



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE CIENCIAS AGROPECUARIAS  
ÁREA ACADÉMICA DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL  
E INGENIERÍA EN ALIMENTOS**

**Estudio molecular y de bioaccesibilidad de harinas de  
*Oxalis tuberosa* obtenidas mediante diferentes condiciones  
de secado.**

**T E S I S**

**PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
M. EN C. DE LOS ALIMENTOS**

**PRESENTA**

**INGENIERA AGROINDUSTRIAL  
MARIA EUGENIA GONZÁLEZ CERVANTES**

**DIRECTOR: DR. APOLONIO VARGAS TORRES**

**TULANCINGO DE BRAVO, HIDALGO, MÉXICO, 2018**





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

Instituto de Ciencias Agropecuarias

School of Forestry and Environmental Studies

**COORDINACION DE INVESTIGACION Y POSGRADO DEL ICAP**

Actas de la reunión del Comité de Tesis de Maestría en Ciencia de los Alimentos  
**Apertura:**

La reunión ordinaria para evaluar los avances de la tesis intitulada: "Estudio molecular y de bioaccesibilidad de harinas de *Oxalis tuberosa* obtenidas mediante diferentes condiciones de secado", que desarrolla el estudiante María Eugenia González Cervantes.

**Asistentes:**

Dr. Apolonio Vargas Torres.

Dr. Juan Pablo Hernández Uribe.

Dra. Heidi María Palma Rodríguez.

Dra. Fabiola Araceli Guzmán Ortiz.

**A. Revisión de Trabajo de Tesis**

**Observaciones:**

El comité revisó con antelación el trabajo de tesis en extenso propuesto por la estudiante, comunicando a la estudiante, María Eugenia González Cervantes, oportunamente las correcciones, adiciones y/o modificaciones que debería considerar para mejorar su trabajo y poder continuar con el proceso de obtención de grado. La estudiante atendió de forma conveniente las sugerencias del comité.

**B. Acuerdos**

En esta fecha, se comunica atentamente que el comité conformado por los profesores firmantes, otorgamos nuestra autorización para que la estudiante imprima su trabajo final de tesis, y continúe con los trámites necesarios para la obtención del grado de maestría respectivo.

ATENTAMENTE

"AMOR, ORDEN Y PROGRESO"

Tulancingo de Bravo, Hidalgo a 3 de octubre de 2018

Dr. Apolonio Vargas Torres.

Dr. Juan Pablo Hernández Uribe.

Dra. Heidi María Palma Rodríguez.

Dra. Fabiola Araceli Guzmán Ortiz.



Handwritten signatures in blue ink over horizontal lines, corresponding to the listed names.





## Agradecimientos

Durante estos años quiero agradecer en primer lugar a **Dios** que me dio la vida para poder alcanzar esta meta.

Al **Instituto de Ciencias Agropecuarias de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo** por haberme aceptado y apoyado durante este periodo en el que desarrolle mi labor investigadora.

Al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología de los Estados Unidos Mexicanos** por concederme la beca con la cual fue posible aventurarme en esta travesía.

Mi más sincero agradecimiento al **Dr. Apolonio Vargas Torres** profesor investigador en el Instituto de Ciencias Agropecuarias de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, mi director de tesis por aceptar el reto de trabajar conmigo después de más de dos décadas alejada de los ámbitos académico y científico.

A los **Dres. Heidi María Palma Rodríguez y Juan Pablo Hernández Uribe** por sus enseñanzas, sugerencias e ideas de las que tanto provecho he sacado.

A la **Dra. Juana Juárez Muñoz** por permitirme el uso del equipo del laboratorio de Ingeniería Forestal del Instituto de Ciencias Agropecuarias para la liofilización de la Oca.

A la **Dra. Fabiola Araceli Guzmán Ortiz** profesor investigador en el Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo y al **Dr. Luis Arturo Bello Pérez y su equipo de investigación** del Centro de Desarrollo de Productos Bióticos del Instituto Politécnico Nacional por la recepción, el apoyo y los medios recibidos en los Institutos donde desarrollé parte de mi labor investigadora.

A la **Dra. Ma. Isabel Reyes Santamaría** del Centro de Investigación en Ciencia y Tecnología de los Alimentos del Instituto de Ciencias Agropecuarias por su apoyo en el uso del programa estadístico SAS 9.0.

No puedo olvidar a mis compañeros de generación **Román, Ofé, Joel, Uriel, Néstor, Dulce, Denise, Fernando, Karlita, Bery, Guille, Jacky, José, Delia y Paty** con quienes compartí horas de trabajo. Gracias por los buenos y malos momentos por escucharme y apoyarme. Y a **Sixto** por la charla afable en las tardes de trabajo de escritorio en el Instituto de Ciencias Agropecuarias.





## **Dedicatoria**

A mi madre y mentora Alejandra Cervantes Ramírez porque todo esto nunca hubiera sido posible sin su amparo y amor incondicional; a mi querido hermano Julio con quien siempre tengo diferentes puntos de vista; a Lulii mi princesa por estimularme con su ejemplo de organización, disciplina y dedicación; a Giovanni "el inquieto" quien durante todo este tiempo siempre me alentaba con la frase "Que tengas éxito tía"; a Ilich y Arquímedes porque a pesar de la distancia su cariño siempre me motiva a continuar. A mi padre Isidro González Domínguez de quien me queda el consuelo de que alguien que está en el cielo, vela por nosotros.





## Índice

Índice de Tablas .....	9
Índice de Figuras .....	10
Resumen.....	11
1. Introducción .....	13
2. Antecedentes .....	14
2.1 La Oca ( <i>Oxalis tuberosa</i> ) .....	14
2.2 Clasificación botánica de <i>Oxalis tuberosa</i> .....	15
2.3 Variedades de <i>Oxalis tuberosa</i> .....	15
2.4 Morfología de la planta de <i>Oxalis tuberosa</i> .....	16
2.5 Composición química de <i>Oxalis tuberosa</i> .....	17
2.6 Métodos de secado .....	17
2.6.1 Liofilización .....	22
2.6.2 Secado por convección. ....	22
2.7 Harina .....	22
2.8 Efectos de los métodos de secado en la elaboración de harinas .....	23
2.9 Aspectos generales del almidón.....	24
2.9.1 Composición del almidón y estructura de sus componentes.....	25
2.9.2 Amilosa .....	27
2.9.3 Amilopectina .....	27
2.9.4 La estructura de almidón.....	30
2.9.5 Cristalinidad en almidón .....	32
2.10 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) aplicada a los alimentos .....	33
2.11 Compuestos fenólicos.....	34
2.12 Actividad antioxidante .....	35
2.13 Bioaccesibilidad de los nutrientes de las harinas .....	35





2.13.1 Efecto del método de secado en la preparación de harina sobre los polifenoles solubles totales y la actividad antirradical .....	36
2.13.2 Efecto del método de secado sobre la digestión del almidón de las harinas .....	38
2.13.3 Digestibilidad del almidón .....	39
2.14 Predicción de índice glucémico y almidón resistente .....	39
2.15 Efecto de las dispersiones de almidón en la digestibilidad .....	40
2.15.3 Efecto de la amilopectina en la digestibilidad .....	44
2.15.4 Interacción de amilosa / amilopectina en la digestibilidad .....	44
2.15.5 Efecto de la cristalinidad en la digestibilidad .....	45
2.16 Fibra dietaria .....	46
2.16.1 Efecto de las fibras dietarias en la digestibilidad .....	47
3. Justificación .....	49
4. Hipótesis .....	50
5. Objetivos .....	51
5.1 Objetivo general .....	51
5.2 Objetivos específicos .....	51
6. Materiales y métodos .....	52
6.1 Obtención de las harinas .....	52
6.2 Extracción de compuestos fenólicos .....	52
6.2.1 Determinación del contenido total de polifenoles solubles de las muestras .....	52
6.2.2 La actividad antirradical mediante 2,2'-azinobis-3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico (ABTS) .....	53
6.2.3 El ensayo de actividad antirradical por DPPH .....	54
6.2.4 FRAP (Poder antioxidante reductor del hierro) .....	54
6.3 Medición de color triestímulo .....	55
6.4 Perfil de Viscosidad .....	55
6.5 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) .....	56





6.6 Microscopia electrónica de barrido (MEB).....	56
6.7 Difracción de rayos X .....	56
6.8 Análisis de tamaño de partícula .....	57
6.9 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR).....	57
6.10 El contenido de almidón total .....	58
6.11 Almidón resistente .....	58
6.12 Determinación del contenido de amilosa .....	59
6.13 Fibra dietaria total integrada.....	59
6.14 Predicción del índice glucémico (amilólisis).....	59
6.15 Análisis estadístico .....	60
7. Resultados y discusión.....	61
7.1 Contenido de compuestos fenólicos.....	61
7.2 Actividad antirradical por el método ABTS.....	63
7.3 Actividad antirradical por el método DPPH.....	65
7.4 Actividad antioxidante por el método FRAP.....	65
7.5 Perfil de Viscosidad .....	68
7.6 Propiedades térmicas.....	71
7.7 Difracción de rayos X .....	73
7.8 Color.....	74
7.9 Microscopia electrónica de barrido (MEB).....	76
7.10 Tamaño de partícula .....	78
7.11 Espectroscopia FT-IR.....	78
7.12 Almidón total, almidón resistente, amilosa y fibra dietaria integrada .....	81
7.13 Predicción del índice glucémico (amilólisis).....	83





7.14 Parámetros de estudio para medir la influencia del método de secado mediante el Coeficiente de correlación de Pearson .....	86
8. Conclusiones .....	90
9. Referencias .....	91
Congreso .....	121





## Índice de Tablas

Tabla 1. Taxonomía de <i>Oxalis tuberosa</i> .....	15
Tabla 2. Composición centesimal, Contenido de fibra soluble, insoluble, de almidón total y almidón resistente de Ocas morada y colorada. ....	20
Tabla 3. Compuestos bioactivos y Actividad antirradical en pulpa y cáscara en Ocas morada y colorada.....	21
Tabla 4. Contenido de polifenoles totales solubles y actividad antirradical por DPPH de harina de ñame preparada por diferentes métodos de secado.....	37
Tabla 5. Compuestos fenólicos totales y capacidad antioxidante de las harinas de <i>Oxalis tuberosa</i> . ....	62
Tabla 6. Compuestos fenólicos totales y capacidad antioxidante por ABTS de dos genotipos de Oca ( <i>Oxalis tuberosa</i> Molina).....	64
Tabla 7. Compuestos fenólicos totales y capacidad antioxidante de las harinas de <i>Oxalis tuberosa</i> por método ABTS. ....	64
Tabla 8. Cambios en el contenido fenólico total y actividad antioxidante de jengibre secado por diferentes métodos.....	67
Tabla 9. Perfil de Viscosidad y Propiedades térmicas.....	70
Tabla 10. Almidón total, amilosa, almidón resistente, y fibra dietaria integrada. ....	82
Tabla 11. % Hidrólisis a 90 min y predicción del índice glucémico.....	85
Tabla 12. Coeficientes de correlación de Pearson de la harina de <i>Oxalis tuberosa</i> secada por calor de convección (HS).....	88
Tabla 13. Coeficientes de correlación de Pearson de la harina de <i>Oxalis tuberosa</i> liofilizada (HL). ....	89





## Índice de Figuras

FIGURA 1. Tamaño comparativo de tubérculos de <i>Oxalis</i> domesticados y salvajes. ....	18
FIGURA 2. Estructura del tejido de <i>Oxalis tuberosa</i> .....	19
FIGURA 3. Modelo de racimo de amilopectina. ....	29
FIGURA 4. Estructura y componentes de los gránulos de almidón: amilopectina y amilosa. .	31
FIGURA 5. Microfotografía electrónica de barrido de sorgo mutante de alta proteína digestible. .....	42
FIGURA 6. Difractograma de rayos X de las harinas de <i>Oxalis tuberosa</i> . ....	73
FIGURA 7. Micrografías de las harinas de <i>Oxalis tuberosa</i> con una amplitud 300X muestran la morfología de HS y HL. ....	77
FIGURA 8. Gráficas de distribución de tamaño de partícula de las harinas de <i>Oxalis tuberosa</i> . .....	77
FIGURA 9. Espectroscopia FT-IR de las harinas de <i>Oxalis tuberosa</i> .....	80
FIGURA 10. % de hidrólisis del almidón de las harinas de <i>Oxalis tuberosa</i> . ....	85





## Resumen

El objetivo de la presente investigación fue caracterizar las propiedades moleculares, morfológicas, fisicoquímicas, térmicas y de digestibilidad *in vitro* de las harinas de elaboradas a partir de la papa Oca (*Oxalis tuberosa*) mediante dos métodos de secado: la liofilización (HL) y el secado por convección con aire caliente (HS). Las harinas se caracterizaron mediante los siguientes métodos: Folin-Ciocalteu para el contenido de compuestos fenólicos y DPPH, ABTS y FRAP para evaluar la capacidad antioxidante; para el estudio de las propiedades moleculares y morfológicas se aplicó el Análisis Rápido de Viscosidad (ARV), Análisis de color con el método tríestímulo de coordenadas del espacio de color CIELab; Calorimetría diferencial de barrido (DSC por sus siglas en inglés); Microscopia electrónica de barrido (MEB); Difracción de rayos X (DRX); Distribución del tamaño de partícula; Espectroscopia FT-IR y para evaluar la bioaccesibilidad de las harinas la digestión *in vitro* .

En este estudio se detectó que los métodos de secado si tuvieron influencia en el contenido de compuestos fenólicos y en actividad antioxidante mediante ABTS, en general los extractos elaborados con HL mostraron valores más altos. Con respecto, a la viscosidad pico el método de liofilización influyó dando como resultado una mayor viscosidad en HL sin embargo no hubo influencia en las propiedades térmicas de las harinas mostrando temperaturas de empastado similares a sus temperaturas pico mediante los dos métodos de secado. Por otra parte, en los parámetros de color y tamaño de partícula las harinas mostraron variabilidad en los resultados debido a que si se afectaron estas características por los métodos de secado donde HL presento diferencias con HS entre ellas mayor rojez. A causa, del método de secado el tamaño de partícula de menor tamaño lo tuvo HL. Por otro lado, en la morfología de ambas harinas se observaron los gránulos de almidón de forma ovoide y elíptica. En cuanto a, los patrones de difracción de rayos X las dos harinas mostraron una cristalinidad de tipo B, patrones característicos de los tubérculos y raíces. En este caso, con los estudios de espectroscopia infrarroja y transformada de Fourier en las harinas elaboradas con *Oxalis tuberosa* se encontraron los espectros característicos del almidón además de observar las vibraciones de otros grupos funcionales posiblemente de los compuestos fenólicos presentes en las harinas. Para finalizar los resultados de la digestión *in vitro* de las harinas permiten concluir que el método de secado influyó en las harinas, al respecto, HL presentó una menor tasa de hidrólisis





que HS. Este estudio proporciona un conocimiento profundo sobre las propiedades de la harina de *Oxalis tuberosa* obtenida mediante dos procesos de secado la liofilización y el secado por convección con aire caliente, propiedades que serían útiles para la selección de ingredientes y su aplicación en la industria alimentaria.





## 1. Introducción

La Oca (*Oxalis tuberosa*) es un cultivo endémico de los Andes. Parece haber sido domesticado en el centro del Perú y Norte de Bolivia, donde se encuentra la mayor diversidad de formas cultivadas. Alrededor de hace doscientos años el cultivo de *Oxalis tuberosa* fue introducida en México (Cortella y Pochettino, 1995). La Oca (*Oxalis tuberosa*) se originó dentro de un clado informalmente conocido como “*Oxalis tuberosa alliance*”, que es un grupo de varias docenas de especies morfológicamente similares encontradas a través de los Andes centrales y septentrionales (Emshiwiller, 2002). La producción de Oca es de 387 toneladas, durante la temporada de cosecha de enero a mayo en los países andinos de los que es originaria. (Cruz, Ribotta, Ferrero, e Iturriaga, 2016).

En los países andinos donde se cultivan las papas originarias entre ellas la Oca (*Oxalis tuberosa*) son comercializadas bajo diferentes formas con un grado de procesamiento variable. Algunos de las de las aplicaciones industriales son: papas frescas empaquetadas, puré de papas Andinas deshidratadas con energía solar, las papas precocinadas envasadas al vacío y dulces de papa Oca glaseada, entre otros (Cruz *et al.*, 2016).

La deshidratación a través de la historia es una de las técnicas más ampliamente utilizadas para la conservación de los alimentos. Ya en la era paleolítica, hace unos 400.000 años, se secaban al sol alimentos como frutas, granos, vegetales, carnes y pescados, aprendiendo mediante ensayos y errores, para conseguir una posibilidad de subsistencia en épocas de escasez de alimentos, alimentos no solo necesarios sino que también nutritivos (Barboza y Vega, 2000). Para ello se pueden utilizar varios métodos de deshidratación o combinación de los mismos, tales como secado solar, aire caliente, microondas, liofilización, atomización, deshidratación osmótica, entre otros (Vega y Lemus, 2006).

En los últimos años, muchos estudios se han llevado a cabo para descubrir métodos alternativos de secado, que deberían producir alimentos de calidad Premium sin residuos nocivos, el secado con aire caliente, es uno de los métodos más comúnmente utilizados y que tiene costos de producción relativamente bajos. La liofilización produce productos de alta calidad, pero su alto costo limita su aplicación (Castro, Teixeira y Kirby, 1997). Para elegir un método de secado apropiado se deben tener presente factores importantes como, el preservar los componentes bioactivos, las propiedades funcionales y nutricionales relacionadas con el almidón así como su capacidad antioxidante (Chen *et al.*, 2017).





## 2. Antecedentes

### 2.1 La Oca (*Oxalis tuberosa*)

En inglés se conoce a la acederilla (*Oxalis tuberosa* Molina) como Oca u oxalis; en los idiomas andinos, como uqa u ok'a (en quechua) y apilla (en aimara). En los países hispanoamericanos se la conoce como Oca en el Perú y el Ecuador; como Oca, ibia, hibia, huasisai o ibi en Colombia; como ruba, timbo, quiba, macachín o miquichi en Venezuela; y como papa roja, papa colorada, papa ratona o papa extranjera en México (Recuperado el 04 de julio de 2018 de: <http://www.fao.org/traditional-crops/oca/es/>).

La *Oxalis tuberosa* es una planta herbácea perenne, con tallo erguido en las primeras fases de desarrollo que pasa a postrarse más adelante, a medida que madura. Se cultiva por su crujiente raíz comestible, donde la planta almacena almidón durante el invierno o en los períodos fríos en que no está creciendo. La multiplicación vegetativa de la Oca se lleva a cabo por medio de esquejes o a través de sus tubérculos. Los tubérculos tienen forma elíptica o cilíndrica y pueden ser de color blanco, amarillo, rojo y púrpura. Su longitud varía entre 5 y 7,5 cm y su diámetro, entre 2,5 y 3,75 cm (Recuperado el 04 de julio de 2018 de: <http://www.fao.org/traditional-crops/oca/es/>).

La Oca es uno de los tubérculos tradicionales de los Andes y, junto con el olluco (*Ullucus tuberosus*), la mashwa (*Tropaeolum tuberosum*) y las papas nativas (*Solanum spp.*), es una fuente importante de energía alimentaria en la región. La Oca crece bien en latitudes más altas, ya que precisa una larga temporada de crecimiento, y forma sus tubérculos en otoño, cuando se acorta la duración del día. Sin embargo, en zonas con climas invernales severos, el tiempo frío que acompaña los días más breves puede matar a la planta antes de que se formen los tubérculos (Recuperado el 04 de julio de 2018 de: <http://www.fao.org/traditional-crops/oca/es/>).

Al igual que otras raíces y tubérculos de la región, la Oca puede comerse hervida, horneada o frita. Por ejemplo en los Andes se consume en estofados y sopas o puede servirse como dulce. En el caso de México se come cruda con sal, limón y pimienta picante. También puede secarse al sol primero para que sea más dulce y luego cocerse a medias o asarse, o molerse para preparar gachas y postres con la harina resultante (Recuperado el 04 de julio de 2018 de: <http://www.fao.org/traditional-crops/oca/es/>).





El origen y centro de diversidad probable de la Oca se encuentra en las tierras altas de los Andes, desde Colombia hasta la Argentina, y reviste especial importancia en el Perú y Bolivia. Hay asimismo numerosos parientes silvestres en la región. Además de ser común en América del Sur y México, también se cultiva ampliamente en Nueva Zelanda, donde se la conoce como New Zealand yam (ñame neozelandés) (Recuperado el 04 de julio de 2018 de: <http://www.fao.org/traditional-crops/oca/es/>).

En cuanto a cualidades especiales, tiene un bajo contenido de grasa y es una fuente de carbohidratos de fácil digestión. Además los valores antioxidantes de estos tubérculos son más elevados que los de otras fuentes conocidas de antioxidantes naturales, como los arándanos, o equiparables a estos. (Recuperado el 04 de julio de 2018 de: <http://www.fao.org/traditional-crops/oca/es/>).

## 2.2 Clasificación botánica de *Oxalis tuberosa*

El tubérculo papa Oca se ha clasificado como se muestra a continuación (Tabla 1).

Tabla 1. Taxonomía de *Oxalis tuberosa*

Reino	<i>Plantae</i>
División	<i>Magnoliophyta</i>
Clase	<i>Magnoliopsida</i>
Orden	<i>Geraniales</i>
Familia	<i>Oxalidaceae</i>
Género	<i>Oxalis</i>
Especie	<i>Oxalis tuberosa</i> Molina

(Recuperado el 05 de julio de 2018 de: [http://www.peruecologico.com.pe/flo\\_oca\\_1.htm](http://www.peruecologico.com.pe/flo_oca_1.htm)).

## 2.3 Variedades de *Oxalis tuberosa*

Existen al menos 50 variedades. Las mayores colecciones de germoplasma de Oca se encuentran en Perú, en Cusco, donde se registran 400 accesos, también en Puno y Huancayo; y en Ecuador en Quito.





Las variedades de Oca más comunes en nuestro país son las siguientes:

1. Zapallo Oca, de tubérculos amarillos.
2. Chachapea Oca, de tubérculos grises y dulces.
3. Paucar Oca, de tubérculos rojos y dulces.
4. Mestiza Oca, de tubérculos blancos.
5. Nigro Oca, de tubérculos negruzcos.
6. Luncho Oca, de tubérculos blancos y amargos, usados en la preparación de chuño.
7. Huari chuchu, de tubérculos rojos muy alargados.
8. Khella sunti, de tubérculos blanquecinos muy desteñidos.
9. Chair achacana, de tubérculos amarillos con listones negros.
10. Lluchu gorra, de tubérculos rosados que al cocinarse desprenden su hollejo.
11. Kheni harinosa, de tubérculos amarillos muy intenso, casi anaranjados.
12. Uma huaculla, de tubérculos rojos con yemas negras y gran tamaño.

(Recuperado el 05 de julio de 2018 de: [http://www.peruecologico.com.pe/flo\\_oca\\_1.htm](http://www.peruecologico.com.pe/flo_oca_1.htm)).

#### **2.4 Morfología de la planta de *Oxalis tuberosa***

La Oca es una herbácea compacta de tipo perenne y alcanza una altura entre 20 y 30 cm de alto. Sus tallos tienen forma cilíndrica y su color varía entre amarillo, verde, violeta y rojizo. La Oca posee hojas alternas y trifoliadas, parecidas al trébol. Su crecimiento, forma, ángulo y grosor, las hacen muy eficientes para realizar la fotosíntesis. La inflorescencia se forma en las axilas superiores de los tallos y presentan de 4 a 5 flores. Cada flor tiene 5 pétalos amarillos con rayas moradas, 10 estambres y un pistilo de tamaño variable la estructura floral facilita la polinización cruzada. Los tubérculos de la Oca tienen forma elipsoidal, claviforme o cilíndrica, Emshwiller, Theim, Grau, Nina, y Terrazas, (2009) cuyo sabor puede ser dulce o amargo. Presentan numerosas yemas u "ojos" en toda su superficie, y colores muy variados como el blanco,





amarillo, rosado, anaranjado, rojo y morado (Figura 1). (Recuperado el 05 de julio de 2018 de: [http://www.peruecologico.com.pe/flo\\_oca\\_1.htm](http://www.peruecologico.com.pe/flo_oca_1.htm)). Finalmente en la Figura 2 se puede apreciar la estructura heterogénea del tejido del tubérculo *Oxalis tuberosa* (Liu, Burritt, Eyres, y Oey, 2018).

### **2.5 Composición química de *Oxalis tuberosa***

Jiménez y Sammán, (2014) reportaron la composición química de variedades de Oca (*Oxalis tuberosa*) de las que se tomaron los resultados de las Morada y Colorada (Tabla 2). Se puede observar que sus componentes mayoritarios son el agua y los hidratos de carbono (H C), conteniendo bajas cantidades de proteínas, lípidos y cenizas; también se muestra el contenido de fibra; de almidón total y de almidón resistente en el tubérculo crudo y hervido. En las dos variedades, el contenido de fibra insoluble es mayor que el de fibra soluble y el porcentaje de cobertura del valor diario recomendado es de 6 y 9 piezas. En cuanto a actividad antirradical la principal responsable es la vitamina C (Tabla 3). Los valores de vitamina C encontrados muestran que las Ocas aportarían cantidades significativas de esta vitamina si se incluyera en la dieta diaria.

### **2.6 Métodos de secado**

El proceso de deshidratación mejora la estabilidad de los alimentos, ya que reduce la actividad del agua considerablemente y minimiza alteraciones físicas, químicas y microbiológicas durante almacenamiento (Hatamipour *et al.*, 2007). La eliminación de agua es la tarea principal en la preservación de los alimentos, reduciendo el contenido de humedad a un nivel que permita su almacenamiento seguro por un período prolongado de tiempo (Lenart, 1996).



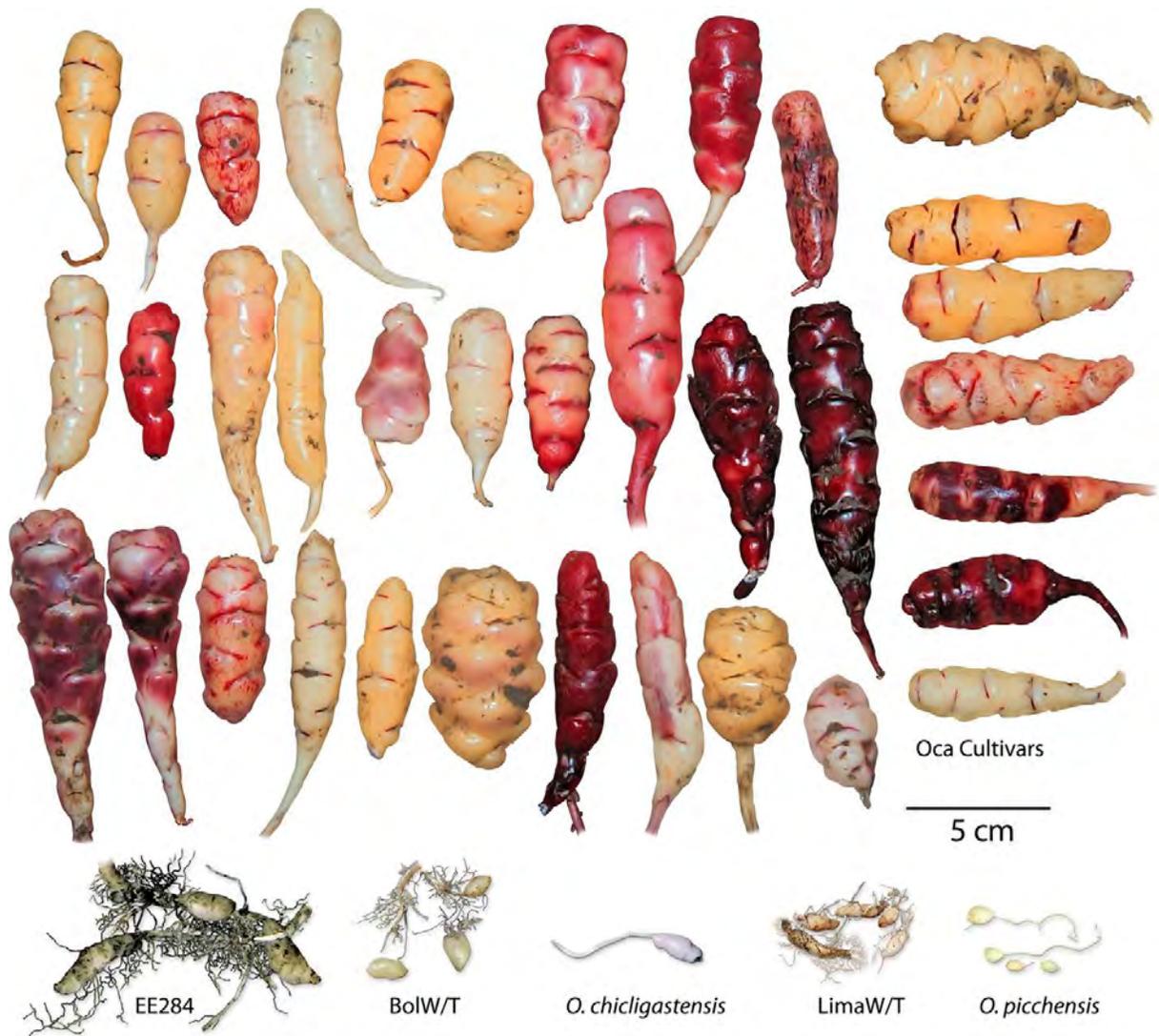


FIGURA 1. Tamaño comparativo de tubérculos de *Oxalis* domesticados y salvajes.

Fuente: Emshwiller *et al.*, (2009)



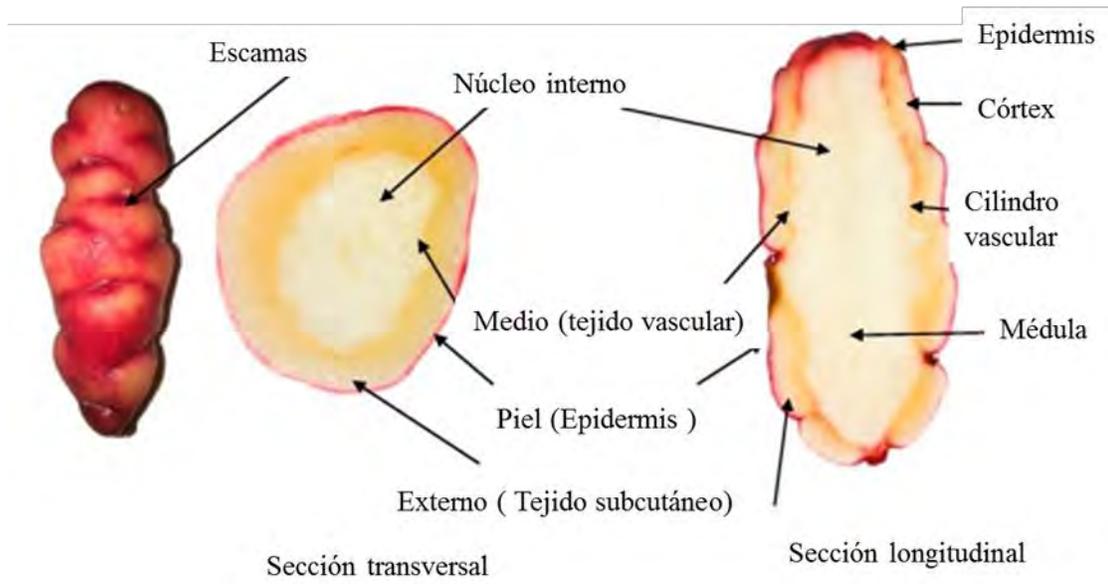


FIGURA 2. Estructura del tejido de *Oxalis tuberosa*.

Fuente: Liu *et al.*, (2018).





Tabla 2. Composición centesimal, Contenido de fibra soluble, insoluble, de almidón total y almidón resistente de Ocas morada y colorada.

Parámetros	Morada	Colorada
Energía kcal/ 100g	92	83
Parámetros	(g/100g de pulpa bh)	(g/100g de pulpa bh).
Humedad*	76.15 ± 0.66 <sup>c</sup>	75.82 ± 1.79 <sup>d</sup>
Proteínas*	0.79 ± 0.08 <sup>b</sup>	2.10 ± 0.00 <sup>f</sup>
Lípidos*	0.15 ± 0.03 <sup>bc</sup>	0.14 ± 0.05 <sup>bc</sup>
Cenizas*	0.99 ± 0.00 <sup>d</sup>	0.78 ± 0.02 <sup>ab</sup>
H C Disponibles	21.92	18.51
Fibra Dietaria total**	1.92	2.6
Fibra Dietaria Insoluble*	1.18 ± 0.02 <sup>b</sup>	2.12 ± 0.10 <sup>c</sup>
Fibra Dietaria Soluble*	0.74 ± 0.11 <sup>c</sup>	0.48 ± 0.00 <sup>b</sup>
% cobertura del VDR	6	9
Almidón total *	15.02 ± 0.29 <sup>a</sup>	14.80 ± 0.32 <sup>a</sup>
Almidón resistente (cruda)*	1.31 ± 0.34 <sup>b</sup>	0.66 ± 0.20 <sup>a</sup>
Almidón resistente (hervida)*	0.81 ± 0.11 <sup>c</sup>	0.44 ± 0.04 <sup>a</sup>
Almidón resistente (hervida y almacenada)***	1.09 ± 0.09 <sup>b</sup>	0.66 ± 0.05 <sup>a</sup>

\*Los resultados se presentan como promedio ± desviación estándar n= 3. Letras diferentes en una misma columna muestran diferencias significativas (P<0.05). bh: base húmeda.

\*\* Calculado por la suma de la fibra soluble y la fibra insoluble. H C = Hidratos de carbono. VDR= Valor diario recomendado.

\*\*\* Almacenadas durante 48 h a 4°C.

Fuente Jiménez y Sammán, (2014).





Tabla 3. Compuestos bioactivos y Actividad antirradical en pulpa y cáscara en Ocas morada y colorada.

Parámetro	Morada		Colorada	
	Pulpa	Cáscara	Pulpa	Cáscara
Vitamina C (mg/100g muestra) bh*	35.6 ± 0.7 <sup>bcd</sup>	36.2 ± 0.3 <sup>b</sup>	30.4 ± 1.6 <sup>a</sup>	44.8 ± 1.2 <sup>c</sup>
Compuestos Fenólicos (mg AG/100g muestra) bh*	87.5 ± 3.2 <sup>bc</sup>	462.3 ± 9.6 <sup>d</sup>	149.2 ± 7.4 <sup>d</sup>	200.6 ± 7.3 <sup>c</sup>
IC 50 (mg de muestra) bh*	28.5 ± 2.3 <sup>bc</sup>	6.0 ± 0.6 <sup>a</sup>	15.4 ± 0.2 <sup>a</sup>	10.1 ± 2.3 <sup>ab</sup>
AAEVC(mg AA/100g muestra) bh*	44.0 ± 3.5 <sup>c</sup>	209.3 ± 18.4 <sup>d</sup>	81.1 ± 1.2 <sup>d</sup>	128.8 ± 34.3 <sup>b</sup>

\*Los resultados se presentan como promedio ± desviación estándar, n=3. Letras diferentes en una misma columna muestran diferencias significativas (P<0,05). bh: base húmeda. Concentración media inhibitoria (IC50). AAEVC: actividad antirradical expresada en equivalente en vitamina C. AA: Ácido ascórbico.

Fuente Jiménez y Sammán, (2014).





### **2.6.1 Liofilización**

La deshidratación por liofilización se considera uno de los mejores métodos para secar alimentos sensibles al calor, incorporando un proceso que usa bajas temperaturas durante el secado y eliminando el agua por sublimación (Krokida, Karathanos y Maroulis, 1998). Los productos liofilizados se caracterizan por mostrar buenas propiedades de hidratación y cambios mínimos en el sabor color en comparación con los productos obtenidos por el secado con aire forzado (Genin *et al.*, 1996). Sin embargo, el proceso de liofilización implica altos costos de producción y la tasa de secado generalmente es baja con tiempos de secado elevados, lo que puede variar desde unas pocas horas hasta varios días (Krokida, Tsami y Maroulis, 1998).

### **2.6.2 Secado por convección.**

En un estudio hecho en castañas, reportaron el secado como uno de los mejores métodos de conservación que pueden extender la vida útil de los frutos de castaño. Las castañas pueden procesarse en forma de polvo (por ejemplo, harina) que podría incorporarse en diversas formulaciones de alimentos como un aditivo alimenticio funcional con sabor distinto. La calidad de harina seca depende del tipo de secado, la temperatura utilizada, la duración, la velocidad del aire, la carga de la bandeja y muchos otros factores. El secado con aire caliente es un proceso poco costoso y la muestra se seca rápidamente en condiciones de calentamiento seleccionadas como temperatura, tasa de flujo de aire y humedad (Ahmed y Al-Attar, 2015). Y se reportó que las temperaturas de secado de las castañas afectaron propiedades fisicoquímicas de la harina de castañas y en consecuencia pudo influir en las propiedades funcionales (Correia, Leitão y Beirão-da-Costa, 2009). Sin embargo, la calidad (por ejemplo, color, capacidad de rehidratación) del producto seco cambió significativamente, debido a, que con el secado con aire caliente, la harina de castaña se gelatiniza en presencia de agua, y se cree que el modo de secado afectó significativamente la gelatinización y la funcionalidad de la harina (Chiotelli, Pilosio y Le Meste, 2002).

## **2.7 Harina**

La harina es la forma más común conocida para el almacenamiento a largo plazo de los tubérculos. La elaboración de harina de tubérculos es mucho más fácil y más simple que la





extracción del almidón de tubérculos. Dependiendo del proceso, otra ventaja de la harina es que los componentes nutricionales de los bulbos pueden mantenerse. Además, la harina es una forma fácil de aplicar y puede servir para una gran variedad de productos alimenticios. Para las formas comunes de la elaboración de harina de los tubérculos, el tamaño de partícula utilizado es  $<212 \mu\text{m}$  o el equivalente al tamaño de tamiz de  $> 65 \text{ mesh}$  (Codex Standard 152-1985. Descargado 2011).

En este sentido conocer las propiedades morfológicas, fisicoquímicas, térmicas, de color y de bioaccesibilidad de las harinas es información muy valiosa para orientar el uso de las harinas de *Oxalis tuberosa*.

Debido a la escasa información que se tiene sobre el estudio en harinas de *Oxalis tuberosa* se estudiaron los efectos de los métodos de secado por convección y liofilización en estos productos.

## **2.8 Efectos de los métodos de secado en la elaboración de harinas**

La liofilización es uno de los métodos más avanzados de deshidratación, que produce alimentos de alta calidad (estructura porosa y contracción mínima) y a menudo es un proceso de bajo rendimiento y el costo operativo del proceso es muy alto. En su mayoría, la industria farmacéutica y nutracéutica puede permitirse el proceso de liofilización para sus productos, mientras que en los alimentos las industrias siempre buscan productos con propiedades funcionales deseadas con un costo moderado. Por lo tanto, una comparación entre los dos procesos de secado podría proporcionar información sobre el aspecto físico y propiedades funcionales de la harina. Información que puede servir de guía para la toma de decisiones a investigadores, fabricantes de harina y usuarios finales para seleccionar el proceso o producto apropiado para mejorar las operaciones o la formulación de un producto (Ahmed y Al-Attar, 2015).

En un estudio en harinas de ñame evaluaron el efecto de diferentes métodos de secado sobre las propiedades del almidón, sus componentes bioactivos y sus propiedades antioxidantes de las harinas de ñamé para descubrir métodos alternativos de secado, que produjeran harinas calidad Premium sin el riesgo de residuos nocivos como en el secado con azufre, uno de los





métodos más utilizados y que tiene costos de producción relativamente bajos (Chen *et al.*, 2017). El objetivo de este estudio fue comparar métodos tradicionales de secado (secado al aire y secado con fumigación con azufre) con métodos modernos de secado (secado con aire caliente, liofilización, y secado con microondas) para conocer como fueron afectadas las harinas de ñame obtenidas, en los contenidos de amilosa, la cantidad de almidón de rápida y lenta digestión y almidón resistente entre otros. Por ejemplo, el contenido elevado de amilosa en la harina obtenida por secado con aire caliente a 60 °C fue de 10.04% contra el de 7.55% de la obtenida por liofilización estos valores pudieron deberse al incremento combinado de actividades de enzimas durante el proceso de secado sobre el almidón, principalmente  $\alpha$ -amilasa,  $\beta$ -amilasa, glucoamilasa y pululanasa, las cuales son activadas a las temperaturas de prueba de secado entre 55 °C y 60 °C (Correia y Beirão-da-Costa, 2012). En otro estudio en la elaboración de harinas de castaño obtenidas por liofilización (- 47 °C y - 50 °C) y secado en bandejas (60 °C) analizaron el efecto de los métodos de secado sobre las propiedades reológicas, térmicas y estructurales en harinas de castaño (Ahmed, Al-Jassar y Thomas, 2015). En este estudio encontraron entre otros hallazgos que las harinas de castaño mostraron una distribución de tamaño de partícula bimodal y además observaron menor daño al gránulo por liofilización, esto probablemente se debió a que la humedad se sublimó durante el secado y tuvo menor efecto sobre la estructura de las partículas durante el proceso (Ahmed y Al-Attar, 2015).

De los investigadores antes mencionados y sus resultados sobre la aplicación de los métodos de secado para la obtención de productos como las harinas se resaltan especialmente las siguientes evidencias, del método secado por liofilización se puede obtener una harina con menor tamaño de partícula, menor daño al gránulo, mayor absorción de agua, u producto ideal para preparar alimentos hipo-glucémicos y bajos en lípidos y del método de secado con aire caliente (convección) que se ha extendido su uso en el mundo como una fuente para elaborar alimentos funcionales, debido a que, hay componentes bioactivos que se conservan como algunos compuestos fenólicos (Chen *et al.*, 2017). Además que con el secado a temperaturas mayores de 60 °C los materiales sufren cambios estructurales y a 60 °C se obtiene un secado rápido y menor daño del gránulo de almidón.

## **2.9 Aspectos generales del almidón**

El almidón se encuentra comúnmente en semillas, raíces, tubérculos, frutas verdes, tallos





y hojas y se considera el principal carbohidrato almacenado de plantas superiores. El almidón se puede analizar desde dos puntos de vista: (1) se aísla de esas fuentes botánicas, usadas en diferentes industrias y en muchas aplicaciones y se modifica por métodos químicos, físicos y enzimáticos para aumentar su funcionalidad; (2) las materias primas amiláceas se utilizan para hacer alimentos tales como productos de panadería, pasta, tortillas y refrigerios en los que el almidón da las características fisicoquímicas, funcionales y de digestibilidad para esos productos. El almidón está organizado en partículas discretas llamadas gránulos; la biosíntesis de los gránulos se inicia en el hilio y luego crecen por aposición. Usualmente, la biosíntesis del almidón implica dos macromoléculas de estructura diferente: amilosa (esencialmente lineal) y amilopectina (ramificada); ambas macromoléculas son responsables de la funcionalidad del almidón durante el procesamiento y cocinando. Los gránulos de almidón están densamente empaquetados en forma de estructura semicristalina y tienen una densidad de aproximadamente  $1,5 \text{ g / cm}^3$ . Los gránulos de almidón de diferentes fuentes botánicas muestran formas, tamaños y superficies (lisas o rugosas) que también juegan un papel importante en la funcionalidad y la digestibilidad. Los gránulos de almidón no son solubles en agua a temperatura ambiente debido a su estructura semicristalina estable y ordenada (Jane, Wong y McPherson, (1997). Cuando el almidón nativo se somete a tratamientos térmicos (por ejemplo, el cocinado), la estructura ordenada se desorganiza y diversos eventos ocurren como el hinchamiento de los gránulos, la lixiviación de amilosa y la desorganización de amilopectina; estos eventos se observan en los perfiles de viscosidad y estudios térmicos por ejemplo con calorimetría de barrido diferencial, Biliaderis, (1991).

### **2.9.1 Composición del almidón y estructura de sus componentes**

Los gránulos de almidón se componen de dos tipos de  $\alpha$ -glucanos, amilosa y amilopectina, que representan aproximadamente 98-99% del peso seco. La relación de los dos polisacáridos varía de acuerdo con el origen botánico del almidón. Los almidones “cerosos” contienen menos del 15% de amilosa, los almidones de amilosa “normal” de 20-35% y los almidones de “alta” amilosa mayores al 40%. El contenido de humedad de los almidones equilibrados en el aire varía desde aproximadamente 10-12% (cereal) a 14-18% (algunas raíces y tubérculos). Los almidones de cereales contienen lípidos asociados en forma de liso fosfolípidos (LFL) y ácidos grasos libres (AGL) que están positivamente correlacionados con





la fracción de amilosa y los LFL puede representar hasta el 2% del peso del almidón (en almidones de cereales de alta amilosa). Sin embargo, los gránulos también pueden contener compuestos como lípidos en la superficie (Morrison, 1985, 1988, 1995). Los lípidos comprenden triglicéridos, glicolípidos, fosfolípidos y ácidos grasos libres derivados de la membrana de amiloplastos y fuentes distintas del almidón. Estos difieren de los lípidos integrados (internos), que están compuestos exclusivamente de los AGL y LFL (Morrison, 1985, 1988, 1993, 1995; Morrison y Karkalas, 1990). Los almidones de *Triticeae* contienen casi exclusivamente LFL (-colina, -etanolamina y -glicerol) mientras que otros almidones de cereales son ricos en AGL. Parte de la fracción de amilosa dentro los gránulos que contienen lípidos existen como un complejo de inclusión de amilosa donde las cadenas de ácidos grasos ocupan un núcleo hidrofóbico localizado dentro de la única hélice de amilosa. La presencia de estos complejos en los gránulos de almidón nativos son evidentes a partir de estudios por resonancia magnética nuclear ( $^{13}\text{C}$  cross polarisation-magic-angle spinning/nuclear magnetic resonance,  $^{13}\text{C}$  CP-MAS/NMR siglas en inglés) (Morrison *et al.*, 1993a-c). La presencia de esta fracción también es evidente en los estudios de unión con yodo donde la amilosa no desgrasada a partir de almidones de cereales tiene una capacidad de unión al yodo menor que la correspondiente al material extraído de lípidos. La cantidad del complejo amilosa-lípido oscila entre 15 y 55% de fracción de amilosa en almidones de cereales, los almidones de avena son especialmente ricos en lípidos y que corresponden a los complejos con amilosa (Morrison, 1993, 1995). Los almidones purificados contienen 0.6% de proteína. En común con los lípidos del almidón, las proteínas presentes en la superficie (incluyen proteínas sin almidón) e independientemente del origen están incrustadas dentro de la matriz de los gránulos de almidón. Tanto los lípidos de almidón como las proteínas tienen el potencial para moderar la funcionalidad del almidón (Appelqvist y Debet, 1997). Colectivamente, las proteínas se conocen como proteínas asociadas al gránulo de almidón y pueden estar asociadas con lípidos en la superficie del gránulo (Baldwin, 2001). En el trigo, la proteína de la superficie de almidón, friabilina, ha recibido mucha atención debido a su asociación propuesta con la dureza del grano (Greenwell y Schofield, 1986; Schofield, 1994; Oda y Schofield, 1997; Baldwin, 2001; Morris, 2002). La proteína integral tienen un peso molecular mayor que las proteínas de la superficie (~50-150 y ~15-30 kDa, respectivamente) e incluye residuos de enzimas involucradas en la síntesis del almidón, especialmente la almidón sintasa (Baldwin, 2001). Los almidones también





contienen cantidades relativamente pequeñas (0.4%) de minerales (calcio, magnesio, fósforo, potasio y sodio) que son, con la excepción del fósforo, de poca importancia funcional. El fósforo se encuentra en tres formas principales: monoésteres de fosfato, fosfolípidos y fosfatos inorgánicos (Blennow *et al.*, 1998, 2000a, b, 2002; Kasemsuwan y Jane, 1996). Los monoésteres de fosfato están selectivamente vinculados a regiones específicas dentro de la molécula de amilopectina (Blennow *et al.*, 1998, 2000a, b, 2002; Kasemsuwan y Jane, 1996). En los almidones de *Triticeae*, el contenido de fósforo está muy cerca del contenido LFL y hay una cantidad relativamente pequeña de monoésteres de fosfato de alfa-glucano (Kasemsuwan y Jane, 1996). Otros almidones generalmente contienen poco fosfato con la excepción del almidón de papa donde no hay esencialmente lípidos. Aquí, el contenido de monoéster fosfato puede exceder el 0.1% (Kasemsuwan y Jane, 1996).

### 2.9.2 Amilosa

La amilosa es un  $\alpha$ -glucano relativamente largo y lineal que contiene alrededor de 99% de enlaces  $\alpha - (1 \rightarrow 4)$  y 1%  $\alpha - (1 \rightarrow 6)$  y difieren en tamaño y estructura dependiendo del origen botánico. La amilosa tiene un peso molecular de aproximadamente  $1 \times 10^5 - 1 \times 10^6$  ( $M_w$  en g/mol) (Mua y Jackson, 1997; Buléon *et al.*, 1998; Biliaderis, 1998), un grado de polimerización (GP) y un grado de polimerización por número ( $GP_n$ ) de 324-4920 con alrededor de 9-20 puntos de ramificación equivalentes a 3-11 cadenas por molécula (Hizukuri *et al.*, 1981; Hizukuri, 1993; Morrison y Karkalas, 1990; Mua y Jackson, 1997; Takeda *et al.*, 1987; Wang y White, 1994; Yashushi *et al.*, 2002). Cada cadena contiene aproximadamente 200-700 residuos de glucosa (Morrison y Karkalas, 1990; Tester y Karkalas, 2002) equivalente a un peso molecular de 32,400 - 113,400 (Morrison y Karkalas, 1990).

### 2.9.3 Amilopectina

La amilopectina es una molécula mucho más grande que la amilosa con un peso molecular de  $1 \times 10^7 - 1 \times 10^9$  ( $M_w$  en g/mol) (Biliaderis, 1998; Buléon *et al.*, 1998a; Morrison y Karkalas, 1990; Mua y Jackson, 1997) y una gran estructura ramificada construida a partir de aproximadamente del 95% de enlaces  $\alpha - (1 \rightarrow 4)$  y 5%  $\alpha - (1 \rightarrow 6)$ . El  $GP_n$  está típicamente dentro del rango 9600-15,900 pero comprende tres especies principales con  $GP_n$  13,400-26,500, 4400-8400 y 700-2100 (Takeda *et al.*, 2003). En común con la amilosa, el tamaño molecular, la





forma, la estructura y polidispersidad de la molécula varía con el origen botánico. Sin embargo a diferencia de la amilosa, hay una gran variación adicional con respecto a la longitud de la unidad de cadena y los patrones de ramificación. Las cadenas de amilopectina son relativamente cortas en comparación con las moléculas de amilosa con un amplio perfil de distribución. Son típicamente largas en promedio ~18-25 unidades (Hizukuri, S. 1985, 1986, 1988, 1993; Morrison y Karkalas, 1990; Mua y Jackson, 1997; Takeda *et al.*, 2003; Wang y White, 1994; aunque el rango se extiende (19-31) si los almidones altos en amilosa también son incluidos (Jane *et al.*, 1999). Las cadenas individuales se pueden clasificar específicamente en términos de sus longitudes de cadena (LC) y en consecuencia la posición dentro de los gránulos de almidón (Hizukuri, S. 1985, 1986). Las cadenas A y B<sub>1</sub> son las más exteriores (Figura 3, A y B denotan nomenclatura de ramas de cadenas, ∞ = terminación reducida, c.l3.= longitud de cadena en grado de polimerización) y forman las dobles hélices (y cristalitos) dentro de los gránulos nativos (Hizukuri, 1986). Su LC es típicamente ~12-24 dependiendo del origen genético, (Franco *et al.*, 2002, Hizukuri, 1985, 1993, Li *et al.*, 2001; Mua y Jackson, 1997) los almidones con cristalinidad tipo A (la mayoría de los cereales) tienen longitudes de cadena más cortas en promedio que los almidones con cristalinidad tipo B (como la papa). Con las cadenas exteriores de amilopectina (A y B<sub>1</sub>) que comprenden un rango de LC de 12-24 como se mencionó previamente, las LC de A son típicamente de 12-16 y las LC de B<sub>1</sub> son de 20-24 (Hizukuri, S., 1985, 1986, 1988, 1993). Las moléculas de amilopectina de los almidones con alto contenido de amilosa contienen proporciones relativamente altas de cadenas muy largas (Yoshimoto *et al.*, 2000). Con respecto a la estructura de la amilopectina las cadenas A que están unidas por enlaces α- (1→6) unidas por cadenas B que a su vez se puede vincular a otras cadenas B o a la columna vertebral de la molécula de amilopectina, la única cadena C. Dependiendo de LC y el correspondientemente número de cúmulos (radiales) atravesados dentro del gránulo nativo, las cadenas B se conocen como B<sub>1</sub>-B<sub>4</sub> (de uno a cuatro racimos). Las LC típicas para las cadenas A, B<sub>1</sub>-B<sub>4</sub> para diferentes almidones (después de desramificar con isoamilasa) son 12-16, 20-24, 42-48, 69-75 y 101-119, respectivamente (Figura 3) (Hizukuri, 1986, 1988; Wang y White, 1994; Bello Pérez *et al.*, 1996; Mua y Jackson, 1997;). La relación de cadenas A y B depende de la fuente de almidón y es típicamente del orden de <1:1 a >2:1 sobre una base molar o <0.5:1 a >1:1 sobre una base de peso (Morrison y Karkalas, 1990; Tester y Karkalas, 2002).



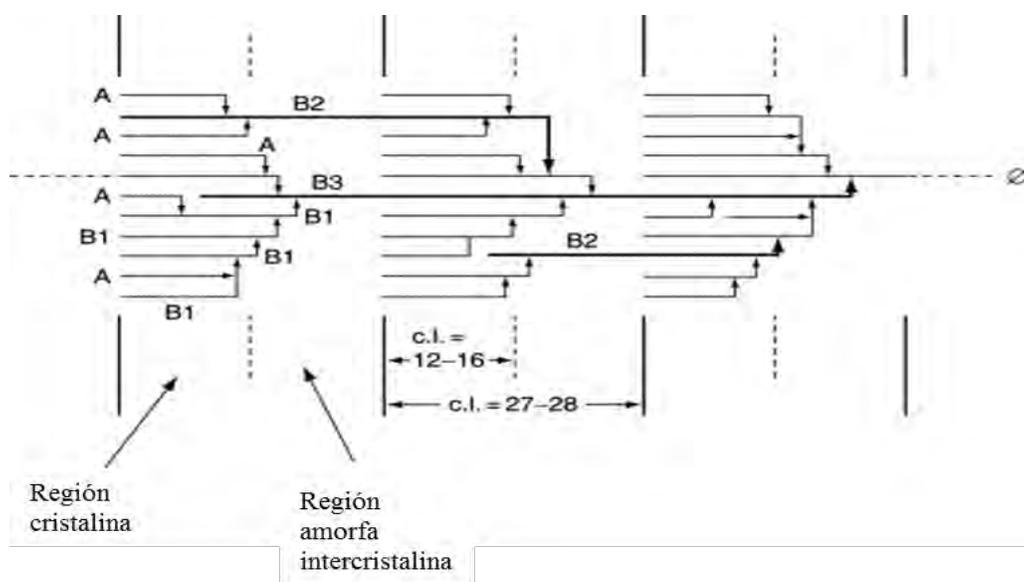


FIGURA 3. Modelo de racimo de amilopectina.

Fuente: Hizukuri, (1986).





#### 2.9.4 La estructura de almidón

Los gránulos de almidón están organizados en varios niveles (Figura 4) y sus características (fracción de volumen, rigidez y dimensión fractal) son esenciales para comprender sus propiedades macroscópicas, como el comportamiento reológico y características morfológicas-estructurales (Genovese y Rao, 2003). La mayoría de los gránulos están organizados en anillos concéntricos que son visibles después del tratamiento con ácido o degradación enzimática usando varias técnicas de microscopía: microscopía de luz, microscopía de fuerza atómica o escaneo y microscopía electrónica de transmisión (SEM y TEM por sus siglas en inglés) Buttrose, (1960); Pilling y Smith, (2003); Zeeman *et al.*, (2002). Estos “anillos de crecimiento” son capas cristalinas intercaladas con lamelas amorfas. El origen de esta periodicidad sigue sin estar claro y en debate, pero se ha propuesto que podría estar relacionado con los ritmos circadianos y los resultados de combinaciones complejas de procesos biológicos y físicos, (Pilling y Smith, 2003). Cada anillo de crecimiento cristalino (en contraste con la capa amorfa intercalada) exhibe un denso empaquetado y una estructura de amilopectina organizada con repeticiones internas de 9 nm (Jenkins, Cameron, y Donald, 1993). Que resultan de un arreglo compacto de dobles hélices formadas entre cadenas  $\alpha$ -1,4. La formación de dobles hélices es una estabilización física de cadenas vecinas y no es catalizada por enzimas. Se produce entre cadenas de al menos 9 residuos de glucosa y es responsable de la estructura cristalina de los anillos de crecimiento. Según algunas consideraciones, las dobles hélices se comportan como cristales líquidos de biopolímero (Waigh *et al.*, 1998) y en disposiciones más o menos compactas (tipo A o tipo B). Las capas amorfas de almidón están compuestas de amilosa, que constituye el 20-25% del peso total de almidón, dependiendo de la especie. La amilosa es una molécula lineal hecha de cientos a miles de residuos de glucosa. A diferencia de la amilosa, la amilopectina (que constituye hasta 75-80% del peso del almidón) es ramificada con puntos distribuidos heterogéneamente y con un grado típico de polimerización de las cadenas lineales externas de 12-16 dependiendo de la especie (Takeda, 1986). La racemosa, o estructura arborescente de la amilopectina, permite la distinción de tres categorías principales de cadenas: las cadenas A (cadenas externas) no llevan otras cadenas, la cadena C (considerada como la "raíz") es la única cadena que tiene un extremo reductor (Manners, 1989), y cadenas B (que agrupan todas las otras cadenas) llevan otras cadenas y pueden extenderse sobre varios grupos de hélices dobles densamente empaquetadas (Pfister *et al.*, 2014).



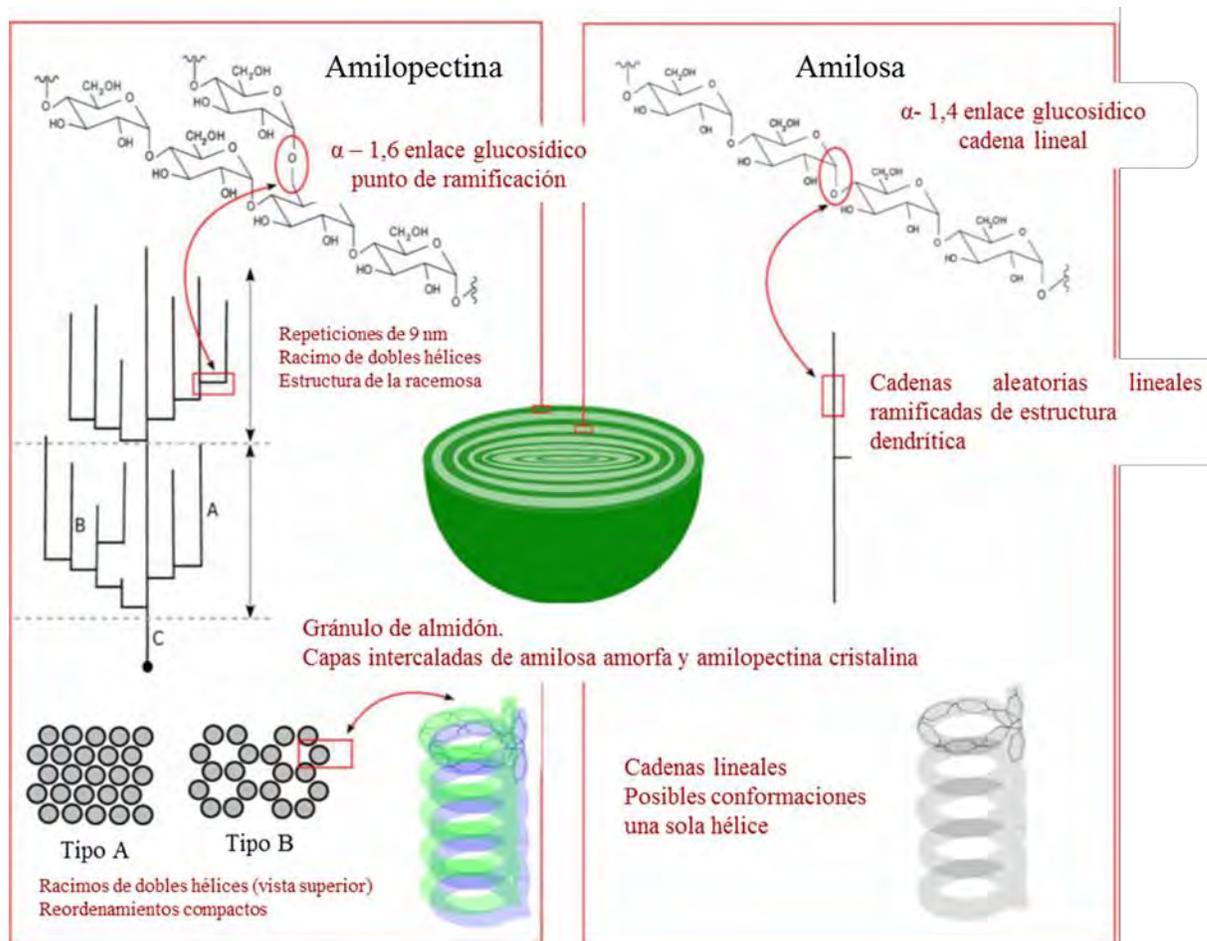


FIGURA 4. Estructura y componentes de los gránulos de almidón: amilopectina y amilosa.

Los gránulos de almidón están compuestos por anillos de "crecimiento" concéntricos e intercalados de amilosa y amilopectina. La amilosa es principalmente lineal (enlace  $\alpha$ -1,4 residuos de glucosa), mientras que la amilopectina tiene una estructura similar a un árbol (las cadenas de polisacáridos están unidas por enlaces  $\alpha$ -1,6). Exhibición de cadenas  $\alpha$ -1,4 no ramificadas estructuras helicoidales, que se estabilizan mediante la formación de dobles hélices. En la amilopectina, las dobles hélices pueden formar grupos de diferentes disposiciones que dan lugar a las propiedades semicristalinas del gránulo.

Fuente: Raguin y Ebenhöh, (2017).





### 2.9.5 Cristalinidad en almidón

El almidón es un producto de la fotosíntesis en las plantas, es un polímero basado en carbohidratos naturales, y está ampliamente disponible de varias fuentes naturales, incluyendo trigo, arroz, maíz y papa. El almidón consiste en dos isómeros estructurales, un polisacárido esencialmente lineal la amilosa y un polisacárido altamente ramificado amilopectina (Manners, 1989; Sponsler, 1923). La dispersión de rayos X de gran ángulo (Wide angle X-ray scattering WAXS por sus siglas en inglés) se utiliza para identificar las estructuras cristalinas y los arreglos moleculares regulares presentes en el almidón nativo y procesado (Kavesh y Schultz, 1969). El almidón es un polímero semicristalino con baja e imperfecta cristalinidad, y sus datos de difracción de rayos X sufren de baja intensidad hasta amplios picos, ruido en la escala de intensidad y una gran distribución de dispersión amorfa. Se producen dos polimorfos, tipo A en almidón de grano y tipo B en almidón derivado de tubérculos. Las excepciones conocidas son almidones de alta amilosa como almidones de maíz y cebada, que por encima del 49% de amilosa muestran patrones tipo B y no A (Zobel, 1988). Otro tipo de patrón es el V y que es característico cuando se forma un complejo de inclusión o clatrato en el interior de la hélice de la amilosa (Zobel, 1988). La estructura cristalina del gránulo de almidón ha sido atribuida directamente a la amilopectina (Cameron y Donald 1993). El análisis de Rayos-X a bajo ángulo muestra que el gránulo del almidón está formado de regiones amorfas y regiones cristalinas (Donovan, 1979). La parte amorfa del gránulo del almidón está formada esencialmente por la amilosa, mientras que la región cristalina está formada por cúmulos paralelos de cadenas cortas (50-60Å) en la amilopectina, la que así mismo, presenta regiones amorfas y regiones altamente cristalinas. Las regiones amorfas están asociadas a los puntos ramales de la amilopectina mientras que la región cristalina se debe a los planos formados por los cúmulos y las cadenas lineales de la amilosa en la molécula de la amilopectina. Las estructuras cristalinas en almidones nativos se forman mediante el embalaje de matrices hexagonales de amilopectina en bobinas helicoidales (Zobel, Young y Rocca, 1988). Los datos de rayos X del almidón requieren sustracción de fondo para establecer una línea de base para la dispersión (Zobel, 1988). Los picos de difracción se utilizan para identificar la forma particular cristalina en el material (Singh, Ali, Somashekar y Mukherjee, 2006). La gelatinización que implica la pérdida de cristales granulares y las estructuras cristalinas por calentamiento con agua (Vermeyley *et al.*, 2006) que puede ser observada por la pérdida de los picos. La retrogradación que se debe al empaquetado





ordenado de bobinas helicoidales de amilosa. Se puede pensar que la retrogradación es un añejamiento en los alimentos y es un proceso por el cual las moléculas de almidón se rompen durante la gelatinización y que lentamente se vuelven a enrollar en sus arreglos helicoidales nativos para conformar una nueva sola hélice conocida como tipo V, causando películas de almidones termoplásticos que rápidamente se vuelven frágiles y pierden claridad óptica (Gudmundsson, 1994; Karim, Norziah, y Seow, 2000).

### **2.10 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) aplicada a los alimentos**

La calorimetría diferencial de barrido es una técnica termoanalítica que se usa para monitorear los cambios en la energía térmica asociados con las transformaciones físicas y químicas de los materiales en función de la temperatura. Por ejemplo, las transiciones de una estructura cristalina a una estructura amorfa en una sólida, reacciones químicas, etc. En ambas transformaciones el calor es liberado o absorbido. En tecnología de alimentos existen numerosos ejemplos en los cuales algunas sustancias experimentan cambios físicos y/o químicos cuando se les suministra o extrae calor como: cambios de fase en agua, grasas y lípidos, desnaturalización de proteínas y gelatinización de almidones (Rodríguez, San Martín, y González de la Cruz, 2001).

En los intervalos de temperatura en la cual la gran mayoría de los alimentos son sometidos a la acción del calor o procesados, el almidón experimenta cambios físicos y químicos. En general, las diferentes transformaciones que ocurren son dependientes de la cantidad de agua presente, la temperatura y la razón del flujo calorífico que se le suministra durante el proceso. Cuando el almidón es hidratado y calentado, se observan cambios químicos, de textura y estructurales los cuales influyen de manera considerable en la calidad del producto final, ejemplo cuando éste es incorporado en la fabricación de jugos (Rodríguez *et al.*, 2001).

El proceso de gelatinización es la pérdida del orden molecular (colapso molecular) que se manifiesta dentro del gránulo del almidón. Esta transformación va acompañada de cambios irreversibles en sus propiedades como: absorción de agua, hinchazón del grano, fusión de la parte cristalina, pérdida de la birrefringencia, aumento en la viscosidad y la solubilidad del gránulo, son solo algunos de los cambios estructurales inducidos por tratamientos térmicos en el almidón, Donovan, (1979). La fase inicial del proceso de gelatinización y el rango durante el





cual se lleva a cabo es gobernada principalmente por la concentración del almidón en solución, el método de observación, origen y forma del gránulo y la homogeneidad dentro del grano. Rodríguez *et al.*, (2001).

## 2.11 Compuestos fenólicos

Los compuestos fenólicos son metabolitos secundarios biológicamente activos de plantas que actúan a nivel molecular y son potentes antioxidantes naturales (Martins, Petropoulos, y Ferreira, 2016; Silva *et al.*, 2010). Los compuestos fenólicos se pueden clasificar en diferentes grupos en función de la cantidad de anillos de fenol que contienen y en función de los elementos estructurales que unen estos anillos entre sí. Se hacen distinciones entre los ácidos fenólicos (por ejemplo, ácidos hidroxibenzoico e hidroxicinámico), estilbenos, ligninas (no flavonoides) y flavonoides (Manach *et al.*, 2004; Robards *et al.*, 1999). Los flavonoides se subdividen en varios grupos, tales como: flavonoides, antocianinas, flavonoles, flavonas, flavanonas. Los compuestos fenólicos no solo ofrecen importantes propiedades sensoriales, ya que son responsables del color y el sabor en muchas plantas, sino también porque podrían desempeñar un papel clave en la prevención de diversas enfermedades asociadas con el estrés oxidativo (Ross y Kasum, 2002; Tsao y Deng, 2004). Los compuestos fenólicos son responsables de propiedades beneficiosas para la salud y que son capaces de inhibir o reducir la formación de radicales libres. La evidencia indica que los radicales libres pueden inducir daño oxidativo a moléculas tales como proteínas, carbohidratos, lípidos y ADN, lo que puede conducir al desarrollo de diversas enfermedades (Alvarez-Suarez *et al.*, 2012). Por esta razón, los compuestos bioactivos, particularmente los polifenoles, han sido investigados para usos beneficiosos y han demostrado tener efectos positivos sobre enfermedades crónicas como enfermedades cardiovasculares, cáncer, obesidad y diabetes (Carocho y Ferreira, 2013; Ironi *et al.*, 2015). Además, los polifenoles han sido estudiados por sus propiedades antimicrobianas, antiinflamatorias, antimutagénicas, antitumorales y muchos otros efectos beneficiosos para la salud humana. Por lo tanto, identificarlos y cuantificarlos puede contribuir significativamente a una mejor comprensión de su bioactividad general. Campos *et al.*, (2006) evaluaron la capacidad antioxidante y metabolitos secundarios en *Oxalis tuberosa* demostraron que la oca ocupa la segunda posición en términos de contenido de capacidad antioxidante después de mashua





(*Tropaeolum tuberosum*), seguido de papa y ulluco (*Ullucus tuberosus*). Los resultados obtenidos indican que la oca contiene una cantidad importante de fitoquímicos antioxidantes.

### **2.12 Actividad antioxidante**

La actividad antioxidante se define como la capacidad de administrar compuestos o mezclas para reducir los pro-oxidantes o especies reactivas, incluidos los radicales libres. Existen diversos métodos para evaluar la actividad antioxidante (Antolovich *et al.*, 2002; Cintra y Mancini, 2001, Moreira y Mancini, 2003; Robards *et al.*, 1999), ya sea *in vitro* o *in vivo*. Una de las estrategias más aplicadas en las medidas *in vitro* de la capacidad antioxidante total de un compuesto, mezcla o alimento, consiste en determinar la actividad del antioxidante frente a sustancias cromógenas de naturaleza radical; la pérdida de color ocurre de forma proporcional con la concentración (Arena *et al.*, 2001; Moyer *et al.*, 2002). Diversos compuestos cromógenos (ABTS, DPPH, DMPD, DMPO y FRAP) son utilizados para determinar la capacidad de los compuestos fenólicos que contienen los frutos para captar los radicales libres generados, operando así en contra los efectos perjudiciales de los procesos de oxidación, que implican a especies reactivas de oxígeno (EROS) (Arnous *et al.*, 2002; Giusti *et al.*, 2001; Kim *et al.*, 2002; Sellappan *et al.*, 2002). No obstante, las determinaciones de la capacidad antioxidante realizadas *in vitro* dan sólo una idea aproximada de lo que ocurre en situaciones complejas *in vivo*.

La capacidad antioxidante de una mezcla ésta dada por la suma de las capacidades antioxidantes de cada uno de sus componentes y también depende del microambiente en que se encuentra el compuesto. Los compuestos interactúan entre si pudiendo producirse efectos sinérgicos o inhibitorios. Por otra parte, es necesario considerar que los ensayos *in vivo* pueden presentar algunos inconvenientes, como la adaptabilidad en respuesta al aumento del estrés oxidativo (Prior y Cao 2001; Robards *et al.*, 2009; Rice-Evans *et al.*, 1996; Satué-Gracia *et al.*, 1997).

### **2.13 Bioaccesibilidad de los nutrientes de las harinas**

Debido a las diversas propiedades fisicoquímicas de sus constituyentes, muchos sistemas alimentarios son dispersiones como es el caso de las harinas. Esto significa que no son





homogéneos, pero presentan dominios con moléculas permaneciendo insoluble en la matriz (la fase continua o bicontinua). Estos dominios son estructuras interfaciales multiescalares de dimensiones de pocos nanómetros a pocos milímetros. Aguilera, (2006) reportó algunas ilustraciones para estas estructuras en alimentos, de origen natural o generadas por procesamiento. Este estado disperso es una oportunidad para el diseño funcional de alimentos, ya que cada dominio se puede ver como un reservorio potencial de micronutrientes. En la palabra micronutriente, micro no se refiere a la escala de longitud sino a la escala de masa porque los micronutrientes deben ser dosificados para obtener beneficios óptimos, al igual que las drogas (Venkatesh Mannar, 2003). Para continuar con esta analogía, los micronutrientes deben ser liberados de la matriz alimentaria a los ambientes digestivos para estar disponibles en los sitios de absorción (principalmente intestino delgado pero también estómago). La fracción liberada de un nutriente dado de una matriz de alimentos se define como la bioaccesibilidad de nutrientes. Es parte de una cantidad más general, la biodisponibilidad, es definida como la fracción de un (micro) nutriente de una matriz alimenticia que es utilizado para las funciones corporales normales (Fairweather-Tait y Southon, 2003). El concepto de biodisponibilidad apareció en los años 60 y comenzó a crecer en los años 70. La bioaccesibilidad es un concepto reciente que apareció en la década de 1990 cuando los científicos se dieron cuenta que la matriz misma influye en la biodisponibilidad.

### **2.13.1 Efecto del método de secado en la preparación de harina sobre los polifenoles solubles totales y la actividad antirradical**

Chen *et al.*, 2017 realizaron un estudio para conocer los efectos de cinco métodos de secado para la obtención de harina de ñame, secado con aire, secado con azufre, secado con aire caliente a 60°C, liofilización y microondas; determinaron el contenido de polifenoles solubles totales y su actividad antirradical por DPPH (Tabla 4). Los investigadores observaron contenidos de compuestos fenólicos solubles totales más bajos en las muestras secadas y





Tabla 4. Contenido de polifenoles totales solubles y actividad antirradical por DPPH de harina de ñame preparada por diferentes métodos de secado.

Muestra	Polifenoles totales solubles (mg EC/g)	Actividad antirradical por DPPH (CE <sub>50</sub> mg/mL)
Producto fresco (PF)	1.38 ± 0.10 <sup>b</sup>	39.53 ± 0.07 <sup>b</sup>
Secado con aire (SA)	0.99 ± 0.04 <sup>a</sup>	68.46 ± 0.16 <sup>c</sup>
Liofilizado (L)	0.97 ± 0.08 <sup>a</sup>	106.83 ± 0.18 <sup>f</sup>

Los valores son la medias ± la desviación estándar. Medias con diferentes letras en la misma columna diferente significancia (P≤0.05). EC: Equivalentes de catequina; CE: Concentración efectiva.

Fuente: Chen *et al.*, (2017).





liofilizada (0,97-1,10 mg EC/g) que en la muestra de ñame fresco (1,38 mg EC/ g); sin embargo, no hubo diferencias significativas entre las muestras secada y liofilizada. La variabilidad en el contenido pudo deberse a que durante el proceso de secado, la activación de oxidasas, como polifenoloxidasas y peroxidasa, pudieron haber llevado a la pérdida de complejos fenólicos (vSoes-Vigyázó y Haard, 1981).

En la evaluación de la actividad antirradical la muestra fresca mostró fuerte actividad de eliminación de radicales por DPPH ( $CE_{50}$ , 39.53 mg / mL), incluso más fuerte que la encontrada en la muestra secada con aire ( $CE_{50}$ , 68.46 mg / mL) y la liofilizada ( $CE_{50}$ , 106.83 mg / mL). De acuerdo con los resultados los métodos de secado con aire y la liofilización disminuyeron la actividad antirradical de las harinas elaboradas con ñame. Las diferencias en actividad antioxidante pudieron deberse a que los diferentes tipos de compuestos fenólicos tienen diferentes actividades antioxidantes, que depende de su estructura (Li, Ding, y Ding, 2005).

### **2.13.2 Efecto del método de secado sobre la digestión del almidón de las harinas**

Para conocer la influencia del método de secado en el almidón. Chen *et al.*, (2016) reportaron que hubo variación en los resultados en el almidón de rápida digestión (ARD), almidón de lenta digestión (ALD) y el contenido de almidón resistente (AR) de los almidones de ñame. Este estudio mostró que las muestras de almidón de ñame secado presentaron menor contenido de amilosa, que el almidón de ñame fresco. Las propiedades fisicoquímicas de la muestra de almidón secado con azufre y las muestras secadas con aire caliente a 40 °C y 60 °C mostraron un cambio marcado. Los cambios nutricionales mostraron en el contenido de AR una disminución en las muestras de almidón secada con azufre y secadas con aire caliente a 40 °C y 60 °C en comparación con la muestras almidón de ñame fresco, mientras que el contenido de AR de la muestra secada con aire y la muestra liofilizada aumentó. Los investigadores concluyeron que los contenidos de ARD y ALD disminuyeron y el contenido de AR aumentó cuando aumenta el contenido de amilosa.





### 2.13.3 Digestibilidad del almidón

La digestión de almidón en humanos ocurre en el tracto gastrointestinal, donde las  $\alpha$ -amilasas salivales y pancreáticas rompen las moléculas de almidón en oligosacáridos más pequeños, maltosa, maltotriosa y otros oligosacáridos ramificados llamados  $\alpha$ -límite dextrinas, que son convertidos posteriormente en glucosa en el intestino delgado por la acción de las enzimas la maltasa-glucoamilasa (MGAM) y sacarosa-isomaltasa (SI) (Quezada-Calvillo *et al.* 2007). La digestibilidad del almidón se ha asociado con el índice glucémico (IG) para evaluar la calidad nutricional de los alimentos. El IG ha sido utilizado como un indicador de respuesta de glucosa postprandial para alimentos a base de almidón; estos alimentos se caracterizan y clasifican en función de esta respuesta (Jenkins *et al.*, 1981, Miao *et al.*, 2015). Por lo tanto, las pruebas *in vitro* para medir la tasa de digestión del almidón son más comúnmente utilizadas. Uno de estos métodos fue desarrollado por Granfeldt *et al.* 1992; estimó la tasa de digestión del almidón en alimentos integrales, por medio del índice hidrólisis (IH), que se utiliza para predecir el índice glucémico de la comida que está siendo evaluada. El IH se calcula como el cociente entre el área bajo la curva (ABC) para un alimento y el ABC de un alimento de referencia, (por ejemplo) pan blanco y se expresa como un porcentaje. Aun así, como método *in vivo*, este ensayo necesita que los humanos mastiquen muestra antes de medir el índice de hidrólisis, que introduce complicaciones para la prueba. Varios ensayos *in vitro* han sido propuestos para evaluar la tasa de hidrólisis de almidón considerada un predictor de los efectos fisiológicos de los alimentos. Y en este estudio se usó la técnica de Holm y Bjorck, (1992) con algunas modificaciones.

### 2.14 Predicción de índice glucémico y almidón resistente

El consumo frecuente de alimentos de carbohidratos de alto índice glicémico (IG) está cada vez más asociado con un mayor riesgo de obesidad, enfermedad coronaria, diabetes tipo 2, cáncer y otros síndromes crónicos. El índice glicémico de una comida particular determina la velocidad del aumento de glucosa en sangre (Sasaki, Okunishi, Sotome e Hiroshi, 2016). No hay una solución única para suprimir el aumento del nivel de glucosa en sangre postprandial y los trastornos de salud asociados, sin embargo, la incorporación de ácidos orgánicos en una comida, el lento y bajo proceso de cocción al calor, el reemplazo de porciones de carbohidratos





por proteínas, el uso de harina integral se ha recomendado para panes, frutas y verduras. Adicionalmente el IG bajo de alimentos y / o la ingesta de cantidades limitadas de alimentos de alto IG también se ha reportado como una importante estrategia de mitigación para controlar el aumento del nivel de glucosa en sangre en personas con diabetes tipo 2 y para aquellas en el manejo del peso corporal (Karl *et al.*, 2015). En base a una medida *in vitro* de la tasa y el grado de digestión del almidón. Englyst, Kingman y Cummings, (1992) clasificaron los almidones de diferentes fuentes como almidón de rápida digestión (ARD) almidones hidrolizados dentro de los primeros 20 min de digestión, almidón de lenta digestión (ALD) almidones digeridos dentro de los siguientes 100 min después y almidones resistentes (AR) el almidón no digerido dentro de los 120 min de la digestión *in vitro*. El ARD causa un rápido aumento del nivel de glucosa en sangre después de la ingestión, mientras que el ALD libera glucosa lenta y consistentemente durante un tiempo extendido. El AR que resiste la hidrólisis enzimática, se fermenta en el intestino grueso liberando ácidos grasos de cadena corta que se consideran beneficiosos (Lehmann y Robin, 2007). La tasa de digestión de un alimento típico con almidón está influenciada por su origen botánico, que en consecuencia determina la estructura y la forma de los gránulos de almidón y el contenido de amilosa (Frei, Siddhuraju y Becker, 2003), la estructura fisicoquímica del almidón como la cristalinidad, longitud de cadena y la distribución de cadena; la distribución de peso y el peso molecular (Tian *et al.*, 2016), el procesamiento térmico y el contenido de humedad, que determinan el grado de gelatinización de almidón (Bjorck, *et al.*, 1994; Sasaki, *et al.*, 2016) y la presencia de fibra dietética que cambia la microestructura de alimentos y limita su disponibilidad de agua y por lo tanto, restringe la gelatinización del almidón (Cleary y Brennan, 2006).

### **2.15 Efecto de las dispersiones de almidón en la digestibilidad**

El almidón es el componente alimenticio principal de muchas dispersiones semisólidas, como pasta, cereales de desayuno y galletas. La principal estructura, el gránulo de almidón, está hecho de varias subestructuras, debido a la organización de sus dos componentes principales: amilosa y amilopectina. A continuación se presentan las estructuras de las dispersiones del almidón destacando el vínculo entre ellas y la digestibilidad (Marze, 2012).





### 2.15.1 Efecto de la estructura de los gránulos en la digestibilidad

Leach y Schoch (1961) y Gallant *et al.*, (1972, 1973) observaron por microscopía que varios almidones fueron hidrolizados de manera diferente por amilasas, ya sea solo en la superficie de los gránulos, en la hidrólisis lenta (papa, maíz con alto contenido de amilosa), o en los gránulos a través de poros o canales, lo que resulta en una rápida hidrólisis (maíz, sorgo, maíz ceroso, trigo, tapioca). Hood y Arneson, (1976) compararon la hidrólisis (por amilasas del páncreas de cerdo o de *Aspergillus oryzae*) de almidón crudo e hidroxipropilado de tapioca. La microscopía reveló que los gránulos de almidón eran destruidos por la  $\alpha$ -amilasa pancreática, dando como resultado una estructura porosa. Knutson *et al.*, (1982) encontraron una proporcionalidad entre la velocidad de hidrólisis y el área interfacial específica de los gránulos para diferentes almidones de maíz. (Benmoussa *et al.*, 2006) investigaron el impacto de la morfología de los gránulos en la hidrólisis por la  $\alpha$ -amilasa pancreática (con o sin un paso previo de pepsina). Obtuvieron tres diferentes morfologías utilizando tres diferentes almidones de sorgo. Con gránulos colapsados (forma toroide) o porosos (presentación de canales), la hidrólisis fue más rápida que con los esféricos porque la  $\alpha$ -amilasa podría acceder al núcleo del gránulo. Zhang *et al.*, (2006) aparentemente contradijeron este hallazgo con varios almidones de cereales nativos, para los cuales la hidrólisis por pepsina, pancreatina,  $\alpha$ -amilasa pancreática, amiloglucosidasa e invertasa fue lenta incluso en presencia de poros. Sin embargo, también observaron una estructura en capas de las regiones amorfa y cristalina (tipo cebolla), que era más probable que pensarán fuera la causa de la hidrólisis lenta. Mahasukhonthachat *et al.*, (2010) y Dhital *et al.*, (2010a, 2010b) estudiaron la cinética de hidrólisis de varios almidones por  $\alpha$ -amilasa, luego pepsina y luego pancreatina y amiloglucosidasa. Al moler los gránulos usando diferentes técnicas o clasificándolas por sedimentación, reportaron que el área interfacial específica (relacionada con el tamaño del gránulo) y la porosidad fueron los principales factores que rigen la cinética de hidrólisis. Muchos autores declaran que la porosidad masiva e interfacial de los gránulos está relacionada con la digestibilidad. En las microfotografías electrónicas de barrido de sorgo mutante de alta proteína digestible línea 111 (Figura 5) en las que se muestran canales y poros en los gránulos de almidón se pudo observar en A - no digerido como resultado una hidrólisis lenta, mientras que la prevalencia de cadenas muy cortas resultó en una rápida hidrólisis. Este efecto también podría predecirse mediante las mediciones de viscosidad. (1000



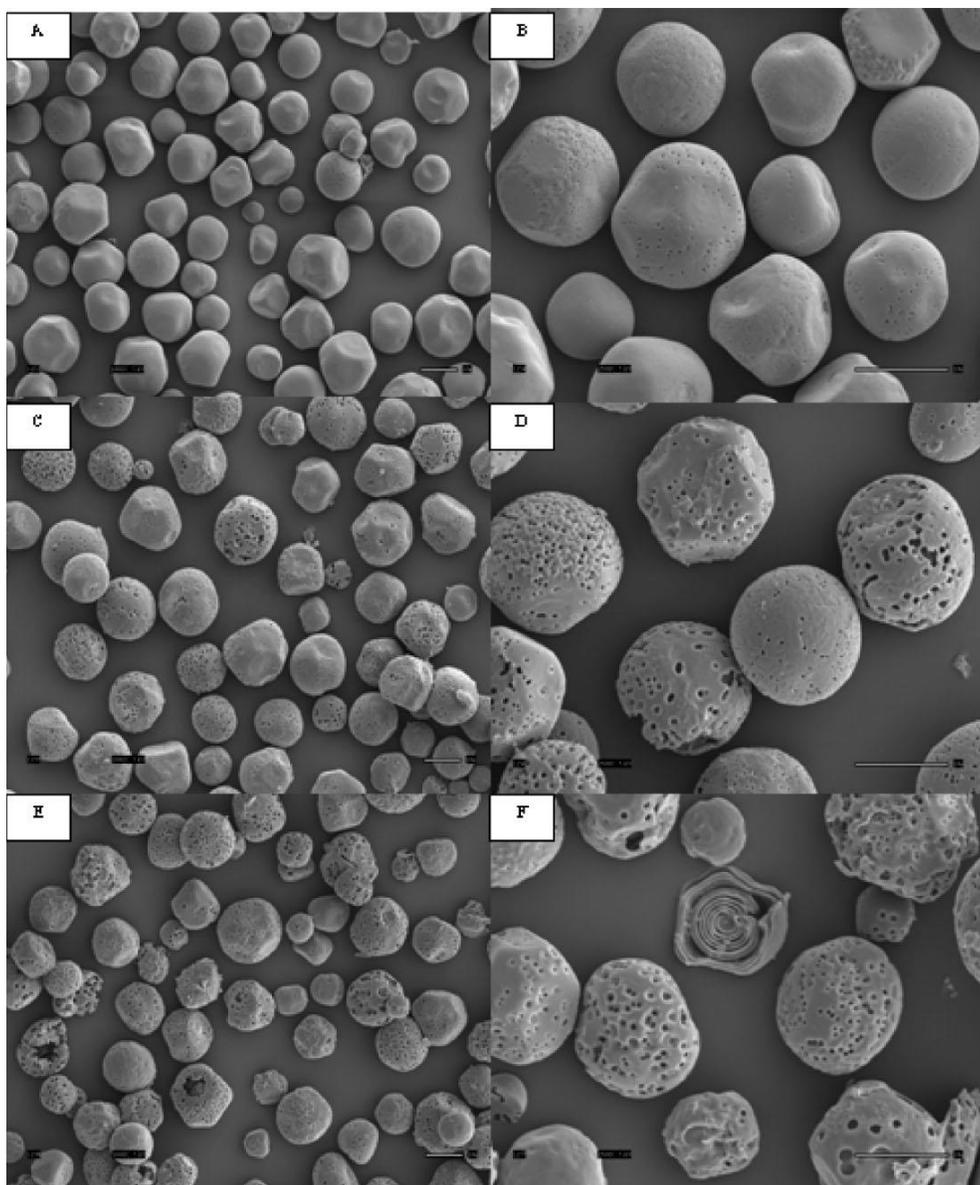


FIGURA 5. Microfotografía electrónica de barrido de sorgo mutante de alta proteína digestible.

Fuente: Benmoussa *et al.*, (2006).





x), B - no digerido (2500 x), C - 30 min de digestión (1000 x), D - 30 min de digestión (2500 x), E - 1 h de digestión (1000 x) y F - 1 h de digestión (2500 x) (la barra es igual a 10  $\mu\text{m}$ ) Benmoussa *et al.*, (2006). Zhang *et al.*, (2010) investigaron las estructuras formadas en almidón de *Canna Edulis* Ker durante la hidrólisis por  $\alpha$ -amilasa pancreática amilasa, pancreatina y amiloglucosidasa. La medida de una escala de longitud única sugirió que los canales en los gránulos fueron responsables del inicio de la hidrólisis. Blazek y Copeland (2010) compararon la hidrólisis de almidón ceroso (generalmente 100% de amilopectina) y gránulos de almidón de alto contenido de amilosa y confirmó que el ceroso se hidrolizó rápidamente a través de los canales mientras que los que tienen alto contenido de amilosa se hidrolizaron lentamente solo desde su superficie.

### 2.15.2 Efecto de la amilosa en la digestibilidad

Knutson *et al.*, (1982) encontraron que el bajo contenido de amilosa estaba relacionado con una mayor tasa de hidrólisis para diferentes almidones de maíz. Sievert y Pomeranz, (1989) confirmaron con seis diferentes almidones que a mayor contenido de amilosa aumentó la resistencia a la hidrólisis por  $\alpha$ -amilasa bacteriana y amiloglucosidasa. La cantidad creciente de ciclos de calentamiento / enfriamiento durante la preparación aumentó notablemente el AR, que se identificó como amilosa recristalizada. Cairns *et al.*, (1995; 1996) estudiaron *in vitro* e *in vivo* estructuras de amilosa de chícharo hidrolizada. También concluyeron que AR estaba compuesto de amilosa recristalizada en la forma de un material semicristalino. Planchot *et al.*, (1995) en compararon la hidrólisis de varios almidones. Excepto por almidón rugoso de chícharo, el alto contenido de amilosa evitó la hidrólisis mucho más que el bajo contenido de amilosa. Un papel importante fue atribuido a la porosidad de los gránulos, muy alto para bajo contenido de amilosa y solo superficial para almidones con alto contenido de amilosa. Vesterinen *et al.*, (2002) usaron almidones con diferentes contenidos de amilosa para formar dispersiones gelatinizadas débiles a fuertes, hidrolizadas por la saliva humana  $\alpha$ -amilasa *in vitro*. Cuanto más era el contenido de amilosa, mayor el módulo de almacenamiento y menor la hidrólisis. Esta se correlacionó con los cambios de pH en la boca *in vivo* a excepción de dispersiones muy fuertes. Evans y Thompson, (2004) estudiaron la hidrólisis de varios almidones nativos. Los almidones bajos en amilosa presentaron menos AR que los de alto contenido de amilosa. Por último, esto se





relacionó con la observación de una capa resistente cerca de la superficie. Hu *et al.*, (2004) confirmaron que cuanto mayor sea el contenido de amilosa en almidones de arroz, cuanto más AR y más lenta es la hidrólisis por pepsina, seguida de  $\alpha$ -amilasa pancreática y amiloglucosidasa. Sandhu y Lim, (2008) compararon las estructuras de los núcleos de almidones de maíz y mango y su hidrólisis. Una resistencia más baja del almidón de maíz se atribuyó a un menor contenido de amilosa y una cristalinidad más baja junto con la observación de una estructura porosa del gránulo. Por el contrario, las superficies del granulo fueron suaves en el caso del núcleo del mango.

### **2.15.3 Efecto de la amilopectina en la digestibilidad**

Biliaderis, (1982) estudió la hidrólisis de almidón acetilado de chícharo suave y el almidón hidroxipropilado de maíz ceroso. En todos los casos, se obtuvo hidrólisis reducida en comparación con el almidón nativo, que fue relacionada con cambios en la estructura de la amilopectina. Zhang y Oates, (1999) investigaron la hidrólisis de diferentes variedades de almidón de camote. Descubrieron que el alto contenido de amilopectina indujo a temperaturas más altas de gelatinización y a un menor grado de hidrólisis. Reportaron que la rugosidad de la superficie era un buen indicador de que se produjo una hidrólisis extensiva. Zhang *et al.* (2006) hidrolizaron varios almidones de cereales nativos por pepsina, pancreatina,  $\alpha$ -amilasa pancreática, amiloglucosidasa e invertasa. La morfología del cristal resultó ser un factor determinante, con una hidrólisis más lenta en el caso de una estructura semicristalina con cadenas cortas de amilopectina. Benmoussa *et al.*, (2007) estudiaron el impacto de las estructuras de amilopectina en la hidrólisis de doce almidones de arroz por  $\alpha$ -amilasa, amiloglucosidasa e invertasa. La prevalencia de cadenas lineales largas, intermedias/cortas de amilopectina dio como resultado una hidrólisis lenta, mientras que la prevalencia de cadenas muy cortas resultó en una rápida hidrólisis.

### **2.15.4 Interacción de amilosa / amilopectina en la digestibilidad**

Zhang *et al.*, (2008; 2008; 2009) atribuyeron específicamente el ALD a la amilopectina y el AR a la amilosa como resultado de hidrólisis de dieciocho almidones de maíz por pepsina, pancreatina,  $\alpha$ -amilasa pancreática, amiloglucosidasa e invertasa. Los almidones que tienen un





alto contenido de cadenas cortas de amilopectina (12-16, 20-24, 42-48 unidades), o un alto contenido de cadenas largas de amilopectina (69-75 y 101-119 unidades), indiferentemente presentan más almidón de lenta digestión. Esto fue explicado por una mayor cantidad de ramificaciones de amilopectina en el primer caso, mientras que en el segundo caso fue explicado por el efecto de la retrogradación en la estructura cristalina. Hickman *et al.*, (2009) sometieron almidones de maíz y trigo a un tratamiento térmico seguido de  $\beta$ -amilolisis. El calor del tratamiento formó una red que fue casi destruida por el tratamiento enzimático, por lo tanto, este último tuvo impacto principal en la hidrólisis del almidón por pancreatina y amiloglucosidasa. La cantidad de AR de hecho aumentó debido a un aumento de la densidad de ramificaciones de amilopectina y una disminución general de la longitud de la cadena, conduciendo a una asociación más eficiente de amilosa / amilosa.

#### **2.15.5 Efecto de la cristalinidad en la digestibilidad**

Gerard *et al.*, (2001) estudiaron la hidrólisis de todas las morfologías de cristales habituales de almidón utilizando mutantes de maíz. Fueron encontradas sin efectos en el nivel de cristalinidad y el contenido de amilosa mientras que un alto contenido de cristales de morfología de tipo B siempre fue asociado con una alta resistencia a la hidrólisis. Chung *et al.*, (2006) evaluaron el impacto de la cristalinidad en la hidrólisis de almidón de arroz ceroso. El estado cristalino del almidón fue controlado por gelatinización parcial o retrogradación de un almidón completamente gelatinizado. En cualquier caso, la tasa de hidrólisis disminuyó al aumentar la cristalinidad. En una cristalinidad similar, el almidón parcialmente gelatinizado estaba menos hidrolizado que el retrogradado. Esto fue relacionado con un arreglo semicristalino menos ordenado para este último. Fassler *et al.*, (2006) compararon la dinámica gastrointestinal completa (modelo de tracto intestinal) y la estática con protocolos *in vitro* para cuantificar AR. Ambos métodos estuvieron en buen acuerdo con un estudio *in vivo* cuando se utilizó maltodextrina retrogradada. En contraste, los métodos no coincidieron cuando se utilizó maíz con alto contenido de amilosa. Esto se relacionó con condiciones más severas en el método dinámico, dando lugar a reordenamiento de la estructura molecular y una menor cristalinidad residual. Ao *et al.*, (2007) trataron el almidón de maíz enzimáticamente para modificar su estructura. La hidrólisis por  $\alpha$ -amilasa pancreática o por pancreatina y la amiloglucosidasa se





desaceleró por el tratamiento enzimático, presumiblemente porque acortó las cadenas de ramificaciones de amilopectina permitiendo la producción de morfologías cristalinas más resistentes y porque aumentó la densidad de las ramificaciones, creando más enlaces resistentes.

## 2.16 Fibra dietaria

En los últimos 40 años, numerosos estudios han demostrado que el consumo de alimentos con alto contenido de fibra dietaria (FD) reduce significativamente el riesgo de desarrollar varias enfermedades crónicas, principalmente por la reducción del colesterol en la sangre (Causey *et al.*, 2000; Khaw y Barret-Connor, 1987) y los niveles de glucosa (Chandalia *et al.*, 2000; Kaczmarczyk *et al.*, 2012; Onyechi *et al.*, 1998) y sus efectos laxantes que potencialmente puede reducir el riesgo de diverticulitis, hemorroides y pólipos colorrectales (DeVries, 2004; Jenkins *et al.*, 1999). Para adquirir los beneficios conocidos de la FD, en los últimos años su ingesta diaria recomendada ha aumentado a 25-30 g para una dieta de 2000 kcal en varios países (La Autoridad Europea de Seguridad Alimentaria, 2010; FDA, 2014; Norma Oficial Mexicana, 2010).

En la 31ª Reunión del Comité del Codex sobre Nutrición y Alimentos para usos dietéticos (CCNFSDU por sus siglas en inglés) fue sugerida la inclusión de polímeros de carbohidratos no digeribles con un grado de polimerización, entre 3 y 9. Como resultado, la Comisión del CODEX Alimentarius modificó la definición de fibra dietética o dietaria (FD) de la siguiente manera: "La fibra dietaria significa polímeros de carbohidratos con diez o más unidades monoméricas, que no son hidrolizadas por las enzimas endógenas en el intestino delgado de los humanos y pertenecen a las siguientes categorías:

- Polímeros de carbohidratos comestibles que existen naturalmente en el alimento consumido.
- Polímeros de carbohidratos, que se han obtenido a partir del material crudo de un alimento por medios físicos, enzimáticos o químicos y que han demostrado tener un efecto fisiológico de beneficio para la salud demostrado por pruebas científicas generalmente aceptadas por autoridades en el campo.
- Polímeros de carbohidratos sintéticos que se ha demostrado tener un efecto fisiológico de beneficio a la salud demostrado por evidencia científica y en general aceptado por las





autoridades competentes" (ALINORM 09/32/26, 2008). Cuando la fibra dietaria se deriva de un origen vegetal, puede incluir fracciones de lignina y/u otros compuestos cuando se asocian con polisacáridos en las paredes celulares de la planta y si estos compuestos se cuantifican mediante el método analítico gravimétrico de AOAC para el análisis de fibra dietaria: las fracciones de lignina y otros compuestos (fracciones proteicas, compuestos fenólicos, ceras, saponinas, fitatos, cutina, fitosteroles, etc.). Los polisacáridos íntimamente “asociados” de las plantas a menudo se extraen con los polisacáridos en el método AOAC 991.43. Estas sustancias son incluidas en la definición de fibra en la medida en que están asociadas con la fracción de polisacáridos u oligosacáridos de la fibra. Sin embargo cuando son extraídas o incluso reintroducidas en un alimento que contenga polisacáridos no digeribles, no se pueden definir como fibra dietaria. Cuando se combinan con polisacáridos, estas sustancias asociadas pueden proporcionar beneficios adicionales (García-Amezquita, Tejada-Ortigoza, Heredia-Olea, Serna-Saldívar y Welte-Chanes, 2018).

### **2.16.1 Efecto de las fibras dietarias en la digestibilidad**

A continuación se presentan algunos efectos de la fibra dietaria sobre la digestión y que posiblemente son los que fomentan la reducción de peso o la disminución de colesterol en sangre. Lairon *et al.*, (1985) encontraron que el salvado de trigo inhibió la lipólisis mientras que la celulosa, el xilano y la pectina de bajo metoxilo tenían poco efecto. La inhibición fue siempre más pronunciada con la emulsificación de triacilglicéridos de cadena corta (TCC). Se pensó que el extracto de salvado de trigo soluble en agua contiene una proteína en parte responsable de la inhibición. Hendrick *et al.*, (1992) confirmaron estos resultados y especificaron en su caso que el extracto de salvado de avena soluble en agua fue totalmente responsable de la inhibición. Pasquier *et al.*, (1996) encontraron una reducción de la actividad de lipasas pancreáticas y gástricas cuando las fibras dietarias se viscosificaron en emulsiones estabilizadas por la fosfatidilcolina de huevo y el colesterol, especialmente aquellas que inducen altas viscosidades (goma de guar). Esto no se entendió por la viscosidad en sí, y tampoco por el cambio en el tamaño medio de gota o por un efecto inhibitorio de fracciones proteicas de las fibras capaces de alcanzar la interfaz (goma arábiga). Minekus *et al.*, (2005) estudiaron emulsiones estabilizadas por yema de huevo o leche desnatada en el modelo del tracto intestinal (MTI) que ellos desarrollaron en la década de 1990. Explicaron una reducción dramática de ácidos grasos





libres (AGL) y la bioaccesibilidad del colesterol en presencia de fibras dietarias por un mecanismo de floculación por agotamiento por el biopolímero (goma guar parcialmente hidrolizada), contrarrestando la actividad biliar en el volumen. Nakornpanom *et al.*, (2010) siguió a la liberación de aceite de emulsiones digeridas *in vitro* por pepsina. La liberación fue aumentando por la presencia de fibras dietarias de la soya, mientras que no había liberación cuando las fibras dietarias fueron pre-hidrolizadas por la pectinasa. En ambos casos, una digestión *in vitro* adicional por tripsina con o sin extracto de bilis conduce a una mayor liberación de aceite.





### 3. Justificación

La continua investigación en alimentos con compuestos potencialmente antioxidantes, la necesidad actual de buscar fuentes alternativas para su obtención y el considerable aumento de interés del consumidor agnóstico por los alimentos que fomentan la prevención de enfermedades como las cardio y cerebro vasculares; el cáncer y el incremento en el consumo de la papa roja u Oca (*Oxalis tuberosa*) en la región centro del país, ha cobrado gran interés por estudiar a la Oca debido a sus cualidades especiales de presentar valores de antioxidantes que podrían impactar directamente en la salud del consumidor, además, de poseer un bajo contenido en grasa y ser una fuente de carbohidratos de fácil digestión. Por todo lo anterior, se hace necesario conocer las características estructurales, moleculares, nutricionales relacionadas con el almidón de la harina de Oca obtenida mediante diferentes condiciones de secado, además de su actividad antioxidante.





#### 4. Hipótesis

Las condiciones de secado por las cuales se obtuvieron las harinas si afectan las propiedades morfológicas, moleculares, térmicas, el perfil de viscosidad, la capacidad antioxidante y la bioaccesibilidad de las harinas obtenidas con *Oxalis tuberosa*.





## 5. Objetivos

### 5.1 Objetivo general

Investigar los efectos del método de secado en la obtención de harina de *Oxalis tuberosa* para caracterizar sus propiedades moleculares, morfológicas, fisicoquímicas, perfil de viscosidad y bioaccesibilidad de compuestos bioactivos, para conocer las diferencias y similitudes en la harina resultantes del método de secado.

### 5.2 Objetivos específicos.

- Obtener harinas a partir de *Oxalis tuberosa* mediante los métodos de liofilización y secado por convección para conocer sus efectos en las harinas.
- Cuantificar la concentración de compuestos fenólicos totales por el método de Folin-Ciocalteu y la capacidad antioxidante de las harinas mediante las técnicas de ABTS, DPPH y FRAP para determinar si los tratamientos en el proceso de secado conservaron compuestos bioactivos como los compuestos fenólicos.
- Estudiar los efectos del método de secado en el color mediante el método Cielab y los perfiles de viscosidad con un analizador rápido de viscosidad en las harinas. Para detectar los cambios en el producto y su comportamiento durante un proceso de gelatinización.
- Caracterizar morfológica, fisicoquímica y molecularmente las harinas, mediante las técnicas microscópicas y espectrofotométricas aplicadas en las harinas obtenidas, para conocer las diferencias y similitudes entre estas derivadas del proceso de secado.
- Calcular el índice de hidrólisis y la predicción de índice glucémico de las harinas mediante la digestión *in vitro* para estimar su posible efecto después de ser consumido en el organismo humano sano.





## 6. Materiales y métodos

### 6.1 Obtención de las harinas

Se adquirió papa roja *Oxalis tuberosa* del tianguis local de Tulancingo de Bravo Hidalgo. La cual se lavó y cortó en rodajas de aproximadamente 2-3 mm de grosor, las rodajas se colocaron en una estufa secadora a 45°C por 48 h para su secado. Otra parte se colocó en la liofilizadora Labconco modelo Freezezone 2.5 a -41°C por 42 h. Las hojuelas secadas y liofilizadas se molieron por separado en UDY ciclone sample mil con malla número 100 para la obtención de las harinas.

### 6.2 Extracción de compuestos fenólicos

La extracción de los compuestos fenólicos de las harinas de *Oxalis tuberosa* se realizó de la siguiente forma. Se pesaron 0.5 g de muestra y se colocaron en tubos de centrífuga de 10 mL, forrados con papel aluminio para evitar la fotoxidación y posteriormente se adicionaron 10 mL de la solución de acetona al 50% o metanol al 80 % o etanol al 80% y se agitaron durante un periodo de 16 h protegiendo las muestras de la luz. Posteriormente se centrifugaron a 6 000 rpm durante 10 minutos, se colectaron los sobrenadantes que se volvieron a centrifugar bajo las mismas condiciones, se recolectaron los sobrenadantes en tubos protegidos de la luz y se desecharon los sedimentos. Los extractos se mantuvieron en refrigeración hasta su uso.

#### 6.2.1 Determinación del contenido total de polifenoles solubles de las muestras

Se realizó utilizando el método Folin-Ciocalteu descrito por Suárez *et al.*, (2010) con algunas modificaciones y se utilizó en espectrofotómetro Thermo Genesys 10UV. Se tomaron 20 µL de muestra (extracto) y se colocaron en tubos eppendorf de 5 mL, 1.58 mL de agua destilada, 100 µL de reactivo de Folin-Ciocalteu diluido en agua 1:2 y 300 µL de carbonato de sodio al 10%, se mezclaron con ayuda de un vórtex, posteriormente se resguardaron los tubos de la luz por 2 h, al concluir este periodo se tomó la lectura de las absorbancias a una longitud de onda de 765 nm. Cada uno de los ensayos fue realizado por triplicado. Los cálculos se realizaron con base a la curva de calibración y se expresó como mg equivalentes de ácido gálico por cada 100 g de muestra con la siguiente ecuación:





Ecuación 1. Contenido de compuestos fenólicos totales

$$\frac{(\text{mg equivalentes de ácido gálico})}{(100\text{g de muestra})} = \frac{(\text{mg de ácido gálico})}{\text{mL}} \times \frac{1}{(\text{peso de la muestra (g)}) \times 10 \text{ mL} \times 100}$$

### 6.2.2 La actividad antirradical mediante 2,2'-azinobis-3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico (ABTS)

El ensayo ABTS se realizó de acuerdo a la metodología descrita por Pastrana-Bonilla (2003) y se utilizó en espectrofotómetro Thermo Genesys 10UV. Se preparó la solución de ABTS•+ (Sigma Aldrich St. Louis MO, USA A1888) 7 mM con persulfato de potasio 2.4 mM (KSO8, Sigma Aldrich St. Louis MO, USA, 216224) en 10 mL con agua destilada (solución madre), la solución se dejó en reposo por un periodo de 12 h en refrigeración y protegida de la luz, posteriormente se tomó una alícuota de 550  $\mu\text{L}$  y se aforó a 50 mL con etanol puro (solución 2), ésta solución se protegió de la luz y se conservó en hielo durante su uso. Se tomó lectura de la solución 2 a 734 nm, y se ajusta a  $0.7 \pm 0.02$  de absorbancia, la solución fue ajustada con etanol puro o solución madre. Para el análisis de las muestras se tomaron 990  $\mu\text{L}$  de la solución ajustada a 0.7 de absorbancia y se tomó lectura de la absorbancia exacta a 734nm (tiempo cero) en seguida se añadió 10  $\mu\text{L}$  de la muestra tratando de no introducir aire, se depositó la muestra sin sacar la celda del espectrofotómetro, por último se tomó lectura tras 5 minutos de reacción. El porcentaje de inhibición se calculó con la siguiente ecuación:

Ecuación 2. % de inhibición por ABTS

% de inhibición

$$= \frac{(\text{Abs muestra } t_0 - \text{Abs muestra } t_5)}{\text{Absorbancia muestra } t_0 - \frac{\text{Abs disolvente } t_0 - \text{Abs disolvente } t_5}{\text{Abs disolvente } t_0}} \times 100$$

Se realizó una curva estándar con diferentes concentraciones de Trolox (Sigma Aldrich St. Louis MO, USA, 238813) de 0 a 25  $\mu\text{M}$ , y los resultados fueron expresados como mMol Trolox/g de muestra base seca.





### 6.2.3 El ensayo de actividad antirradical por DPPH

Se realizó de acuerdo a la metodología descrita por Brand-Williams, Cuvelier, y Berset, (1995) y se utilizó en espectrofotómetro Thermo Genesys 10UV. Se preparó la solución madre del radical DPPH (2,2-Difenil-1-Picrilhidrazilo) (Sigma Aldrich St. Louis MO, USA, Lote D9132-1G) disolviendo 2.5 mg del radical con 40 mL de metanol, posteriormente se aforó la solución a 50 mL con metanol y se protegió de la luz. Se tomó un alícuota y se midió su absorbancia a 520 nm, se ajustó la absorbancia de la solución a 0.5 adicionando metanol puro a la solución diluida o solución madre. Una vez ajustada la absorbancia de la solución se colocaron 200  $\mu$ L de las muestras extraídas en tubos previamente protegidos y 2000  $\mu$ L de la solución de DPPH. La lectura se midió a los 30 min. El porcentaje de inhibición se calculó con la siguiente ecuación.

Ecuación 3. % Actividad antirradical por DPPH

$$\% \text{ Actividad antirradical} = \frac{\text{Absorbancia muestra}}{\text{Absorbancia control}} \times 100$$

Se preparó una solución 4 mM de Trolox para la realización de una curva estándar, posteriormente se realizaron diluciones con ésta a partir de 0-200  $\mu$ M con etanol. Los resultados se expresaron como mg equivalentes de Trolox en 100 g de muestra.

### 6.2.4 FRAP (Poder antioxidante reductor del hierro)

El análisis de FRAP (Poder antioxidante reductor del hierro) se realizó de acuerdo al método descrito Benzie y Strain, (1996) con ligeras modificaciones y se utilizó en espectrofotómetro Thermo Genesys 10UV. Éste ensayo mide la capacidad antioxidante de acuerdo con su capacidad para reducir el hierro férrico ( $\text{Fe}^{+3}$ ) presente en un complejo con la 2, 4, 6-tri (2-piridil)-s-triazina (TPTZ) hasta la forma ferrosa ( $\text{Fe}^{+2}$ ).

El reactivo de FRAP se preparó por una mezcla de las siguientes soluciones;

- Solución de TPTZ (2, 4, 6-tripiridil-s-triazina, Sigma Aldrich St. Louis MO, USA, T1253) 10 mM en una solución de ácido clorhídrico 40 mM (la solución de HCl se preparó en agua destilada).





- Solución de  $\text{FeCl}_3$  0.3 M se preparó con agua destilada.
- Buffer de acetato (pH 3.6), se preparó con la mezcla de acetato de sodio y ácido acético en agua destilada, se ajustó el pH hasta llegar al valor deseado. Posteriormente las soluciones se mezclaron en base a las siguientes proporciones; 83% de la solución buffer, 8.3% de la solución de  $\text{FeCl}_3$  y 8.3% de la solución de TPTZ. Para la determinación de las muestras, se colocaron 250  $\mu\text{L}$  del extracto de la muestra con 1 mL del reactivo de FRAP y se llevó a un volumen de 10 mL con agua destilada en tubos eppendorff, se dejó reaccionar por 30 minutos en un baño maría a una temperatura de 30°C. La absorbancia fue leída en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 593 nm. La curva de calibración para este método se realizó con sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) con una concentración de 0 a 5 mM, los resultados son expresados como mMol Fe (II) presentes en 100 g de muestra.

### **6.3 Medición de color triestímulo**

La medición de color se realizó como lo describieron Ahmed, Al-Jassar y Thomas, (2015). El color visual se midió usando un colorímetro Hunter ColorFlex (Hunter Associates Laboratory, Reston, VA) en términos del método CIELab  $L^*$  (luminosidad),  $a^*$  (enrojecimiento y verdor) y  $b^*$  (amarillez y azul). El instrumento (45° / 0° geometría, 10° observador) se calibró con un azulejo estándar blanco y negro seguido se midieron las muestras. Una celda de vidrio que contuvo las harinas que se colocaron por encima de la fuente de luz y los valores  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  fueron registrados. Las mediciones de color se tomaron por triplicado, y se tomaron valores promedio para el cálculo.

### **6.4 Perfil de Viscosidad**

Las harinas fueron analizadas siguiendo la metodología de Hernández-Uribe *et al.*, (2011). Empleando la técnica propuesta por la AACC International 76-21.01 para determinar el perfil de viscosidad de las harinas y se usó un equipo Rapid Visco Analyzer (RVA 4500 Perten Instruments). Se pesaron 3.5 g de la muestra (14% base de húmeda) y 25 ml de agua destilada. Con una calefacción programada y ciclo de enfriamiento a una velocidad de cizallamiento constante, la suspensión se mantuvo a 50 °C durante 1 min, se calentó a 95 °C en 4.42 min, y se





mantuvo a 95 °C durante 2.5 min. Posteriormente se enfrió a 50 °C en 4.0 min manteniendo una velocidad de rotación de 160 rpm. El tiempo total del ciclo fue de 13 min.

### **6.5 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

Se siguió la metodología de Hernández-Uribe *et al.*, (2011). Las pruebas se realizaron con un calorímetro diferencial de barrido DSC Q2000 W/MDSC para medir el análisis térmico en las harinas. La proporción harina / agua (p / p) fue de 2 mg harina / 7 mg agua para la medición de DSC para examinar la plastificación en la harina. Se pasaron las muestras a una rampa de calentamiento / enfriamiento de 40 °C a 140 °C con un incremento de temperatura de 10°C / min. En ciclos de calentamiento en una atmósfera de nitrógeno (caudal 50 ml / min). Se usó para correr la prueba una celda de referencia de aluminio. Las muestras se calentaron de 30 °C a 120 °C para detectar las propiedades térmicas: temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y gelatinización de almidón. Las mediciones se realizaron por triplicado. El software del instrumento proporcionó la temperatura de inicio, la temperatura pico, la temperatura de punto final, el cambio del flujo de calor de la región de transición vítrea y la entalpía ( $\Delta H$ ) de las transiciones térmicas.

### **6.6 Microscopia electrónica de barrido (MEB)**

Para determinar la morfología de las harinas se utilizó el método reportado por Paredes-López *et al.*, (1989). La muestra de harina se espolvorea sobre una cinta conductora de cobre de doble adhesión la cual se fijó previamente en un soporte de aluminio del microscopio electrónico de barrido LEO 1525 (LEO electron Microscopy, Oberkochen, Germany). La muestra se cubrió con una capa de carbón de 30 nm. Las muestras se colocaron en el ionizador de metales JEOL y se recubrió con una capa de oro.

### **6.7 Difracción de rayos X**

Los patrones de difracción de rayos X de las harinas se obtuvieron de acuerdo a la metodología descrita por Palma-Rodríguez *et al.*, (2013). Las muestras se equilibraron en una cámara de humedad relativa al 100% y a temperatura ambiente (25 °C) durante 24 h. Los





patrones de difracción de rayos X de las harinas se obtuvieron mediante un difractómetro (D-500, Siemens, Madison, W). El difractómetro se operó a 27 mV y 50 kV. La región de barrido con ángulo  $2\theta$  fue de  $4^\circ$  a  $40^\circ$  con un tamaño de paso de  $0.05^\circ$ , con un tiempo de conteo de 2 segundos. El porcentaje de cristalinidad se calculó utilizando la siguiente ecuación

Ecuación 2. Cristalinidad

$$\text{Cristalinidad (\%)} = (A_c / (A_c + A_a)) * 100$$

Donde:

$A_c$  = área cristalina sobre el difractograma de rayos X

$A_a$  = área amorfa sobre el difractograma de rayos X

### **6.8 Análisis de tamaño de partícula**

La distribución del tamaño de partícula se determinó como lo describe Palma Rodríguez, (2012). Con un equipo de difracción de rayo láser usando un Malvern Mastersizer 2000, (Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcestershire, UK). (Las muestras de harina se secaron en horno de aire caliente para reducir el contenido de humedad 8-11% en peso antes del análisis del tamaño de partícula). Las harinas fueron analizadas usando un módulo Scirocco 2000. Las mediciones se llevaron a cabo a temperatura ambiente. El tamaño de partícula se expresó como diámetro mediano  $D[v0.5]$ , el cual es el diámetro volumen equivalente a un valor de la frecuencia acumulada de 50% y distribución de volumen (Malvern Instruments Lid., 1990).

### **6.9 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR).**

Los espectros infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR) de los gránulos de almidón se obtuvieron siguiendo la metodología reportada por Zhang *et al.*, (2014) con ligeras modificaciones utilizando un espectrómetro Spectrum 100 FTIR (Perkin-Elmer, Norwalk, CT) equipado con una célula de reflectancia total atenuada (ATR por sus siglas en inglés) con un cristal de diamante para cada espectro y se registraron los escaneos.





### 6.10 El contenido de almidón total

El contenido de almidón total de las harinas de *Oxalis tuberosa* se determinó siguiendo la metodología de AOAC 996.11 por hidrólisis multienzimática, utilizando un kit de Megazyme® (Total Starch by Megazyme. Assay procedure). Las harinas (100 g) se mezclaron con 2 ml de etanol al 80% y se agitaron en vórtex y se agrega 2 ml de KOH 2M agitando por 20 min a 4°C. Se añadieron 8 ml de regulador de acetato de sodio 1.2 M (pH 3.8) a cada tubo con agitación inmediatamente se agregó 0.1 ml de  $\alpha$ -amilasa y 0.1 ml de amiloglucosidasa y se colocaron los tubos en un baño de agua a 50 °C durante 30 min con agitación (intermitente). El contenido de los tubos se aforó a 100 ml y se agitan por 5 minutos se tomaron alícuotas de 10 ml, se centrifugaron a 1800 g por 10 min. Se enjuagaron 2 veces los tubos después de extraer la muestra. Se tomaron 0.1 ml de sobrenadante en tubos de vidrio con 3 ml de GODPOD.

El almidón total fue medido de acuerdo a Englyst, Kingman, y Cummings, (1992) usando un kit de ensayo GOPOD132, formato K-GLUC 09/14 (Megazyme International Ireland Ltd). Se calculó y expresó como:

Ecuación 3. Almidón total.

$$AT = \text{Absorbancia de la muestra} \frac{F}{\text{Peso base seca de la muestra}} * 0.9 * 100$$

Donde:

AT: Almidón total

F= Vol. final / Absorbancia del estándar (glucosa)

### 6.11 Almidón resistente

El almidón resistente se determinó siguiendo la metodología descrita por Zhao, Andersson, y Andersson, (2018) utilizando un kit K-RSTAR 09/14 de Megazyme (Bray, Irlanda), de acuerdo con el método AOAC 2002.02 (McCleary y Monaghan, 2002) y se utilizó un espectrofotómetro Thermo Genesys 10S VIS. Las muestras se incubaron con  $\alpha$ -amilasa pancreática y amiloglucosidasa (AMG) (K-RSTAR 09/14; Megazyme, Bray, Irlanda) durante 16 horas a 37 °C. El contenido de RS se calculó en función de la porción del almidón que no se





hidrolizó, mientras que el almidón hidrolizado se tomó como almidón no resistente (solubilizado).

### **6.12 Determinación del contenido de amilosa**

El contenido de amilosa de las harinas se determinó por una modificación de Hoover y Ratnayake, (2002) al método propuesto por McGrance *et al.*, (1998) y se utilizó un espectrofotómetro Thermo Genesys 10S VIS. Se disolvieron 50 mg de almidón base seca en 8 mL de hidróxido de potasio (KOH), agitando vigorosamente por 12 h y posteriormente se ajustó el pH a 7. Se tomó una alícuota de 1 mL de esta solución y fue transferida a un matraz aforado de 50 mL, se adicionaron 40 mL de agua destilada y 5 mL de una solución de I<sub>2</sub>/KI, se aforó y se dejó reposar 15 min a temperatura ambiente antes de leer la absorbancia a 600 nm en un espectrofotómetro.

### **6.13 Fibra dietaria total integrada**

Los constituyentes de la fibra dietaria se cuantificaron de acuerdo con el método AOAC 2009.01 y 2011.25, McCleary *et al.*, (2012). Se pesó 1g de muestra (cuadruplicado). Se adicionó 1 mL de etanol al 95%. Posteriormente se adicionó 40 mL de la mezcla de buffer de maleato de Sodio (pH 6) con las enzimas  $\alpha$ -amilasa pancreática y amilogucosidasa (AMG). Se incubaron las muestras por 16 h a 37°C. Posteriormente se llevaron a ebullición durante 20 min. Se adicionó 0.1mL de solución de proteasa. Se incubó a 60 °C por 30 min. Se agregaron 200 mL de etanol se dejó precipitar toda la noche. Después se filtraron y lavaron con 60 mL de etanol al 78%; 40 mL de etanol al 96% y 40 mL de acetona. Se colocaron los crisoles a secar para obtener los residuos se dividieron para analizar y obtener el porcentaje de proteína y el porcentaje de cenizas con estos valores por diferencia con respecto del valor de los residuos se obtuvo el valor de la fibra total integrada.

### **6.14 Predicción del índice glucémico (amilólisis)**

La predicción del índice glucémico se realizó de acuerdo a la metodología descrita por Holm *et al.*, (1986) y Holm y Bjorck, (1992) con algunas variaciones. Se pesaron 500 mg de almidón disponible en base seca y se introdujeron en un matraz Erlenmeyer. Se agregaron 50





mL del buffer de fosfato amilasa. Se agitó hasta homogenizar. Se sacaron las muestras y se pusieron a agitar se llevaron a un baño a 37 °C con agitación constante. Se preparó la suspensión de enzima  $\alpha$ -amilasa pancreática considerando 1 mL por cada matraz (40 mg / ml) con regulador de fosfato amilasa. Se prepararon los tubos de ensaye agregando a cada tubo: 800  $\mu$ L de agua destilada más 1 mL de DNS y se adicionaron 200  $\mu$ L de muestra en los siguientes periodos: 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 min (todo por duplicado). Las muestras en los matraces Erlenmeyer permanecieron dentro del baño a 37°C. La muestra del tiempo cero se tomó sin enzima. Se usó  $\alpha$ -amilasa de 16 unidades (Sigma). Se adicionó 1 mL de enzima a cada frasco de la siguiente forma 65 mg por mL de regulador. Se tomaron las muestras en los periodos antes mencionados procurando tomar alícuotas para cada muestra en el minuto que le correspondió (60 min, 61 min). Se colocaron los tubos con DNS en un cuarto oscuro y se protegió la gradilla de la luz. Se preparó la curva de maltosa por duplicado. Se colocó 1 mL de DNS a cada tubo y 800 $\mu$ L de agua con las diferentes concentraciones de maltosa 1, 0.75, 0.5, 0.25, 0 y agua 0, 0.25, 0.50, 0.75, 1.0. Al terminar de tomar las alícuotas se colocaron los tubos durante 10 min en un baño a ebullición. Se sacaron y se les adicionó 15 mL de agua destilada a cada tubo. Se mezclaron y se leyeron a 530 nm en un espectrofotómetro UV.

### **6.15 Análisis estadístico**

Los datos fueron tratados por un análisis de varianza (ANDEVA) de una sola vía. Las medias fueron comparadas por la prueba de Tukey en un nivel de significancia de 0.05. Programa Sigma Plot 12.5.

Además de usar el Coeficiente de Correlación lineal de Pearson. Programa SAS 9.0 para analizar el efecto del método de secado afecto las propiedades de las harinas.





## 7. Resultados y discusión

### 7.1 Contenido de compuestos fenólicos

Para la determinación del contenido de compuestos fenólicos en el presente estudio, se obtuvieron extractos con cetona al 50%, con metanol al 80% y con etanol al 80%, de cada una de las harinas. Encontrándose que los extractos de HL, presentaron los valores numéricos más altos, que los obtenidos para HS (Tabla 5). Se puede observar que el contenido de compuestos fenólicos en mg equivalentes de ácido gálico/100g de muestra base de las harinas de *Oxalis tuberosa*, decrece con el incremento de la temperatura. Esos fenómenos pueden ser debido a la degradación térmica de auto oxidación o degradación de los compuestos fenólicos (Jaiswal *et al.*, 2012; Gonçalves *et al.*, 2010). Durante el proceso de secado por calor de convección es muy probable la activación de las enzimas como oxidasas, polifenoloxidasas y peroxidasas que pueden haber permitido la pérdida de complejos fenólicos (vSoes-Vigyázó y Haard, 1981). Además el extracto elaborado con acetona acuosa demostró ser ligeramente más eficiente en promedio que los extractos con etanol acuoso y metanol acuoso para la extracción de compuestos fenólicos.

Se usaron los solventes acuosos de acetona, metanol y etanol debido a investigaciones anteriores realizadas han demostrado ser efectivos en la extracción de compuestos fenólicos (como los flavonoides), especialmente a partir de material vegetal (Harborne, 1984). Los glucósidos flavonoides comúnmente se extraen con solventes acuosos, y el extracto se reduce a un residuo acuoso o a desecación por evaporación rotatoria al vacío asistida por calor. Generalmente los flavonoides y sus glucósidos se consideran ser estables en estas condiciones (Goodwin, 1976; Markham, 1982). Keinanen, (1993) uso disolventes acuosos en la extracción de glucósidos flavonoides de las hojas de abedul secas y fueron claramente ventajosos, aunque también declaró que se pueden obtener buenos resultados con metanol no acuoso. El etanol no acuoso y la acetona demostraron ser malos solventes para los compuestos fenólicos en hojas secas de abedul. En la extracción de compuestos fenólicos, el metanol o mezclas de metanol y etanol (1: 1, v / v) a menudo se prefiere al etanol (Van Sumere *et al.*, 1985). Sauvesty *et al.*, (1992) en la extracción de compuestos fenólicos de hojas de arce tampoco reportaron diferencias significativas entre los alcoholes acuosos que utilizaron. La acetona acuosa fue buena como los alcoholes acuosos en reflujo y homogeneización pero fue un disolvente menos adecuado para la extracción por Soxhlet.





Tabla 5. Compuestos fenólicos totales y capacidad antioxidante de las harinas de *Oxalis tuberosa*.

Muestra	CFT	AA ABTS	AA DPPH	AA FRAP
	mg equivalentes de ácido gálico/100g de muestra base seca	mMol Trolox/100g muestra base seca	mMol Trolox/100g muestra base seca	mMol Fe II/100g muestra base seca
HLAC50	587.82 ± 18.15 <sup>b</sup>	674.88 ± 43.56 <sup>a</sup>	2.76 ± 0.00 <sup>c</sup>	11.64 ± 0.94 <sup>b</sup>
HSAC50	586.57 ± 26.43 <sup>b</sup>	1127.56 ± 81.58 <sup>b</sup>	2.71 ± 0.00 <sup>a</sup>	12.60 ± 0.33 <sup>d</sup>
HLM80	532.01 ± 25.40 <sup>a</sup>	3628.70 ± 225.94 <sup>c</sup>	2.73 ± 0.00 <sup>b</sup>	11.13 ± 0.07 <sup>a</sup>
HSM80	509.27 ± 22.89 <sup>a</sup>	1683.03 ± 60.16 <sup>c</sup>	2.76 ± 0.01 <sup>c</sup>	11.58 ± 0.73 <sup>b</sup>
HLE80	609.90 ± 30.77 <sup>b</sup>	2431.02 ± 76.21 <sup>d</sup>	2.73 ± 0.01 <sup>ab</sup>	11.26 ± 0.02 <sup>a</sup>
HSE80	534.99 ± 20.98 <sup>a</sup>	1597.14 ± 30.16 <sup>c</sup>	2.75 ± 0.00 <sup>bc</sup>	12.31 ± 0.08 <sup>c</sup>

CFT: Compuestos fenólicos totales; AA: Actividad antioxidante; DPPH: radical 1,1-difenil-2-picrilhidrazil; FRAP: Poder de reducción antioxidante del ion férrico. ABTS: 2,2-azinobis-[3 ethylbenzothiazolin-6-sulphoni; HLAC50: Extracto de acetona al 50% de harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HSAC50: Extracto de acetona al 50% de harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección; HLM80: Extracto de metanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HSM80: Extracto de metanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección; HLE80: Extracto de etanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HSE80: Extracto de etanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección.

Valores mostrados son la media ± desviación estándar; n=3. Medias con diferentes letras en la misma columna diferente significancia (P<0.05)





Generalmente, los solventes no polares son más adecuados para la extracción de aceite que los polares, debido a la baja presencia o ausencia total de cargas permiten la penetración en la matriz de baja polaridad (Al-Hamamre *et al.*, 2012; Pujol *et al.*, 2013). Los solventes polares como los alcoholes son conocidos por extraer mayores cantidades de ácidos grasos libres y productos no deseados como proteínas, carbohidratos, productos de reacción de Maillard, fosfátidos y otros compuestos (Al-Hamamre *et al.*, 2012; Johnson y Lusas, 1983; Kondamudi *et al.*, 2008).

## 7.2 Actividad antirradical por el método ABTS

En el presente estudio el extracto que mostró valores más altos en actividad antirradical y fue significativamente diferente a los demás fue HLM80 (Tabla 5) de 3628.70 mMol Trolox/100g muestra base seca, seguido de HLE80 2431.02 mMol Trolox/100g muestra base seca. Esto probablemente se debió a la presencia de los compuestos fenólicos hidrosolubles como las antocianinas (Alcalde-Eon, *et al.*, 2004). Cabe mencionar que a través del estudio con FT-IR se pudo observar la presencia de grupos aromáticos posiblemente de las antocianinas quienes son las responsables del color rojo de la papa Oca. Las correlaciones entre la actividad antirradical por ABTS y el contenido de compuestos fenólicos se analizaron mediante el uso del Coeficiente de Correlación de Pearson ( $r$ ) (Tablas 8 y 9). Mostrando que no hubo correlación entre la cantidad de compuestos fenólicos y la actividad antirradical por el método ABTS. Sólo en el extracto con etanol con HS mostró una correlación positiva  $r = 1$ . Esto pudo deberse a que los diferentes tipos de compuestos fenólicos tienen diferentes actividades antioxidantes, que dependen de su estructura (Li, Ding y Ding, 2005).

Chirinos *et al.*, (2009) caracterizaron y cuantificaron los compuestos fenólicos de diferentes genotipos de tubérculos de la Oca andina (*Oxalis tuberosa* Mol.) y su contribución a la capacidad antioxidante de los cuales presentamos los resultados (Tabla 6) de los genotipos Oca que se parecen en color rojo y púrpura a la Oca cultivada en la región y que fueron con los que se elaboraron las harinas. Al observar los resultados obtenidos de los compuestos fenólicos y de la capacidad antioxidante por el método ABTS de los genotipos crudos podemos apreciar





Tabla 6. Compuestos fenólicos totales y capacidad antioxidante por ABTS de dos genotipos de Oca (*Oxalis tuberosa* Molina).

Genotipos de Oca	Color de cáscara/pulpa	Compuestos fenólicos (mg EAG/100g PF)	Capacidad antioxidante ABTS ( $\mu\text{mol ET/g PF}$ )
COC-537	P/A-P	138.1 $\pm$ 2.2 <sup>d</sup>	7.9 $\pm$ 0.5 <sup>c</sup>
COC-450	P/A-P	161.8 $\pm$ 8.1 <sup>c</sup>	8.9 $\pm$ 0.6 <sup>c</sup>

Columnas con la misma letra nos son significativamente diferentes. P= Púrpura; A= Amarillo. EAG: Equivalentes de ácido gálico.; ET: Equivalentes de Trolox; PF: Peso fresco. Los resultados son la medias  $\pm$  la desviación estándar (n=3).

Fuente: Chirinos *et al.*, (2009).

Tabla 7. Compuestos fenólicos totales y capacidad antioxidante de las harinas de *Oxalis tuberosa* por método ABTS.

Muestra	CFT (mg equivalentes de ácido gálico/100g de muestra base seca)	AA ABTS (mMol Trolox/100g muestra base seca)
HLAC50	587.82 $\pm$ 18.15 <sup>b</sup>	674.88 $\pm$ 43.56 <sup>a</sup>
HSAC50	586.57 $\pm$ 26.43 <sup>b</sup>	1127.56 $\pm$ 81.58 <sup>b</sup>
HLM80	532.01 $\pm$ 25.40 <sup>a</sup>	3628.70 $\pm$ 225.94 <sup>c</sup>
HSM80	509.27 $\pm$ 22.89 <sup>a</sup>	1683.03 $\pm$ 60.16 <sup>c</sup>
HLE80	609.90 $\pm$ 30.77 <sup>b</sup>	2431.02 $\pm$ 76.21 <sup>d</sup>
HSE80	534.99 $\pm$ 20.98 <sup>a</sup>	1597.14 $\pm$ 30.16 <sup>c</sup>

CFT: Compuestos fenólicos totales; AA: Actividad antioxidante; ABTS: 2,2-azinobis-3 ethilbenzothiazolin-6-sulphonico; HLAC50: Extracto de acetona al 50% de harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HSAC50: Extracto de acetona al 50% de harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección; HLM80: Extracto de metanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HSM80: Extracto de metanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección; HLE80: Extracto de etanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HSE80: Extracto de etanol al 80% de harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección.

Valores mostrados son la media  $\pm$  desviación estándar; n=3. Medias con diferentes letras en la misma columna diferente significancia (P<0.05)





que en las harinas elaboradas con Oca se conservaron los compuestos fenólicos y la actividad antioxidante por ABTS después del proceso de secado para su obtención (Tabla 7).

### 7.3 Actividad antirradical por el método DPPH

Por este método se obtuvieron valores numéricos más bajos en actividad antirradical que con ABTS en los extractos de HL y HS (Tabla 5) que fueron de 2.71 a 2.76 mM Trolox/100 g base seca y posiblemente esto se deba a un bajo contenido de compuestos polares liposolubles que pudieran contener las harinas (Kan *et al.*, 2017).

### 7.4 Actividad antioxidante por el método FRAP

Por la técnica FRAP los resultados obtenidos (Tabla 4) mostraron un mayor poder reductor con los extractos de HS elaborados con acetona y etanol que probablemente se deba a la presencia de compuestos que contienen minerales en su molécula capaces de reducir el complejo férrico de 2, 4, 6-tripiridil-s-triazina ( $\text{Fe}^{3+}$ -TPTZ) a su forma ferrosa ( $\text{Fe}^{2+}$ -TPTZ) (Choo y Young. 2011) y que se concentraron en el proceso de secado. La variación de la actividad antioxidante se puede atribuir a la extracción ejercida de los solventes usados y probablemente al tipo de compuestos fenólicos presentes de las harinas de Oca. Los compuestos fenólicos que pudieron conservarse, posiblemente modificaron su estructura o concentraron en el secado con aire (Kan, L. *et al.*, 2017).

An *et al.*, (2016) compararon cinco diferentes métodos de secado en rizoma de jengibre, evaluaron el contenido fenólico total (CFT) y la actividad antioxidante, los métodos de fueron, secado con aire (SA), liofilización (L), secado por radiación infrarroja (RI), secado por microondas (SM) secado intermitente por microondas y secado por convección (IM y SC). En este estudio, el contenido fenólico total (CFT) de jengibres liofilizados se incrementó significativamente en comparación con los frescos, mientras que los otros procesos de secado térmico causaron una disminución significativa en CFT. De acuerdo con Asami *et al.*, (2003) los niveles más altos de CFT se encontraron consistentemente en extracciones de muestras congeladas, seguido de las liofilizadas y luego las secadas con aire. En general, el secado con aire a temperaturas  $> 60$  °C es considerado como desfavorable debido a la posibilidad de inducir condensación oxidativa o descomposición de compuestos termolábiles, como (+) - catequina. Por el contrario, la liofilización puede conducir a una mayor eficiencia de extracción de CFT





debido al desarrollo de cristales de hielo dentro de la matriz de la planta. Los cristales de hielo pueden provocar una mayor rotura de la estructura celular de la planta, lo que puede permitir un mejor acceso a los disolventes y la extracción de los compuestos (Keinänen y Julkunen-Tiitto, 1996). Con el secado con aire hay poca o ninguna ruptura celular y existe el efecto agregado del calor, que puede causar pérdidas en compuestos fenólicos y ácido ascórbico. En los procesos térmicos de secado, RI, IM y SC y SA resultaron en pérdidas de CFT de 5.17%, 5.76% y 19.05%, respectivamente, y SM causó una la mayor pérdida de 29.74% (Tabla 8). De acuerdo con Lim y Murtijaya, (2007), el calor generado por el secado en microondas fue intenso y rápido, lo que podría causar una degradación térmica severa de los compuestos fenólicos. Además, la activación de enzimas oxidativas (polifenoloxidasas y peroxidasa) durante el proceso de secado puede conducir a la pérdida de complejos fenólicos. De acuerdo con Toor y Savage, (2006), los cambios en la estructura química de los fenoles, como las asociaciones de fenoles con proteínas también podría resultar en una pérdida de contenido fenólico. Sin embargo, Kubra y Rao, (2012) observaron un aumento en CFT de jengibres secados con SM con aumentos de niveles de potencia (385-800 W). Ellos explicaron que esto se debió a que la energía en SM causó la descomposición celular los compuestos, lo que resulta en una mayor liberación de polifenoles de las matrices. Muchos investigadores han encontrado que el CFT en varias plantas de especias tienen un cambio irregular bajo diferentes procesos de secado (Chan *et al.*, 2008; Dewanto *et al.*, 2002). Por lo tanto, se puede concluir que el proceso de secado da como resultado niveles altos o bajos de CFT según el tipo de material vegetal y la ubicación fenólica compuestos presentes en la célula, An *et al.*, (2016).

An *et al.*, (2016) evaluaron la capacidad antioxidante del rizoma del jengibre secado por diferentes métodos de secado. En la prueba DPPH, el valor más alto de capacidad antioxidante se observó en muestras liofilizadas, seguido de IM y SC, RI y SM, mientras que el método SA dio la menor capacidad de eliminación de radicales libres. La capacidad de eliminación de DPPH tuvo una mayor correlación con CFT. Muchos los investigadores han encontrado las altas correlaciones entre CFT y actividad antioxidante (Velioglu *et al.*, 1998), mientras que otros descubrieron que no había relación (Kähkönen *et al.*, 1999).





Tabla 8. Cambios en el contenido fenólico total y actividad antioxidante de jengibre secado por diferentes métodos.

Parámetros/Secado	Producto fresco	SA	RI	L	SM	IM y SC
CFT (mg EAG/g p.s.)	11.97 ± 0.33 <sup>b</sup>	9.69 ± 0.54 <sup>d</sup>	11.35 ± 0.66 <sup>c</sup>	13.83 ± 0.31 <sup>a</sup>	8.41 ± 0.35 <sup>e</sup>	11.28 ± 0.40 <sup>c</sup>
IC <sub>50</sub> (mg/mL extracto)	1.11 ± 0.05 <sup>c</sup>	1.15 ± 0.09 <sup>a</sup>	1.09 ± 0.02 <sup>d</sup>	1.05 ± 0.11 <sup>e</sup>	1.13 ± 0.06 <sup>b</sup>	1.08 ± 0.03 <sup>d</sup>
CAEA (mg AA/g p.s.)	3.49 ± 0.27 <sup>c</sup>	3.37 ± 0.23 <sup>d</sup>	3.55 ± 0.14 <sup>b</sup>	3.69 ± 0.21 <sup>a</sup>	3.42 ± 0.19 <sup>d</sup>	3.58 ± 0.11 <sup>b</sup>
FRAP g Vc/ p.s	19.37 ± 0.81 <sup>d</sup>	17.41 ± 1.78 <sup>e</sup>	22.14 ± 0.27 <sup>a</sup>	20.88 ± 1.19 <sup>c</sup>	15.66 ± 1.21 <sup>f</sup>	21.91 ± 0.54 <sup>b</sup>
ABTS (mgTrolox/g p.s.)	64.45 ± 5.15 <sup>d</sup>	62.22 ± 3.21 <sup>c</sup>	66.79 ± 4.40 <sup>c</sup>	68.65 ± 11.55 <sup>b</sup>	60.06 ± 14.43 <sup>f</sup>	71.68 ± 6.11 <sup>a</sup>

Los valores son las medias ± desviación estándar (n=3). Los valores seguidos por la misma letra de superíndice no compartieron diferencias significativas a P <0.05 (prueba de Duncan). Secado con aire (SA), liofilización (L), secado por radiación infrarroja (RI), secado por microondas (SM), secado intermitente por microondas y secado por convección (IM y SC). CFT: Contenido fenólico total EAG: Equivalentes de ácido gálico; IC<sub>50</sub>: Concentración media inhibitoria; CAEA: Capacidad antioxidante equivalente en ácido ascórbico; AA: ácido ascórbico; Vc: Vitamina c; p.s: peso seco.

Fuente: An *et al.*, (2016).





An *et al.*, (2016) encontraron (Tabla 8), el valor más alto de FRAP se observó en muestras secadas por RI, seguidas de IM y SC, L y SA , mientras que con SM se encontró que ejerce el efecto más negativo. Los valores de FRAP tuvieron alta correlación con CFT.

Los valores de ABTS obtenidos en términos de equivalente de Trolox fueron inferiores a los obtenidos por el ensayo FRAP, pero la tendencia general fue similar. La mayor capacidad antioxidante fue encontrada en muestras de IM y SC, seguidas de muestras, RI y SA, mientras que SM también ejerció la menor capacidad antioxidante. Los valores de ABTS también presentaron alta correlación con el CFT.

En conclusión, el proceso de calentamiento suave condujo a una mayor actividad antioxidante probablemente porque tuvo menor impacto en los componentes volátiles de CFT del jengibre, a pesar de su largo tiempo de tratamiento, mientras que el intenso método de secado ejerció un efecto significativo sobre los componentes volátiles disminuyendo su contenido en CFT. También que el proceso de secado da como resultado niveles altos o bajos de CFT según el tipo de material vegetal y la ubicación de compuestos fenólicos presentes en la célula. (An *et al.*, 2016).

### **7.5 Perfil de Viscosidad**

Los perfiles de viscosidad de un almidón son un método efectivo para relacionar la funcionalidad del almidón con sus características estructurales y la posible aplicación industrial en productos que dependen de la viscosidad y comportamiento espesante del almidón (Cruz *et al.*, 2013). Los resultados de los perfiles de viscosidad de las harinas de *Oxalis tuberosa* (Tabla 9) mostraron una viscosidad pico con diferencias significativas entre las dos harinas en donde los valores fueron de 2976 cP para HL y 2776.25 cP para HS y las temperaturas de empastado fueron de HL de 64.18 °C y HS de 64.65 °C. Una de las causas probablemente se deba a las diferencias en los tamaños de partícula. En general, un tamaño de partícula fino tiene mayor potencial de hinchamiento y forma una estructura rígida de gel que da como resultado una resistencia adicional en comparación con un tamaño de partícula grueso (Chen *et al.*, 2003; Hatcher *et al.*, 2002). Ahmed y Al-Attar, (2015) estudiaron los efectos de los procesos de liofilizado y secado en bandejas de harina para masas de castaño encontraron que la muestra





lío filizada tuvo la mayor viscosidad pico (368 BU = Unidades Brabender) que la de la muestra secada en bandejas (340 BU = Unidades Brabender), sin embargo, la muestra lío filizada tardó más tiempo en alcanzar el valor máximo. La diferencia puede deberse a la cantidad de almidones totales y al contenido de amilosa en las muestras. En este estudio de las harinas para masa de castaño las propiedades de empastado difirieron significativamente cuando las muestras de harina de castaño fueron calentadas a 95 °C y por encima de 95 °C. Para la muestra secada en bandejas, los valores de viscosidad pico a 95 °C, viscosidad después de 5 min a 95 °C, viscosidad a 50 °C, y la viscosidad después de 5 min a 50 °C se redujo drásticamente, e incluso esos valores se convirtieron en menos de la mitad de los valores alcanzados por la muestra lío filizada. Con ello demostraron claramente que tanto la estabilidad térmica (la viscosidad alcanzada después de 30 minutos de tiempo de retención a 95 °C) y la estabilidad en frío (la viscosidad alcanzada después de 30 minutos de tiempo de retención en 50 °C) de las muestras lío filizadas fueron superiores que las muestras secadas en bandejas. Durante el período de mantenimiento a 95 °C, las suspensiones de almidón se sometieron a altas temperaturas y cizallamiento mecánico que causa disrupción del gránulo de almidón y lixiviación de amilosa, que condujo a una disminución en la viscosidad. Durante el enfriamiento de 95 a 50 °C, la viscosidad aumenta debido a una reagrupación molecular, es decir, la liberación de amilosa forma redes tridimensionales (enredos) con la interacción de las moléculas de agua por medio de los enlaces de hidrógeno (Lii, Shao y Tseng, 1995). En la etapa de espera a 50 °C, los valores de viscosidad sugirieron que el almidón de castaño exhibió una menor tendencia a la reagrupación molecular (menores diferencias entre la viscosidad inicial y final). Las diferencias en las propiedades entre las dos muestras de harina de castaño se atribuyen principalmente por el modo de secado y la microestructura de las partículas de harina. El proceso de secado por bandejas hubo afectado negativamente a los gránulos de almidón durante secado al aire caliente a 60 °C que está muy cerca del inicio de la temperatura de gelatinización. Los investigadores argumentaron que una gelatinización parcial de las castañas se produce durante el secado al aire caliente, especialmente al principio del secado cuando el contenido de humedad era demasiado alto y también posiblemente hubo lixiviación de amilosa. Una opinión similar por Moreira *et al.* (2013) fue que durante el secado de la bandeja de castaño a 65 °C. La temperatura de gelatinización máxima ( $T_p$ ) de la harina de castaño fue significativamente influenciada por el proceso de secado en bandejas. El valor de la temperatura de empastado fue de 68.9 °C para la





Tabla 9. Perfil de Viscosidad y Propiedades térmicas.

Muestra	Viscosidad pico cP	Viscosidad final cP	Temperatura de empastado °C	T <sub>p</sub> °C	ΔH J/g
HL	2976 ± 76.66 <sup>b</sup>	1920.75 ± 22.54 <sup>a</sup>	64.18 ± 0.49 <sup>a</sup>	62.91	4.165
HS	2776.25 ± 27.21 <sup>a</sup>	1935.75 ± 59.28 <sup>a</sup>	64.65 ± 0.40 <sup>a</sup>	62.55	4.769

Valores mostrados son la media ± desviación estándar; n=3. Medias con diferentes letra en la misma columna diferente significancia (P<0.05)





muestra secada en bandejas y que fue significativamente menor que la correspondiente a la muestra liofilizada (74 °C). Esto indica además que la microestructura de las partículas de harina se vio afectada significativamente por el proceso de secado que finalmente influyó en la lixiviación de la amilosa durante el tratamiento térmico y la re-asociación durante el enfriamiento.

Por lo anterior se concluye que el proceso de secado con aire caliente a 45 °C en la *Oxalis tuberosa* para la obtención de la harina tuvo un impacto menor en los gránulos de almidón como lo muestran las temperaturas empastado de las harinas. Y que la viscosidad mayor en HL probablemente se debe a su contenido de almidón y amilosa y a un menor tamaño de partícula.

Como datos adicionales se observó en la harina liofilizada de Oca que, después del análisis de viscosidad retuvieron mejor el agua y se adherían al recipiente que las contenía mientras que la harina obtenida por secado de convección presentó sinéresis y resbalaba fácilmente del recipiente que las contenían. También se apreció un cambio de color de rosa en las harinas a marrón en los geles después del proceso de análisis para determinar el perfil de viscosidad, sugiriendo un grado de oscurecimiento posiblemente a las reacciones de Maillard.

### **7.6 Propiedades térmicas**

En la Tabla 9, se presentan los resultados de calorimetría diferencial de barrido obtenidos de las harinas. En los que se detectaron las temperaturas de transición vítrea similares para las dos las harinas que oscilaron de 62.91 °C para HL y 62.55 °C para HS. Ahmed y Al-Attar, (2015) estudiaron las transiciones térmicas de la harina de castaño para masa (en polvo y en dispersión) obtenida por liofilización y secado en bandejas por convección. Detectaron dos transiciones de vítreas distintas para la harina seca de castaño; la primera osciló entre 42 y 43 °C y la segunda varió de 116 a 121 °C. La harina de castaño sufrió cambios estructurales y morfológicos cuando fue calentada en exceso de agua. Durante el escaneo térmico, las dispersiones de harina de castaño (harina/agua 1: 1 a 1: 4) mostraron una temperatura pico de gelatinización distinta ( $T_p$ ), independientemente del método de secado empleado para la preparación de la muestra. Por ejemplo, el  $T_p$  para la muestra que tuvo la relación harina/agua de 1: 3 difería insignificamente entre sí con valores de 65.83 °C para la muestra liofilizada y de 65.38 °C para la muestra secada en bandejas. Si bien, el agua actuó como un plastificante, la  $T_p$  disminuyó gradualmente de  $69 \pm 0.6$  a  $62 \pm 0.4$  °C con un aumento en el contenido de agua en la muestra





(1: 1 a 1: 4). Los valores de  $T_p$  para las dispersiones de harina de castaño estuvieron en los intervalos de los reportados para la harina de castaño y el almidón secados al horno (Cruz *et al.*, 2013; Liu *et al.*, 2015; Torres *et al.*, 2013). También se ha reportado que la temperatura de gelatinización no es una propiedad intrínseca de alimentos con almidón; que depende del contenido de agua como parámetro de un proceso (Torres *et al.*, 2013). Los valores de entalpía de las dispersiones de harina de castaño asociadas con la gelatinización del almidón variaron entre 1.2 y 11.3 J/g y esos valores estuvieron de acuerdo con los resultados obtenidos en trabajos anteriores (Cruz *et al.*, 2013; Liu *et al.*, 2015). Se cree que las transiciones térmicas están asociadas con el proceso de reordenamiento de los complejos de amilosa-lípido (Torres *et al.*, 2013). Durante el escaneo térmico de las muestras de castaño se detectaron otras transiciones también en varios intervalos de temperatura (104 a 106 °C; 114 a 120 °C y 135 a 142 °C). La temperatura pico del complejo almidón-lípido de la muestra secada en bandejas fue mayor que el de la muestra liofilizada. Eso podría pensarse que se debió al aumento de la formación del complejo (almidón-lípido) de la muestra secada en bandejas por la temperatura de secado y tiempo de secado y que requiere más energía para derretirse que el complejo de la muestra liofilizada. Correia *et al.*, (2009) pensaron que la presencia de proteínas y fibra en la harina aumenta significativamente la competencia por el agua en el sistema, disminuyendo así la cantidad de agua disponible para la gelatinización del almidón y las temperaturas de transición endotérmicas del almidón aumentan.

En el presente estudio en harina de *Oxalis tuberosa* obtenidas por liofilización y secado por convección las propiedades térmicas mostraron que los procesos de secado no afectaron las temperaturas de gelatinización de las dispersiones de las harinas ni sus entalpías de gelatinización ( $\Delta H_g$ ). De acuerdo con los resultados de viscosidad y DSC ambas harinas presentaron temperaturas similares de transición vítrea y de empastado. Por lo cual se presume que los métodos de obtención de las harinas fueron los adecuados. El gránulo de almidón existe en estado vítreo, hasta que alcanza por calentamiento su temperatura de transición, donde las moléculas pierden su organización y el polímero se vuelve gomoso. Al hacer un calentamiento adicional, tiene lugar la temperatura de fusión  $T_m$ , en la cual el gránulo pierde completamente su configuración (Sandoval *et al.*, 2005). La gelatinización del almidón permite cambiar la forma cristalina de los gránulos a una forma eventualmente amorfa y digerible, ocurriendo cambios irreversibles que provocan el hinchamiento y la disrupción de estas estructuras





(Sandoval *et al.*, 2005). Para que ocurra esta transición, se requiere una temperatura entre 60-75 °C y un porcentaje de agua mayor al 30% en solución (Pineda-Gómez *et al.*, 2010). Alrededor de este rango de temperatura el agua actúa como un plastificante. A esta temperatura, los polímeros con bajo peso molecular, particularmente las moléculas de la amilosa, empiezan a separarse del gránulo del almidón. Conforme la temperatura aumenta, los gránulos del almidón comienzan a colapsar hasta que finalmente la parte amorfa (amilosa) queda totalmente solubilizada, mientras que la parte cristalina del almidón se mantiene en la solución acuosa, Rodríguez *et al.*, (2001).

### 7.7 Difracción de rayos X

De acuerdo con los estudios de difracción de rayos X (Figura 6) las harinas mostraron el patrón de cristalinidad de tipo B, característico de los tubérculos y raíces que presenta dobles hélices de amilopectina empaquetadas en forma hexagonal y con 36 moléculas de agua (Buléon *et al.*, 1998). Iniciando en el ángulo  $2\theta$  con  $5^\circ$  y presentando en la máxima intensidad relativa en  $16.9^\circ$  con porcentajes de cristalinidad de 55.97% para HL y de 43.49% para HS. Esto

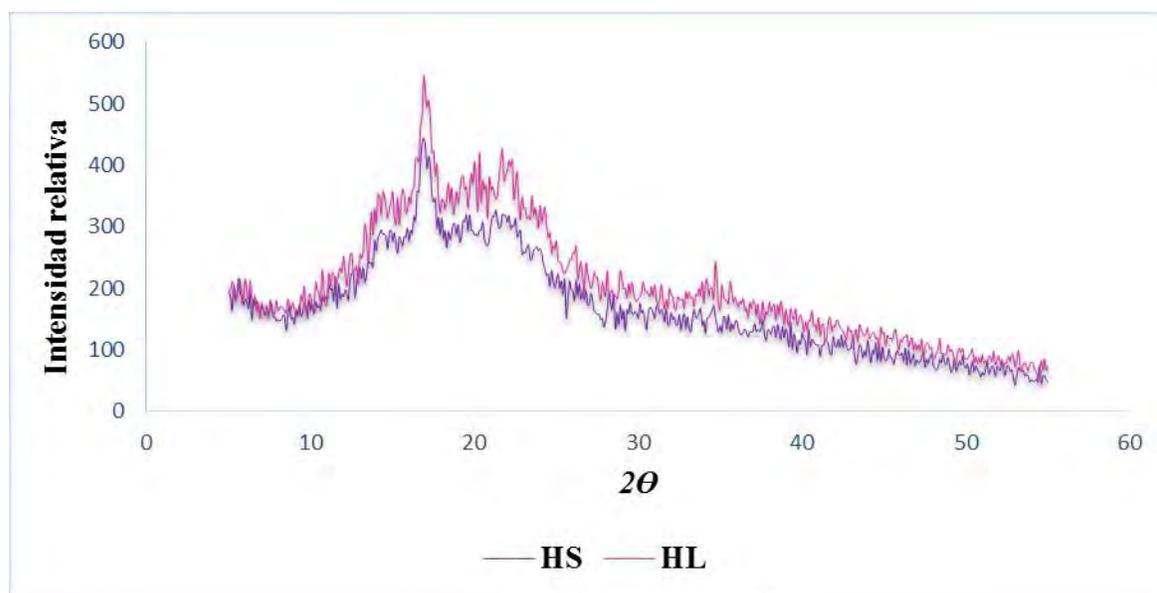


FIGURA 6. Difractograma de rayos X de las harinas de *Oxalis tuberosa*.





probablemente debido a que la estructura cristalina de los gránulos de almidón de la harina elaborada con *Oxalis tuberosa* secada por convección de calor se vio afectada principalmente por la reordenación de las estructuras intermoleculares y de doble hélice durante el tratamiento de calor-humedad (Hung *et al.*, 2017). Los valores de cristalinidad nos brindan información acerca de la resistencia de los almidones de las harinas elaboradas con *Oxalis tuberosa* a la hidrólisis enzimática. Gerard *et al.*, (2001) que estudiaron la hidrólisis de todas las morfologías de cristales habituales de almidón utilizando mutantes de maíz. El nivel de cristalinidad y el contenido de amilosa fueron encontradas sin efectos mientras que un alto contenido de cristales de morfología de tipo B siempre fue asociado con una alta resistencia a la hidrólisis. Chung *et al.*, (2006) evaluaron el impacto de la cristalinidad en la hidrólisis de almidón de arroz ceroso. El estado cristalino del almidón fue controlado por gelatinización parcial o retrogradación de un almidón completamente gelatinizado. En cualquier caso, la tasa de hidrólisis disminuyó al aumentar la cristalinidad. En una cristalinidad similar, el almidón parcialmente gelatinizado estaba menos hidrolizado que el retrogradado. Srichuwong *et al.*, (2005) reportaron resultados que demuestran que las estructuras de cristalitos también determinan el grado de amilólisis. Una gran cantidad de material ramificado individualmente en un patrón de difracción tipo A litnerizado permitía penetrar a la amilasa e hidrolizar los cristalitos más fácilmente. Por el contrario, en lamelas más gruesas con raros puntos de ramificación de un patrón de difracción tipo B los cristalitos son más estables a la degradación de la amilasa. La resistencia extremadamente alta de gránulos nativos de almidón de tipo B nativos a la amilólisis se puede atribuir a sus cristalitos estables y regiones amorfas de alta densidad.

## 7.8 Color

En el parámetro de color de las harinas de Oca cambio significativamente por el proceso de secado. Los valores  $L^*$  (luminosidad) oscilaron entre 65.35 en HS y de 68.23 en HL mostrando una mayor luminosidad en HL. El menor valor de  $a^*$  fue de 7.68 en HS y de 8.80 en HL mostrando mayor rojez (visualmente más rosa) este incremento en HL puede estar relacionado con la mejor conservación del contenido de compuestos fenólicos como las antocianinas responsables de proporcionarle diferentes colores a la *Oxalis tuberosa*, principalmente el rojo, pero también violeta y morado (Harborne y Williams 2000). Los valores





para  $b^*$  presentan un comportamiento inverso en HS de 7.62 y en HL de 5.93 lo que indica que HS presenta más amarillez debido probablemente a las reacciones enzimáticas y no enzimáticas de pardeamiento durante el tratamiento térmico en el proceso de secado por calor de convección (Cruz et al., 2013; Wani *et al.*, 2014).

Fante y Noreña (2015) estudiaron en los polvos de ajo deshidratados por aire forzado y liofilización, con y sin escaldado en ajo. Reportando valores para  $L^*$  más altos en el ajo liofilizado, con y sin escaldado en comparación a las muestras deshidratadas por aire forzado, las muestras liofilizadas fueron más claras en color. Li *et al.* (2007), estudiaron la deshidratación de rebanadas de ajo, también reportaron valores ligeramente más altos para  $L^*$  para las muestras liofilizadas en comparación con las deshidratadas en un secador al vacío a 40 °C. Para las muestras de ajo no escaldadas y secadas al aire, hubo una disminución en el parámetro  $L^*$  con el aumento de la temperatura, oscureciendo las muestras. Esta observación también fue reportada por Sacilik y Unal (2005) al deshidratar rodajas de ajo con 10-12 mm de diámetro y 3-5 mm de espesor, usando un secador de aire forzado a 40 y 60 °C. Para el ajo pre-escaldado y secado al aire, hubo una disminución en el parámetro  $a^*$  para las muestras de ajo liofilizado con y sin escaldado en comparación con las muestras deshidratadas por aire forzado, las muestras liofilizadas fueron más verde ( $-a^*$ ). Con respecto a la deshidratación forzada del aire, hubo un aumento en este parámetro a 70 °C para las muestras con y sin escaldado. Con respecto al uso de pre escaldado, se puede ver que el parámetro  $a^*$  fue mayor para las muestras no escaldadas, que fueron de un color más rojo. El parámetro  $b^*$  fue menor en el ajo liofilizado, con y sin escaldado, que en el muestras secadas al aire forzado, fueron las muestras liofilizadas azul ( $-b^*$ ). Para las muestras secadas con aire forzado hubo un aumento en este parámetro con aumento en la temperatura que para las muestras de ajo no blanqueado, pero para las muestras blanqueadas no hubo diferencia entre las temperaturas. Con respecto al uso del blanqueamiento previo, con la excepción de los secados a 70 °C, se puede ver que el parámetro  $b^*$  fue mayor para las muestras no blanqueadas, que fueron más de color amarillo. Cui *et al.* (2003) Estudiaron la deshidratación de rebanadas de ajo no escaldadas y mencionan que el valor  $b^*$  fue relacionado fuertemente con la reacción de Maillard, y esta reacción se vio facilitada debido a mucho más oxígeno y humedad disponible en secado con aire caliente, sin embargo, el valor  $b^*$  de la muestra secada por liofilización fue el más bajo y el valor  $L^*$  fue el más alto, como resultado de la ausencia de la reacción de Maillard. Gálvez *et al.*, (2009) Al deshidratar rodajas de pimiento





rojo con 4 mm de espesor a temperaturas de 50 a 90 °C, observaron un ligero aumento en los valores para  $a^*$  y  $b^*$ , y la disminución en los valores de  $L^*$  con aumento en la temperatura de secado, oscureciéndose en color debido a una mayor influencia de la reacción de Maillard, especialmente a mayor temperaturas. Sharma y Prasad (2001) también encontraron que con un aumento de la temperatura del aire, el color se volvió más oscuro lo que implica un mayor pardeamiento de los dientes de ajo. Estos autores reportaron que el oscurecimiento aumenta con un incremento en la temperatura y/o tiempo de secado. En el presente estudio sobre harinas de Oca se encontraron comportamientos similares como resultado del proceso de secado en la elaboración de la harina de *Oxalis tuberosa* obtenida por liofilización y secado por convección en donde HS mostró un mayor oscurecimiento.

### **7.9 Microscopia electrónica de barrido (MEB)**

Los estudios de microscopia electrónica de barrido (MEB) mostraron la morfología de las harinas con gránulos de almidón de forma ovoide y elíptica. Formas similares fueron reportadas en un estudio realizado sobre almidón de Oca (Cruz *et al.*, 2016). También se observan más aglomerados en HS (Figura 7) debido probablemente al proceso de obtención de la harina secada por calor de convección. Leewatchararongjaroen y Anuntagool, (2016) reportaron este comportamiento en harinas de arroz debiéndose a la matriz de proteínas que causa la agregación de los gránulos de almidón. Además se observó que los gránulos de almidón de las harinas parecen estar rodeados por una cantidad notable de otro material de forma irregular como pequeñas laminillas que probablemente fueron fibras y proteínas, similares micrografías fueron presentadas en un estudio realizado en un tubérculo de nombre ñame por Chen *et al.*, (2017). En otro estudio realizado por Hernández-Lauzardo *et al.*, (2004) caracterizaron parcialmente el almidón de *Oxalis tuberosa*, el escaneo de micrografías electrónicas mostró la forma y tamaño de los gránulos y observaron que *Oxalis* presentó tamaños de gránulos entre 25-50  $\mu\text{m}$  con formas ovals y elípticas. Tamaño similar (intervalo 22-55  $\mu\text{m}$ ) y forma del gránulo de almidón fueron reportados por Cortella y Pochetino, (1995), en un estudio realizado sobre tubérculos andinos que incluyó a *Oxalis tuberosa*.



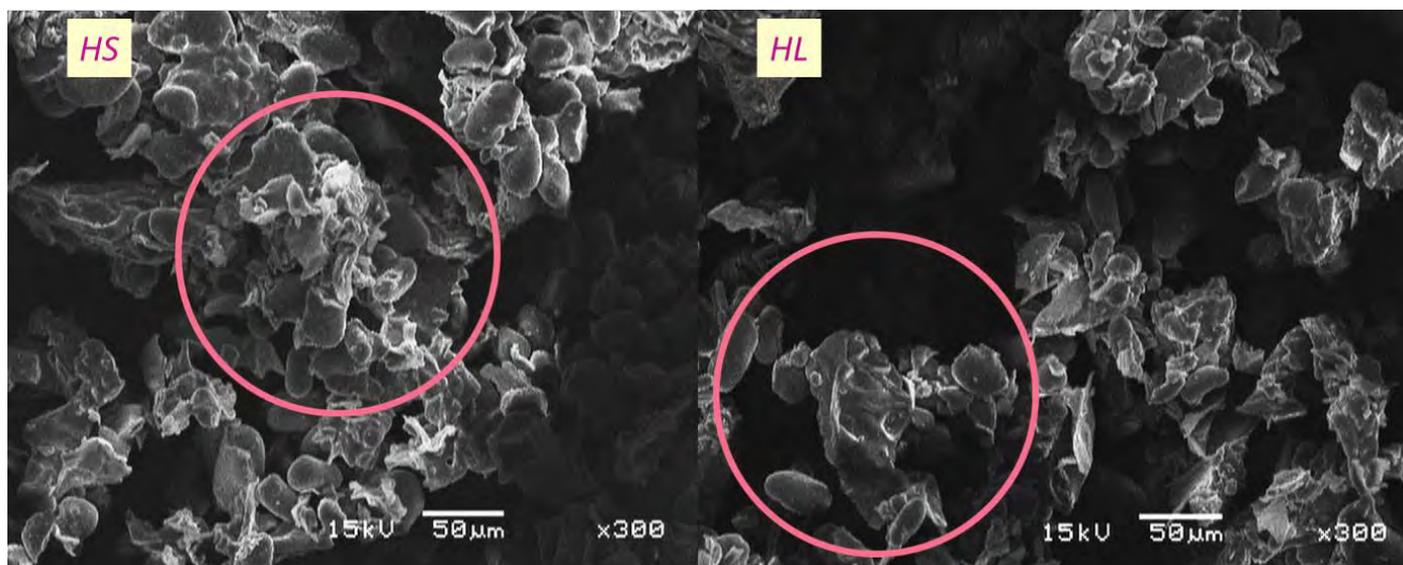


FIGURA 7. Micrografías de las harinas de *Oxalis tuberosa* con una amplitud 300X muestran la morfología de HS y HL.

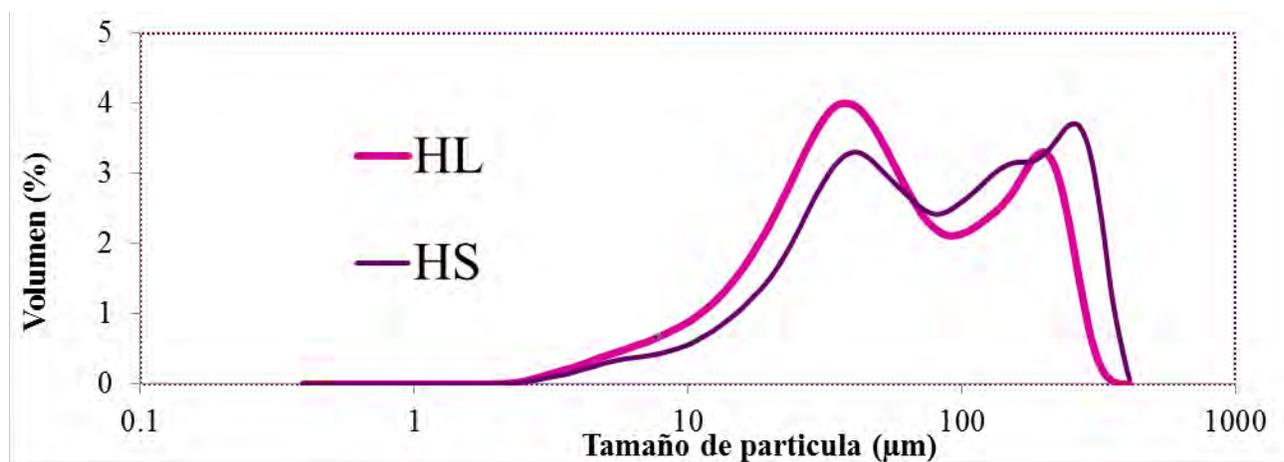


FIGURA 8. Gráficas de distribución de tamaño de partícula de las harinas de *Oxalis tuberosa*.





### 7.10 Tamaño de partícula

En cuanto a tamaño de partícula en las muestras de HL y HS como se demostró por análisis de difracción láser se obtuvo patrón de distribución de tamaño de partícula bimodal similar en ambas harinas (Figura 8). El tamaño de partícula a 50% D[v50] de distribución de volumen de HL fue: 48.5  $\mu\text{m}$  y para la harina HS de 75.92  $\mu\text{m}$ . La muestra HL contenía un mayor número partículas finas. Esto posiblemente se deba a la formación de más partículas porosas obtenidas por la sublimación del agua durante la liofilización. Como se mencionó en los resultados de microscopia la aglomeración en HS hace que se tenga una distribución del tamaño de partícula en volumen mayor. Un comportamiento igual fue reportado en harina de castaño por similares métodos de obtención por Ahmed y Al-Attar, (2015). En el cual las muestras de harina de castaño secada en bandejas y la liofilizada mostraron distribuciones de tamaño de partícula bimodal como se demostró por análisis de difracción láser y además confirmaron que los patrones de distribución fueron muy similares. La muestra liofilizada contenía un mayor número partículas de finas que la muestra secada en bandejas. Los tamaños de partículas al 10% (Dv10), 50% (Dv50), y el 90% (Dv90) de la distribución de volumen de la muestra secada en bandejas fueron 7.63, 86,2 y 454  $\mu\text{m}$  y los valores correspondientes para muestras liofilizadas fueron 4.73, 47.8 y 318  $\mu\text{m}$ . Fante y Noreña (2015) estudiaron el efecto en los polvos de ajo deshidratados por aire forzado y por liofilización, con y sin escaldado y encontraron que el ajo liofilizado, con y sin blanqueo previo, mostró partículas de menor tamaño que las muestras secadas con el aire forzado, posiblemente debido a la formación de más partículas porosas obtenidas por sublimación del agua durante la liofilización (Krokida *et al.*, 1998). Lo mismo fue observado por Kimand y Lee, (2010) sobre el estudio del tamaño de partícula de las nano-suspensiones deshidratadas por liofilización y en secadores convencionales de 40 a 80 °C.

### 7.11 Espectroscopia FT-IR

Las bandas obtenidas de las harinas de *Oxalis tuberosa* con espectroscopia FT-IR (Figura 9) fueron descritas de acuerdo a literatura previa reportada de otras harinas (Roa *et al.*, 2014). En HL y HS se encontraron los espectros característicos de almidón principal componente de las harinas y como es de esperarse es el responsable de la mayoría de los grupos funcionales





característicos de las harinas (Amir *et al.*, 2013; Chen *et al.*, 2017). Las dos muestras exhibieron bandas similares que se originan principalmente de los modos vibracionales de amilosa y amilopectina que son las principales componentes del almidón (Amir *et al.*, 2013; Ahmad, Nema, y Bashir, 2018). Los picos fueron observados en las siguientes regiones, la región entre 800 a 1,500  $\text{cm}^{-1}$  región de la huella dactilar (Amir *et al.*, 2013; Bashir, Jan, y Aggarwal, 2017); El rango de longitud de onda desde 800 a 1200  $\text{cm}^{-1}$  (región de la huella dactilar) que corresponde principalmente a las vibraciones de estiramiento C-C, C-O y C-H. El espectro en esta región se caracteriza por tres modos principales con absorbancia máxima en 1047, 1022 y 995  $\text{cm}^{-1}$ . Las bandas IR a 1047 y 1022  $\text{cm}^{-1}$  están asociadas a las estructuras ordenada y amorfa del almidón, respectivamente (Capron *et al.*, 2007) y la banda a 995  $\text{cm}^{-1}$  está asociada con la muestra cristalina hidratada (Bello-Pérez *et al.*, 2005). Las proporciones de absorbancia de 1047/1022  $\text{cm}^{-1}$  y 1022/995  $\text{cm}^{-1}$  se supone que miden la cantidad de almidón ordenado/ almidón amorfo y el estado de organización de las dobles hélices localizadas dentro de cristalitos, respectivamente (Wang *et al.*, 2015). La banda en 1640  $\text{cm}^{-1}$  fue asociada a las vibraciones de flexión de H-O-H que es una banda típica en el espectro del almidón y sus numerosos grupos hidroxilos derivados de la molécula de almidón que conducen a la absorción de agua en la región amorfa del almidón (Ahmad, Nema y Bashir, (2018). La región entre 2,800 and 3,000  $\text{cm}^{-1}$  (C-H región de estiramiento) y finalmente la región entre 3,000 y 3,600  $\text{cm}^{-1}$  (O-H región de estiramiento) (Amir *et al.*, 2013; Mutungi *et al.*, 2011). Además se pudieron cuantificar otros grupos funcionales como grupos aromáticos 2800 al 2900  $\text{cm}^{-1}$  (C-H región de estiramiento) posiblemente se deban a los compuestos fenólicos presentes en las harinas; 1700-1730  $\text{cm}^{-1}$  de ácidos carboxílicos (C=O región de tensión), aminas o amidas en 1550-1640  $\text{cm}^{-1}$  (N-H región de deformación), 900-1250  $\text{cm}^{-1}$  (C-O región de estiramiento). En un estudio realizado en harinas de trigo (Amir *et al.*, 2013) los picos observados en 1.640  $\text{cm}^{-1}$  y 3.300  $\text{cm}^{-1}$  son de agua (Manley *et al.*, 2002). Los espectros de absorción se realizaron en base a los grupos funcionales H y OH y muestran picos fuertes en la misma región que representan la presencia de humedad. La espectroscopia FTIR es uno de los métodos más elusivos para el análisis de la humedad. El agua absorbe fuertemente en la región infrarroja del espectro debido a las vibraciones de estiramiento de los grupos OH y la vibración de flexión de H sin embargo, su cuantificación es frecuentemente complicada por interferencias espectrales de otros compuestos que contienen OH tales como alcoholes, fenoles e hidroperóxidos y es confundido aún más por enlaces de



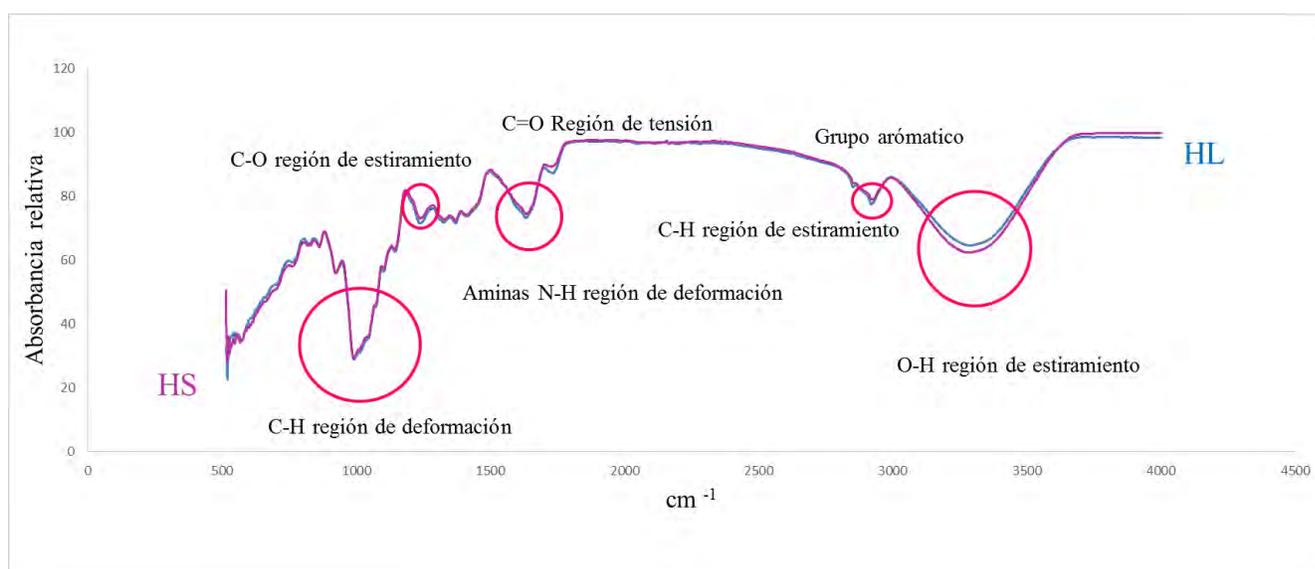


FIGURA 9. Espectroscopia FT-IR de las harinas de *Oxalis tuberosa*





hidrógeno (Dong *et al.*, 2000). En las harinas de *Oxalis* la diferencia en la región de 3000 y 3600  $\text{cm}^{-1}$  probablemente se deba en parte a la presencia de moléculas de agua de la humedad en las harinas la cual fue numéricamente mayor en HL.

Siwatch, Yadav y Yadav, (2017) en harina de amaranto reportaron las bandas de proteínas de harina a 1545 y 1644  $\text{cm}^{-1}$  y corresponden a las vibraciones de amida I y II. Estas son las vibraciones más comunes para estudiar las proteínas (Barth, 2007). La amida I surge del estiramiento C=O del grupo de péptidos en la proteína y la banda de amida II es principalmente del estiramiento de NH en el espectro. Las bandas de lípidos de harina de amaranto nativo se reportaron a 1745, 2853 y 2923  $\text{cm}^{-1}$ , y corresponden a la vibración de C-H. Espectros similares fueron reportados sobre harina de amaranto (Roa *et al.*, 2014) y sobre almidón y harina de amaranto (Tapia-Blácido, 2006). Es probable que en las harinas de *Oxalis* se conservaron los grupos N-H de las escasas proteínas que puede contener y los grupo C-H de lípidos como se observó en la región del espectro entre 1550-1640  $\text{cm}^{-1}$  y 2800 al 2900  $\text{cm}^{-1}$ . En el presente estudio como lo demuestran los espectros de FT-IR no se encontraron diferencias en los grupos funcionales presentes en las harinas de *Oxalis tuberosa*.

### **7.12 Almidón total, almidón resistente, amilosa y fibra dietaria integrada**

Concerniente a los resultados de la determinación de almidón total (Tabla 10) se obtuvieron los siguientes valores: 39.79 % para HS y 44.86 % HL. Estos resultados concuerdan con lo reportado por Attanasio *et al.*, (2004) en harina de castaño cuando la temperatura de secado se incrementa el contenido de almidón decrece. Esto es más evidente a temperaturas de 50 °C y 60 °C que corresponden a las temperaturas óptimas enzimáticas. Correia *et al.*, (2009), también observaron este fenómeno durante el secado de ñame debido al incremento de la acción combinada de las enzimas sobre el almidón principalmente  $\alpha$ -amilasa,  $\beta$ -amilasa, glucoamilasa y pululanasa cuya temperatura óptima de actividad oscila entre 55 °C y 60 °C. Si bien las enzimas tienen sus temperaturas óptimas también pueden iniciar su actividad a temperaturas menores a sus temperaturas óptimas. En lo que se refiere a almidón resistente: los resultados obtenidos de las harinas fueron 5.085% para la harina HL y 4.71% para la harina HS. Jiménez y Samman, (2014) reportaron valores muy bajos de almidón resistente del tubérculo hervido y





Tabla 10. Almidón total, amilosa, almidón resistente, y fibra dietaria integrada.

Muestra	% Almidón total	% Amilosa	% Almidón resistente	% Fibra dietaria integrada
HL	44.862 ± 0.613 <sup>b</sup>	18.030 ± 1.050 <sup>a</sup>	5.085 ± 0.175 <sup>a</sup>	19.310 ± 2.765 <sup>b</sup>
HS	39.786 ± 1.674 <sup>a</sup>	16.818 ± 2.727 <sup>a</sup>	4.710 ± 0.259 <sup>a</sup>	10.510 ± 2.778 <sup>a</sup>

HL: Harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HS: Harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección. Valores mostrados son la media ± desviación estándar; n=3. Medias con diferentes letras sobre la misma columna diferente significancia (P<0.05). % en base seca.





almacenado durante 48 h (Tabla 2). El aumento de almidón resistente producido luego de refrigerar los alimentos hervidos podría atribuirse a la retrogradación principalmente de la amilosa, aunque se ha demostrado que la amilopectina también retrograda y contribuye al contenido de almidón resistente. Mientras la retrogradación de la amilosa es un proceso que tiene lugar en pocas horas, la amilopectina requiere días o semanas (Eerlingen *et al.*, 1994; Thompson, 2000). El porcentaje de almidón total que se transforma en almidón resistente de las Ocas después de procesadas (hervidas) fue bajo (<7.5%), sin embargo puede resultar significativo cuando se calcula el valor energético de los alimentos (Jiménez y Sammán, 2014). El almidón resistente es la fracción de almidón que no puede ser digerido en el intestino delgado y está disponible, en algún grado, para la fermentación por bacterias en el intestino grueso (Chezem *et al.*, 1997); (Vargas-Torres *et al.*, 2004). El almidón resistente tiene en el tracto gastrointestinal efectos similares a los de fibra soluble; aumenta el tiempo de tránsito y se fermenta para producir ácidos grasos de cadena corta en el intestino grueso, lo que resulta en una disminución en los valores de pH fecal (Chezem *et al.*, 1997).

En cuanto al porcentaje de amilosa los resultados obtenidos fueron: 18.03% para la HL y 16.82% para HS. También se obtuvieron los resultados de fibra dietaria integrada (Tabla 10) con valores casi del doble en HL con 19.13% y de 10.51% en HS. Todos estos resultados estuvieron influenciados mayormente por la temperatura del proceso de secado con aire caliente posiblemente al activarse las enzimas propias del almidón los contenidos de amilosa y fibra dietaria integrada disminuyeron por hidrólisis enzimática.

### **7.13 Predicción del índice glucémico (amilólisis)**

En el presente estudio de harina de Oca obtenida por liofilización y secado por convección se obtuvieron los siguientes resultados. Los índices de hidrólisis (IH) calculados a partir de la tasa de hidrólisis a lo largo del tiempo y la predicción de los índices glucémicos (IG) correspondientes (Tabla 11 y Figura 10). Los resultados de HS mostraron una tasa de hidrólisis más alta que resultó en un índice glucémico mayor (IG) de 61%. El IH y el IG menores fueron registrados por la harina HL con un IG de 59%. De acuerdo con Jenkins *et al.*, (2008), los alimentos con IG de  $\leq 55$ , 56-69 y  $\geq 70$  se clasifican como IG bajo, medio y alto, respectivamente. La observación de menor IG en HL en este estudio podría atribuirse a la temperatura del proceso





de secado por convección; a la fracción de almidón resistente presente en las muestras y el contenido de fibra dietaria en las muestras. Chen *et al.*, (2016) evaluaron la digestión *in vitro* de almidón de ñame obtenido por diferentes métodos de secado y encontraron que el contenido de AR de almidón control fue mayor (80.92%) que los contenidos AR de la muestra secada por fumigación de azufre (76.28%), la muestra secada con aire caliente a 40 °C (71.71%) y la muestra secada con aire caliente a 60 °C (60.60%). Sin embargo, el contenido de AR del almidón control fue menor que el contenido AR de la muestra secada con aire (83.04%) y de la muestra liofilizada (88.49%). Los resultados mostraron que la fumigación de azufre y el secado con aire caliente a mayor temperatura conducen a la disminución del contenido de AR. El índice de hidrólisis (IH) y el índice glucémico (IG) calculados de almidones de las harinas ñame presentaron diferencias sustanciales en los seis almidones de ñame, los IH variaron de 25.17% para la muestra liofilizada hasta 81.12% para la muestra secada a 60 °C y los IG variaron de 53.53% para la muestra liofilizada hasta 84.25% para la secada a 60 °C respectivamente. Chen *et al.*, (2016) observaron una correlación negativa entre el IG y AR. También que el contenido de amilosa se correlacionó positivamente con el contenido de AR y se correlacionó negativamente con el contenido de ARD y el contenido de ALD respectivamente. Estos resultados fueron similares a lo reportado por Chung *et al.*, (2008). El fenómeno puede deberse a que la amilosa en los gránulos de almidón fue resistente a la digestión por enzimas (Noda *et al.*, 2003).





Tabla 11. % Hidrólisis a 90 min y predicción del índice glucémico.

Muestra	% de Hidrólisis a 90 min	IG
HL	24.679 ± 0.609 <sup>a</sup>	59.027 ± 0.489 <sup>a</sup>
HS	26.947 ± 1.303 <sup>b</sup>	60.849 ± 1.046 <sup>b</sup>

IG: Índice glucémico; HL: Harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada; HS: Harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección. Valores mostrados son la media ± desviación estándar; n=4. Medias con diferentes letras sobre la misma columna diferente significancia (P<0.05). % en base seca.

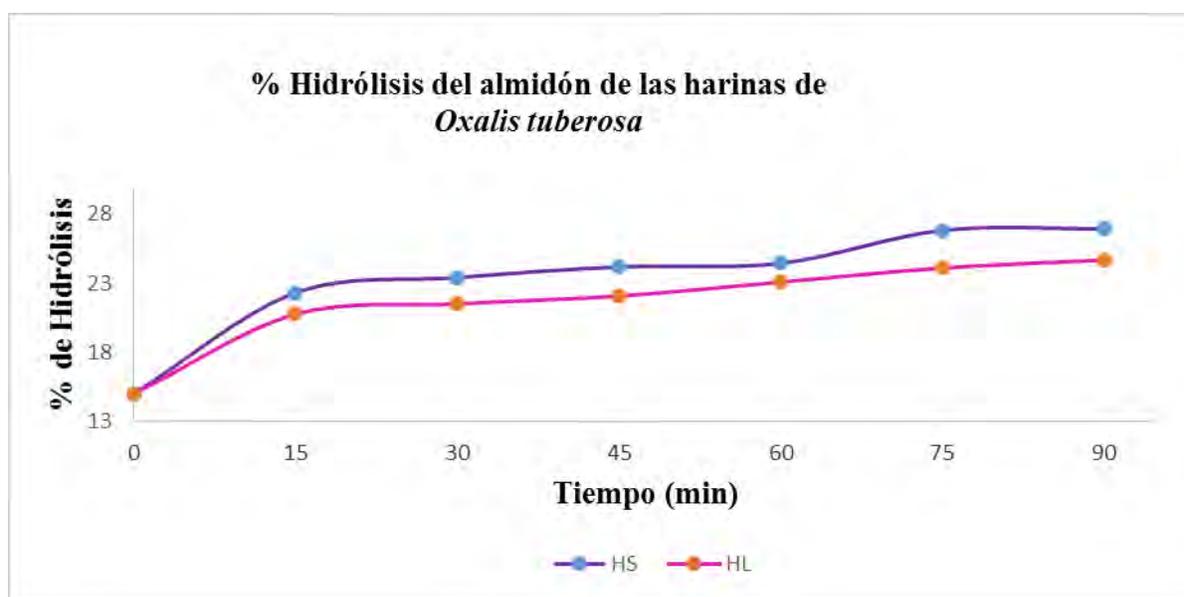


FIGURA 10. % de hidrólisis del almidón de las harinas de *Oxalis tuberosa*.





Carbonaro *et al.*, (1997) encontraron que con la cocción los nutrientes de un material crudo interactúan menos con altas temperaturas durante la extrusión como un proceso de corto tiempo el cual retiene altas cantidades de macro y micro nutrientes. La biodisponibilidad de los nutrientes después del proceso de extrusión fue más alta en comparación con el material crudo. En otro estudio desarrollado con productos que tenía un contenido de almidón similar, diferían en la tasa de digestión de almidón. Las variaciones pudieron deberse a diferencias en el contenido de proteínas, fibra dietética, naturaleza del almidón y grado gelatinización del almidón (Reshmi *et al.*, 2017; Davis, 1994). Chandrashekar y Kirleis, (1988) informaron que la presencia de cuerpos proteicos alrededor de los gránulos de almidón puede restringir la hinchazón de los gránulos y gelatinización de almidón y como resultado se reduce la susceptibilidad al ataque enzimático, esto pudo ser responsable parcialmente de la baja digestibilidad. También las diferencias entre los valores en la predicción del índice glucémico de las harinas pueden deberse a que la amilosa en los gránulos de almidón fue resistente a la digestión de las enzimas (Noda *et al.*, 2003). Además se ha sugerido que el tamaño de gránulo también afecta la amilólisis de gránulos de almidón crudo Noda *et al.*, (2005). Cuando cantidad igual de volumen de almidón es comparada, el área superficial de los gránulos más largos es más pequeña que la de los más pequeños y esto podría reducir la oportunidad de absorción de la amilosa (Srichuwong *et al.*, 2005).

#### **7.14 Parámetros de estudio para medir la influencia del método de secado mediante el Coeficiente de correlación de Pearson**

Para poder medir la influencia del método de secado en las harinas y establecer si afectan sus propiedades se decidió utilizar la herramienta estadística del Coeficiente de correlación de Pearson y en los parámetros de actividad antioxidante, compuestos fenólicos totales; viscosidad y color. Este modelo de regresión lineal que hace referencia a la naturaleza de la relación entre distintas variables, el estadístico utilizado para medir la magnitud de la relación (supuestamente lineal) entre dichas variables. En las tablas 11 y 12 se presentan los Coeficientes de correlación de Pearson y de ellas pudimos extraer información valiosa de los resultados obtenidos. Por ejemplo la correlación de los resultados en compuestos fenólicos y capacidad antioxidante del extracto elaborado con etanol al 80% de la harina HS por el método ABTS es perfecta y positiva con valor de  $r = 1$  y no así la de la harina HL elaborada con el mismo solvente con  $r = 0.55841$ .





Lo que posiblemente sucedió es que los compuestos fenólicos estuvieron más disponibles en la harina HS y fueron extraídos mejor con etanol al 80%, seguido del metanol al 80% y no así con la acetona al 50%. En cuanto a lo que se refiere a la correlación de compuestos fenólicos totales y color tenemos que  $L^*$  se ve disminuida en el proceso térmico de secado por convección con dos valores negativos ( $r = -0.08564, 0.75732$  y  $-0.75732$  que están de acuerdo con los resultados de  $L^*$  obtenidos en análisis de color en HS. Y lo mismo parece haber sucedido con los valores de  $L^*$  en la HL con  $r = 0.88282, -0.88282$  y  $-0.64362$  sólo que en el proceso de liofilización un aumento de temperatura significa disminución de la temperatura y por lo tanto HL tiene mayor luminosidad. En los valores para  $a^*$  podemos ver que la correlación entre los compuestos fenólicos y  $a^*$  (rojez) en HS es mayormente negativa y débil  $r = -0.11772, -0.24217, 0.24217$  y en HL la correlación es considerablemente positiva con  $r = 0.71147$  lo que nos pudiera estar indicando que el color rojo se conserva mejor en la liofilización. En cuanto a capacidad antioxidante y viscosidad existe un aumento de capacidad antioxidante en HL con  $r = 0.98870$  en viscosidad pico y  $r = 0.90114$  en viscosidad final lo que posiblemente sucediera es que la capacidad antioxidante se conserva y aumenta con el tratamiento térmico en HL y lo contrario en HS.





Tabla 12. Coeficientes de correlación de Pearson de la harina de *Oxalis tuberosa* secada por calor de convección (HS).

	AAA50	AAM80	AAE80	CFTA50	CFTM80	CFTE80	VPico	VFinal	L*	a*	b*
AAA50	1.00000	0.73372	-0.22157	0.97151	0.22157	-0.22157	0.33723	0.59984	-0.29390	-0.06414	0.33079
AAM80	0.73372	1.00000	0.50000	0.55178	-0.50000	0.50000	0.29168	0.39802	-0.78869	0.11177	0.61843
AAE80	-0.22157	0.50000	1.00000	-0.44636	-1.00000	1.00000	-0.01122	-0.19332	-0.75732	0.24217	0.46594
CFTA50	0.97151	0.55178	-0.44636	1.00000	0.44636	-0.44636	0.31219	0.59743	-0.08564	-0.11772	0.19031
CFTM80	0.22157	-0.50000	-1.00000	0.44636	1.00000	-1.00000	0.01122	0.19332	0.75732	-0.24217	-0.46594
CFTE80	-0.00157	0.50000	1.00000	-0.44636	-1.00000	1.00000	-0.01122	-0.19332	-0.75732	0.24217	0.46594
PEAK	0.33723	0.29168	-0.01122	0.311219	0.01122	-0.01122	1.00000	0.94744	-0.33141	-0.60236	0.66664
FINAL	0.59984	0.39802	-0.19332	0.59743	0.19332	-0.19332	0.94744	1.00000	-0.27470	-0.55916	0.60505
L*	-0.29390	-0.78869	-0.75732	-0.08564	0.75732	-0.75732	-0.33141	-0.27470	1.0000	-0.26182	-0.85613
a*	-0.06414	0.11177	0.24217	0.11772	-0.24217	0.24217	-0.60236	-0.55916	-0.26182	1.0000	-0.15240
b*	0.33079	0.61843	0.46594	0.19031	-0.46594	0.46594	0.66664	0.60505	-0.85613	-0.15240	1.0000

Actividad antioxidante por ABTS con los extractos de acetona al 50% (AAA50); Actividad antioxidante por ABTS con los extractos de metanol al 80% (AAM80); Actividad antioxidante por ABTS con los extractos de etanol al 80% (AAE80); Compuestos fenólicos con extracto de acetona al 50 % (CFTA50); Compuestos fenólicos con extracto de metanol al 80% (CFTM80); Compuestos fenólicos con extracto de etanol al 80% (CFTE80); Viscosidad pico (Vpico); Viscosidad final (Vfinal); L\*: Luminosidad; a\*(rojo/verde); b\*(amarillo/azul).



Tabla 13. Coeficientes de correlación de Pearson de la harina de *Oxalis tuberosa* liofilizada (HL).

	AAA50	AAM80	AAE80	CFTA50	CFTM80	CFTE80	VPico	VFinal	L*	a*	b*
AAA50	1.00000	-0.65182	0.33089	-0.98268	0.98268	0.59806	0.21127	0.16596	-0.92032	0.73590	0.55062
AAM80	-0.65182	1.00000	0.49998	0.49999	-0.49999	-0.99763	0.60068	0.57191	0.68812	-0.52747	-0.58659
AAE80	0.33089	0.49998	1.00000	-0.50003	0.50003	-0.55841	0.98870	0.90114	-0.19475	0.18405	-0.10108
CFTA50	-0.98268	0.49999	-0.50003	1.00000	-1.00000	-0.43918	-0.38804	-0.32927	0.88282	-0.71147	-0.48545
CFTM80	0.98268	-0.49999	0.50003	-1.00000	1.00000	0.43918	0.38804	0.32927	-0.88282	0.71147	0.48545
CFTE80	0.59806	-0.99763	-0.55841	-0.43918	0.43918	1.00000	-0.65396	-0.61941	-0.64362	0.49058	0.56984
PEAK	0.21127	0.60068	0.98870	-0.38804	0.38804	-0.65396	1.00000	0.94343	-0.05628	0.05577	-0.24254
FINAL	0.16596	0.57191	0.90114	-0.32927	0.32927	-0.61941	0.94343	1.00000	0.07035	-0.11742	-0.49562
L*	-0.92032	0.68812	-0.19475	0.88282	-0.88282	-0.64362	-0.05628	0.07035	1.00000	-0.93296	-0.78448
a*	0.73590	-0.52747	0.18405	-0.71147	0.71147	0.49058	-0.05577	-0.11742	-0.93296	1.00000	0.80973
b*	0.55062	0.58659	-0.10108	-0.48545	0.48545	0.56984	-0.24254	-0.49562	-0.78448	0.80973	1.00000

Actividad antioxidante por ABTS con los extractos de acetona al 50% (AAA50); Actividad antioxidante por ABTS con los extractos de metanol al 80% (AAM80); Actividad antioxidante por ABTS con los extractos de etanol al 80% (AAE80); Compuestos fenólicos con extracto de acetona al 50 % (CFTA50); Compuestos fenólicos con extracto de metanol al 80% (CFTM80); Compuestos fenólicos con extracto de etanol al 80% (CFTE80); Viscosidad pico (Vpico); Viscosidad final (Vfinal); L\*: Luminosidad; a\*(rojo/verde); b\*(amarillo/azul).



## 8. Conclusiones

El presente estudio muestra que los métodos de secado: liofilización y convección de calor si afectan las propiedades morfológicas; estructurales y moleculares de las harinas de *Oxalis tuberosa* además del contenido en sus componentes bioactivos como compuestos fenólicos, almidón resistente y fibra dietaria. Este estudio puede ser el inicio para que estas harinas sean incorporadas en la industria de los alimentos en la elaboración de nuevos productos como componentes o ingredientes de alimentos funcionales. Aunque hubo menores diferencias en algunas de sus propiedades esta investigación nos brinda un profundo conocimiento sobre la estructura de las harinas de *Oxalis tuberosa* obtenidas bajo dos condiciones de secado que puede ayudar a la selección de métodos de secado y su posible aplicación en la industria alimentaria. Además con los resultados obtenidos de la predicción de índices glicémicos estas harinas serían apropiadas en la elaboración de productos para diabéticos o para el control de peso y posiblemente podrían usarse también para elaborar alimentos para personas celiacas. Con base en los resultados de este estudio el método de liofilización fue mejor que el método de secado por convección en la conservación de los componentes de *Oxalis tuberosa*.





## 9. Referencias

- Aguilera, J. M. (2006). Seligman lecture 2005 food product engineering: building the right structures. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86(8), 1147-1155.
- Ahmad, S., Nema, P. K., and Bashir, K. (2018). Effect of different drying techniques on physicochemical, thermal, and functional properties of seera. *Drying Technology*, 36(11), 1284-1291.
- Ahmed, J., and Al-Attar, H. (2015). Effect of drying method on rheological, thermal, and structural properties of chestnut flour doughs. *Food Hydrocolloids*, 51, 76-87.
- Ahmed, J., Al-Jassar, S., and Thomas, L. (2015). A comparison in rheological, thermal, and structural properties between Indian Basmati and Egyptian Giza rice flour dispersions as influenced by particle size. *Food Hydrocolloids*, 48, 72-83.
- Alam, M. N., Bristi, N. J., and Rafiquzzaman, M. (2013). Review on in vivo and in vitro methods evaluation of antioxidant activity. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 21(2), 143-152.
- Alcalde-Eon, C., Saavedra, G., de Pascual-Teresa, S., and Rivas-Gonzalo, J. C. (2004). Liquid chromatography–mass spectrometry identification of anthocyanins of isla oca (*Oxalis tuberosa*, Mol.) tubers. *Journal of Chromatography A*, 1054(1-2), 211-215.
- ALINORM 09/32/26, 2008. Codex Alimentarius Commission. (2009). Report of the 30th session of the Codex Committee on Nutrition and Foods for Special Dietary Uses. *Codex Alimentarius Commission*, 30.
- Al-Hamamre, Z., Foerster, S., Hartmann, F., Kröger, M., and Kaltschmitt, M. (2012). Oil extracted from spent coffee grounds as a renewable source for fatty acid methyl ester manufacturing. *Fuel*, 96, 70-76.
- Alvarez-Suarez, J. M., Giampieri, F., González-Paramás, A. M., Damiani, E., Astolfi, P., Martínez-Sánchez, G., and Battino, M. (2012). Phenolics from monofloral honeys protect human erythrocyte membranes against oxidative damage. *Food and Chemical Toxicology*, 50(5), 1508-1516.





- Amir, R. M., Anjum, F. M., Khan, M. I., Khan, M. R., Pasha, I., and Nadeem, M. (2013). Application of Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy for the identification of wheat varieties. *Journal of food science and technology*, 50(5), 1018-1023.
- An, K., Zhao, D., Wang, Z., Wu, J., Xu, Y., and Xiao, G. (2016). Comparison of different drying methods on Chinese ginger (*Zingiber officinale* Roscoe): Changes in volatiles, chemical profile, antioxidant properties, and microstructure. *Food chemistry*, 197, 1292-1300.
- Antolovich, M., Prenzler, P. D., Patsalides, E., McDonald, S., and Robards, K. (2002). Methods for testing antioxidant activity. *Analyst*, 127(1), 183-198.
- Ao, Z., Simsek, S., Zhang, G., Venkatachalam, M., Reuhs, B. L., and Hamaker, B. R. (2007). Starch with a slow digestion property produced by altering its chain length, branch density, and crystalline structure. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(11), 4540-4547.
- Apak, R., Özyürek, M., Güçlü, K., and Çapanoğlu, E. (2016). Antioxidant activity/capacity measurement. 1. Classification, physicochemical principles, mechanisms, and electron transfer (ET)-based assays. *Journal of agricultural and food chemistry*, 64(5), 997-1027.
- Appelqvist, I. A., and Debet, M. R. (1997). Starch-biopolymer interactions: a review. *Food Reviews International*, 13(2), 163-224.
- Arena, E., Fallico, B., and Maccarone, E. (2001). Evaluation of antioxidant capacity of blood orange juices as influenced by constituents, concentration process and storage. *Food Chemistry*, 74(4), 423-427.
- Arnao, M. B., Cano, A., and Acosta, M. (2001). The hydrophilic and lipophilic contribution to total antioxidant activity. *Food Chemistry*, 73(2), 239-244.
- Arnous, A., Makris, D. P., and Kefalas, P. (2002). Correlation of pigment and flavanol content with antioxidant properties in selected aged regional wines from Greece. *Journal of Food Composition and Analysis*, 15(6), 655-665.
- Asami, D. K., Hong, Y. J., Barrett, D. M., and Mitchell, A. E. (2003). Comparison of the total phenolic and ascorbic acid content of freeze-dried and air-dried marionberry, strawberry,





- and corn grown using conventional, organic, and sustainable agricultural practices. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51(5), 1237-1241.
- Attanasio, G., Cinquanta, L., Albanese, D., and Di Matteo, M. (2004). Effects of drying temperatures on physico-chemical properties of dried and rehydrated chestnuts (*Castanea sativa*). *Food chemistry*, 88(4), 583-590.
- Baldwin, P. M. (2001). Starch Granule-Associated Proteins and Polypeptides: A Review. *Starch-Stärke*, 53(10), 475-503.
- Barboza, G., y Vega, H. (2000). Deshidratación de Alimentos, Editorial Acribia S.A. *Zaragoza-España*, 27-35.
- Barth, A. (2007). Infrared spectroscopy of proteins. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Bioenergetics*, 1767(9), 1073-1101.
- Bashir, K., Jan, K., and Aggarwal, M. (2017). Thermo-rheological and functional properties of gamma-irradiated wholewheat flour. *International Journal of Food Science & Technology*, 52(4), 927-935.
- Benzie, I. F., and 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.
- Bello Perez, L.A., Paredes Lopez, O., Roger, P., and Colonna, P., 1996. Amylopectin: properties and fine structure. *Food Chemistry*, 56, 171–176.
- Bello-Perez, L. A., Aparicio-Saguilán, A., Méndez-Montevalvo, G., Solorza-Feria, J., and Flores-Huicochea, E. (2005). Isolation and partial characterization of mango (*Magnifera indica* L.) starch: morphological, physicochemical and functional studies. *Plant Foods for Human Nutrition*, 60(1), 7-12.
- Benmoussa, M., Moldenhauer, K. A., and Hamaker, B. R. (2007). Rice amylopectin fine structure variability affects starch digestion properties. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(4), 1475-1479.





- Benmoussa, M., Suhendra, B., Aboubacar, A., and Hamaker, B. R. (2006). Distinctive sorghum starch granule morphologies appear to improve raw starch digestibility. *Starch-Starke*, 58(2): 92–99.
- Biliaderis, C. G. (1982). Physical characteristics, enzymic digestibility and structure of chemically modified smooth pea and waxy maize starches. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 30(5), 925-930.
- Biliaderis, C. G. (1991). The structure and interactions of starch with food constituents. *Canadian journal of physiology and pharmacology*, 69(1), 60-78.
- Biliaderis, C.G., (1998). Structures and phase transitions of starch polymers. In: Walter, R.H., (Ed.), *Polysaccharide Association Structures in Foods*, Marcel Dekker, New York, pp. 57–168.
- Björck, I., Granfeldt, Y., Liljeberg, H., Tovar, J., and Asp, N. G. (1994). Food properties affecting the digestion and absorption of carbohydrates. *The American journal of clinical nutrition*, 59(3), 699S-705S.
- Blazek, J. and Copeland, L. (2010). Amylolysis of wheat starches. II. Degradation patterns of native starch granules with varying functional properties. *Journal of Cereal Science*, 52(2): 295–302.
- Blennow, A., Bay-Smidt, A. M., Wischmann, B., Olsen, C. E., and Moller, B. L. (1998). The degree of starch phosphorylation is related to the chain length distribution of the neutral and the phosphorylated chains of amylopectin. *Carbohydrate Research*, 307(1-2), 45-54.
- Blennow, A., Bay-Smidt, A. M., Olsen, C. E., and Moller, B. L. (2000a). The distribution of covalently bound phosphate in the starch granule in relation to starch crystallinity. *International journal of biological macromolecules*, 27(3), 211-218.
- Blennow, A., Engelsen, S. B., Munck, L., and Moller, B. L. (2000b). Starch molecular structure and phosphorylation investigated by a combined chromatographic and chemometric approach. *Carbohydrate Polymers*, 41(2), 163-174.a





- Blennow, A., Nielsen, T. H., Baunsgaard, L., Mikkelsen, R., and Engelsen, S. B. (2002). Starch phosphorylation: a new front line in starch research. *Trends in plant science*, 7 (10), 445-450.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., and Berset, C. L. W. T. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology*, 28 (1), 25-30.
- Bul on, A., Colonna, P., Planchot, V., and Ball, S. (1998). Starch granules: structure and biosynthesis. *International journal of biological macromolecules*, 23(2), 85-112.
- Buttrose, M. S. (1960). Submicroscopic development and structure of starch granules in cereal endosperms. *Journal of ultrastructure research*, 4 (3-4), 231-257.
- Cairns, P., Morris, V. J., Botham, R. L., and Ring, S. G. (1996). Physicochemical Studies on Resistant Starch In Vitro and In Vivo. *Journal of Cereal Science*, 23(3), 265-275.
- Cairns, P., Sun, L., Morris, V. J., and Ring, S. G. (1995). Physicochemical studies using amylose as an in vitro model for resistant starch. *Journal of Cereal Science*, 21(1), 37-47.
- Cameron, R. E., and Donald, A. M. (1993). A small-angle X-ray scattering study of the absorption of water into the starch granule. *Carbohydrate Research*, 244(2), 225-236.
- Cano, A., and Arnao, M. B. (2004). ACTIVIDAD ANTIOXIDANTE HIDROF LICA Y LIPOF LICA Y CONTENIDO EN VITAMINA C DE ZUMOS DE NARANJA COMERCIALES: RELACI N CON SUS CARACTER STICAS ORGANOL PTICAS LIPOPHILIC AND HYDROPHILIC ANTIOXIDANT ACTIVITY AND VITAMIN C CONTENT OF COMMERCIAL ORANGE JUICES: CORRELATION WITH ORGANOLEPTIC PARAMETERS ACTIVIDADE ANTIOXIDANTE HIDROF LICA E LIPOF LICA E CONTIDO EN VITAMINA C DE ZUMOS DE LARANXA COMERCIAIS: RELACI N COAS CARACTER STICAS ORGANOL PTICAS. *CYTA-Journal of Food*, 4(3), 185-189.
- Capron, I., Robert, P., Colonna, P., Brogly, M., and Planchot, V. (2007). Starch in rubbery and glassy states by FTIR spectroscopy. *Carbohydrate polymers*, 68(2), 249-259.





- Carbonaro, M., Cappelloni, M., Nicoli, S., Lucarini, M., and Carnovale, E. (1997). Solubility–digestibility relationship of legume proteins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(9), 3387-3394.
- Carocho, M., and Ferreira, I. CFR (2013). The role of phenolic compounds in the fight against cancer—a review. *Anti-Cancer Agents in Medicinal Chemistry (Formerly Current Medicinal Chemistry-Anti-Cancer Agents)*, 13(8), 1236-1258.
- Castro, H. P., Teixeira, P. M., and Kirby, R. (1997). Evidence of membrane damage in *Lactobacillus bulgaricus* following freeze drying. *Journal of Applied Microbiology*, 82(1), 87-94.
- Causey, J. L., Feirtag, J. M., Gallaher, D. D., Tunland, B. C., and Slavin, J. L. (2000). Effects of dietary inulin on serum lipids, blood glucose and the gastrointestinal environment in hypercholesterolemic men. *Nutrition Research*, 20(2), 191-201.
- Cleary, L., and Brennan, C. (2006). The influence of a (1→3)(1→4)-β-d-glucan rich fraction from barley on the physico-chemical properties and in vitro reducing sugars release of durum wheat pasta. *International journal of food science & technology*, 41(8), 910-918.
- Chan, E. W. C., Lim, Y. Y., Wong, L. F., Lianto, F. S., Wong, S. K., Lim, K. K., and Lim, T. Y. (2008). Antioxidant and tyrosinase inhibition properties of leaves and rhizomes of ginger species. *Food Chemistry*, 109(3), 477–483.
- Chandrashekar, A., and Kirleis, A. W. (1988). Influence of protein on starch gelatinization in sorghum. *Cereal Chem*, 65(6), 457-462.
- Chandalia, M., Garg, A., Lutjohann, D., von Bergmann, K., Grundy, S. M., and Brinkley, L. J. (2000). Beneficial effects of high dietary fiber intake in patients with type 2 diabetes mellitus. *New England Journal of Medicine*, 342(19), 1392-1398.
- Chen, X., Mao, X., Jiang, Q., Wang, T., Li, X., and Gao, W. (2016). Study on the physicochemical properties and in vitro digestibility of starch from yam with different drying methods. *International Journal of Food Science & Technology*, 51(8), 1787-1792.





- Chen, X., Li, X., Mao, X., Huang, H., Wang, T., Qu, Z., and Gao, W. (2017). Effects of drying processes on starch-related physicochemical properties, bioactive components and antioxidant properties of yam flours. *Food chemistry*, 224, 224-232.
- Chen, X., Lu, J., Li, X., Wang, Y., Miao, J., Mao, X., and Gao, W. (2017). Effect of blanching and drying temperatures on starch-related physicochemical properties, bioactive components and antioxidant activities of yam flours. *LWT-Food Science and Technology*, 82, 303-310.
- Chen, Z., Schols, H. A., and Voragen, A. G. J. (2003). Starch granule size strongly determines starch noodle processing and noodle quality. *Journal of Food Science*, 68(5), 1584-1589.
- Chezem, J., Furumoto, E., and Story, J. (1997). Effects of resistant potato starch on cholesterol and bile acid metabolism in the rat. *Nutrition research*, 17(11-12), 1671-1682.
- Chiotelli, E., Pilosio, G., and Le Meste, M. (2002). Effect of sodium chloride on the gelatinization of starch: a multimeasurement study. *Biopolymers*, 63(1), 41-58.
- Chirinos, R., Betalleluz-Pallardel, I., Huamán, A., Arbizu, C., Pedreschi, R., and Campos, D. (2009). HPLC-DAD characterisation of phenolic compounds from Andean oca (*Oxalis tuberosa* Mol.) tubers and their contribution to the antioxidant capacity. *Food chemistry*, 113(4), 1243-1251.
- Chiu, C. S., Deng, J. S., Chang, H. Y., Chen, Y. C., Lee, M. M., Hou, W. C., and Huang, G. J. (2013). Antioxidant and anti-inflammatory properties of Taiwanese yam (*Dioscorea japonica* Thunb. var. *pseudojaponica* (Hayata) Yamam.) and its reference compounds. *Food chemistry*, 141(2), 1087-1096.
- Chung, H. J., Lim, H. S., and Lim, S. T. (2006). Effect of partial gelatinization and retrogradation on the enzymatic digestion of waxy rice starch. *Journal of Cereal Science*, 43(3), 353-359.
- Cintra, R. M. G., and Mancini Filho, J. (2001). Efeito antioxidante de especiarias: avaliação e comparação de métodos in vitro e in vivo. *Nutrire Rev. Soc. Bras. Aliment. Nutr.*, 22, 49-62.





- Codex Standard 152-1985, Codex Standard for Wheat Flour, [http://www.codexalimentarius.org/input/download/standards/50/CXS\\_152e.pdf](http://www.codexalimentarius.org/input/download/standards/50/CXS_152e.pdf), downloaded on June 3rd 2011. Hoover, R., Composition, Molecular Structure, and Physicochemical Properties of Tuber and Root Starches, *Carbohydrate Polymers*, 45 (3), pp. 253-267, 2001.
- Codex Alimentarius Commission. (2009). Report of the 30th session of the Codex Committee on Nutrition and Foods for Special Dietary Uses. *Codex Alimentarius Commission*, 30.
- Correia, P., Leitão, A., and Beirão-da-Costa, M. L. (2009). The effect of drying temperatures on morphological and chemical properties of dried chestnuts flours. *Journal of Food Engineering*, 90(3), 325-332.
- Correia, P., and Beirão-da-Costa, M. L. (2012). Effect of drying temperatures on starch-related functional and thermal properties of chestnut flours. *Food and Bioprocess Processing*, 90(2), 284-294.
- Cortella, A. R., and Pochettino, M. L. (1995). Comparative morphology of starch of three Andean tubers. *Starch-Stärke*, 47(12), 455-461.
- Cruz, B. R., Abraão, A. S., Lemos, A. M., and Nunes, F. M. (2013). Chemical composition and functional properties of native chestnut starch (*Castanea sativa* Mill). *Carbohydrate polymers*, 94(1), 594-602.
- Cruz, G., Ribotta, P., Ferrero, C., and Iturriaga, L. (2016). Physicochemical and rheological characterization of Andean tuber starches: Potato (*Solanum tuberosum* ssp. *Andigenum*), Oca (*Oxalis tuberosa* Molina) and Papalisa (*Ullucus tuberosus* Caldas). *Starch-Stärke*, 68(11-12), 1084-1094.
- Cui, Z. W., Xu, S. Y., and Sun, D. W. (2003). Dehydration of garlic slices by combined microwave-vacuum and air drying. *Drying technology*, 21(7), 1173-1184.
- Davis, E.A. (1994). Wheat starch. *Cereals Food World*, 39, 34–36.
- Dewanto, V., Wu, X., Adom, K. K., and Liu, R. H. (2002). Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(10), 3010-3014.





- Dhital, S., Shrestha, A. K., and Gidley, M. J. (2010a). Effect of cryo-milling on starches: Functionality and digestibility. *Food Hydrocolloids*, 24 (2–3): 152–163.
- Dhital, S., Shrestha, A. K., and Gidley, M. J. (2010b). Relationship between granule size and in vitro digestibility of maize and potato starches. *Carbohydrate Polymers*, 82(2): 480–488.
- Donovan, J. W. (1979). Phase transitions of the starch–water system. *Biopolymers*, 18 (2), 263–275.
- Dong, J., Van de Voort, F. R., Ismail, A. A., Akochi-Koble, E., and Pinchuk, D. (2000). Rapid determination of the carboxylic acid contribution to the total acid number of lubricants by Fourier transform infrared spectroscopy. *Tribology & Lubrication Technology*, 56(6), 12.
- DeVries, J. W. (2004). Dietary fiber: the influence of definition on analysis and regulation. *Journal of AOAC International*, 87(3), 682–706.
- Eerlingen, R. C., Jacobs, H., and Delcour, J. (1994). Enzyme-resistant starch. 5. Effect of retrogradation of waxy maize starch on enzyme susceptibility. *Cereal chemistry*, 71(4), 351–355.
- Emshwiller, E. (2002). Biogeography of the *Oxalis tuberosa* alliance. *The Botanical Review*, 68(1), 128–152.
- Emshwiller, E., Theim, T., Grau, A., Nina, V., and Terrazas, F. (2009). Origins of domestication and polyploidy in oca (*Oxalis tuberosa*; Oxalidaceae). 3. AFLP data of oca and four wild, tuber-bearing taxa. *American journal of botany*, 96(10), 1839–1848.
- Englyst, H. N., Kingman, S. M., and Cummings, J. H. (1992). Classification and measurement of nutritionally important starch fractions. *European journal of clinical nutrition*, 46, S, 33–50.
- European Food Safety Authority, 2010. Scientific opinion on dietary reference values for carbohydrates and dietary fibre. EFSA J. 8, 1–77. <http://dx.doi.org/10.2903/j.efsa.2010.1462>. (Available).





- Evans, A., and Thompson, D. B. (2004). Resistance to  $\alpha$ -amylase digestion in four native high-amylose maize starches. *Cereal Chemistry*, 81(1), 31-37.
- Fairweather-Tait, S. J. and Southon, S. (2003). Bioavailability of nutrients. In: Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition, pp. 478–484. Caballero, B., Trugo, L., and Finglas, P., Eds., Academic Press, London.
- Fante, L., and Noreña, C. P. Z. (2015). Quality of hot air dried and freeze-dried of garlic (*Allium sativum* L.). *Journal of Food Science and Technology*, 52(1), 211-220.
- Fässler, C., Arrigoni, E., Venema, K., Hafner, V., Brouns, F., and Amadó, R. (2006). Digestibility of resistant starch containing preparations using two in vitro models. *European journal of nutrition*, 45(8), 445-453.
- FDA, 2014. Food Labeling: Revision of the Nutrition and Supplement Facts Labels.
- Franco, C.M.L., Wong, K.S., Yoo, S.H., and Jane, J.L., (2002). Structural and functional characteristics of selected soft wheat starches. *Cereal Chemistry*, 79, 243–248.
- Frei, M., Siddhuraju, P., and Becker, K. (2003). Studies on the in vitro starch digestibility and the glycemic index of six different indigenous rice cultivars from the Philippines. *Food Chemistry*, 83(3), 395-402.
- Finotelli, P. V., and Rocha-Leão, M. H. (2005, August). Microencapsulation of ascorbic acid in maltodextrin and capsul using spray-drying. In 2nd Mercosur Congress on Chemical Engineering, *Anais do 4º Mercosur Congress on Process Systems Engineering*. (pp. 1–11), Rio de Janeiro.
- Gallant, D., Mercier, C., and Guilbot, A. (1972). Electron microscopy of starch granules modifies by bacterial alpha amylase. *Cereal Chemistry*. 49(3): 354–365.
- Gallant, D., Derrien, A., Aumaitre, A., and Guilbot, A. (1973). Dégradation in vitro de l'amidon par le suc pancréatique. Etude par microscopie électronique à transmission et à balayage. (In Vitro Degradation of Starch by Pancreatic Juice. Transmission and scanning electron microscopy study). *Starch-Stärke*, 25(2), 56-64.





- Gálvez AV, Scala K, Rodríguez K, Mondaca RL, Miranda M, López J, Won MP (2009). Effect of air-drying temperature on physicochemical properties, antioxidant capacity, colour and total phenolic content of red pepper (*Capsicum annuum*, L. var. *Hungarian*). *Food Chem* 117:647–653.
- Garcia-Amezquita, L. E., Tejada-Ortigoza, V., Heredia-Olea, E., Serna-Saldívar, S. O., and Welti-Chanes, J. (2018). Differences in the dietary fiber content of fruits and their by-products quantified by conventional and integrated AOAC official methodologies. *Journal of Food Composition and Analysis*, 67, 77-85.
- Genin, N., Rene, F., and Corrieu, G. (1996). A method for on-line determination of residual water content and sublimation end-point during freeze-drying. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 35(4), 255-263.
- Genovese, D. B., and Rao, M. A. (2003). Role of starch granule characteristics (volume fraction, rigidity, and fractal dimension) on rheology of starch dispersions with and without amylose. *Cereal Chemistry*, 80(3), 350-355.
- Gerard, C., Colonna, P., Buleon, A., and Planchot, V. (2001). Amylolysis of maize mutant starches. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(13), 1281-1287.
- Giusti, M. M., and Wrolstad, R. E. (2001). Characterization and measurement of anthocyanins by UV-visible spectroscopy. *Current protocols in food analytical chemistry*.
- Gómez, F. R., and Velasco, A. T. NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-051-SCFI/SSA1-2010, ESPECIFICACIONES GENERALES DE ETIQUETADO PARA ALIMENTOS Y BEBIDAS NO ALCOHOLICAS PREENVASADOS-INFORMACION COMERCIAL Y SANITARIA.
- Gonçalves, E. M., Pinheiro, J., Abreu, M., Brandão, T. R. S., and Silva, C. L. (2010). Carrot (*Daucus carota* L.) peroxidase inactivation, phenolic content and physical changes kinetics due to blanching. *Journal of Food Engineering*, 97(4), 574-581.
- Goñi, I., Brenes, A., Centeno, C., Viveros, A., Saura-Calixto, F., Rebole, A., Arija I., and Estevez, R. (2007). Effect of dietary grape pomace and vitamin E on growth





performance, nutrient digestibility, and susceptibility to meat lipid oxidation in chickens. *Poultry science*, 86(3), 508-516.

Goodwin, T. W. (1976). *Chemistry and biochemistry of plant pigments*. Academic Press.

Granfeldt, Y., Bjorck, I., Drews, A., and Tovar, J. (1992). An in vitro procedure based on chewing to predict metabolic response to. *European Journal of Clinical Nutrition*, 46, 649-660.

Greenwell, P., and Schofield, J.D. (1986). A starch granule protein associated with endosperm softness in wheat. *Cereal Chemistry* 63, 379–380.

Gudmundsson, M. (1994). Retrogradation of starch and the role of its components. *Thermochimica Acta*, 246(2), 329-341.

Harborne, J. B. (1984). Phenolic compounds. In *Phytochemical methods* (pp. 37-99). Springer, Dordrecht.

Harborne, J. B., and Williams, C. A. (2000). Advances in flavonoid research since 1992. *Phytochemistry*, 55(6), 481-504.

Hatcher, D. W., Anderson, M. J., Desjardins, R. G., Edwards, N. M., and Dexter, J. E. (2002). Effects of flour particle size and starch damage on processing and quality of white salted noodles. *Cereal Chemistry*, 79(1), 64-71.

Hatamipour, M. S., Kazemi, H. H., Nooralivand, A., and Nozarpoor, A. (2007). Drying characteristics of six varieties of sweet potatoes in different dryers. *Food and Bioproducts Processing*, 85(3), 171-177.

Hendrick, J. A., Tadokoro, T., Emenhiser, C., Nienaber, U., and Fennema, O. R. (1992). Various dietary fibers have different effects on lipase-catalyzed hydrolysis of tributyrin in vitro. *The Journal of nutrition*, 122(2), 269-277.

Hernández-Lauzardo, A. N., Méndez-Montealvo, G., Velázquez del Valle, M. G., Solorza-Feria, J., and Bello-Pérez, L. A. (2004). Isolation and partial characterization of Mexican *Oxalis tuberosa* starch. *Starch-Stärke*, 56(8), 357-363.





- Hernandez-Uribe, J. P., Agama-Acevedo, E., Gonzalez-Soto, R. A., Bello-Pérez, L. A., and Vargas-Torres, A. (2011). Isolation and characterization of Mexican chayote tuber (*Sechium edule* Sw.) starch. *Starch-Stärke*, 63(1), 32-41.
- Hill, R. D., and Munck, L. (1985). New approaches to research on cereal carbohydrates. Proceedings.
- Hizukuri, S. (1993). Towards an understanding of the fine structure of starch molecules. *Journal of the Japanese Society of Starch Science*, 40(2), 133-147.
- Hizukuri, S., Takeda, Y., Yasuda, M., and Suzuki, A. (1981). Multi-branched nature of amylose and the action of debranching enzymes. *Carbohydrate Research*, 94(2), 205-213.
- Hizukuri, S. (1985). Relationship between the distribution of the chain length of amylopectin and the crystalline structure of starch granules. *Carbohydrate research*, 141(2), 295-306.
- Hizukuri, S. (1986). Polymodal distribution of the chain lengths of amylopectins, and its significance. *Carbohydrate Research.*, 147, 342-347.
- Hizukuri, S., 1988. Recent advances in molecular structures of starch. *Denpun Kagaku* 35, 185–198
- Hizukuri, S. (1993). Towards an understanding of the fine structure of starch molecules. *Journal of the Japanese Society of Starch Science*, 40(2), 133-147.
- Holm, J., Björck, I., Drews, A., and Asp, N. G. (1986). A rapid method for the analysis of starch. *Starch-Stärke*, 38(7), 224-226.
- Holm, J., and Björck, I. (1992). Bioavailability of starch in various wheat-based bread products: evaluation of metabolic responses in healthy subjects and rate and extent of in vitro starch digestion. *The American journal of clinical nutrition*, 55(2), 420-429.
- Hood, L. F., and Arneson, V. G. (1976). In vitro digestibility of hydroxypropyl distarch phosphate and unmodified tapioca starch. *Cereal Chem*, 53(2), 282-290.
- Hoover, R. (2001). Composition, molecular structure, and physicochemical properties of tuber and root starches: a review. *Carbohydrate polymers*, 45(3), 253-267.
- Hoover, R., and Ratnayake, W. S. (2002). Starch characteristics of black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada. *Food Chemistry*, 78(4), 489-498.





- Hu, P. S., Zhao, H. J., Duan, Z. Y., Zhang, L. L., and Wu, D. X. (2004). Starch digestibility and the estimated glycemic score of different types of rice differing in amylose contents. *Journal of Cereal Science*, 40(3): 231–237.
- Hung, P. V., My, N. T. H., and Phi, N. T. L. (2014). Impact of acid and heat–moisture treatment combination on physicochemical characteristics and resistant starch contents of sweet potato and yam starches. *Starch-Stärke*, 66(11-12), 1013-1021.
- Irondi, E. A., Oboh, G., Akindahunsi, A. A., Boligon, A. A., and Athayde, M. L. (2015). Phenolics composition and antidiabetic property of *Brachystegia eurycoma* seed flour in high-fat diet, low-dose streptozotocin-induced type 2 diabetes in rats. *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*, 5, S159-S165.
- Jaiswal, A. K., Gupta, S., and Abu-Ghannam, N. (2012). Kinetic evaluation of colour, texture, polyphenols and antioxidant capacity of Irish York cabbage after blanching treatment. *Food Chemistry*, 131(1), 63-72.
- Jane, J. L., Wong, K. S., and McPherson, A. E. (1997). Branch-structure difference in starches of A-and B-type X-ray patterns revealed by their Naegeli dextrans. *Carbohydrate Research*, 300 (3), 219-227.
- Jane, J., Chen, Y.Y., Lee, L.F., McPherson, A.E., Wong, K.S., Radosavljevic, M., Kasemsuwan, T., (1999). Effects of amylopectin branch chain length and amylose content on the gelatinisation and pasting properties of starch. *Cereal Chemistry*, 76, 629–637.
- Jenkins, D. J., Kendall, C. W., Nguyen, T. H., Marchie, A., Faulkner, D. A., Ireland, C., and Holmes, C. (2008). Effect of plant sterols in combination with other cholesterol-lowering foods. *Metabolism-Clinical and Experimental*, 57(1), 130-139.
- Jenkins, D. J., Kendall, C. W., and Vuksan, V. (1999). Inulin, oligofructose and intestinal function. *The Journal of nutrition*, 129(7), 1431S-1433s.
- Jenkins, D. J., Wolever, T. M., Taylor, R. H., Barker, H., Fielden, H., Baldwin, J. M., Bowling AC, Newman HC, Jenkins AL, and Goff, D. V. (1981). Glycemic index of foods: a physiological basis for carbohydrate exchange. *The American journal of clinical nutrition*, 34(3), 362-366.





- Jenkins, P. J., Cameron, R. E., and Donald, A. M. (1993). A universal feature in the structure of starch granules from different botanical sources. *Starch-Stärke*, 45(12), 417-420.
- Jiménez, M. E., and Sammán, N. (2014). Chemical characterization and quantification of fructooligosaccharides, phenolic compounds and antiradical activity of Andean roots and tubers grown in Northwest of Argentina. *Archivos latinoamericanos de nutrición*, 64(2), 131-138.
- Johnson, L., and Lusas, E. W. (1983). Comparison of alternative solvents for oils extraction. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 60(2), 229-242.
- Kaczmarczyk, M. M., Miller, M. J., and Freund, G. G. (2012). The health benefits of dietary fiber: beyond the usual suspects of type 2 diabetes mellitus, cardiovascular disease and colon cancer. *Metabolism-Clinical and Experimental*, 61(8), 1058-1066.
- Kan, L., Nie, S., Hu, J., Wang, S., Cui, S. W., Li, Y., Xu S., Wu Y., Wang J., Bai Z., and Xie, M. (2017). Nutrients, phytochemicals and antioxidant activities of 26 kidney bean cultivars. *Food and Chemical Toxicology*, 108, 467-477.
- Karim, A. A., Norziah, M. H., and Seow, C. C. (2000). Methods for the study of starch retrogradation. *Food Chemistry*, 71, 9–36.
- Karl, J. P., Roberts, S. B., Schaefer, E. J., Gleason, J. A., Fuss, P., Rasmussen, H., and Das, S. K. (2015). Effects of carbohydrate quantity and glycemic index on resting metabolic rate and body composition during weight loss. *Obesity*, 23(11), 2190-2198.
- Kavesh, S., and Schultz, J. M. (1969). Meaning and measurement of crystallinity in polymers: A review. *Polymer Engineering and Science*, 9(6), 452-460.
- Kasemsuwan, T., y Jane, J. L. (1996). Quantitative method for the survey of starch phosphate derivatives and starch phospholipids by <sup>31</sup>P nuclear magnetic resonance spectroscopy. *Cereal chemistry (USA)*, 73, 702–707.
- Keinanen, M. (1993). Comparison of methods for the extraction of flavonoids from birch leaves (*Betula pendula* Roth.) carried out using high-performance liquid chromatography. *Journal of agricultural and food chemistry*, 41(11), 1986-1990.





- Keinänen, M., and Julkunen-Tiitto, R. (1996). Effect of sample preparation method on birch (*Betula pendula* Roth) leaf phenolics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44(9), 2724-2727.
- Khaw, K. T., and Barrett-Connor, E. (1987). Dietary fiber and reduced iscremic heart disease mortality rates it men and women: A 12-year prospective study. *American Journal of Epidemology*, 126(6), 1093-1102.
- Kim, S., and Lee, J. (2010). Effective polymeric dispersants for vacuum, convection and freeze drying of drug nanosuspensions. *International journal of pharmaceutics*, 397(1-2), 218-224.
- Kim, D. O., Lee, K. W., Lee, H. J., and Lee, C. Y. (2002). Vitamin C equivalent antioxidant capacity (VCEAC) of phenolic phytochemicals. *Journal of Agricultural and food chemistry*, 50(13), 3713-3717.
- Kondamudi, N., Mohapatra, S. K., and Misra, M. (2008). Spent coffee grounds as a versatile source of green energy. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(24), 11757-11760.
- Knutson, C. A., Khoo, U., Cluskey, J. E., and Inglett, G. E. (1982). Variation in enzyme digestibility and gelatinization behavior of corn starch granule fractions. *Cereal Chemistry*. 59(6): 512–515.
- Krokida, M. K., Karathanos, V. T., and Maroulis, Z. B. (1998). Effect of freeze-drying conditions on shrinkage and porosity of dehydrated agricultural products. *Journal of Food Engineering*, 35(4), 369-380.
- Krokida, M. K., Tsami, E., and Maroulis, Z. B. (1998). Kinetics on color changes during drying of some fruits and vegetables. *Drying Technology*, 16(3-5), 667-685.
- Kubra, I. R., and Jagan Mohan Rao, L. (2012). Microwave drying of ginger (*Z ingiber officinale* R oscoe) and its effects on polyphenolic content and antioxidant activity. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(11), 2311-2317.





- Lairon, D., Lafont, H., Vigne, J. L., Nalbhone, G., Leonardi, J., and Hauton, J. C. (1985). Effects of dietary-fibers and cholestyramine on the activity of pancreatic lipase invitro. *American Journal of Clinical Nutrition*, 42(4), 629–638.
- Leach, H. W., and Schoch, T. J. (1961). Structure of starch granule. 2. Action of various amylases on granular starches. *Cereal Chemistry*, 38(1), 34-46.
- Leewatchararongjaroen, J., and Anuntagool, J. (2016). Effects of dry-milling and wet-milling on chemical, physical and gelatinization properties of rice flour. *Rice Science*, 23(5), 274-281.
- Lehmann, U., and Robin, F. (2007). Slowly digestible starch—its structure and health implications: a review. *Trends in Food Science & Technology*, 18(7), 346-355.
- Lenart, A. (1996). Osmo-convective drying of fruits and vegetables: technology and application. *Drying technology*, 14(2), 391-413.
- Lii, C. Y., Shao, Y. Y., and Tseng, K. H. (1995). Gelation mechanism and rheological properties of rice starch. *Cereal Chemistry*, 72(4), 393-400.
- Li, J. W., Ding, S. D., and Ding, X. L. (2005). Comparison of antioxidant capacities of extracts from five cultivars of Chinese jujube. *Process Biochemistry*, 40(11), 3607-3613.
- Li, J.H., Vasanthan, T., Rossnagel, B.G., and Hoover, R., (2001). Starch from hull-less barley. I. Granule morphology, composition and amylopectin structure. *Food Chemistry* 74, 395–405.
- Li, Y., Xu, S. Y., and Sun, D. W. (2007). Preparation of garlic powder with high allicin content by using combined microwave–vacuum and vacuum drying as well as microencapsulation. *Journal of Food Engineering*, 83(1), 76-83.
- Lim, Y. Y., and Murtijaya, J. (2007). Antioxidant properties of Phyllanthus amarus extracts as affected by different drying methods. *LWT-Food Science and Technology*, 40(9), 1664-1669.
- Liu, C., Wang, S., Chang, X., and Wang, S. (2015). Structural and functional properties of starches from Chinese chestnuts. *Food Hydrocolloids*, 43, 568-576.





- Liu, T., Burritt, D. J., Eyres, G. T., and Oey, I. (2018). Pulsed electric field processing reduces the oxalate content of oca (*Oxalis tuberosa*) tubers while retaining starch grains and the general structural integrity of tubers. *Food chemistry*, 245, 890-898.
- López-Alarcón, C., and Denicola, A. (2013). Evaluating the antioxidant capacity of natural products: A review on chemical and cellular-based assays. *Analytica chimica acta*, 763, 1-10.
- Lopez-Martinez, L. X., Oliart-Ros, R. M., Valerio-Alfaro, G., Lee, C. H., Parkin, K. L., and Garcia, H. S. (2009). Antioxidant activity, phenolic compounds and anthocyanins content of eighteen strains of Mexican maize. *LWT-Food Science and Technology*, 42(6), 1187-1192.
- Mahasukhonthachat, K., Sopade, P. A., and Gidley, M. J. (2010). Kinetics of starch digestion in sorghum as affected by particle size. *Journal of Food Engineering*. 96(1): 18–28.
- Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Rémésy, C., and Jiménez, L. (2004). Polyphenols: food sources and bioavailability. *The American journal of clinical nutrition*, 79(5), 727-747.
- Manley, M., Van Zyl, L., and Osborne, B. G. (2002). Using Fourier transform near infrared spectroscopy in determining kernel hardness, protein and moisture content of whole wheat flour. *Journal of near infrared spectroscopy*, 10(1), 71-76.
- Manners, D. J. (1989). Recent developments in our understanding of amylopectin structure. *Carbohydrate Polymers*, 11(2), 87-112.
- Markham, K. R. (1982). *Techniques of flavonoid identification* (Vol. 31). London: Academic press.
- Martins, N., Petropoulos, S., and Ferreira, I. C. (2016). Chemical composition and bioactive compounds of garlic (*Allium sativum* L.) as affected by pre-and post-harvest conditions: A review. *Food chemistry*, 211, 41-50.
- Marze, S. (2013). Bioaccessibility of nutrients and micronutrients from dispersed food systems: impact of the multiscale bulk and interfacial structures. *Critical reviews in food science and nutrition*, 53(1), 76-108.





- McCleary, B. V., and Monaghan, D. A. (2002). Measurement of resistant starch. *Journal of AOAC International*, 85(3), 665-675.
- McCleary, B. V., DeVries, J. W., Rader, J. I., Cohen, G., Prosky, L., Mugford, D. C., and Okuma, K. (2012). Determination of insoluble, soluble, and total dietary fiber (CODEX definition) by enzymatic-gravimetric method and liquid chromatography: collaborative study. *Journal of AOAC International*, 95(3), 824-844.
- McCleary, B. V. (2014). Modification to AOAC official methods 2009.01 and 2011.25 to allow for minor overestimation of low molecular weight soluble dietary fiber in samples containing starch. *Journal of AOAC International*, 97(3), 896-901.
- McGrance, S. J., Cornell, H. J., and Rix, C. J. (1998). A simple and rapid colorimetric method for the determination of amylose in starch products. *Starch-Stärke*, 50(4), 158-163.
- Miao, M., Jiang, B., Cui, S. W., Zhang, T., and Jin, Z. (2015). Slowly digestible starch—a review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 55(12), 1642-1657.
- Minekus, M., Jelier, M., Xiao, J. Z., Kondo, S., Iwatsuki, K., Kokubo, S., Bos, M., Dunnewind, B., and Havenaar, R. (2005). Effect of partially hydrolyzed guar gum (PHGG) on the bioaccessibility of fat and cholesterol. *Bioscience Biotechnology and Biochemistry*. 69(5), 932–98.
- Moon, J. K., and Shibamoto, T. (2009). Antioxidant assays for plant and food components. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(5), 1655-1666.
- Moreira, A. V. B., and Mancini Filho, J. (2003). Atividade antioxidante das especiarias mostarda, canela e erva-doce em sistemas aquoso e lipídico. *Nutrire Rev. Soc. Bras. Aliment. Nutr*, 25, 31-46.
- Moreira, R., Chenlo, F., Torres, M. D., and Rama, B. (2013). Influence of the chestnuts drying temperature on the rheological properties of their doughs. *Food and Bioproducts Processing*, 91(1), 7-13.
- Morris, C. F. (2002). Puroindolines: the molecular genetic basis of wheat grain hardness. *Plant molecular biology*, 48(5-6), 633-647.





- Morrison, W.R., 1985. Lipids in cereal starches. In: Hill, R.D., Munck, L. (Eds.), *New Approaches to Research on Cereal Carbohydrates*, Elsevier, Amsterdam, pp. 61–70.
- Morrison, W. R. (1988). Lipids in cereal starches: A review. *Journal of Cereal Science*, 8(1), 1-15.
- Morrison, W.R., (1993). Cereal starch granule development and composition. In: Shewry, P.R., Stobart, K. (Eds.), *Seed Storage Compounds: Biosynthesis, Interactions and Manipulation*, Oxford Science Publications, Oxford, pp. 175–190.
- Morrison, W. R. (1995). Starch lipids and how they related to starch granule structure and functionality. *Cereal Foods World*, 40, 437-446.
- Morrison, W.R., Karkalas, J., 1990. Starch. In: Dey, P.M., (Ed.), *Methods in Plant Biochemistry*, vol. 2. Academic Press, London, pp. 323–352.
- Morrison, W. R., Law, R. V., and Snape, C. E. (1993a). Evidence for inclusion complexes of lipids with V-amylose in maize, rice and oat starches. *Journal of Cereal Science*, 18, 107-109.
- Morrison, W. R., Tester, R. F., Gidley, M. J., and Karkalas, J. (1993b). Resistance to acid hydrolysis of lipid-complexed amylose and lipid-free amylose in lintnerised waxy and non-waxy barley starches. *Carbohydrate Research*, 245(2), 289-302.
- Morrison, W.R., Tester, R.F., Snape, C.W., Law, R., Gidley, M.J., (1993c). Swelling and gelatinisation of cereal starches. IV. Effects of lipidcomplexed amylose and free amylose in waxy and normal barley starches. *Cereal Chemistry* 70, 385–391.
- Moyer, R. A., Hummer, K. E., Finn, C. E., Frei, B., and Wrolstad, R. E. (2002). Anthocyanins, phenolics, and antioxidant capacity in diverse small fruits: *Vaccinium*, *Rubus*, and *Ribes*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(3), 519-525.
- Mua, J. P., and Jackson, D. S. (1997). Fine structure of corn amylose and amylopectin fractions with various molecular weights. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(10), 3840-3847.





- Mutungji, C., Onyango, C., Doert, T., Paasch, S., Thiele, S., Machill, S., and Rohm, H. (2011). Long-and short-range structural changes of recrystallised cassava starch subjected to in vitro digestion. *Food Hydrocolloids*, 25(3), 477-485.
- Nakornpanom, N. N. and Hongprabhas, P. (2010). Effect of soy residue (okara) on in vitro protein digestibility and oil release in high-calorie emulsion stabilized by heated mixed proteins. *Food Research International*. 43(1), 26–32.
- Nadia, L., Wirakartakusumah, M. A., Andarwulan, N., Purnomo, E. H., Noda, T., and Ishiguro, K. (2015). Chemical characterization of flour fractions from five yam (*Dioscorea alata*) cultivars in Indonesia. *Journal of Engineering and Technological Sciences*, 47(1), 92-103.
- Ngamnikom, P., and Songsermpong, S. (2011). The effects of freeze, dry, and wet grinding processes on rice flour properties and their energy consumption. *Journal of food engineering*, 104(4), 632-638.
- Noda, T., Takigawa, S., Matsuura-Endo, C., Kim, S. J., Hashimoto, N., Yamauchi, H., and Takeda, Y. (2005). Physicochemical properties and amylopectin structures of large, small, and extremely small potato starch granules. *Carbohydrate Polymers*, 60(2), 245-251.
- Noda, T., Takigawa, S., Matsuura-Endo, C., Suzuki, T., Hashimoto, N., Kottarachchi, N. S., and Zaidul, I. S. M. (2008). Factors affecting the digestibility of raw and gelatinized potato starches. *Food Chemistry*, 110(2), 465-470.
- Oda, S., and Schofield, J. D. (1997). Characterisation of friabilin polypeptides. *Journal of Cereal Science*, 26(1), 29-36.
- Olszowy, M., and Dawidowicz, A. L. (2018). Is it possible to use the DPPH and ABTS methods for reliable estimation of antioxidant power of colored compounds? *Chemical Papers*, 72(2), 393-400.
- Onyechi, U. A., Judd, P. A., and Ellis, P. R. (1998). African plant foods rich in non-starch polysaccharides reduce postprandial blood glucose and insulin concentrations in healthy human subjects. *British Journal of Nutrition*, 80(5), 419-428.





- Palma-Rodríguez, H. M., Agama-Acevedo, E., Gonzalez-Soto, R. A., Vernon-Carter, E. J., Alvarez-Ramirez, J., and Bello-Perez, L. A. (2013). Ascorbic acid microencapsulation by spray-drying in native and acid-modified starches from different botanical sources. *Starch-Stärke*, 65(7-8), 584-592.
- Palma Rodríguez, H. M. Caracterización de almidones de diferentes fuentes tratados con ácido para la encapsulación de vitamina C. 2012.
- Paredes-López, O., Schevenin, M. L., Hernández-López, D., and Cárabez-Trejo, A. (1989). Amaranth Starch-Isolation and Partial Characterization. *Starch-Stärke*, 41(6), 205-207.
- Pasquier, B., Armand, M., Castelain, C., Guillon, F., Borel, P., Lafont, H., and Lairon, D. (1996). Emulsification and lipolysis of triacylglycerols are altered by viscous soluble dietary fibres in acidic gastric medium in vitro. *Biochemical Journal*. 314: 269–275.
- Pasquier, B., Armand, M., Guillon, F., Castelain, C., Borel, P., Barry, J. L., Pieroni, G., and Lairon, D. (1996). Viscous soluble dietary fibers alter emulsification and lipolysis of triacylglycerols in duodenalmedium in vitro. *Journal of Nutritional Biochemistry*. 7(5): 293–302.
- Pastrana-Bonilla, E., Akoh, C. C., Sellappan, S., and Krewer, G. (2003). Phenolic content and antioxidant capacity of muscadine grapes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(18), 5497-5503.
- Pérez-Jiménez, J., Arranz, S., Taberner, M., Díaz-Rubio, M. E., Serrano, J., Goñi, I., and Saura-Calixto, F. (2008). Updated methodology to determine antioxidant capacity in plant foods, oils and beverages: Extraction, measurement and expression of results. *Food Research International*, 41(3), 274-285.
- Pfister, B., Lu, K. J., Eicke, S., Feil, R., Lunn, J. E., Streb, S., and Zeeman, S. C. (2014). Genetic evidence that chain length and branch point distributions are linked determinants of starch granule formation in Arabidopsis. *Plant physiology*, 165(4), 1457-1474.
- Pilling, E., and Smith, A. M. (2003). Growth ring formation in the starch granules of potato tubers. *Plant Physiology*, 132(1), 365-371.





- Pineda-Gómez, P., Coral, D. F., Arciniegas, M. L., Rorales-Rivera, A., and Rodríguez García, M. E. (2010). Papel del agua en la gelatinización del almidón de maíz: estudio por calorimetría diferencial de barrido. *Ingeniería y ciencia*, 6(11).
- Planchot, V., Colonna, P., Gallant, D. J., and Bouchet, B. (1995). Extensive degradation of native starch granules by alpha-amylase from *Aspergillus fumigatus*. *Journal of Cereal Science*, 21(2), 163-171.
- Prior, R. L., and Cao, G. (2001). In vivo total antioxidant capacity: comparison of different analytical methods. In *Bio-Assays for Oxidative Stress Status* (pp. 39-47).
- Quezada-Calvillo, R., Robayo-Torres, C. C., Ao, Z., Hamaker, B. R., Quaroni, A., Brayer, G. D., and Nichols, B. L. (2007). Luminal substrate “brake” on mucosal maltase-glucoamylase activity regulates total rate of starch digestion to glucose. *Journal of pediatric gastroenterology and nutrition*, 45(1), 32-43.
- Raguin, A., and Ebenhöh, O. (2017). Design starch: stochastic modeling of starch granule biogenesis. *Biochemical Society Transactions*, BST20160407. 45 885–893.
- Rathod, R. P., and Annapure, U. S. (2017). Physicochemical properties, protein and starch digestibility of lentil based noodle prepared by using extrusion processing. *LWT-Food Science and Technology*, 80, 121-130.
- Ratnayake, W. S., and Jackson, D. S. (2008). Starch gelatinization. *Advances in food and nutrition research*, 55, 221-268.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., and Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free radical biology and medicine*, 26(9-10), 1231-1237.
- Repo de Carrasco, R., and Encina Zelada, C. R. (2008). Determinación de la capacidad antioxidante y compuestos fenólicos de cereales andinos: quinua (*Chenopodium quinoa*), kañiwa (*Chenopodium pallidicaule*) y kiwicha (*Amaranthus caudatus*). *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 74(2), 85-99.





- Reshmi, S. K., Sudha, M. L., and Shashirekha, M. N. (2017). Starch digestibility and predicted glycemic index in the bread fortified with pomelo (*Citrus maxima*) fruit segments. *Food chemistry*, 237, 957-965.
- Rice-Evans, C. A., Miller, N. J., and Paganga, G. (1996). Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free radical biology and medicine*, 20(7), 933-956.
- Roa, D. F., Santagapita, P. R., Buera, M. P., and Tolaba, M. P. (2014). Ball milling of Amaranth starch-enriched fraction. changes on particle Size, starch crystallinity, and functionality as a function of milling energy. *Food and bioprocess technology*, 7(9), 2723-2731.
- Robards, K., Prenzler, P. D., Tucker, G., Swatsitang, P., and Glover, W. (1999). Phenolic compounds and their role in oxidative processes in fruits. *Food chemistry*, 66(4), 401-436
- Rodríguez, R., San Martín, M.E., and González de la Cruz, G. (2001). Calorimetría diferencial de barrido y rayos-x del almidón obtenido por nixtamalización fraccionada. *Superficies y vacío* (13), 61-65.
- Ross, J. A., and Kasum, C. M. (2002). Dietary flavonoids: bioavailability, metabolic effects, and safety. *Annual review of nutrition*, 22(1), 19-34.
- Sacilik, K., and Unal, G. (2005). Dehydration characteristics of Kastamonu garlic slices. *Biosystems engineering*, 92(2), 207-215.
- Sandhu, K. S., and Lim, S. T. (2008). Structural characteristics and in vitro digestibility of mango kernel starches (*Mangifera indica* L.). *Food chemistry*, 107(1), 92-97.
- Sandoval Aldana Angelica, Rodríguez Sandoval Eduardo y Fernandez Quintero Alejandro (2005). Aplicación del análisis por calorimetría diferencial de barrido (DSC) para la caracterización de las modificaciones del almidón. *Dyna*, 72(146).
- Sasaki, T., Okunishi, T., Sotome, I., and Okadome, H. (2016). Effects of milling and cooking conditions of rice on in vitro starch digestibility and blood glucose response. *Cereal Chemistry*, 93(3), 242-247.





- Satué-Gracia, M. T., Heinonen, M., and Frankel, E. N. (1997). Anthocyanins as antioxidants on human low-density lipoprotein and lecithin– liposome systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(9), 3362-3367.
- Sauvesty, A., Page, F., and Huot, J. (1992). A simple method for extracting plant phenolic compounds. *Canadian Journal of Forest Research*, 22(5), 654-659.
- Sharma, G. P., and Prasad, S. (2001). Drying of garlic (*Allium sativum*) cloves by microwave– hot air combination. *Journal of food engineering*, 50(2), 99-105.
- Sellappan, S., Akoh, C. C., and Krewer, G. (2002). Phenolic compounds and antioxidant capacity of Georgia-grown blueberries and blackberries. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(8), 2432-2438.
- Silva, M. L. C., Costa, R. S., Santana, A. S., and Koblitz, M. G. B. (2010). Compostos fenólicos, carotenoides e atividade antioxidante em produtos vegetais. *Semina: Ciências Agrárias*, 31, 669–682.
- Singh, V., Ali, S. Z., Somashekar, R., and Mukherjee, P. S. (2006). Nature of crystallinity in native and acid modified starches. *International Journal of Food Properties*, 9(4), 845-854.
- Siwatch, M., Yadav, R. B., and Yadav, B. S. (2017). X-ray diffraction, rheological and FT-IR spectra studies of processed amaranth (*Amaranthus hypochondriacus*). *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(4), 1717-1724.
- Schofield, J.D., (1994). Wheat proteins: structure and functionality in milling and breadmaking. In: Bushuk, W., Rasper, V. (Eds.), *Wheat Production, Composition and Utilisation*, Blackie, Glasgow, pp. 73–106.
- Shumoy, H., and Raes, K. (2017). In vitro starch hydrolysis and estimated glycemic index of tef porridge and injera. *Food chemistry*, 229, 381-387.
- Sievert, D., and Pomeranz, Y. (1989). Enzyme-resistant starch. I. Characterization and evaluation by enzymatic, thermoanalytical, and microscopic methods. *Cereal Chem*, 66(4), 342-347.





- Sponsler, O. L. (1923). Structural units of starch determined by X-ray crystal structure method. *The Journal of general physiology*, 5(6), 757-776.
- Srichuwong, S., Isono, N., Mishima, T., and Hisamatsu, M. (2005). Structure of lintnerized starch is related to X-ray diffraction pattern and susceptibility to acid and enzyme hydrolysis of starch granules. *International journal of biological macromolecules*, 37(3), 115-121.
- Suárez, B., Álvarez, Á. L., García, Y. D., del Barrio, G., Lobo, A. P., and Parra, F. (2010). Phenolic profiles, antioxidant activity and in vitro antiviral properties of apple pomace. *Food chemistry*, 120(1), 339-342.
- Suriya, M., Baranwal, G., Bashir, M., Reddy, C. K., and Haripriya, S. (2016). Influence of blanching and drying methods on molecular structure and functional properties of elephant foot yam (*Amorphophallus paeoniifolius*) flour. *LWT-Food Science and Technology*, 68, 235-243.
- Takeda, Y., Tokunaga, N., Takeda, C., and Hizukuri, S. (1986). Physicochemical properties of sweet potato starches. *Starch-Stärke*, 38(10), 345-350.
- Takeda, Y., Hizukuri, S., Takeda, C., and Suzuki, A. (1987). Structures of branched molecules of amyloses of various origins, and molar fractions of branched and unbranched molecules. *Carbohydrate Research*, 165(1), 139-145.
- Takeda, Y., Shibahara, S., and Hanashiro, I., (2003). Examination of the structure of amylopectin molecules by fluorescent labelling. *Carbohydrate Research*, 338, 471-475.
- Tapia-Blácido, D. (2006). *Edible films based on amaranth flour and starch* (Doctoral dissertation, PhD thesis. Department of Food Engineering, Campinas, SP, Brazil).
- Tester, R.F. and Karkalas, J., 2002. Starch. In: Steinbüchel, A. (Series Ed.) Vandamme, E.J., De Baets, S., (vol. Eds.), *Biopolymers*, Vol. 6. Polysaccharides. II. Polysaccharides from Eukaryotes, Wiley-VCH, Weinheim, pp. 381-438.
- Tian, J., Chen, S., Wu, C., Chen, J., Du, X., Chen, J., and Ye, X. (2016). Effects of preparation methods on potato microstructure and digestibility: An in vitro study. *Food chemistry*, 211, 564-569.





- Thompson, D. B. (2000). Strategies for the manufacture of resistant starch. *Trends in Food Science & Technology*, 11(7), 245-253.
- Total Starch by Megazyme. Assay procedure (Amyloglucosidase/ $\alpha$ -amilase method), 2017.
- Toor, R. K., and Savage, G. P. (2006). Effect of semi-drying on the antioxidant components of tomatoes. *Food Chemistry*, 94(1), 90-97.
- Torres, M. D., Moreira, R., Chenlo, F., and Morel, M. H. (2013). Effect of water and guar gum content on thermal properties of chestnut flour and its starch. *Food Hydrocolloids*, 33, 192-198.
- Tsao, R., and Deng, Z. (2004). Separation procedures for naturally occurring antioxidant phytochemicals. *Journal of chromatography B*, 812(1-2), 85-99.
- Uysal, N., Sumnu, G., and Sahin, S. (2009). Optimization of microwave–infrared roasting of hazelnut. *Journal of Food Engineering*, 90(2), 255-261.
- Uarrotta, V. G., Amante, E. R., Demiate, I. M., Vieira, F., Delgadillo, I., and Maraschin, M. (2013). Physicochemical, thermal, and pasting properties of flours and starches of eight Brazilian maize landraces (*Zea mays* L.). *Food Hydrocolloids*, 30(2), 614-624.
- Van Hung, P., Chau, H. T., and Phi, N. T. L. (2016). In vitro digestibility and in vivo glucose response of native and physically modified rice starches varying amylose contents. *Food chemistry*, 191, 74-80.
- Van Sumere, C. F., Vande Castele, K., De Loose, R., and Heursel, J. (1985). Reversed phase-HPLC analysis of flavonoids and the biochemical identification of cultivars of evergreen Azalea. *Biochemistry of plant phenolics*.
- VSoes-Vigyázó, L., and Haard, N. F. (1981). Polyphenol oxidases and peroxidases in fruits and vegetables. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, 15(1), 49-127.
- Vargas-Torres, A., Osorio-Díaz, P., Islas-Hernández, J. J., Tovar, J., Paredes-López, O., and Bello-Pérez, L. A. (2004). Starch digestibility of five cooked black bean (*Phaseolus vulgaris* L.) varieties. *Journal of Food Composition and Analysis*, 17(5), 605-612.





- Vega, A. A., and Lemus, R. A. (2006). Modelado de la cinética de secado de la papaya chilena (*Vasconcellea pubescens*). *Información tecnológica*, 17(3), 23-31.
- Velioglu, Y. S., Mazza, G., Gao, L., and Oomah, B. D. (1998). Antioxidant activity and total phenolics in selected fruits, vegetables, and grain products. *Journal of agricultural and food chemistry*, 46(10), 4113-4117.
- Venkatesh Mannar, M. G. (2003). Food fortification. In: *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition*, pp. 2613–2621. Caballero, B., Trugo, L., Finglas, P., Eds., Academic Press, London.
- Vermeulen, R., Derycke, V., Delcour, J. A., Goderis, B., Reynaers, H., and Koch, M. H. (2006). Gelatinization of starch in excess water: Beyond the melting of lamellar crystallites. A combined wide- and small-angle X-ray scattering study. *Biomacromolecules*, 7(9), 2624-2630.
- Vesterinen, E., Myllärinen, P., Forssell, P., Söderling, E., and Autio, K. (2002). Structural properties in relation to oral enzymatic digestibility of starch gels based on pure starch components and high amylose content. *Food hydrocolloids*, 16(2), 161-167.
- Waigh, T. A., Perry, P., Riekkel, C., Gidley, M. J., and Donald, A. M. (1998). Chiral side-chain liquid-crystalline polymeric properties of starch. *Macromolecules*, 31(22), 7980-7984.
- Wang, L.Z., White, P.J., 1994. Structure and properties of amylose, amylopectin and intermediate material of oat starches. *Cereal Chemistry* 71, 263–268.
- Wang, S., Li, C., Copeland, L., Niu, Q., and Wang, S. (2015). Starch retrogradation: A comprehensive review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 14(5), 568-585.
- Wani, I. A., Jabeen, M., Geelani, H., Masoodi, F. A., Saba, I., and Muzaffar, S. (2014). Effect of gamma irradiation on physicochemical properties of Indian Horse Chestnut (*Aesculus indica* Colebr.) starch. *Food hydrocolloids*, 35, 253-263.
- Williams, P. C., Kuzina, F. D., and Hlynka, I. (1970). Rapid colorimetric procedure for estimating the amylose content of starches and flours. *Cereal chemistry*.





- Yashushi, Y.B., Takenouchi, T., and Takeda, Y., 2002. Molecular structure and some physicochemical properties of waxy and low-amylose barley starches. *Carbohydrate Polymers*, 47, 159–167.
- Zhao, J., and Whistler, R. L. (1994). Spherical aggregates of starch granules as flavor carriers. *Food technology (USA)*, 48, 104–105.
- Zeeman, S. C., Tiessen, A., Pilling, E., Kato, K. L., Donald, A. M., and Smith, A. M. (2002). Starch synthesis in Arabidopsis. Granule synthesis, composition, and structure. *Plant physiology*, 129(2), 516-529.
- Zhang, B., Wang, K., Hasjim, J., Li, E., Flanagan, B. M., Gidley, M. J., and Dhital, S. (2014). Freeze-drying changes the structure and digestibility of B-polymorphic starches. *Journal of agricultural and food chemistry*, 62(7), 1482-1491.
- Zhang, G., Ao, Z., and Hamaker, B. R. (2008). Nutritional property of endosperm starches from maize mutants: A parabolic relationship between slowly digestible starch and amylopectin fine structure. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(12), 4686-4694.
- Zhang, G. Y., Ao, Z. H., and Hamaker, B. R. (2006). Slow digestion property of native cereal starches. *Biomacromolecules*. 7 (11): 3252–3258.
- Zhang, G. Y., Sofyan, M., and Hamaker, B. R. (2008). Slowly digestible state of starch: Mechanism of slow digestion property of gelatinized maize starch. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 56 (12): 4695–4702.
- Zhang, G. Y., and Hamaker, B. R. (2009). Slowly digestible starch: concept, mechanism, and proposed extended glycemic index. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 49 (10): 852–867.
- Zhang, G. Y., Venkatachalam, M., and Hamaker, B. R. (2006). Structural basis for the slow digestion property of native cereal starches. *Biomacromolecules*. 7(11): 3259–3266.
- Zhang, J., Chen, F., Liu, F., and Wang, Z.W. (2010). Study on structural changes of microwave heat-moisture treated resistant *Canna edulis* Ker starch during digestion in vitro. *Food Hydrocolloids*. 24(1): 27–34.





- Zhang, T., and Oates, C. G. (1999). Relationship between  $\alpha$ -amylase degradation and physico-chemical properties of sweet potato starches. *Food Chemistry*, 65(2), 157-163.
- Zhao, X., Andersson, M., and Andersson, R. (2018). Resistant starch and other dietary fiber components in tubers from a high-amylose potato. *Food chemistry*, 251, 58-63.
- Zobel, H. F. (1988). Starch crystal transformations and their industrial importance. *Starch-Stärke*, 40(1), 1-7.
- Zobel, H. F., Young, S. N., and Rocca, L. A. (1988). Starch gelatinization: An X-ray diffraction study. *Cereal Chemistry*, 65(6), 443-446.





## Congreso

Esta investigación se presentó en el el XX Congreso Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos y en el V Congreso Internacional sobre Innovación y Tendencias en Procesamiento de Alimentos. Realizado los días del 23 al 25 de mayo de 2018 en Auditorio Dr. Reyes Tamez Guerra de la Facultad de Ciencias Biológicas, Universidad Autónoma de Nuevo León.







**LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN Y LA  
UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO**

Otorga a

**González Cervantes M. E., Vargas Torres A., Hernández Uribe J. P.,  
Guzmán Ortiz F. A., Román Gutiérrez A. D.**

la presente

# **Constancia**

por su participación en el trabajo en MODALIDAD CARTEL, con título:

**"Estudio molecular y de bioaccesibilidad en harinas de *Oxalis tuberosa*  
obtenidas mediante diferentes condiciones de secado."**

presentado en



**XX CONGRESO NACIONAL**  
de Ciencia y Tecnología de  
Alimentos

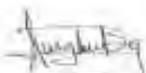


**V CONGRESO INTERNACIONAL**  
sobre Innovación y Tendencias en  
Procesamiento de Alimentos

Realizado el día 23 al 25 de Mayo del 2018 en el Auditorio Dr. Reyes  
Tamez Guerra de la Facultad de Ciencias Biológicas, Universidad  
Autónoma de Nuevo León.



**M. C. Karla Guadalupe  
García Alanís**  
Jefa de la L.C.A.  
Coord. del Congreso F.C.B.



**Dr. Juan Gabriel Báez  
González**  
Jefe del Depto. Alimentos  
Coord. del Congreso F.C.B.



**Dra. Ma. del Rosario  
Abraham Juárez**  
Directora del Depto. Alimentos  
Coord. del Congreso U de Gto.

