Álvaro Diego Restrepo Álvarez, Ena Patricia López Barrios (2024). Microencapsulación de aceite esencial de romero por liofilización. Cuaderno Activa, 16, 93 a 107.





Microencapsulación de aceite esencial de romero por liofilización

Microencapsulation of Rosemary Essential Oil by Freeze-Drying

Álvaro Diego Restrepo Álvarez¹, Ena Patricia López Barrios²

Tipo de artículo: Investigación.

Recibido: 28/08/2024. Aprobado: 14/11/2024. Publicado: 12/12/2024

Resumen: la microencapsulación es un proceso mediante el cual se protege un principio activo utilizando una matriz polimérica, con el propósito de evitar reacción con otros compuestos, prevenir la oxidación y permitir una liberación controlada. Estas microcápsulas pueden aplicarse en alimentos, cosméticos o textiles, por ejemplo, para obtener textiles funcionales. Actualmente, el sector textil es consciente de que la sociedad demanda productos con mayores prestaciones funcionales, por lo que la microencapsulación constituye un campo de investigación en desarrollo. El objetivo de esta investigación fue microencapsular el aceite esencial de romero, con actividad antimicrobiana, para su posterior en un sustrato textil. La microencapsulación se realizó mediante la técnica de liofilización, utilizando como material de pared para la emulsión

una mezcla de, goma arábiga (50%), maltodextrina (40%) y goma xantana (10%). Se diseñó un experimento factorial para estudiar la influencia del porcentaje de aceite esencial en peso en la emulsión, la velocidad de homogen e ización (RPM) y el tiempo agitación (t) en la preparación de las microcápsulas. Se obtuvieron microcápsulas de aceite esencial de romero con un tamaño de partícula aproximad o de 120 um. El resultado óptimo en cuanto a eficiencia y rendimiento de la microencapsulación se logró con una formulación que contenía 1% de aceite esencial de romero, 9600 rpm y un tiempo de 10 minutos, alcanzando una eficiencia del 94,1% y un rendimiento de 43,8%, lo que demuestra la viabilidad de esta metodología para la funcionalización textil.

² Autor correspondiente: Ena Patricia López Barrios. Mayor título: Msc. Servicio Nacional de Aprendizaje SENA. Centro Textil y de Gestión Industrial. Grupo de Investigación Aplicada a la Industria Textil y Química (GIAITEQ). Filiación institucional: SENA. País: Colombia. Ciudad: Medellín. Correo electrónico: enlopezb@sena.edu.co ORCID: 0000-0001-7908-884X



¹ Autor correspondiente: Álvaro Diego Restrepo Álvarez Mayor título: Msc. Servicio Nacional de Aprendizaje SENA. Centro Textil y de Gestión Industrial. Grupo de Investigación Aplicada a la Industria Textil y Química (GIAITEQ). Filiación institucional: SENA. País: Colombia. Ciudad: Medellín. Correo electrónico: arestrepo@sena.edu.co ORCID: 0009-0003-9432-6916

Palabras clave: microencapsulación; liofilización; aceite esencial de romero.

Abstract: microencapsulation is a process by which an active principle is protected with the use of a polymeric matrix, and whose purpose is to protect it from reaction with other compounds, their oxidation and allow a controlled release. These microcapsules can be applied in food, cosmetics, textiles, in the latter case, to obtain functional textiles. Currently, the textile sector is aware that today's society demands greater functional benefits in its products, which is why microencapsulation is a field of research in development. The objective was to microencapsulate rosemary essential oil with antimicrobial activity for subsequent functionalization of a textile substrate. The microencapsulation of the essential oil of rosemary was done by the lyophilization technique, using as wall material for the emulsion, gum arabic (50 %), maltodextrin (40 %) and xanthan gum (10 %). A factorial design of experiments was made to study the influence of Essential Oil by weight in the emulsion, the homogenization speed (RPM) and the stirring time (t) in the preparation of the microcapsules. The particle size of the rosemary essential oil microcapsules obtained was approximately 120 um. The formulation prepared with 1% rosemary essential oil, 9600 rpm and a time of 10 minutes, presented the most optimal results of efficiency and performance of microencapsulation, with an efficiency percentage of 94.1% and a yield percentage of 43.8%. demonstrating the feasibility of this methodology for textile functionalization.

Keywords: microencapsulation; lyophilization; Rosemary essential oil.

I. Introducción

El romero (Rosmarinus officinalis L.) es un arbusto silvestre utilizado tradicionalmente como especia culinaria, principalmente para modificar o realzar los sabores de los alimentos, así como en la medicina tradicional. Es una de las principales fuentes de compuestos bioactivos de especial interés para las industrias alimentaria, cosmética y farmacéutica. D e hecho, posee numerosas cualidades

farmacológicas: es hepatoprotector, antibacteriano, antitrombótico, antiulcerogénico, diurético, antidiabético, además de presentar efectos antinociceptivos, antiinflamatorios, antitumorales, antioxidantes, antimicrobianos e insecticidas [1]. Sin embargo, su alta volatilidad y susceptibilidad a la oxidación limitan su uso, por lo que la microencapsulación surge como una técnica prometedora para proteger estos compuestos activos.

Las propiedades biológicas del romero se deben a la composición química de su aceite esencial, el cual se sintetiza a través de vías metabólicas secundarias, en partes no leñosas de la planta, en pequeñas cantidades que oscilan entre el 0,01% y el 10% [2]. Las sustancias principales presentes en los aceites esenciales se clasifican como terpenoides, especialmente monoterpenos (C10) y sesquiterpenos (C15), así como diversos fenilpropanoides aromáticos [2], como es el caso del aceite esencial de romero. Los componentes principales responsables de sus propiedades antifúngicas y herbicidas frente a numerosas bacterias y hongos son el 1,8 cin e ol (54,6%), el alcanfor (12,27%) y el α -pineno (7,09%) [2]. E I 1,8 cineol combinado con a-pineno y/o terpineno 4-ol, presenta un efecto sinérgico significativo que favorece la penetración en las células microbianas y el daño de sus membranas [3].

Sin embargo, un problema común reportado en los aceites esenciales es la pérdida de su calidad aromática y actividad biológica durante el almacenamiento y transporte, debido a la oxidación causada por condiciones ambientales como la temperatura y la exposición a la luz, ya que se trata de compuestos altamente volátiles y termolábiles [4]. Una posible solución a este problema es el aislamiento y la protección de estos compuestos, lo que permitiría alargar su período de utilidad [5]. En este contexto, la microencapsulación se presenta como una tecnología atractiva para proteger los aceites esenciales y aumentar significativamente su vida útil, ya que previene cambios no deseados como la oxidación y la volatilización. Asimismo, contribuye a mejorar su estabilidad, controlar la liberación del componente activo, reducir la evaporación y facilitar su manipulación [6].



La matriz encapsulante puede estar formada por uno o más compuestos, habitualmente denominados agentes encapsulantes, como la goma arábiga, la goma xantana, la maltodextrina, la gelatina, el almidón, la proteína de soja, la proteína de suero y el quitosano, entre otros, los cuales pueden utilizarse de forma individual o en combinación. La matriz polimérica cumple una función clave para proporcionar protección frente a reacciones de degradación e incrementar la estabilidad del compuesto volátil [7].

La microencapsulación es una tecnología versátil con múltiples aplicaciones, especialmente en la industria farmacéutica donde se emplea para controlar la liberación de fármacos. Sin embargo, sus beneficios trascienden este sector, ya que permite mejorar las propiedades de diversos productos mediante la encapsulación y protección de sus componentes activos. [8, 9].

Por último, entre los métodos reportados para microencapsulación de sustancias volátiles, una de las técnicas más utilizadas en la industria es el secado por liofilización, también conocido como criodesecación. Este proceso se emplea para deshidratar materiales y aromas sensibles al calor [10]. La liofilización consiste en congelar material y, posteriormente, reducir la presión por debajo de 1,5 mbar, lo que permite un leve aumento de temperatura para que el agua congelada se sublime directamente de la fase sólida a la fase gaseosa [11]. El presente trabajo tiene como finalidad microencapsular el aceite esencial de romero con actividad antimicrobiana, para su posterior incorporación en un sustrato textil.

II. Materiales y Métodos

Aceite y reactivos

El aceite esencial 100% puro y natural, grado premium, fue suministrado por Majestic Pure Cosmeceuticals. Los reactivos químicos fueron de grado analítico y provistos por Sigma Aldrich.

Formulación, preparación de las emulsiones w/o y obtención de las microcápsulas secadas por liofilización

La emulsión w/o se preparó a partir de una solución al 30% p/v de goma arábiga, 30% p/v maltodextrina y 1% p/v de goma xantana, respectivamente, en una relación de 40% de maltodextrina, 50% de goma de arábiga y 10% goma xanthan, con unos sólidos totales de 8,13g [12,13]. Se utilizó un homogenizador (IKA Ultraturrax T18 digital) para completar la disolución a temperatura ambiente. Seguidamente, la emulsión se almacenó en un ultracongelador a -70°C y se liofilizó en un liofilizador Labconco de 4,5 L, a una presión de 0,009 milibares y a -50°C durante 21 horas. Finalmente, las microcápsulas liofilizadas fueron sometidas a un proceso de reducción de tamaño hasta obtener un polvo fino para su posterior análisis.

Diseño de experimentos

Se planteó un diseño factorial de experimentos para estudiar la influencia del porcentaje de aceite esencial en peso en la emulsión, la velocidad de homogen e ización (RPM) y el tiempo de agitación (t) en la preparación de las microcápsulas. Las RPM se establecieron en un intervalo de 9600 a 13000, el porcentaje de aceite esencial en la emulsión varió 1 % y 6% y los tiempos de agitación se situaron entre aproximadamente 3 y 10 minutos, de acuerdo con los rangos sugeridos por diversos autores para las condiciones requeridas del proceso [14]. El intervalo seleccionado para cada una de las variables fue el siquiente:

Tabla 1. Definición del diseño de experimentos

Variables (factores)	Nivel inferior (-1)	Punto central (0)	Nivel Supe- rior (+1)
% AE en la emulsión	1	3,5	6
RPM	9600	11300	13000
Tiempo (min)	3	6,5	10

% AE: porcentaje de aceite esencial.



Como variable de respuesta se estudiaron el porcentaje de eficiencia de microencapsulación (%EM) y el porcentaje de rendimiento microencapsulado (%RM) de las microcápsulas obtenidas. La concentración en %m/v de las soluciones iniciales de goma arábiga (GA), maltodextrina (MD) y goma xanthan (GX) se mantuvo constante. La concentración de la emulsión preparada fue 40% en MD, 50% en GA y 10% en XG (%V/V), con una concentración total de sólidos de 8,13 g. En la Tabla 2 se presenta el diseño de experimental.

Tabla 2. Diseño de experimentos

Corrida	%AE en la emulsión	RPM	Tiempo (min)
1	1	9600	3
2	6	9600	3
3	1	13000	3
4	6	13000	3
5	1	9600	10
6	6	9600	10
7	1	13000	10
8	6	13000	10
9	3.5	11300	6.5
10	3.5	11300	6.5
11	3.5	11300	6.5

% AE: porcentaje de aceite esencial.

Nota: fuente elaboración propia.

Estabilidad de la emulsión

Para determinar la estabilidad de la emulsión, se midieron 25 ml de la emulsión previamente preparada, los cuales se almacenaron en condiciones ambientales controladas durante 24 horas. La estabilidad se calculó mediante la ecuación sugerida [15]:

$$\%Estabilidad\ Emulsi\'on\ = \frac{ml\ de\ la\ fase\ superior}{ml\ de\ la\ emulsi\'on\ inicial}*100$$

Determinación del aceite esencial en la superficie

La cantidad esencial del aceite de romero presente en la superficie de las microcápsulas liofilizadas se determinó mediante espectrofotometría (Genesys 10S Uv-Vis, Thermos Fisher Scientific, USA). Para la extracción superficial, el aceite de romero presente en la superficie de las microcápsulas se extrajo en hexano, se mezcló un gramo de polvo de microcápsulas con 20 ml de hexano (grado HPLC, Sigma Aldrich) y se agitó durante 5 minutos en un vortex (BV1000 Vortex mixer, Benchmark, Scientific Inc., USA). Posteriormente, se separaron las microcápsulas del hexano mediante filtración con papel filtro (Whatman No.1), y se midió la absorbancia del extracto a 294 nm utilizando celdas de cuarzo. Se elaboró una curva estándar del aceite de romero mezclado en hexano, a diversas concentraciones en (mg/ml) [16,17].

Determinación del aceite esencial de romero encapsulado

Las microcápsulas obtenidas, tras el lavado superficial con hexano, se utilizaron para determinar la cantidad de aceite esencial encapsulado. Se disolvió un gramo de polvo de microcápsulas en 20 ml de agua destilada, y se agregaron 10 ml de hexano. Luego, la mezcla se agitó en un vórtex durante un minuto. La extracción del aceite encapsulado se realizó calentando las muestras a 45°C en baño de agua durante 15 a 20 minutos, con agitación intermitente. Seguidamente, las muestras se enfriaron a temperatura ambiente y se separó el hexano de la fase acuosa mediante centrifugación a 4000 rpm durante 20 minutos [18]. La cantidad de aceite presente en el hexano se cuantificó midiendo la absorbancia con un espectrofotómetro a 294 nm.

Para determinar la eficiencia y el rendimiento de las microcápsulas obtenidas, se utilizaron las siguientes fórmulas:

$$\% EM = \frac{Aceite \ total - Aceite \ superficial}{Aceite \ total} * 100\%$$





Donde:

Aceite superficial: corresponde al aceite extraído con hexano sin disolver previamente las microcápsulas en agua.

Aceite total: corresponde a la cantidad de aceite extraído con hexano después de disolver las microcápsulas en agua.

$$.\%RM = \frac{Aceite\ microencapsulado}{Aceite\ Te\'orico}*100\%$$

Donde:

Aceite microencapsulado: cantidad de aceite que permaneció microencapsulada tras el lavado de la superficie con hexano.

Aceite teórico: cantidad total de aceite utilizada inicialmente en la preparación de las microcápsulas.

Análisis morfológico

A través de microscopía electrónica (ZEISS EVO, Scanning Electron Microscope, Germany) se determinó el tamaño de partículas y se observó la morfología superficial de las microcápsulas secadas en el liofilizador.

Análisis de espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

Los grupos funcionales de la estructura de las microcápsulas se determinaron por FTIR (FT-IR espectrómetro PerkinElmenr, Alemania). Los espectros de transmitancia de las muestras de microcápsulas se determinaron en la región de 4000 a 450 cm-1, a temperatura ambiente.

Prueba antimicrobiana de las microcápsulas generadas

La actividad antimicrobiana del aceite esencial de romero microencapsulado se evaluó frente a un microorganismo seleccionado (*E. coli*), mediante la prueba estándar de Kirby-Bauer por difusión en pozo, utilizando agar Mueller-Hinton. Se tomaron 120 µL de microcápsulas previamente disueltas en agua destilada a una concentración de 100 mg/ml, y se llenó el pozo de 9 mm de diámetro en el agar. El recuento microbiano se ajustó a 0,5 unidades del estándar de McFarland, equivalente a 1*10^7 células/ml bacterias. El microorganismo se cultivó en placas e incubó a 37°C durante 24 h [19].

De esta forma, la actividad antimicrobiana se evaluó mediante el cálculo de la zona de inhibición, conforme a los siguientes criterios: si la zona de inhibición es mayor a 15 mm, se considera que la bacteria es susceptible a la solución con microcápsulas; si la zona de inhibición se encuentra entre 10 mm y 15 mm, se clasifica como de susceptibilidad intermedia; y si es menor a 10 mm, se considera resistente.

Análisis estadístico

Se planteó un diseño factorial puro 2³ (tres factores o variables independientes y dos niveles), con tres réplicas en el punto central, para estudiar la influencia del porcentaje de aceite esencial en peso en la emulsión, la velocidad de homogeneización (RPM) y el tiempo agitación (t). Adicionalmente, se empleó un diseño de superficie de respuesta para la optimización de las variables estudiadas, utilizando el programa MINITAB, con un nivel de significancia (p< 0,05).

III. Resultados y discusión

Estabilidad de la emulsión

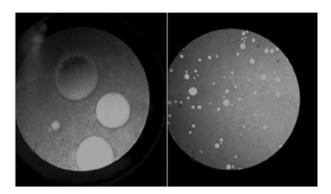
La estabilidad de la emulsión o/w fue del 84%, lo que indica que, en un periodo de 24 horas, solo se separa el 16% de las fases presentes. Este resul-





tado permite utilizar la emulsión o/w, compuesta por 50% de goma arábiga, 40% de maltodextrina y 10% de goma xantana, como matriz soporte para la microencapsulación d el aceite esencial de romero.

Figura 1. Emulsión o/w observada en el microscopio óptico



Nota: fuente elaboración propia.

El mayor componente de la emulsión fue la goma arábiga, debido a su alta capacidad emulsionante, y la maltodextrina, cuyas propiedades tensioactivas, solubilidad y baja viscosidad a altas concentraciones pueden contribuir a una mayor estabilidad de las emulsiones [20]. Asimismo, se ha verificado que la goma arábiga y la maltrodextrina son materiales adecuados para encapsular aceite de linaza, al proporcionar emulsiones estables [21].

Estos materiales de pared son fundamentales en la fabricación de microcápsulas, ya que una emulsión estable inhibe la agregación de gotas de aceite durante la congelación y favorece una mayor eficiencia de microencapsulación.

Eficiencia y rendimiento de la microencapsulación

En la Tabla 3 se presentan los resultados de las variables respuesta estudiadas en esta investigación:

Tabla 3. Resultados del diseño de experimentos

Corrida	% AE en la emulsión	RPM	Tiempo	% EM	% RM
1	1	9600	3	88,5	33,5
2	6	9600	3	68,5	19,0
3	1	13000	3	90,6	36,0
4	6	13000	3	79,4	20,8
5	1	9600	10	94,1	43,8
6	6	9600	10	91,5	20,2
7	1	13000	10	92,3	34,6
8	6	13000	10	91,6	20,0
9	3.5	11300	6.5	98,7	26,7
10	3.5	11300	6.5	98,4	31,5
11	3.5	11300	6.5	98,1	29,6

Nota: fuente elaboración propia.

En esta tabla se observa que el resultado óptimo de eficiencia y rendimiento de la microencapsulación se obtuvo con la formulación preparada con 1% de aceite esencial de romero, 9600 rpm y un tiempo de 10 minutos, alcanzando una eficiencia del 94,1% y un rendimiento de l 43,8%. Estos valores de eficiencia son comparables con los reportados en estudios similares que emplearon el mismo aceite de romero, aunque con material es de pared diferentes, donde se obtuvieron eficiencias entre 69,9 y 96,1% [22].

Sin embargo, la mayor eficiencia observada a bajas concentraciones de aceite podría explicarse por la carga de este en las emulsiones. A medida que la cantidad de aceite utilizada en la preparación de las emulsiones aumentó, el contenido de sólidos en la mezcla resultó insuficiente para cubrir y atrapar la cantidad excedente de aceite. Esta relación inversa entre la cantidad de aceite y la eficiencia de encapsulación se debe a la in capacidad de los materiales sólidos para formar una capa estructural robusta alrededor de las gotas de aceite y recubrirlas completamente cuando se incrementa su concentración [23].





Estos resultados concuerdan con los obtenidos por El-Messery et al. [24], quienes, al trabajar con diferentes concentraciones de aceite de krill, encontraron que una menor concentración de aceite mostraba una mayor eficiencia de encapsulación. Esto se debe a que los componentes bioactivos de los aceites esenciales requieren capas de recubrimiento más gruesas para proteger se del calor o de ambientes hostiles [25].

Por otro lado, aunque el mayor porcentaje de rendimiento de microencapsulación del aceite esencial de romero fue del 43,8%, este se considera bajo. Esta baja eficiencia puede explicarse por la velocidad de congelación de la emulsión, ya que en este estudio se utilizó un proceso de congelación rápida.

Las velocidades de congelación influyen en la formación de diferentes tipos de cristales de hielo; la congelación lenta forma cristales más grandes y menos numerosos, mientras que la congelación rápida produce cristales pequeños y abundantes que pueden romper las cápsulas, promoviendo la liberación de su contenido en la fase continua. Esto probablemente reduce el porcentaje de retención de compuestos aromáticos en la matriz sólida, lo que da lugar a un menor rendimiento de las microcápsulas.

Esto se corrobora con el estudio reportado por Enciso-Sáenz et al. [7], en el que se obtuvo un rendimiento del 98% y un mayor porcentaje de retención del aceite de Zacate limón mediante liofilización, al emplear una velocidad de congelación lenta.

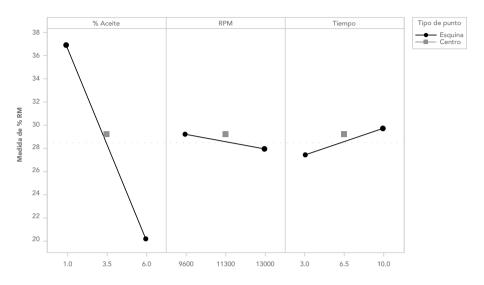
Tipo de punto % Aceite RPM Tiempo 100 Esquina - Centro 95 Medida de % EM 90 85 80 1.0 3.5 6.0 9600 11300 13000 3.0 6.5 10.0

Figura 2. Gráficas de efectos principales para %EM con medias ajustadas

Nota: fuente elaboración propia.

Cuaderno

Figura 3. Gráficas de interacción para %EM con medias ajustadas



En las Figuras 2 y 3 se evidencian las interacciones entre las variables que influyen en los valores de eficiencia de la microencapsulación. Se observa que un mayor porcentaje de aceite en la emulsión reduce la eficiencia de encapsulación, mientras que un incremento en las RPM utilizadas durante el proceso favorece dicha eficiencia. Igualmente, el aumento en el tiempo de agitación se asocia con una mayor eficiencia de microencapsulación.

Figura 4. Gráficas de efectos principales para %RM con medias ajustadas

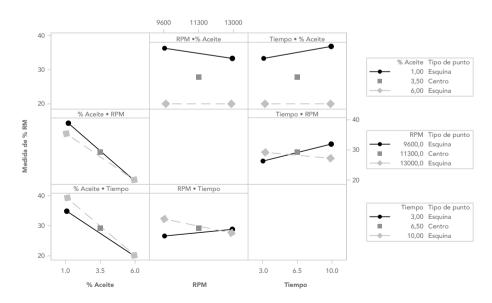
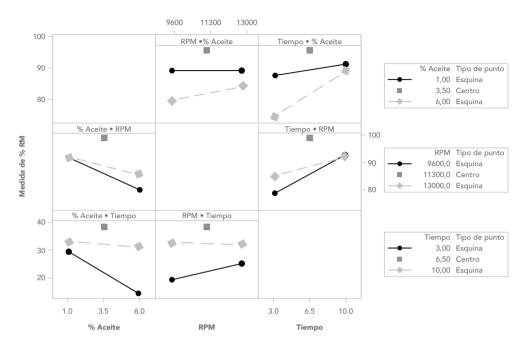


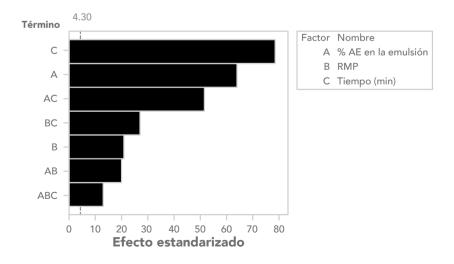


Figura 5. Gráfica de interacciones para el %RM con medias ajustadas



Por otro lado, las Figuras 4 y 5 muestran que la variable que más influye en el rendimiento del proceso es el porcentaje de aceite utilizado, ya que impacta directamente en la formación y estabilidad de la emulsión.

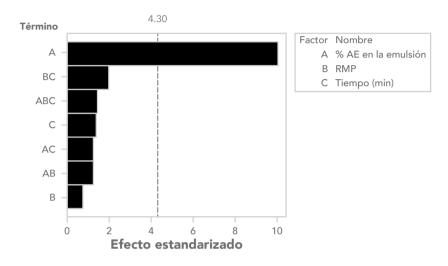
Figura 6. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados (la respuesta es % EM; p=0,05) %AE porcentaje de aceite en la emulsión





En el gráfico de Pareto de la Figura 6 se observa que las variables porcentaje de aceite en la emulsión (% AE), velocidad de mezclado (RPM) y tiempo de mezclado (min) son estadísticamente significativas (p<0,05), dado que influyen sobre la variable de respuesta porcentaje de microencapsulación (%EM).

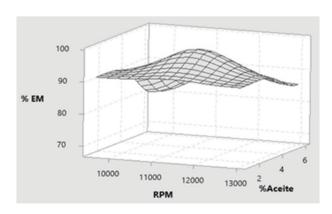
Figura 7. Diagrama de Pareto de efecto estandarizados (la respuesta es % RM; p=0,05) %AE porcentaje de aceite en la emulsión



Nota: fuente elaboración propia.

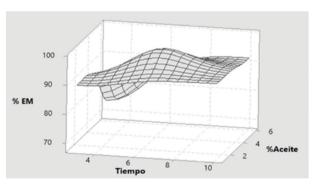
Sin embargo, en el gráfico de Pareto de la Figura 7 se observa que la única variable con un efecto significativo (p<0,05) sobre la respuesta porcentaje de rendimiento microencapsulado (%RM) es el porcentaje de aceite en la emulsión.

Figura 8. Superficie de respuesta del modelo de optimización %EM, %Aceite y Tiempo



Nota: fuente elaboración propia.

Figura 9. Superficie de respuesta del modelo optimizado %EM, RPM y Tiempo



Nota: fuente elaboración propia.

Por su parte, las Figuras 8 y 9 corresponden a las superficies de respuesta que evidencian cómo interactúan el tiempo, el porcentaje de aceite y las RPM para proporcionar las mejores condiciones posibles, según los experimentos realizados, mostrando una superficie bien definida con un máximo local de respuesta.

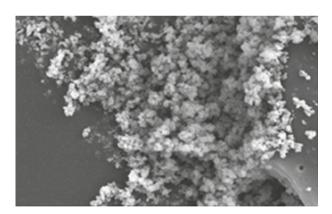


Análisis morfológico

La morfología y el tamaño de partículas de las microcápsulas se evaluaron mediante microscopía electrónica de barrido (Figuras 8 y 9), observándose un tamaño promedio de 200 µm. En las micrografías se aprecian las microcápsulas de aceite esencial de romero obtenidas por liofilización, mostrando un gran número de ramilletes esféricos y aglomerados (Figura 8). En la Figura 9 se presenta una microcápsula aislada, en la que se observa una envoltura polimérica natural esférica, con superficie lisa pero no uniforme, con hendiduras superficiales y sin fisuras aparentes. Estas hendiduras se deben a la rápida contracción de las partículas durante la etapa inicial del proceso de secado [7].

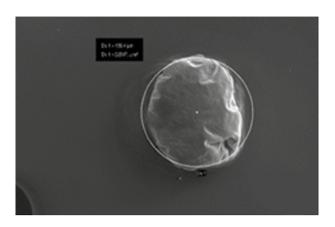
En este sentido, es probable que estas microesferas ofrezcan una buena protección al aceite encapsulado, dado que presentan una superficie continua sin grietas, lo que indica que la capacidad de los materiales de encapsulación fue adecuada para obtener microcápsulas de calidad.

Figura 10. Imagen de microcápsulas obtenidas



Nota: fuente elaboración propia.

Figura 11. Imagen de microcápsulas aisladas obtenidas



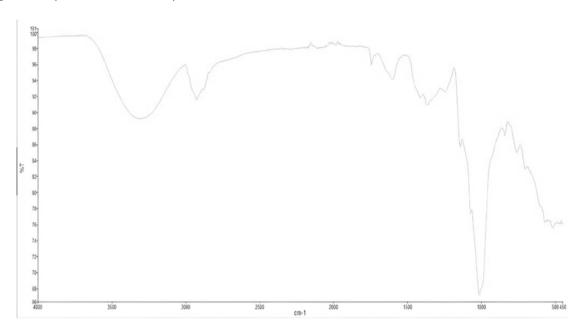
Nota: fuente elaboración propia.

Análisis infrarrojo

La Figura 10 presenta el espectro infrarrojo correspondiente a la microcápsula con la formulación óptima, en el cual se evidencian las interacciones entre los materiales de pared y el aceite esencial. En el espectro se observan bandas de absorción características en los números de onda cercanos a 3200 cm-1, 2900 cm-1,1650 cm-1,1600 cm-1, 1400 cm-1 y 1020 cm-1, correspondientes a los grupos funcionales hidroxilo (–OH), flexión de CH, vibraciones de estiramiento del enlace C=C de alquenos, estiramiento de C = O, flexión NH y flexión C-H y CH3, respectivamente [26, 27].



Figura 12. Espectro IR de las microcápsulas obtenidas



Prueba antimicrobiana de las microcápsulas generadas

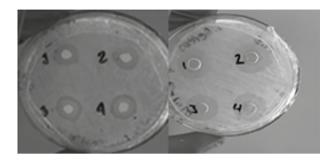
El potencial antimicrobiano del aceite esencial microencapsulado se atribuye posiblemente a la presencia de taninos, saponinas, compuestos fenólicos y flavonoides, todos ellos metabólicos bioactivos con reconocida actividad antimicrobiana. En la Tabla 4 se presentan los resultados de la prueba de difusión en disco (Kirby-Bauer) en los cuales se evidencia que el aceite encapsulado conserva su actividad antimicrobiana, manifestada por la formación de halos de inhibición bien definidos.

Tabla 4. Resultados de la prueba antimicrobiana

Preparación de solución	Diámetro (mm) toma uno	Diámetro (mm) toma dos	Diámetro (mm) Promedio	Resultado
2ml a 100mg/ml: 1 ml Tween 20	20	18	19	Susceptible
2ml a 100mg/ml: 2 ml Tween 20	22	19	20,5	Susceptible
2ml a 100mg/ml: 4 ml Tween 20	21	19	20	Susceptible
2ml a 100mg/ml: 6 ml Tween 20	21	21	21	Susceptible



Figura 13. Prueba antimicrobiana Kirby-Bauer



IV. Conclusiones

La investigación demostró la viabilidad de microencapsular aceite esencial de romero mediante liofilización, utilizando una matriz polimérica compuesta por goma arábiga, maltodextrina y goma xantana. Se alcanzó una eficiencia de encapsulación del 94,1% y un rendimiento del 43,8% con una formulación específica: 1% de aceite esencial, 9600 rpm y 10 minutos de agitación. Las microcápsulas obtenidas con un tamaño promedio de 120 µm, presentaron una morfología esférica y alta estabilidad emulsionante.

Estas microcápsulas, caracterizadas por su estabilidad y elevada eficiencia de encapsulación, abren nuevas posibilidades para la funcionalización de textiles, aprovechando las propiedades antimicrobianas del aceite esencial de romero. Sin embargo, se requieren estudios complementarios para optimizar las condiciones de congelación, evaluar su viabilidad durante el almacenamiento y analizar su aplicabilidad con otros aceites esenciales.

Los resultados obtenidos constituyen una base sólida para futuras investigaciones orientadas a ampliar las aplicaciones de esta tecnología en diversos sectores industriales. La exploración de diferentes matrices poliméricas, técnicas de encapsulación y compuestos activos podría optimizar aún más el proceso y potenciar su versatilidad.

V. Referencias

- [1] I. Borrás, M. Arráez-Román, M. Herrero, E. Ibáñez, A. Segura-Carretero y A. Fernández-Gutiérrez, "Comparison of different extraction procedures for the comprehensive characterization of bioactive phenolic compounds in Rosmarinus officinalis by reversed-phase high-performance liquid chromatography with diode array detection coupled to electrospray time-of-flight mass spectrometry", J. Chromatogr. A, vol. 1218, n° 42, pp. 7682-7690, 2011.
- [2] M. Stramarkou, V. Oikonomopoulou, T. Missirli, I. Thanassoulia y M. Krokida, "Encapsulation of rosemary essential oil into biodegradable polymers for application in cop management", J Polym. Environ., vol. 28, n° 8, pp. 2161-2177, 2020.
- [3] S. B. Kaab, I. B. Rebey, M. Hanafi, C. Berhal, M. L. Fauconnier, C. de Clerck, R. Ksouri y H. Jijakli, "Rosmarinus officinalis essential oil as an effective antifungal and herbicidal agent", Span. J. Agric. Res., vol. 17, n° 2, art. e1006, 2019.
- [4] V. G. Souza, I. F. Cerqueira, M. Ruiz, A. V. Ferreira, J. A. Vicente y P. Bourbon, "Active edible films based on chitosan incorporated with essential oils: The effect on the physicochemical properties, antioxidant and antimicrobial activities, and the application on beef", Food Packaging and Shelf Life, vol. 22, pp. 100396, 2019.
- [5] E. C. Conceição, J. R. de Paula, T. O. dos Santos, S. F. Alves, M. T. F. Bara y L. L. Borges, "Influence of storage conditions on the composition and antioxidant activity of essential oil from Pterodon emarginatus fruits microencapsulated with gum Arabic and maltodextrin", Industrial Crops and Products, vol. 53, pp. 61-67, 2014.



- [6] B. E. Esquivel-González, L. A. Ochoa Martínez y O. M. Rutiaga-Quiñones, "Microencapsulación mediante secado por aspersión de compuestos bioactivos", Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha, vol., 16 n° 2, pp. 180-192, 2015.
- [7] S. Enciso-Sáenz, A. J. Borrás-Enriquez, L. M. C. Ventura-Canseco, F. Gutiérrez-Miceli, L. Dendooven, A. Grajales-Lagunes, M. A. Ruiz-Cabrera, V. Ruíz-Valdiviezo y M. Abud-Archila, "Lemongrass (Cymbopogon citratus (DC) Stapf) essential oil encapsulation by freeze-drying", Rmiq., vol. 17, n° 2, pp. 407-420, 2018.
- [8] A. B. S. Santana, S. A. Santos, T. M. L. Souza, V. C. C. Silva, J. C. Nunes y D. P. Costa, "Microencapsulation of rosemary essential oil by complex coacervation using gelatin, gum arabic and maltodextrin as wall materials", Journal of Food Process Engineering, vol. 43, n° 6, pp. e13583, 2020.
- [9] S. F. Alves, L. L. Borges, T. O. Dos Santos, J. R. de Paula, E. C. Conceição y M. T. F. Bara, "Microencapsulation of essential oil from fruits of Pterodon emarginatus using gum Arabic and maltodextrin as wall materials: composition and stability", Dry. Technol., vol. 32, n° 1, pp. 96-105, 2014.
- [10] L. Shi, D. Wang, Q. Wei y H. Jia, "Microencapsulation of cinnamon essential oil by spray drying using whey protein isolate-maltodextrin blends as wall materials", International Journal of Dairy Technology, vol. 73, n° 2, pp. 333-342, 2020.
- [11] R. Pavela y G. Benelli, "Essential Oils as Ecofriendly Biopesticides? Challenges and Constraints", Trends Plant Sci. vol. 21 n° 12, pp. 1000-1007, 2016.

- [12] A. El-Abbassi, E. F. Sana, L. El-Bouzidi, M. Lahrouni y K. Nauman, "Recent advances in microencapsulation of bioactive compounds", en Recent progress in medicinal plants: analytical and processing techniques, Estados Unidos: Stadium Press, 2016, pp. 129-146.
- [13] M. O. C. Serrano, A. G. de A. Ferreira, J. J. de Araújo, M. J. Dos Santos y T. C. dos Santos, "Microencapsulation of chia seed oil using different combinations of gum arabic, maltodextrin, and xanthan gum: Emulsion characterization and stability", Journal of Food Engineering, vol. 260, pp. 1-11, 2019.
- [14] V. Kaushik, Y. H. Roos, "Limonene encapsulation in freeze-drying of gum Arabic–sucrose–gelatin systems", LWT Food Science and Technology, vol. 40 n° 8, pp. 1381-1391, 2007.
- [15] A. S. Anandharamakrishnan y S. Padma, "Microencapsulation of fish oil using gum arabic, maltodextrin and modified starch: Process optimization and stability evaluation", International Journal of Biological Macromolecules, vol. 112, pp. 350-357, 2018.
- [16] B. Başyiğit, H. Sağlam, Ş. Kandemir, A. Karaaslan y M. Karaaslan, "Microencapsulation of sour cherry oil by spray drying: evaluation of physical morphology, thermal properties, storage stability, and antimicrobial activity", Powder Technol., vol. 364, pp. 654-663, 2020.
- [17] S. S. B. Silva, C. R. L. Peixoto, A. P. de Moura, S. R. C. Dos Santos, y M. R. P. Silva, "Evaluation of microencapsulation efficiency of rosemary essential oil using gum arabic and maltodextrin as wall materials", Food Chemistry, vol. 312, pp. 126080, 2020.





- [18] E. S. Ribeiro, L. F. F. Pereira, R. S. F. Silva, y M. P. Cereda, "Encapsulation and release of rosemary essential oil: Influence of matrix composition on release characteristics and oil retention", Journal of Food Engineering, vol. 291, pp. 110214, 2022.
- [19] S. T. Imade, O. S. Omokhafe, T. O. Omojola, y A. S. Oladeji, "Microencapsulation and stability studies of ginger essential oil using gum arabic and maltodextrin as wall materials", LWT Food Science and Technology, vol. 133, pp. 110051, 2020.
- [20] J. Hudzicki, "Kirby-Bauer disk diffusion susceptibility test protocol", ASM, pp. 1-23, 2016.
- [21] A. Ö Zeynep, E. Pelin, "Influence of Wall Material Composition on Microencapsulation Efficiency of Cold Pressed Pumpkin Seed Oil by Freeze-Drying", Novel. Tech. Nutri. Food Sci., vol. 3 n° 1 pp. 1-10, 2023.
- [22] A. Turasan, S. Sahin y G. Sumnu, "Encapsulation of rosemary essential oil", LWT Food Sci. Technol., vol 64 n° 1, pp. 112-119, 2015.
- [23] H. C. F. Carneiro, R. V. Tonon, C. R. F. Grosso, M. D. Hubinger, "Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials", J. Food Eng., vol. 115, n° 4, pp. 443-451, 2013.
- [24] T. M. El-Messery, U. Altuntas, G. Altin, B. Özçelik, "The effect of spray-drying and freeze-drying on encapsulation efficiency, in vitro bioaccessibility and oxidative stability of krill oil nanoemulsion system", Food Hydrocolloids, vol. 106, 106062, 2020.

- [25] P. Yun, S. Devahastin, N. Chiewchan, "Microstructures of encapsulates and their relations with encapsulation efficiency and controlled release of bioactive constituents: A review", Compr. Rev. Food Sci. Food Saf., vol. 20, pp. 1768-1799, 2021.
- [26] L. H. Tan, L. W. Chan y P. W. S. Heng, "Effect of oil loading on microspheres produced by spray drying", J. Microencapsul., vol. 22, n° 3, pp. 253- 259, 2005.
- [27] M. Karaaslan, F. ŞEngün, Ú. Cansu, B. Başyiğit, H. Sağlam y A. Karaaslan, "Gum arabic/ maltodextrin microencapsulation confers peroxidation stability and antimicrobial ability to pepper seed oil", Food Chem., vol. 337, art. 127748, 2021.



