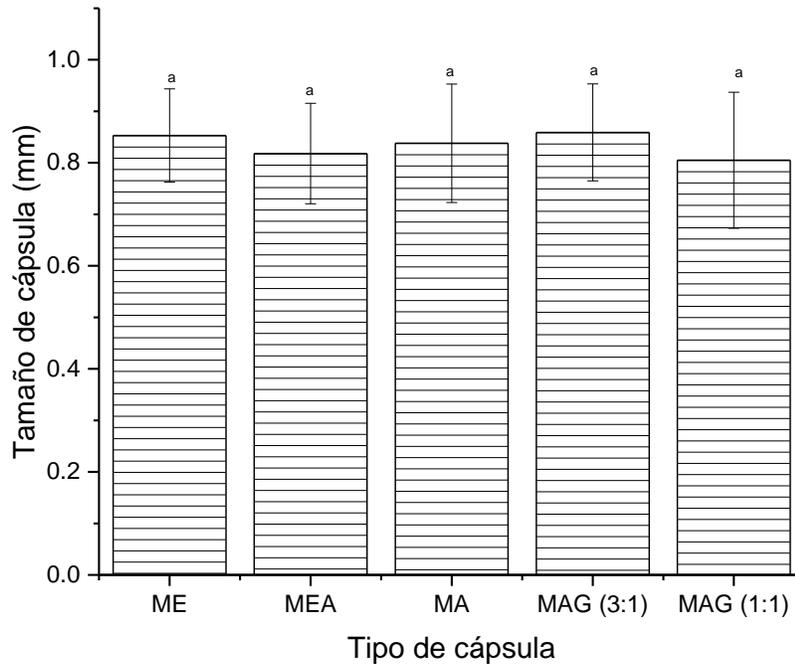
Los resultados muestran que las diferentes longitudes de la aguja no afectan el tamaño de la partícula como lo muestra la figura x y z, presentadas a continuación. Según diversos autores el tamaño de distribución de partículas poliméricas preparadas por gelación iónica, también se ven influenciadas por la relación de masa entre las dos matrices (Caetano y col. 2016) (gelatina-alginato) y por su peso molecular, sin embargo, no se encontraron diferencias significativas en ninguno de los casos.

Gráfica III. Mediciones de las cápsulas con las agujas de 6mm



Los valores representan la media y la desviación estándar de los tratamientos. Las medias con una letra común no son significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.5$ )

Gráfica IV. Mediciones de las cápsulas con las agujas de 8mm



Los valores representan la media y la desviación estándar de los tratamientos. Las medias con una letra común no son significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.5$ )

### 6.3. Caracterización de microcápsulas

#### 6.3.1. Determinación de la morfología y tamaño

De acuerdo a las imágenes obtenidas mediante microscopía óptica, se puede analizar que las microcápsulas obtenidas presentan una morfología semiesférica y una estructura núcleo-coraza, en la cual la coraza está constituida por el material de encapsulación y el núcleo por el material encapsulado.

La protección de los compuestos activos con la técnica de microencapsulación ha sido importante para evitar la degradación química causada por factores como la oxidación e hidrólisis con la finalidad de mantener sus propiedades funcionales. En este sentido, si se considera que, entre las propiedades sensoriales, el sabor y el aroma son las más importantes, se tiene que la tecnología de encapsulación ha sido empleada por la industria alimentaria para enmascarar sabores amargos o astringentes de componentes específicos o para su protección, ya que, al degradarse debido a diversos factores, estos cambian su sabor u olor original. El alginato es un material polimérico adecuado para la microencapsulación por ser biocompatible, no tóxico y degradable. (Pasin, B. L., 2012). El tamaño de cada una de las microcápsulas obtenidas se encuentra registradas en las tablas V, VI y el tamaño promedio de las microcápsulas fue alrededor de 850  $\mu\text{m}$ .

Figura VI. Morfología de las microcápsulas observadas en un microscopio óptico en ampliación 10 x

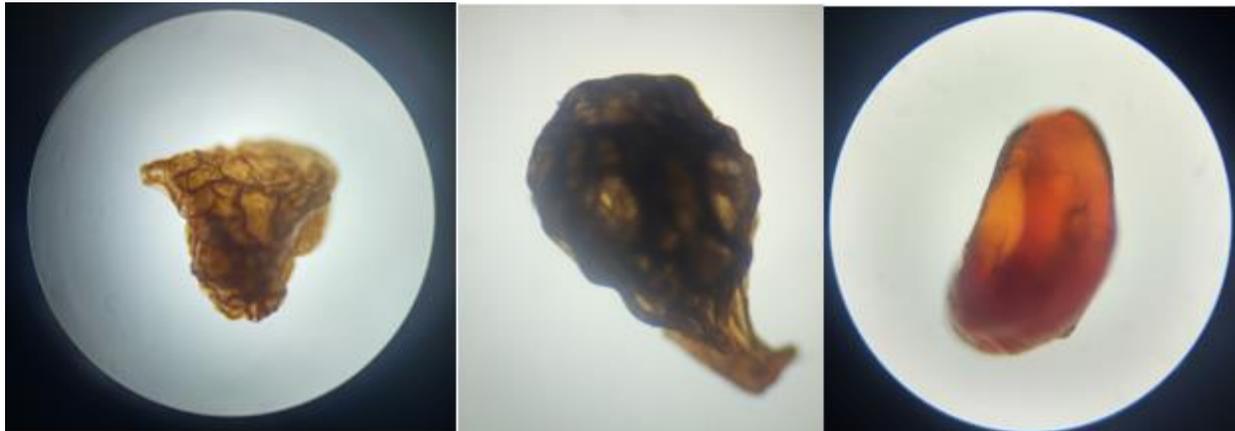


Tabla V. Medición de las microcápsulas realizadas con agujas de 6 mm

#	ETANOL	ETANOL- AGUA (50:50)	AGUA	ALGINATO- GELATINA (3:1)	ALGINATO- GELATINA (1:1)
1	0.973 mm	0.771 mm	0.933 mm	0.896 mm	0.857 mm
2	0.785 mm	0.820 mm	0.881 mm	0.882 mm	0.952 mm
3	1.021 mm	0.939 mm	0.825 mm	0.722 mm	0.728 mm
4	0.895 mm	0.823 mm	0.995 mm	0.839 mm	0.762 mm
5	0.851 mm	0.908 mm	0.802 mm	0.900 mm	0.875mm
6	0.911 mm	0.757 mm	0.773 mm	0.750 mm	0.945 mm
7	0.786 mm	0.781 mm	0.912 mm	0.917 mm	0.801 mm
8	0.782 mm	0.991 mm	0.732 mm	0.921 mm	0.915 mm
9	0.820 mm	0.839 mm	0.878 mm	0.825 mm	0.955 mm
10	0.938 mm	0.801 mm	0.800 mm	0.963 mm	0.950 mm
Prom.	0.876 mm	0.843mm	0.853 mm	0.861 mm	0.874 mm

Tabla VI. Medición de las microcápsulas realizadas con agujas de 8 mm

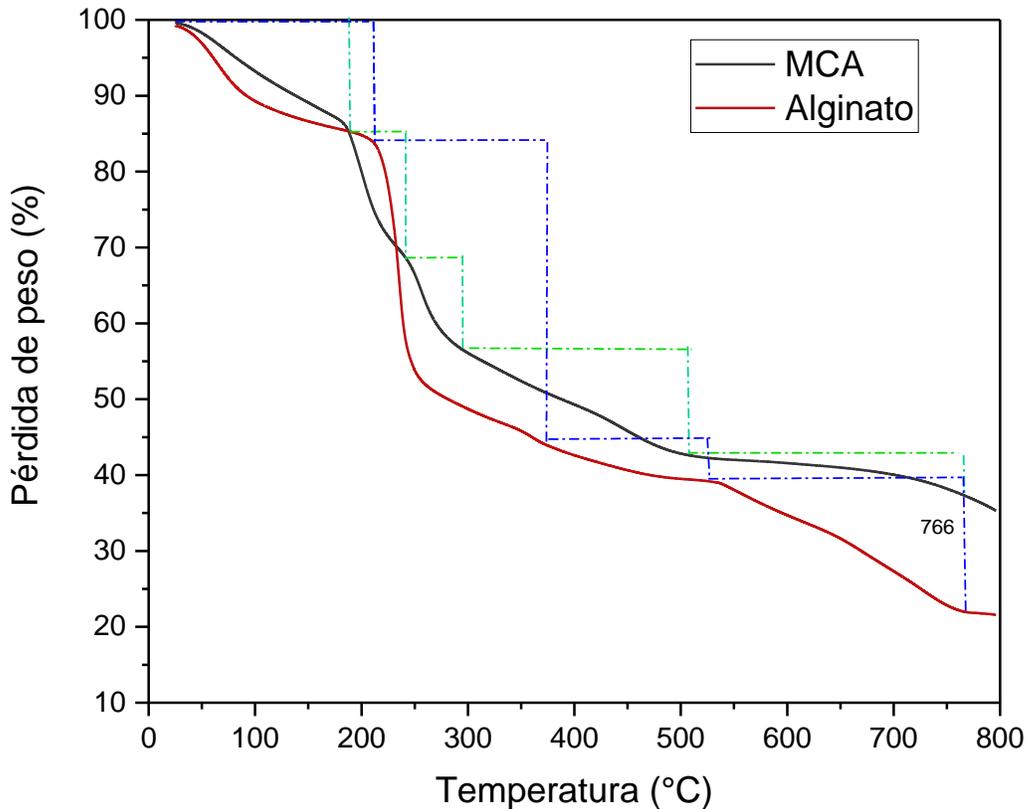
#	ETANOL	ETANOL- AGUA (50:50)	AGUA	ALGINATO- GELATINA (3:1)	ALGINATO- GELATINA (1:1)
1	0.994 mm	0.718 mm	0.632 mm	0.780 mm	0.936 mm
2	0.674 mm	0.689 mm	0.693 mm	0.934 mm	0.879 mm
3	0.886 mm	0.874 mm	0.947 mm	0.994 mm	0.649 mm
4	0.844 mm	0.866 mm	0.964 mm	0.690 mm	0.636 mm
5	0.892 mm	0.833 mm	0.810 mm	0.895 mm	0.706 mm
6	0.842 mm	0.679 mm	0.744 mm	0.845 mm	0.707 mm
7	0.842 mm	0.770 mm	0.909 mm	0.852 mm	0.735 mm
8	0.803 mm	0.885 mm	0.938 mm	0.980 mm	0.868 mm
9	0.793 mm	0.963 mm	0.865 mm	0.817 mm	0.951 mm
10	0.967 mm	0.909 mm	0.885 mm	0.803 mm	0.983 mm
Prom.	0.853 mm	0.818 mm	0.838 mm	0.859 mm	0.805 mm

### 6.3.2. Análisis termogravimétrico

Se llevó a cabo un análisis termogravimétrico para investigar el efecto de del entrecruzamiento sobre las propiedades térmicas de las micropartículas de alginato (MCA) en comparación con el alginato como materia prima, la gráfica 5. Para comparar la estabilidad térmica de las muestras, las curvas de TGA se dividieron en tres regiones. Primero, la temperatura de la región de degradación inicial se encuentra en el rango de 30 °C a 200 °C, la temperatura de la región media está en el rango de 201 °C a 300 °C y la temperatura de la última región está por encima de 300 °C. La pérdida de peso inicial de alginato a temperatura ambiente hasta 200 °C puede ser causada por deshidratación y seguida de degradación a  $\text{CaCO}_3$ , en el caso de las MCA, esto explica la pérdida más pronunciada en esta muestra (Kusuktham y col. 2013). En la región de 201–300 °C, el porcentaje de pérdida de peso se debe al rompimiento de la columna vertebral del alginato y la pérdida de los abundantes grupos hidroxilo del alginato en forma de agua. En el caso del alginato que no se encuentra entrecruzado con cloruro de calcio, se ve una pérdida más sustancial en este rango de temperatura, esto debido a que estos grupos OH se encuentran disponibles.

Por encima de 300 °C, el material se descarboxiló y formó  $\text{CO}_2$ . A una temperatura de 700 °C, se formaron óxido de calcio e hidróxido de calcio (Kong y col. 2009).

Gráfica V. Análisis termogravimétrico de las microcápsulas de alginato y el alginato microencapsulado.

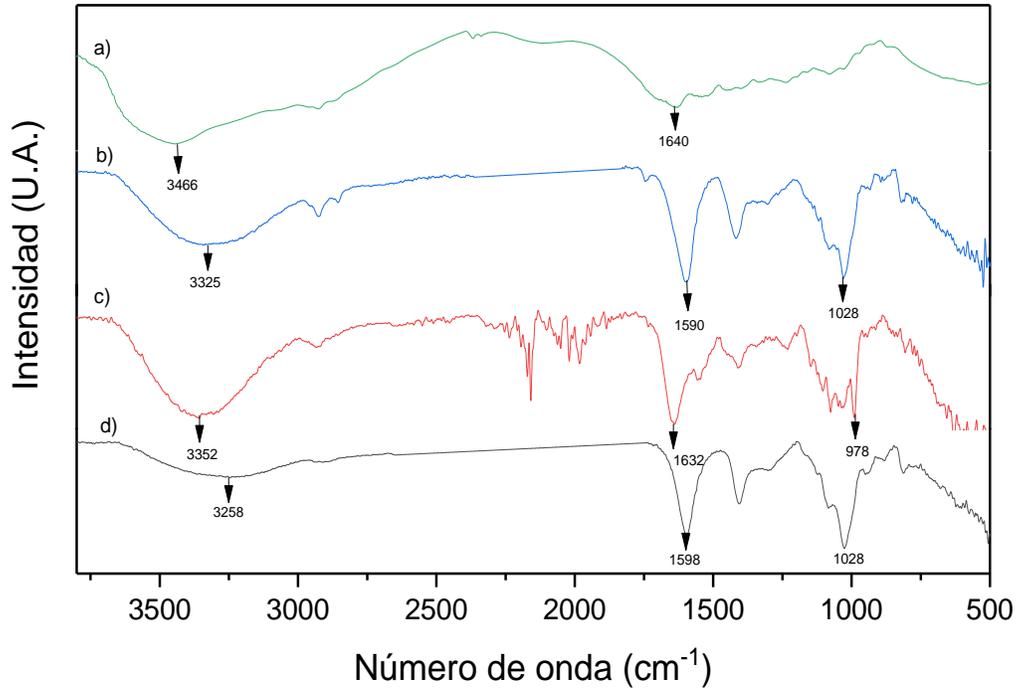


### 6.3.3. Espectroscopía infrarroja (FT-IR)

La figura x muestra los espectros infrarrojos obtenidos de a) Gelatina b) MCA, c) MCAG y d) Alginato. La banda ancha de alrededor  $3310\text{ cm}^{-1}$  corresponde a los grupos hidroxilos presentes en la molécula de alginato, en el caso de MCAG, esta banda es más intensa, debido a que en esta región también se encuentran las vibraciones entre las conexiones de las proteínas de la gelatina, las cuales se encuentran translapadas con los grupos aminos también presentes en estas moléculas. Alrededor de  $2925$  y  $2845\text{ cm}^{-1}$  se presentan las bandas de tensión de grupos metilos y metilenos. La banda presente alrededor de  $1590\text{ cm}^{-1}$  en el espectro b y d es atribuida a las vibraciones de tensión simétricas y asimétricas de los iones carboxilatos de la sal de alginato. La banda en el

espectro a y c, se encuentra desplazada a la izquierda debido a la presencia del grupo carbonilo del enlace peptídico entre los aminoácidos de la gelatina (López y col. 2017).

Gráfica VI. Espectro infrarrojo de a) gelatina b) mca c) mcag d) alginato.



#### 6.3.4. Determinación de humedad

La humedad de las muestras, como se describió anteriormente se determinó por medio del método gravimétrico (AOAC, 1990), basado en la diferencia de pesada mediante secado en estufa (WTC Binder, modelo. 1924030000200, Alemania), hasta alcanzar un peso constante. (Toro Rojas, M. T. 2012)

Los cuales cada dato obtenido sobre los pesos de muestras utilizadas, crisoles (hasta obtener un peso constante) y los crisoles con muestra de encuentran registradas en la tabla 8.

Esta tabla muestra que las microcápsulas de alginato (MCA) poseen una humedad de 10.6 %, mientras que las microcápsulas con alginato-gelatina (3:1) presentan una humedad muy similar (10.2%) y que al incrementar el contenido de gelatina en las microcápsulas como es el caso de MCAG (1:1), la humedad se incrementa en 11.11 %, esto debido a que la gelatina es capaz de formar puentes de hidrógeno con el agua, por lo que tiende a almacenarse en esta estructura [Development and characterization of pectin/gelatin hydrogel membranes for wound dressing June 2011 International Journal of Plastics Technology 15(1) DOI:10.1007/s12588-011-9016-y]

Tabla VII. Porcentaje de humedad en las muestras (MCA, MCAG (3:1), MCAG (1:1))

<b>Muestra</b>	<b>% Humedad</b>
MCA	10.6
MCAG (3:1)	10.2
MCAG (1:1)	11.111

### 5.3. Influencia de la temperatura en la capacidad antioxidante de los extractos microencapsulados

#### 5.3.3 Capacidad antioxidante ABTS

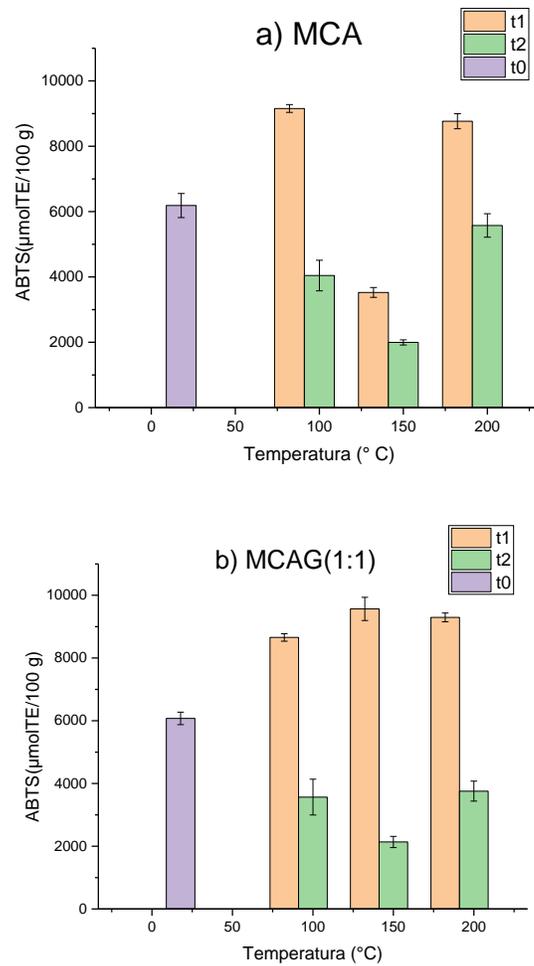
En este método el ABTS es oxidado a radical catiónico,  $ABTS^{\bullet+}$  por los radicales peróxidos (y otros oxidantes) lo que produce una solución intensamente coloreada. La presencia de antioxidantes en el medio produce una disminución de la intensidad de ese color y permite medir la capacidad antioxidante de la muestra. Las longitudes de onda utilizadas más frecuentemente son 415 y 734 nm. (Segovia Gómez, 2015).

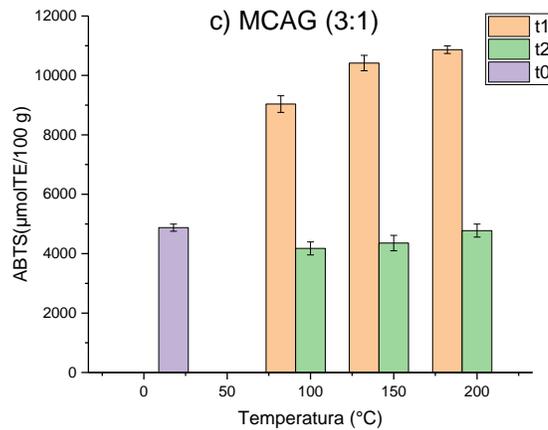
[1] De acuerdo con los resultados que se muestran en la gráfica 7, se observa que la capacidad antioxidante es mayor cuando las microcápsulas se someten a calentamiento durante una hora ( $t_1$ ), en todos los casos (MCA, MCAG (1:1) y MCAG (3:1)), sin embargo el tratamiento térmico durante 3 h ( $t_2$ ), tiende a degradar tanto el material, como los antioxidantes encapsulados (Tonon y col. 2010), esto concuerda con lo observado en el TGA, el cual se muestra que en el rango de los 201-300°C, el material tiende a degradarse, dejando expuestos a los antioxidantes atrapados en el interior. Además, también podemos observar que las microcápsulas a las cuales no se sometieron a ninguna temperatura su actividad antioxidante es mayor en comparación a las microcápsulas que se sometieron al calentamiento durante 3 horas, pero menor a las que se sometieron durante una hora, esto debido a que los antioxidantes son capaces de unirse a glucósidos (Zhu y col. 2012) por lo cual, cuando se extrajeron los antioxidantes, para determinar su actividad, es muy probable que no se hayan cuantificado los antioxidantes unidos al alginato, sin embargo, cuando son expuestos a temperatura, el alginato comienza a degradarse y estas uniones alginato-antioxidante tienden a desaparecer.

Además, tanto del análisis DPPH como del ABTS, podemos decir que las muestras no disminuyen su capacidad antioxidante de manera tan. Por lo tanto, podría ser que las muestras hubieran aumentado su capacidad antioxidante con la fermentación, aunque con otro tipo de compuestos. De todas maneras, estos tampoco son los resultados esperados, ya que se esperaba un incremento de la

capacidad antioxidante en las muestras por efecto de la fermentación en estado sólido hasta alcanzar un máximo en el día 4 aproximadamente según Shin, H.Y. et al.

Gráfica VII. Capacidad antioxidante ABTS



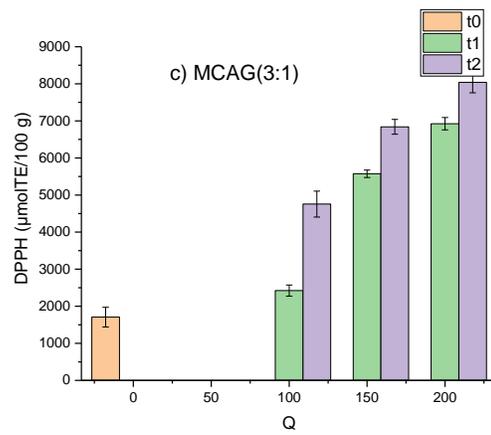
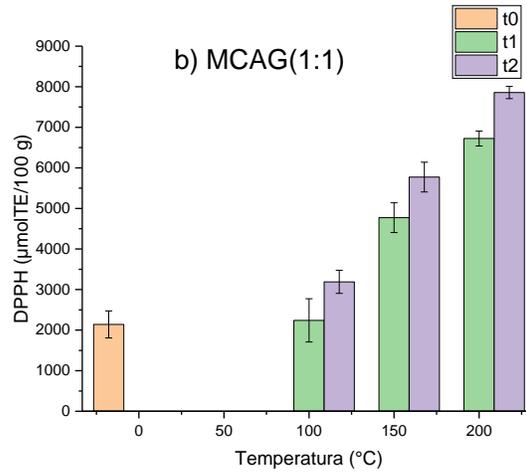
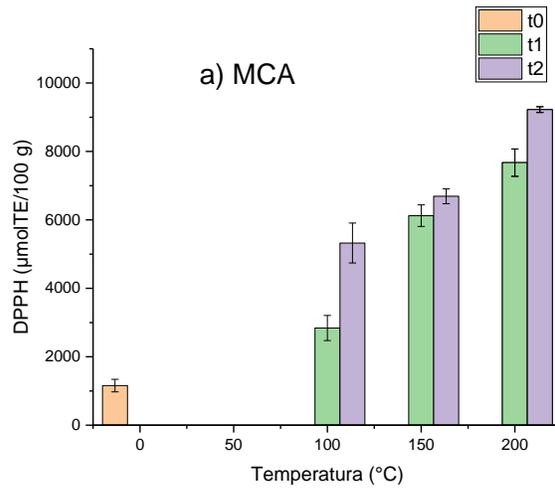


#### 5.3.4. Capacidad antioxidante DPPH

El método de DPPH, se ha usado con efectividad para medir actividad antioxidante en zumos, frutas y vegetales; en extractos de plantas; en alimentos; y en subproductos de la industria alimentaria. (Segovia Gómez, 2015).

En todos los casos (MCA, MCAG (1:1) y MCAG (3:1)) la capacidad antioxidante se incrementa al incrementar la temperatura; sin embargo podemos observar en las microcápsulas que no se sometieron a ninguna temperatura que la actividad antioxidante es más baja en comparación con las microcápsulas que fueron sometidas a un tratamiento térmico, esto como ya se mencionó anteriormente puede ser debido a que algunos compuestos antioxidantes, son capaces de unirse mediante enlaces glucosídicos, tales como los flavonoides. (Zheng y col. 2017)

Gráfica VIII. Determinación de la capacidad antioxidante (DPPH)



## 7. Conclusiones

Se determinó que no existe diferencia significativa en la capacidad antioxidante en cuanto a los solventes usados para la extracción de antioxidantes mediante la técnica FRAP, mientras que por la técnica de DPPH, los resultados mostraron que la mezcla etanol-agua 1:1 es capaz de extraer una mayor cantidad de antioxidantes.

Se logró la encapsulación de los extractos antioxidantes usando como matrices alginato-gelatina en diferentes proporciones, lo cual fue corroborado por el espectro infrarrojo. Además, se pudo establecer que estas microcápsulas, son de tamaño homogéneo de aproximadamente 850  $\mu\text{m}$ , de morfología semiesférica y de apariencia núcleo-coraza.

También se determinó que los parámetros como longitud de la aguja no influyen en el tamaño de las cápsulas ya que los valores son muy aproximados al momento de medirlas y según el análisis estadístico no ha diferencia significativa.

En cuanto al efecto térmico, en la capacidad antioxidante de las microcápsulas, se corroboró que la capacidad antioxidante logra conservarse e incluso incrementarse a pesar de someter las cápsulas a diferentes temperaturas en tiempos prolongados. A pesar que el material encapsulador tiende a degradarse en el rango 200 a 3'00 °C, como se demostró mediante TGA, las moléculas antioxidantes mantienen su capacidad antioxidante, demostrando la función protectora de la matriz de encapsulación.

## 8. Bibliografía

- ✓ Aldana, A. S., Sandoval, E. R., & Aponte, A. A. (2004). Encapsulación de Aditivos para la Industria de Alimentos. *Ingeniería y competitividad*, 5(2), 73-83.
- ✓ Basu, P. (2018). Técnicas analíticas. En P. Basu, *Gasificación, pirólisis y terrefacción de biomasa* (Tercera ed., pp. 479- 495). Elsevier Science Publishing Co Inc.
- ✓ Benzie, I. F., & Strain, J. J. (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: the FRAP assay. *Analytical biochemistry*, 239(1), 70-76.
- ✓ Boonsri Kusuktham · Jutarat Prasertgul · Pornchanok Srinun. Morphology and Property of Calcium Silicate Encapsulated with Alginate Beads. *Silicon* (2014) 6:191–197
- ✓ Bustamante Puel, D. (2020). Desde el residuo: al rescate de la cáscara de nuez.
- ✓ Caetano Liliana A., Almeida António J., Gonçalves Lídia M.D. Effect of Experimental Parameters on Alginate/Chitosan Microparticles for BCG Encapsulation (2016). *Mar Drugs*. 14(5): 90.
- ✓ Castillo, J. I. M. (2018). Evaluación de pectinas cítricas de toronja (*Citrus paradisi* var. Star Ruby) y mandarina (*Citrus reticulata* blanco var. Tangerina) como agentes encapsulantes de extractos acuosos de *Stevia rebaudiana* Bertoni.
- ✓ Córdoba Leyton, M. M. Análisis de la estabilidad de micro-cápsulas elaboradas con diferentes combinaciones de material de pared, incorporadas en matrices alimentarias.
- ✓ Dušanka A. Popović, D. D. (2019). Tecnologías de encapsulación para micropartículas cargadas de polifenoles en la industria alimentaria. En F. Chemat, & E. Vorobiev, *Técnicas de procesamiento de alimentos ecológicos: conservación, transformación y extracción* (pp. 335- 367).
- ✓ Hernández Sánchez, P. (2011). Encapsulación de Aceites Esenciales de Clavo para su Aplicación en la Industria Alimentaria.
- ✓ Herranz Gómez, G. (2016). Estudio de los mecanismos de reticulación en la obtención de microcápsulas de gelatina-goma arábica (Bachelor’s thesis, Universitat Politècnica de Catalunya).

- ✓ Kong QS, Ji Q, Xie YZ, Guo ZX, Yu J (2009) Chin J Polm Sci 27:807
- ✓ Lopes S., Bueno L., Aguiar Júnior F., Finkler Christine. Preparation and characterization of alginate and gelatin microcapsules containing Lactobacillus rhamnosus Anais da Academia Brasileira de Ciências (2017)
- ✓ Macías-Cortés, E., Gallegos-Infante, JA, Rocha-Guzmán, NE, Moreno-Jiménez, MR, Medina-Torres, L., y González-Laredo, RF (2020). Microencapsulación de compuestos fenólicos: tecnologías y nuevos polímeros. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* , 19 (2), 491-521.
- ✓ Marte Rosario, M. (2011). Utilización de la cáscara de nuez chandler en el yeso (Doctoral dissertation, Arquitectura\_Tecnica).
- ✓ NOHEMI, D. C. R. V., & LANDA, J. L. M. (2019). Agronomía sustentable y aprovechamiento alternativo de la nuez. Reyes Vázquez Nohemí del Carmen, Juan Luis Morales Landa.(2019). Agronomía sustentable y aprovechamiento alternativo de la nuez. México: CIATEJ.
- ✓ Parra Huertas, R. A. (2010). Revisión: microencapsulación de alimentos. Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín, 63(2), 5669-5684.
- ✓ Parra, A. P. A. (2008). Nuez de Nogal en Argentina. Desempeño 2000-2007 y perspectivas. Dirección de Industria Alimentaria y Agroindustrias. Ministerio de Producción de la Nación.
- ✓ Pasin, B. L. (2014). Estudio de la gelificación de alginatos para encapsulación: caracterización, preparación y aplicaciones en alimentos funcionales (Doctoral dissertation, Universitat de Barcelona).
- ✓ Pasin, B. L., Azón, C. G., & Garriga, A. M. (2012). Microencapsulación con alginato en alimentos. Técnicas y aplicaciones. *Revista venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 3(1), 130-151.
- ✓ Pinheiro do Prado A. C., Aragão A.M., Roseane Fett and Jane Mara Block Antioxidant properties of Pecan nut [*Carya illinoensis* (Wangenh.) C. Koch] Shell infusion.(2009) GRASAS Y ACEITES, 60 (4)
- ✓ Rioja Antezana, A. P., Vizaluque, B. E., Aliaga-Rossel, E., Tejeda, L., Book, O., Mollinedo, P., & Peñarrieta, J. M. (2018). Determinación de la capacidad antioxidante total, fenoles totales, y la actividad enzimática en una bebida no

- láctea en base a granos de chenopodium quinoa. *Revista Boliviana de Química*, 35(5), 168-176.
- ✓ SANCHEZ ACOSTA, D. L. (2017). Bioplásticos a partir de cáscara de nuez pecana y ácido poliláctico (Master's thesis, SANCHEZ ACOSTA, DIANA LIZETH).
  - ✓ Segovia Gómez, F. (2015). Aprovechamiento de residuos agro-industriales: preparación de extractos, caracterización y uso en alimentos.
  - ✓ Shin, HY, Kim, SM, Lee, JH y Lim, ST (2019). Fermentación en estado sólido de salvado de arroz negro con *Aspergillus awamori* y *Aspergillus oryzae*: efectos sobre la composición del ácido fenólico y la actividad antioxidante de los extractos de salvado. *Química de los alimentos*, 272, 235-241.
  - ✓ TÉLLEZ ESCOBEDO, D. G. (2013). Compuestos fenólicos y actividad antioxidante del endocarpio del fruto de dos cultivares de nogal pecanera [*Carya illinoensis* (Wangenh) K. Koch].
  - ✓ Tonon, R. V., C. Brabet y M.D. Hubinger, Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents, *Food Research International*: 43(3): 907–914 (2010).
  - ✓ Toro Rojas, M. T. (2012). Extracción de compuestos fenólicos de residuos de palta hass mediante EFS-CO<sub>2</sub>-etanol y su estabilización en hidrogeles de alginato de propiedades reológicas y térmicas definidas.
  - ✓ Villena, M. M., Hernández, M. M., Lara, V. G., & Martínez, M. R. (2009). Técnicas de microencapsulación: una propuesta para microencapsular probióticos. *Ars Pharmaceutica* (Internet), 50(1), 43-50.
  - ✓ Zheng Yan-Zhen, Deng Geng, Qin Liang, Da-Fu Chen, Rui Guo & Rong-Cai La Antioxidant Activity of Quercetin and Its Glucosides from Propolis: A Theoretical Study. (2016). *Scientific Reports*.
  - ✓ Zhu W.Qianju Ji, Yun Wang, Yuhua Zhang, Min XiQ. The anthocyanin cyanidin-3-O-β-glucoside, a flavonoid, increases hepatic glutathione synthesis and protects hepatocytes against reactive oxygen species during hyperglycemia: Involvement of a cAMP-PKA-dependent signaling pathway. (2012). *Free Radical Biology and Medicine*

## 9. Anexos

Anexo 1. Análisis de varianza de la capacidad antioxidante mediante FRAP de los extractos de cáscara de nuez con diferentes solventes

Análisis de varianza de un factor						
RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
H2O-Fernand	3	41585	13861.6667	36736.1111		
H2O/Etanol F	3	42060	14020	17777.7778		
Etanol, Ferna	3	42085	14028.3333	15625		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variación				F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	52916.6667	2	26458.3333	1.13168317	0.38280952	5.14325285
Dentro de los grupos	140277.778	6	23379.6296			
Total	193194.444	8				

Anexo 2. Análisis de varianza de la capacidad antioxidante mediante DPPH de los extractos de cáscara de nuez con diferentes solventes.

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variación				F	Probabilidad	Valor crítico para F
Grupos	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.00788068	4	0.00197017	0.29901248	0.87705689	2.57873918
Dentro de los grupos	0.2965015	45	0.00658892			
Total	0.30438218	49				

Análisis de varianza de un factor					
RESUMEN					
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza	
H2O-Fernand	3	593832.6429	197944.2143	15433673.5	
H2O/Etanol I	3	676170.6	225390.2	616469388	
Etanol, Fern	3	538118.3571	179372.7857	10331632.7	
ANÁLISIS DE VARIANZA					
Grupos	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	2	1607891254	7.51076485	0.023252026	5.14325285
Dentro de los	6	214078231.3			
Total	8				
	HSD		36661.93272		
	Multiplicador		4.34		
	Mse		214078231.3		
	n		3		

	a	b	c
a		-27445.98571	18571.42857
b	-27445.98571		46017.41429
c			

### Anexo 3. Análisis de varianza del tamaño de partícula de las microcápsulas obtenidas con diferentes concentraciones de gelatina-alginato

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
ETANOL	10	8.763	0.8763	0.00721846
ETANOL- AGUA	10	8.43	0.843	0.00605311
AGUA	10	8.531	0.8531	0.00652099
ALGINATO- GELATINA (3:1)	10	8.615	0.8615	0.00597183
ALGINATO GELATINA (1:1)	10	8.74	0.874	0.00718022