



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO
INSTITUTO DE CIENCIAS AGROPECUARIAS
MAESTRÍA EN CIENCIA DE LOS ALIMENTOS

T E S I S

**"ENCAPSULACIÓN DEL EXTRACTO DE JAMAICA EN ALMIDÓN DE MALANGA
DOBLEMENTE MODIFICADO: LIBERACIÓN CONTROLADA"**

Para obtener el grado de
Maestra en Ciencia de los Alimentos

PRESENTA:

L. Q. A. Arely Bautista Rodríguez

Director:

Dr. Apolonio Vargas Torres

Codirectora:

Dra. Sylvia Rosales Chimal

Tulancingo de Bravo, Hgo., México. A 10 de octubre de 2024.

El presente trabajo se llevó a cabo en el Instituto de Ciencias Agropecuarias en el laboratorio de Microbiología, Físicoquímica, y el Taller de Fermentaciones bajo la dirección de la Dr. Apolonio Vargas Torres. Para la realización de los estudios se contó con el apoyo económico de CONAHCYT.



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: **“Encapsulación del extracto de jamaica en almidón de malanga doblemente modificado: Liberación controlada”**, que desarrolla el estudiante Arely Bautista Rodríguez

Asistentes:

- Dr. Apolonio Vargas Torres
- Dra. Sylvia Rosales Chimal
- Dra. Heidi María Palma Rodríguez
- Dr. Juan Pablo Hernández Uribe
- Dr. Ricardo Omar Navarro Cortez

A. Revisión de Trabajo de Tesis

Observaciones:

El comité revisó con antelación el trabajo de tesis en extenso propuesto por el estudiante, comunicando a la estudiante, Que debe realizar en un plazo de 15 días hábiles, 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 10 de octubre de 2024

- Dr. Apolonio Vargas Torres
- Dra. Sylvia Rosales Chimal
- Dra. Heidi María Palma Rodríguez
- Dr. Ricardo Omar Navarro Cortez
- Dr. Juan Pablo Hernández Uribe



(Handwritten signatures of the committee members)



AGRADECIMIENTOS

A **Dios** por estar presente en cada etapa de mi vida. Por guiarme y ayudarme a alcanzar este logro. Asimismo, le agradezco por colocar los medios y personas necesarias para impulsarme en este proceso.

Al **Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT)** por el apoyo económico durante los estudios realizados.

Al **Doctor Apolonio Vargas Torres** por su disposición de tiempo y recursos, así como su constante motivación.

A la **Doctora Heidi**, a la **Doctora Sylvia**, al **Doctor Juan Pablo** y al **Doctor Ricardo**; por su apoyo en el laboratorio, su orientación en la interpretación de resultados y su ayuda resolviendo mis dudas sobre ciencia básica.

A mis papás **Balta y Mary**, que siempre me dan todo su amor, consejos y apoyo para lograr lo que me propongo. Por el respaldo económico que me ofrecen y la motivación para continuar. Además de sus continuas oraciones a Dios por mi bienestar.

A mi **César**, por su amor, tiempo, motivación y paciencia. Por su orientación en el uso de distintas IA. Igualmente, agradezco por todos los artículos y libros compartidos. Gracias por impulsarme a ser mejor.

A mis hermanos **Omar, Kary, Mony y Angie** que siempre me dan todo su amor y motivación.

A **Eduardo y Román** por su amistad y tiempo compartido. Por el apoyo en el laboratorio, las pláticas en el cubículo, la complicidad y los secretos guardados.

CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	8
ÍNDICE DE CUADROS.....	9
RESUMEN.....	10
ABSTRACT	11
I. INTRODUCCIÓN	12
II. ANTECEDENTES.....	13
2.1 Encapsulación	14
2.2 Técnicas de encapsulación.....	14
2.2.1 Secado por aspersion (Spray drying)	16
2.3 Material pared	18
2.3.1 Almidón	20
2.3.2 Sistema de encapsulación con almidón.....	22
2.3.3 Modificación del almidón	24
2.4 Hibiscus Sabdariffa.....	33
III. JUSTIFICACIÓN	37
IV. HIPÓTESIS.....	38
V. OBJETIVOS	39
5.1 General	39
5.2 Específicos.....	39
VI. MATERIALES Y MÉTODOS	40
6.1 Materia prima.....	40
6.2 Métodos.....	40

6.2.1 Aislamiento del almidón	40
6.2.2 Modificación del almidón	42
6.2.3 Caracterización morfológica del almidón	43
6.2.4 Caracterización estructural del almidón.....	43
6.2.5 Caracterización fisicoquímica del almidón.	45
6.2.6 Extracto acuoso de jamaica	46
6.2.7 Encapsulación del extracto acuoso de jamaica	49
6.2.9 Caracterización de los encapsulados	50
6.2.10 Estabilidad de los encapsulados	51
6.2.10.1 Envejecimiento acelerado	51
6.2.11 Determinación de la bioacesibilidad in vitro	52
6.2.12 Análisis estadístico	53
VII. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	54
7.1 Modificación del almidón	54
7.1.1 Morfología del almidón	54
7.1.2 Caracterización estructural del almidón.....	58
7.1.3 Caracterización fisicoquímica del almidón	64
7.1.3.3 Propiedades de empastado	67
7.1.4 Caracterización del extracto acuoso de jamaica	70
7.1.5 Encapsulación del extracto acuoso de Jamaica	71
7.1.5.1 Morfología de los encapsulados.....	71
7.1.5.2 Espectroscopía de infrarrojo por la transformada de Fourier	76
7.1.5.3 Actividad de agua de los encapsulados	79
7.1.5.4 Retención de compuestos bioactivos.....	81

7.1.5.5 Estabilidad de los encapsulados (envejecimiento acelerado)	83
7.1.5.6 Bioaccesibilidad in vitro	91
VIII. CONCLUSIONES.....	94
IX. REFERENCIAS	95

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Clasificación de tecnologías de encapsulación.....	15
Figura 2. Proceso de encapsulación en el secado por aspersión.	17
Figura 3. Estructura de amilosa y amilopectina.	21
Figura 4. Modificación del almidón.....	25
Figura 5. Efecto de la modificación con ultrasonido sobre la doble hélice del almidón.	26
Figura 6. Principales antocianinas presentes en el extracto acuoso de jamaica.	34
Figura 7. Diagrama del planteamiento experimental.....	41
Figura 8. Microscopía electrónica de barrido del almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD).	55
Figura 9. Tamaño de partícula del almidón de malanga nativo.	57
Figura 10. Patrón de difracción y cristalinidad relativa del almidón de malanga nativo y modificados.	63
Figura 12. Microscopía electrónica de barrido de los encapsulados.	72
Figura 13. Distribución del tamaño de partícula de los encapsulados en almidón de malanga.	75
Figura 14. Espectroscopía infrarroja por la transformada de Fourier del extracto acuoso de jamaica y los encapsulados.....	77
Figura 15. Eficiencia de retención de fenoles en condiciones de almacenamiento acelerado.	84
Figura 16. Eficiencia de retención de antocianinas en condiciones de almacenamiento acelerado.	86
Figura 17. Efecto inhibitorio del ABTS+ con los encapsulados en los diferentes materiales de pared.....	88
Figura 18. Efecto inhibitorio del radical DPPH+ con los encapsulados en los diferentes materiales de pared.....	90

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1. Tipos de material pared utilizados en el proceso de encapsulación.	19
Cuadro 2. Tipos de sistemas de encapsulación a base de almidón.	23
Cuadro 3. Modificaciones en almidón de malanga y beneficios tecnológicos.....	30
Cuadro 3. Modificaciones en almidón de malanga y beneficios tecnológicos (continuación).	31
Cuadro 3. Modificaciones en almidón de malanga y beneficios tecnológicos (continuación).	32
Cuadro 4. Encapsulación del extracto de Jamaica.....	36
Cuadro 5. Preparación de soluciones para la bioaccesibilidad.	52
Cuadro 6. Tamaño de partícula del almidón de malanga nativo y modificados.	57
Cuadro 7. Longitud de cadena de la amilopeptina.	59
Cuadro 9. Absorción y solubilidad del almidón de malanga nativo y modificados.....	65
Cuadro 10. Temperaturas de gelatinización y entalpías del almidón de malanga nativo y modificados.	68
Cuadro 11. Propiedades de empastado del almidón de malanga nativo y modificados.	69
Cuadro 14. Deconvoluciones zonas amorfas y cristalinas.	78
Cuadro 15. Actividad de agua de los encapsulados.	80
Cuadro 16. Concentración de compuestos encapsulados y capacidad antioxidante en tiempo cero de almacenamiento.	82
Cuadro 17. Bioaccesibilidad del extracto acuoso de jamaica en los diferentes materiales de pared.....	92

RESUMEN

Se realizó la modificación del almidón de malanga mediante ultrasonido a 20 kHz por un tiempo de 40 minutos y temperatura ambiente (22 ± 2 °C). A la par, en otra fracción de almidón se recurrió al uso de enzimas amilolíticas (α -amilasa y amiloglucosidasa) en una relación de 10 unidades por gramo de almidón a un tiempo de 20 horas. Así mismo, una fracción del almidón modificado por ultrasonido fue tratado enzimáticamente. Es decir, se obtuvieron tres fracciones; almidón sonicado, modificado enzimáticamente y doble modificación. A los almidones modificados, se les evaluaron sus propiedades morfológicas y fisicoquímicas en relación con el almidón nativo.

Mediante microscopía electrónica de barrido se observó la formación de poros sobre la superficie del gránulo de almidón modificado. Mediante calorimetría diferencial de barrido, se observó un aumento en la temperatura de gelatinización (de 75.48 a 80.17 °C) y una disminución en la entalpía de gelatinización en el almidón sonicado (10.51 J/g) y, logrando así un incremento en la estabilidad térmica. Con respecto a la viscosidad, los almidones modificados mostraron una disminución en la viscosidad. Además, se observó un incremento en la cristalinidad relativa. Paralelamente, el tamaño de los gránulos presentó una disminución con un comportamiento uniforme.

Los almidones se utilizaron como material pared en la encapsulación de un extracto acuoso de jamaica (*Hibiscus sabdariffa*). Al evaluar las características morfológicas y tamaño de las microcápsulas se observó que los almidones modificados favorecían la aglomeración, formando microesferas. Las microcápsulas obtenidas con los diferentes almidones fueron sometidos a un proceso de envejecimiento acelerado donde se cuantificó la concentración de compuestos bioactivos (antocianinas y fenoles totales), la capacidad antioxidante y la bioaccesibilidad de antocianinas. Los resultados del envejecimiento acelerado mostraron que los encapsulados en almidón modificado por ultrasonido presentaron una mayor concentración de antocianinas, mayor capacidad de inhibición de los radicales ABTS⁺ y DPPH⁺; así mismo, una mayor bioaccesibilidad de antocianinas en comparación con el almidón nativo.

ABSTRACT

A modification of malanga starch was carried out by applying ultrasound at low frequency (20 kHz) in a time of 40 minutes and room temperature (22 °C). At the same time, another starch fraction was modified using amylolytic enzymes (α -amylase and amyloglucosidase) at a ratio of 10 units per gram of starch for 20 hours. Also, a fraction of the ultrasound-modified starch was enzymatically treated. That is, three fractions were obtained: sonicated, enzymatically modified, and dual treated starch. Therefore, morphological, and physicochemical properties were evaluated in relation to native starch.

The granule surface was observed by scanning electron microscopy where the formation of pores was highlighted. Differential scanning calorimetry showed a decrease in the enthalpy of the sonicated starch (10.51 J/g) and an increase in the gelatinization temperature (from 75.48 to 80.17 °C), thus achieving an increase in thermal stability. A decrease in viscosity was observed in the modified starches. In addition, an increase in relative crystallinity was observed. At the same time, the granule size showed a decrease with a uniform behavior.

The starches were used as wall material in the encapsulation of the aqueous extract of hibiscus. When the morphological and size characteristics were evaluated, it was observed that the modified starches favored agglomeration, forming microspheres. Subsequently, the encapsulates were subjected to an accelerated aging process where the concentration of bioactive compounds (anthocyanins and total phenols), antioxidant capacity and anthocyanin bioaccessibility were quantified. It was observed that those encapsulated in ultrasound-modified starch presented a higher concentration of anthocyanins and a greater capacity to inhibit ABTS⁺ and DPPH⁺ radicals, as well as a higher bioaccessibility of anthocyanins compared to native starch.

I. INTRODUCCIÓN

Debido a las necesidades nutricionales que enfrenta la población mundial, la industria alimentaria ha buscado implementar conductas sostenibles que logren garantizar seguridad y nutrición alimentaria para el año 2030; a través de la investigación y desarrollo de suplementos alimenticios, nutraceuticos y la incorporación de diversos compuestos bioactivos a matrices alimentarias. Así mismo, se ha buscado la incorporación de compuestos bioactivos a la industria cosmética y farmacéutica (Cho *et al.*, 2020; Figueiredo *et al.*, 2022).

Es por ello, que se ha recurrido al estudio, caracterización y aplicación de metabolitos secundarios de plantas vasculares, flores y frutos que se caractericen por su alta actividad antioxidante (Fernandes *et al.*, 2019). Dentro de este grupo, *Hibiscus sabdariffa*, también conocida como flor de jamaica o Roselle, es una planta vascular en la cual se han identificado compuestos bioactivos con distinta función en la naturaleza. Donde al utilizar cromatografía de líquidos, lograron identificar más de 18 compuestos fenólicos; siendo la delphinidina 3-O-glucosido, delphinidina-3-O-sambubiosido, y cianidina-3-O-sambubiosido, las antocianinas mayormente presentes (Guardiola & Mach, 2014; Izquierdo-Vega *et al.*, 2020; Montalvo-González *et al.*, 2022). Se ha evaluado el efecto terapéutico de estos compuestos fenólicos presentes en *Hibiscus sabdariffa* en modelos *in silico*, *in vitro* e *in vivo* (Montalvo-González *et al.*, 2022) reportando un efecto importante contra enfermedades cardiovasculares (Talal Al-Malki *et al.*, 2021). Entre las cuales ha mostrado un efecto antihipertensivo (Nwachukwu *et al.*, 2016), antiinflamatorio (Abubakar *et al.*, 2019), antidiabético y antilipidémico (Bule *et al.*, 2020) . Así mismo se le ha atribuido un efecto antiinflamatorio contra la obesidad (Herranz-López *et al.*, 2019).

Sin embargo, dichos compuestos bioactivos son sensibles a cambios en las condiciones fisicoquímicas (pH, temperatura, humedad, a_w , luz) y presencia de enzimas (Enaru *et al.*, 2021). En consecuencia, se busca aplicar técnicas de protección como la microencapsulación, que al utilizar un material pared se adquiera protección y estabilidad contra los procesos de degradación (Ahmad *et al.*, 2018).

Dado de que los biopolímeros son de bajo costo, carecen de toxicidad y se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza, se han vuelto de interés para ser utilizados como material pared (Cabral *et al.*, 2018; Gimbun *et al.*, 2019; Hong *et al.*, 2019; Montoya-Yepes *et al.*, 2023; Muangrat *et al.*, 2019). Entre estos materiales, el almidón ha demostrado brindar una elevada protección y proporcionar una liberación controlada (Tian *et al.*, 2022; Wulff *et al.*, 2020; Xiao *et al.*, 2019; J. Zhu *et al.*, 2019). En la naturaleza existen diferentes fuentes de donde se puede extraer el almidón, el tubérculo malanga en su composición posee más del 80% de almidón. Además, posee un tamaño de granulo muy pequeño (entre 3 y 5 μm) y un porcentaje importante de proteína (hasta 7%), que puede funcionar como material aglutinante en la formación de microcápsulas. Por lo que se ha utilizado para encapsular sustancias hidrofílicas e hidrofóbicas estables durante el almacenamiento (Hoyos-Leyva *et al.*, 2019; Hoyos-Leyva *et al.*, 2018; Rosales-Chimal *et al.*, 2023).

No obstante, el almidón nativo es escasamente soluble y no es capaz de retener mucha agua. Por tal motivo, se ha buscado generar microporos en la superficie del almidón que incrementen la capacidad de retención de compuestos bioactivos (Feng *et al.*, 2012; Mi *et al.*, 2012; Wu *et al.*, 2011; Zhang *et al.*, 2012). Así mismo, se incrementa la interacción entre las cadenas de amilosa y los compuestos a encapsular. En ese sentido, en diversos estudios se han aplicado métodos de modificación físicos, químicos y enzimáticos (Tian *et al.*, 2022). Dentro de los métodos físicos, la modificación por ultrasonido puede generar un proceso llamada cavitación que destruye ciertas estructuras del gránulo de almidón, formando ciertos poros. Además, se ha aplicado una combinación de enzimas amilolíticas como α -amilasa y amiloglucosidasa, que generan una hidrólisis parcial del almidón generando un incremento del área superficial específica al formar estructuras porosas (Majzoobi *et al.*, 2015; Tian *et al.*, 2022; Wu *et al.*, 2011). Por ende, en este estudio se busca, modificar el almidón de malanga de forma física mediante el uso de ultrasonido y enzimática con enzimas amilolíticas, con el fin de incrementar la capacidad de retención de compuestos bioactivos presentes en el extracto de Jamaica.

ANTECEDENTES

2.1 Encapsulación

En la industria alimentaria; al igual que en la cosmética y farmacéutica, la encapsulación es una herramienta útil para brindar protección a ciertos compuestos sensibles a factores ambientales, mediante el uso de un material pared. El objetivo de la encapsulación es proteger y liberar a los compuestos bajo condiciones específicas de temperatura, pH o incluso; tiempo. Aunque en algunos casos, se utiliza con el fin de cubrir características organolépticas desagradables (Alu'datt *et al.*, 2022). No obstante, la industria alimentaria, ha mostrado un nuevo interés hacia la incorporación de compuestos bioactivos estabilizados por encapsulación, buscando el enriquecimiento nutricional, obteniendo beneficios sobre la salud de los consumidores (Kamiloglu *et al.*, 2021).

Algunas ventajas que ofrece el proceso de encapsulación a los compuestos bioactivos son evitar la degradación por la presencia de luz, incremento de temperatura o por presencia de oxígeno en el ambiente. Así mismo, en cuanto a moléculas pequeñas que son altamente volátiles, el atrapamiento en un material pared, podría evitar la pérdida. En los casos donde los compuestos bioactivos tienen su origen en residuos orgánicos, podrían presentar características organolépticas indeseables y podrían enmascararse. En el caso de fármacos y compuestos bioactivos, se busca una liberación controlada para el aprovechamiento en el órgano diana (Zhao *et al.*, 2023).

2.2 Técnicas de encapsulación

El proceso de encapsulación depende de la formación de una pared protectora alrededor del compuesto encapsulado, con el fin de evitar fugas del material núcleo (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018). Existen diversas tecnologías para el proceso de encapsulación; incluyendo procedimientos físicos, químicos y fisicoquímicos (**Figura 1**). La técnica de encapsulación es seleccionada de acuerdo con las características del compuesto a encapsular.

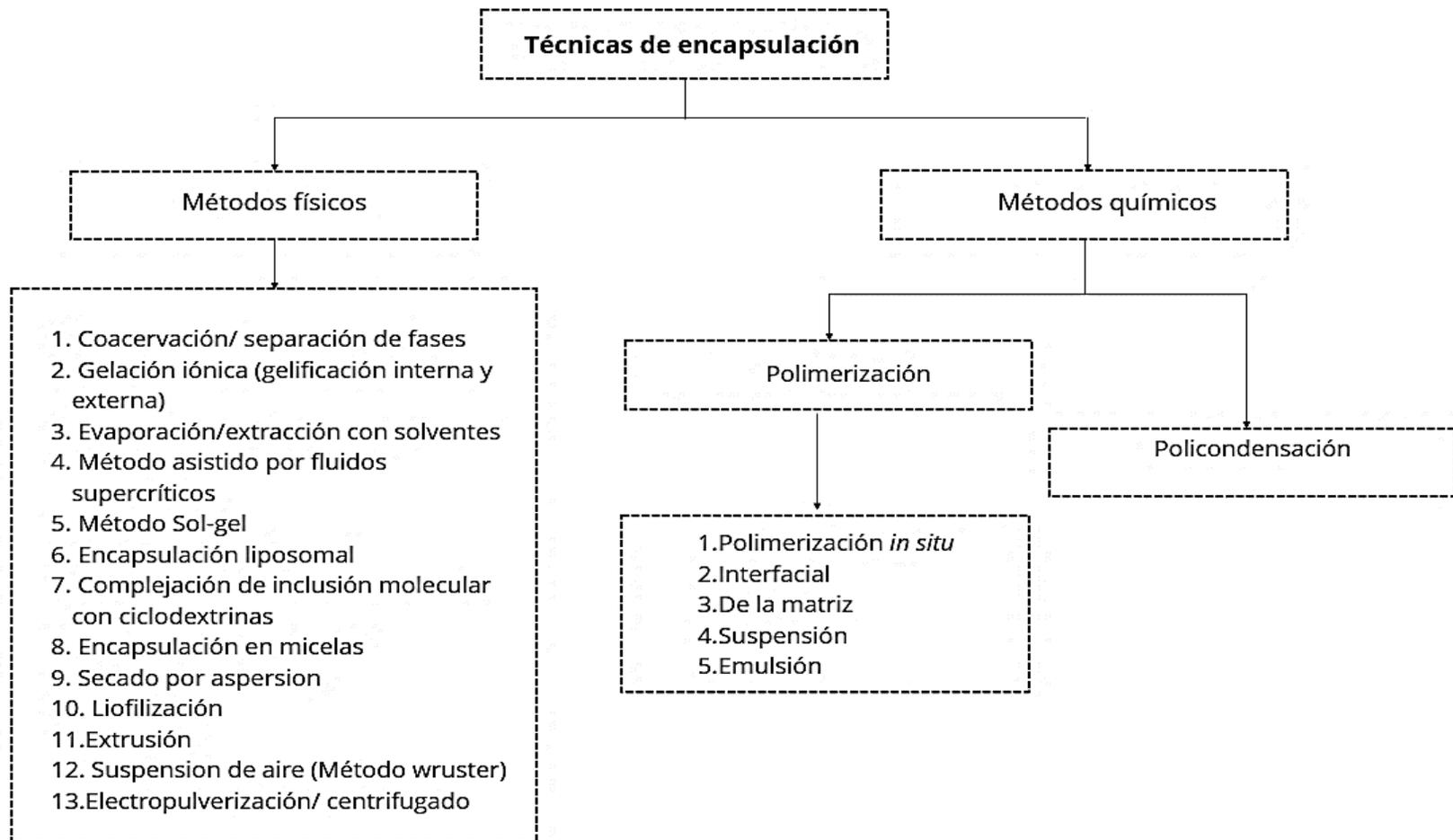


Figura 1. Clasificación de tecnologías de encapsulación.

Adaptado de Ayyaril et al. (2023)

Así mismo, se consideran otros factores como los costos y la posible aplicación futura (Ayyaril *et al.*, 2023). Los métodos físicos consisten en tratamientos mecánicos o fisicoquímicos. Dentro de los cuales, el secado por aspersion ha sido utilizado ampliamente; ya que, presenta múltiples ventajas, como su aplicación en diversos materiales y su bajo costo de producción (Choudhury *et al.*, 2021). En cuanto a las técnicas químicas, las reacciones pueden dividirse en policondensación y polimerización. Donde las reacciones químicas mencionadas surgen a partir de emulsiones, suspensiones o dispersiones (Ayyaril *et al.*, 2023).

2.2.1 Secado por aspersion (Spray drying)

Una de las técnicas más utilizadas para el proceso de encapsulación, es el secado por aspersion. Cuyo proceso es muy simple; descrito en la **Figura 2**, el compuesto a encapsular se homogeniza con el material pared en una solución con baja viscosidad. Dentro del equipo de secado, la muestra entra por un aspersor y se atomiza en pequeñas gotas que son deshidratadas por una fuente importante de aire caliente. Este proceso suele ser a alta temperatura y velocidad de flujo rápida con el fin de evitar daños a los compuestos encapsulados, que al salir son enfriados por otra fuente de aire (Jafari *et al.*, 2023). Se han discutido las razones de uso del secado por aspersion; donde se destaca que su aplicación aporta características de alta calidad y estabilidad a las cápsulas (Speranza *et al.*, 2017). Sin embargo, el material pared juega un papel clave en estas características (Montoya-Yepes *et al.*, 2023).

A nivel laboratorio, el rendimiento podría ser entre 20 y 70%. En cuanto a las condiciones de aplicación, una temperatura de entrada elevada incrementa el rendimiento. Pero, un valor más bajo, evita la degradación. Así mismo, el equipo podría funcionar a una temperatura máxima de entrada de 220 °C. Después del proceso de secado se obtienen tamaños de partícula entre 1-25 µm. Puede funcionar en soluciones acuosas o en solventes orgánicos. Su velocidad de flujo podría llegar a ser de hasta 1 L/h, lo cual depende de la viscosidad de la muestra.

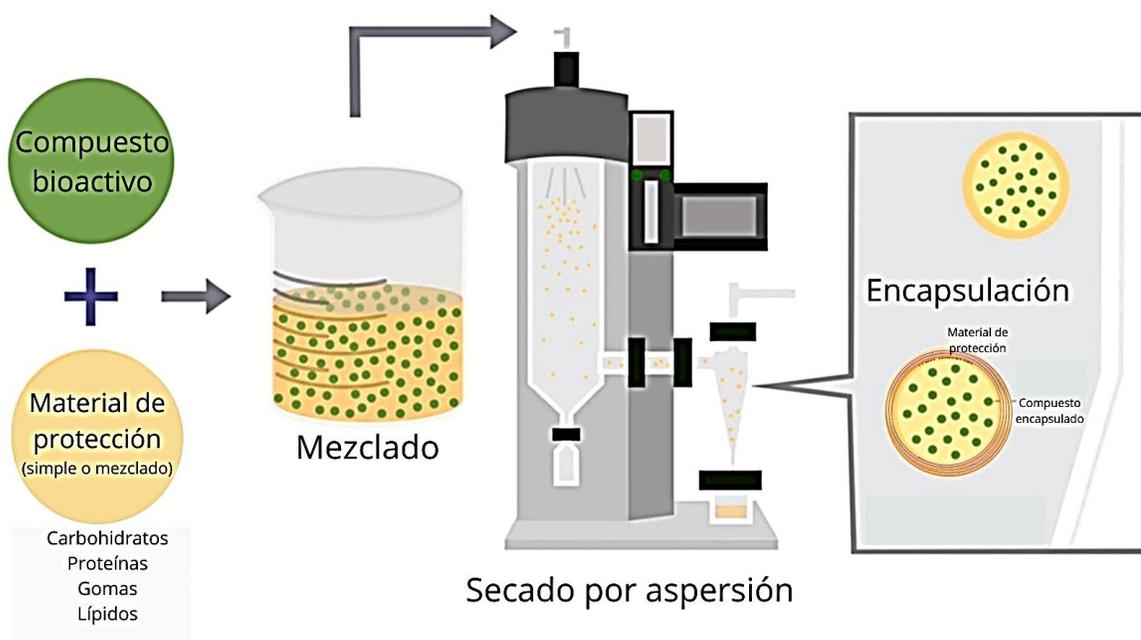


Figura 2. *Proceso de encapsulación en el secado por aspersion.*

Adaptado de Jafari et al. (2023).

2.3 Material pared

El material pared es la protección del material encapsulado. El cual debe ser biodegradable y de nula toxicidad para poder ser consumido (Guo *et al.*, 2021). De acuerdo al mecanismo, el material pared puede formar gotas líquidas, partículas sólidas, gas, entre otras (Zhao *et al.*, 2023). El material pared puede influir en el tipo de sistema de encapsulación donde se pueden formar capsulas con en material encapsulado en el núcleo (mononuclear), o dispersa dentro del material en forma de matriz o polinuclear (Díaz-Montes, 2023).

Las características del material pared deben favorecer el proceso de encapsulación. Tal es el caso del proceso de secado por aspersión; donde la selección del material pared considera la presencia de grupos funcionales, el peso molecular del mismo, el uso de materiales combinados, las características de solubilidad y la concentración necesaria para brindar protección (Díaz-Montes, 2023). Donde, el material pared debe tener la capacidad para formar películas, debe ser poco permeable, altamente soluble en agua y presentar baja viscosidad en solución (incluso en altas concentraciones), lo cual favorece la velocidad de flujo en el proceso de secado por aspersión. Además, el material pared debe proporcionar una liberación controlada en el órgano diana (Vijeth *et al.*, 2019). A su vez, el material pared se selecciona de acuerdo con las características de solubilidad del material a encapsular (Zhao *et al.*, 2023).

Los biopolímeros presentan las características necesarias para ser utilizados como material pared en el proceso de encapsulación (Montoya-Yepes *et al.*, 2023). En ese sentido las biomoléculas han sido ampliamente utilizadas en el proceso de encapsulación, según se observa en el **Cuadro 1** (Montoya-Yepes *et al.*, 2023). Dichos polímeros naturales se clasifican en dos grandes grupos; los polímeros de proteínas y de carbohidratos (Vijeth *et al.*, 2019). Así pues, los polisacáridos, formados a partir de enlaces glucosídicos como el almidón (sintetizado en fuentes vegetales), la quitina (en animales como los insectos), algunas gomas y dextranos (en microorganismos) son materiales versátiles en el proceso de encapsulación (Díaz-Montes, 2023).

Cuadro 1. Tipos de material pared utilizados en el proceso de encapsulación.

Material pared	Tipo	Propiedad
Gomas	Arábica, alginato de sodio, carragenina.	Puede formar geles elásticos blandos.
Carbohidratos	Almidón y sus derivados, dextrano, sacarosa.	Capacidad hidrocoloidal. Útil para el proceso de secado por aspersión y liofilización.
Proteínas	Gelatina, albumina.	Capacidad de retención de agua, gelificación, emulsificación.
Lípidos	Ácido esteárico, fosfolípidos, cera de abejas	Forma una buena barrera protectora contra gases y vapor de agua.
Celulosa	Celulosa	Útil para la formación de películas.
Chitosan	Chitosan	Forma una buena barrera protectora contra gases y vapor de agua.

Adaptado de Choudhury et al. (2021).

2.3.1 Almidón

El almidón, es un carbohidrato que forma parte de la reserva de energía en diversas fuentes como tubérculos, cereales y leguminosas (Zhao *et al.*, 2023). La fuente de obtención definirá sus características de forma tamaño y propiedades fisicoquímicas. Donde existen almidones de gránulo inferior a $1\mu\text{m}$ hasta $100\mu\text{m}$, el gránulo puede encontrarse en forma esférica, ovalada o plana (Apriyanto *et al.*, 2022). Está compuesto por unidades de D-glucosa. Se compone de dos estructuras principales: amilosa y amilopectina (**Figura 3**). La amilosa (**Figura 3a**) presenta uniones mayoritariamente lineales con enlaces de tipo α -1,4. La estructura de la amilosa tiene un peso aproximado a 10^6 Da. Suele ser la estructura minoritaria en una porción casi indetectable, aunque puede alcanzar una porción máxima de hasta 70% (Apriyanto *et al.*, 2022; Zhao *et al.*, 2023).

A la par, la amilopectina (**Figura 3b**) es una estructura de mayor peso molecular (10^8 Da), se forma a partir de una cadena inicial con enlaces α -1,4 y presenta ramificaciones con enlaces α -1,6. Las cadenas se empaquetan en forma de doble hélice gracias a los grupos hidroxilos ubicados en las posiciones C_2 , C_3 , C_6 , formando laminas ordenadas por regiones amorfas y cristalinas llamadas alomorfos (Díaz-Montes, 2023; Ma *et al.*, 2023). La conformación de alomorfos puede ser de tipo A, B o C. La diferencia entre los tipos de conformaciones depende del número de moléculas de agua dentro de la estructura, siendo el tipo A la conformación más estable (Ai & Jane, 2018; Apriyanto *et al.*, 2022).

El almidón puede ser un recurso útil en el proceso de encapsulación, debido a su bajo costo y diversa funcionalidad; desde su estructura granular, su tamaño, la unión con proteínas, la temperatura de gelatinización y el contenido de amilosa. Cada estructura (amilosa y amilopectina) cumple una función específica como material pared (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018; Montoya-Yepes *et al.*, 2023).

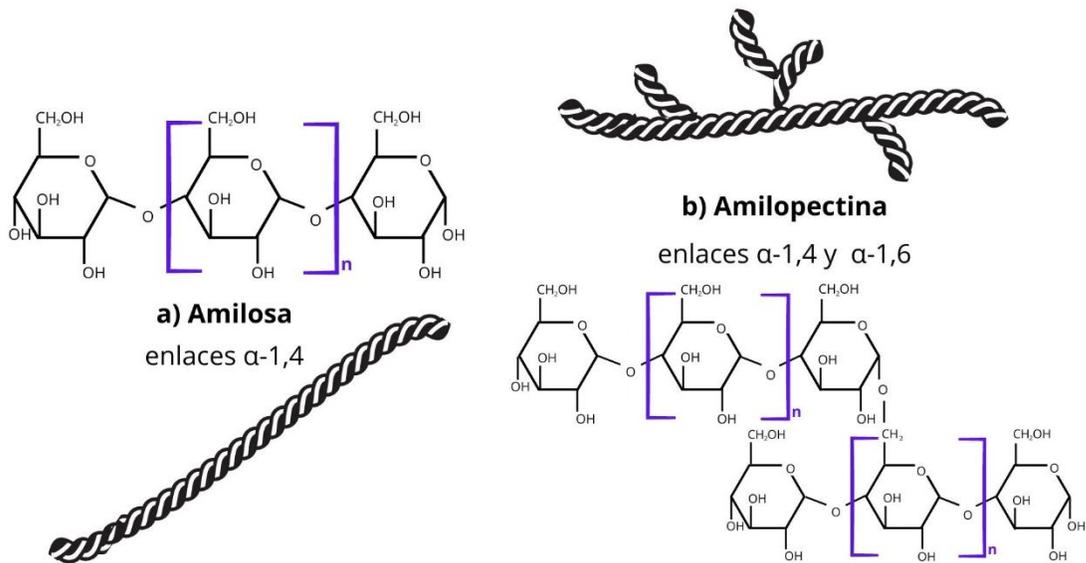


Figura 3. Estructura de amilosa y amilopectina.

Adaptado de Zhao et al., (2023).

En cuanto a la amilosa, su estructura lineal en cadenas de doble hélice favorece las interacciones inter e intramoleculares con compuestos encapsulados, donde se ha discutido la formación de complejos de inclusión con lípidos o compuestos hidrófobos. Además, actúa en la formación de geles, actuando como una barrera superficial dejando el material encapsulante en el centro. Esto a su vez evita el paso de gases como CO₂ y O₂, que pueden degradar a los compuestos bioactivos. Así mismo, valores bajos de viscosidad favorecen el proceso de secado por aspersión, lo que sucede en almidón con alto contenido de amilosa (Jafari *et al.*, 2023; Montoya-Yepes *et al.*, 2023; Zhao *et al.*, 2023). Por el contrario, la amilopectina presenta una mayor estabilidad en solución y a procesos de congelación y descongelación. Sin embargo, sus cadenas ramificadas generan impedimento estérico, lo cual reduce las interacciones con los compuestos encapsulados (Li, 2023; Zhao *et al.*, 2023).

2.3.2 Sistema de encapsulación con almidón

El uso del almidón como material encapsulante, puede generar diversos sistemas para favorecer la estabilidad a los encapsulados. En ese sentido, es muy importante la naturaleza de los gránulos de almidón; como el tipo de gránulo la fuente de obtención, el tamaño y en algunos casos la aplicación de métodos de modificación del almidón para obtener dicho sistema (Guo *et al.*, 2021). En el **Cuadro 2** se resumen los tipos de sistemas de encapsulación, así como sus características y los procesos de encapsulación. Dentro de los cuales, el almidón poroso se ha obtenido de fuentes naturales como el maíz y mediante la modificación de enzimas o procedimientos físicos como el ultrasonido. Así como, la combinación de métodos de modificación (Dura *et al.*, 2014; Ji, 2021; Majzoobi *et al.*, 2015; Wu *et al.*, 2011). Además, los agregados moleculares son obtenidos en almidones de gránulos pequeños con la adición de un agente aglomerante o en gránulos de almidón unidos a proteínas. En fuentes tales como arroz, amaranto y malanga (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018; Tari *et al.*, 2003).

Cuadro 2. Tipos de sistemas de encapsulación a base de almidón.

	Características	Modificación del almidón o tratamiento previo	Proceso de encapsulación	Referencias
Almidón poroso	El almidón muestra poros superficiales y presenta un área superficial específica mayor.	El almidón de maíz y trigo tiene de forma natural poros superficiales. Sin embargo, se pueden aplicar técnicas como el uso de enzimas, solventes químicos, combinación de enzimas con tratamientos físicos.	Se ha utilizado en el secado por aspersión. Además, puede aplicarse en otros sistemas como los microgeles o los agregados.	Ji (2021); Wu <i>et al.</i> (2011).
Agregados moleculares	El almidón, de acuerdo con su forma y asociación con proteínas o lípidos crea aglomerados que limitan la acción enzimática.	Suele ocurrir de forma natural en algunos almidones de granulo pequeño como el arroz, malanga y amaranto. La reducción de tamaño puede favorecer la formación de agregados.	Secado por aspersión y liofilización.	Hoyos-Leyva <i>et al.</i> (2018b); Ma <i>et al.</i> (2023); Tari <i>et al.</i> (2003).
Micro geles	El almidón es sometido a tratamientos térmicos.	Se suele complementar con la modificación química incorporando octenil succínico anhídrido (OSA).	Fluidos supercríticos, interacciones electrostáticas, secado por aspersión y liofilización.	Guo <i>et al.</i> (2021); Torres <i>et al.</i> (2017).
Partículas normales	Mezcla entre el almidón y el compuesto encapsulado.	El almidón se puede encontrar en forma nativa o modificado.	Secado por aspersión, liofilización y extrusión.	Guo <i>et al.</i> , (2021).

Adaptado de Guo et al. (2021).

2.3.3 Modificación del almidón

A pesar de que el almidón es un buen material encapsulante, algunos autores han recurrido a técnicas de modificación con el fin de mejorar sus características de protección. Entre las cuales, se busca reducir la viscosidad e incrementar la capacidad de hinchamiento y solubilidad. Por lo que, se aplican métodos que pueden utilizarse solos o combinados (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018). Los métodos de modificación pueden ser de tipo físico, enzimático o químico. Algunas de estas modificaciones se presentan en la **Figura 4**. Los métodos físicos, suelen ser amigables con el ambiente. Pueden tener dos posibles enfoques; térmico o no térmico. Dentro de los métodos no térmicos, se aplica fuerza física a través de molinos, altas presiones hidrostáticas, radiación y ultrasonido (He *et al.*, 2023). Este último se entiende como un proceso al que se le aplica una frecuencia superior a 16 kHz, lo cual produce un efecto llamado cavitación; el cual se basa en la producción de ondas que por el choque que generan burbujas con el almidón y estas a su vez agrietan o perforan la superficie granular del almidón. Además, ocurre un proceso de despolimerización (**Figura 5**) en la estructura de doble hélice, donde las cadenas se desdoblan dejando expuestos radicales de hidrogeno e hidroxilo, los cuales podrían formar interacciones con los compuestos bioactivos (Wang *et al.*, 2020).

A su vez, la modificación enzimática, puede mejorar las propiedades de encapsulación, dependiendo el tiempo de hidrólisis, la temperatura necesaria para la reacción y la enzima utilizada. Como se ha mencionado anteriormente, el almidón poroso tiene una alta capacidad de adherencia en el proceso de encapsulación. Mediante el uso de enzimas, se puede obtener este sistema. Este tipo de almidón puede tener un efecto esponja (Leyva-López *et al.*, 2019). Sin embargo, las características del gránulo pueden variar de acuerdo con la fuente de almidón. Por ejemplo, se ha visto que, en gránulos muy comprimidos o pequeños, el efecto enzimático de α -amilasa y amiloglucosidasa ocurre de forma superficial (Benavent-Gil & Rosell, 2017).

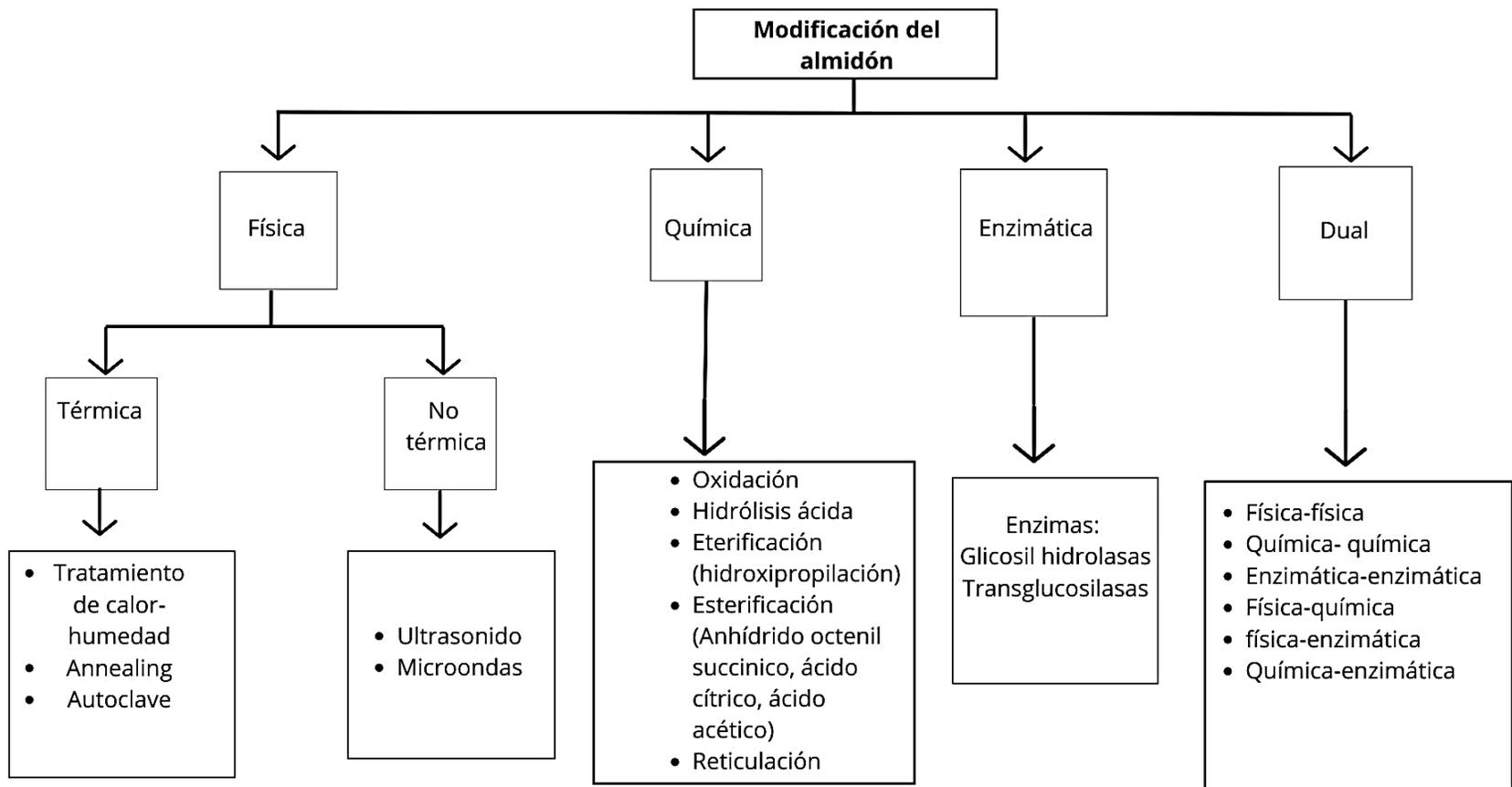


Figura 4. *Modificación del almidón.*

Adaptado de León-Méndez et al. (2020); Punia Bangar et al. (2022)

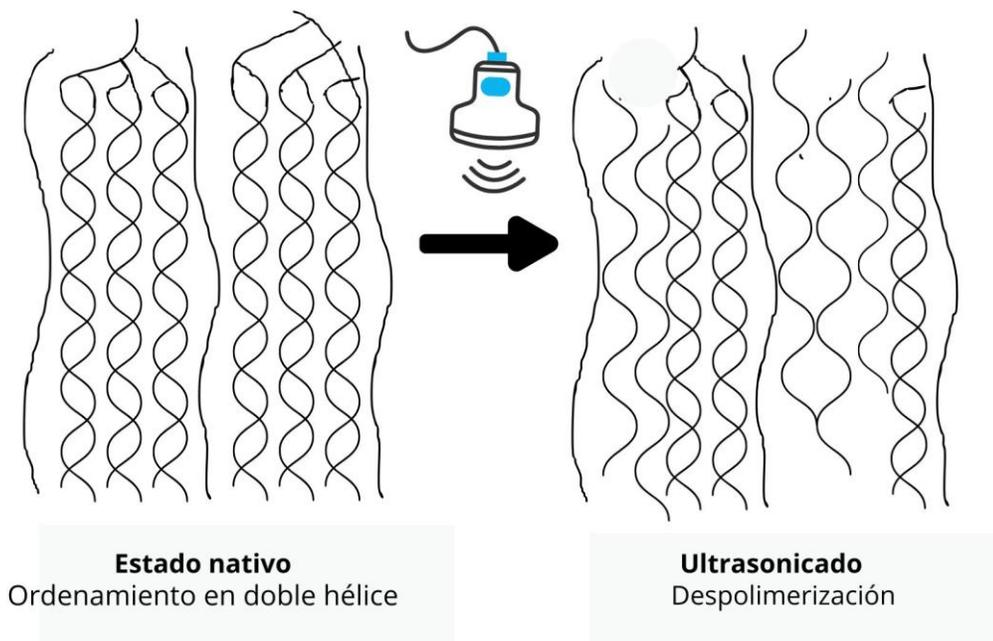


Figura 5. Efecto de la modificación con ultrasonido sobre la doble hélice del almidón.

Adaptado de He et al. (2023).

Otro de los beneficios del uso de enzimas en la modificación del almidón es que no se obtienen subproductos indeseables o secundarios (Punia Bangar *et al.*, 2022). Además, propiedades como la tendencia a la retrogradación, la capacidad de hidratación o deshidratación y el porcentaje de cristalinidad, también suelen verse modificadas (Benavent-Gil & Rosell, 2017; Punia Bangar *et al.*, 2022). Así mismo, algunos autores han realizado un tratamiento previo con el uso de ultrasonido y posteriormente se realiza un tratamiento enzimático, demostrando así una mayor eficiencia en el proceso de hidrólisis (Cheng *et al.*, 2017; Wang *et al.*, 2020).

2.3.4 Almidón de malanga

El tubérculo *Colocasia esculenta* (L.) Scott, también llamado malanga o taro, es parte de la familia *Areaceae*. Su origen geográfico es la zona tropical del sur y sudeste de Asia. En México, los estados principales de producción son Oaxaca, Nayarit y Veracruz (Nazario-Lezama *et al.*, 2020). En el mundo, la producción anual es de aproximadamente 229,088 toneladas. En relación con la producción de tubérculos, la malanga, es el cuarto cultivo más importante, donde los tres primeros lugares son ocupados por la yuca, la papa y papa dulce (Legesse & Bekele, 2021). Sin embargo, durante el almacenamiento, existe una pérdida de aproximadamente el 30% del cultivo. Por lo que, se ha buscado procesar y aplicar (Nagar *et al.*, 2021).

Este tubérculo es una fuente importante de almidón, representado entre el 70-80% de su composición (Agama-Acevedo *et al.*, 2011). Diversos autores han estudiado la relación amilosa-amilopectina, debido al efecto que presenta sobre las propiedades fisicoquímicas y su aplicación, oscilando con una proporción de amilosa de 2.5-35.9% (Nagar *et al.*, 2021). Los cultivares mexicanos, han mostrado contenido de amilosa de 2.5% (Agama-Acevedo *et al.*, 2011). Por otro lado, en el almidón de malanga se suelen encontrar residuos de moléculas más pequeñas, tales como proteínas, grasas y cenizas (minerales), las cuales también pueden influir en las propiedades funcionales del almidón (Nagar *et al.*, 2021).

En cuanto a su morfología, presenta una estructura poligonal irregular, con un tamaño de gránulo muy pequeño (1-5 μm), lo cual favorece la formación de agregados esféricos en el proceso de encapsulación. Esto se debe a la unión del almidón a proteínas globulares propias del tubérculo. Estas proteínas se encuentran en una relación entre 5-7% brindando un efecto aglutinante. Se ha discutido que la formación de aglomerados se debe a que la carga eléctrica de las proteínas que se unen al almidón es positiva y se posiciona en la parte externa del mismo, lo cual favorece la interacción con otros gránulos de almidón (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018).

Asimismo, el almidón de malanga presenta características peculiares, como el patrón de difracción. En tubérculos el patrón suele ser de tipo B y C. No obstante, el almidón de malanga ha mostrado un patrón de tipo A, el cual consta de cristales más compactos, lo que puede influir tanto en las propiedades de empastado como la viscosidad pico y final. También guarda una relación directa con el proceso digestivo, limitando el acceso al ataque enzimático (Setiarto *et al.*, 2020).

Por lo anterior, el almidón de malanga se ha estudiado como un buen agente espesante para la industria alimentaria en productos como helado, yogurt, salsa de tomate y alimentos para bebés (Sameen *et al.*, 2016; Sit *et al.*, 2014). Así mismo, muestra una buena capacidad estabilizante y de formación de películas en el desarrollo de empaques biodegradables (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018). Además, se ha evaluado su aplicación como excipiente en la elaboración de fármacos, brindando estabilidad al paracetamol (Nagar *et al.*, 2021). A la par, se ha utilizado en el proceso de encapsulación de bacterias ácido lácticas brindando estabilidad de hasta 30 días a condiciones de temperatura elevada (Alfaro-Galarza *et al.*, 2020).

Dado que el almidón de malanga presenta picos de viscosidad máxima y de retrogradación muy altos, débil resistencia a tratamientos térmicos, escasa capacidad de retención de agua, diversos autores han recurrido al uso de procesos de modificación químicos, físicos, enzimáticos y combinados. Lo cual, ha tenido un efecto sobre las propiedades fisicoquímicas, ampliando así su posible aplicación (Setiarto *et al.*, 2020). En el

Cuadro 3, se muestran los tipos de modificación aplicados en almidón de malanga, donde también se muestra el efecto sobre sus propiedades fisicoquímicas.

Finalmente, el almidón de malanga ha presenta propiedades favorables para el proceso de encapsulación tanto en su forma nativa como modificado. Por lo que se ha utilizado para la encapsulación de extracto de antocianinas (Rosales-Chimal *et al.*, 2023), polifenoles de té (Shao *et al.*, 2018), ácido ascórbico (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018), bacterias ácido lácticas (Alfaro-Galarza *et al.*, 2020).

Cuadro 3. Modificaciones en almidón de malanga y beneficios tecnológicos.

Tipo de modificación	Tratamiento aplicado	Efecto sobre las propiedades fisicoquímicas	Referencias
Química	Acetilación (anhídrido acético).	Se mostró un aumento en la solubilidad y poder de hinchamiento.	Getachew <i>et al.</i> (2020).
	Citrición (adición de ácido cítrico).	Mayor tamaño de partícula y viscosidad del almidón. Además, disminuyó el poder de hinchamiento, la solubilidad y entalpía de gelatinización.	Pachauu <i>et al.</i> (2018).
	Acetilación, fosforilación y succinilación.	Se observó un incremento de la zona amorfa en el patrón de difracción.	Rincón-Aguirre <i>et al.</i> (2018).
Enzimática	α -amilasa	Mayor poder de hinchamiento y solubilidad. Menor contenido de amilosa y disminución de la capacidad de absorción de agua.	More <i>et al.</i> (2018).
	Celulasa y Xilanasa.	Mayor estabilidad de congelación y descongelación.	Sit <i>et al.</i> (2015).

Cuadro 4. Modificaciones en almidón de malanga y beneficios tecnológicos (continuación).

Física	Pregelatinización y Microondas.	Incrementa la capacidad de absorción de agua y densidad aparente.	Arinola (2019).
	Pregelatinización con autoclave.	La producción de almidón pregelatinizado se acelera al aumentar la temperatura.	More <i>et al.</i> (2017); Wardana <i>et al.</i> (2019).
	Ultrasonido a diferentes amplitudes.	Mayor estabilidad térmica y viscosidad y menor temperatura de gelatinización y cristalinidad.	Martins <i>et al.</i> (2020).
	Tratamiento de calor y humedad.	Se alteró la forma poligonal, la estabilidad térmica y la entalpía.	Hamzah & Siti, (2012).
	Autoclave y annealing	Las mejores condiciones se obtuvieron en el almidón enfriado.	Setiarto <i>et al.</i> (2020).
	Microondas, calor y humedad.	Mayor concentración de amilosa, menor cristalinidad y mayor estabilidad en la congelación y descongelación.	Deka & Sit, (2016).
	Calor y humedad, microondas y ultrasonido.	Las propiedades de hinchazón, solubilidad, claridad y pasta se vieron afectadas por el tipo de técnica de modificación utilizada. La estabilidad de congelación y descongelación mejoró para el almidón modificado por microondas, calor y humedad.	Das & Sit (2021).

Cuadro 5. Modificaciones en almidón de malanga y beneficios tecnológicos (continuación).

Dual	Hidroxipropilación y reticulación.	Disminuye la concentración de amilosa e incrementa la viscosidad.	Hazarika & Sit (2016).
	Calor y humedad, oxidación y acetilación.	Mayor solubilidad en almidones modificados. Mayor concentración de amilosa, menor cristalinidad y mayor estabilidad en la congelación y descongelación.	Alam & Hasnain (2009).
	Ultrasonido y ácido málico.	El almidón conservó su estructura cristalina original, tuvo menos solubilidad y retrogradación que el almidón nativo.	Hu <i>et al.</i> (2019).
	Esterificación y molienda de bolas.	Para producir emulsionantes de partículas mejorados a base de almidón.	Liu <i>et al.</i> (2018).
	Calentamiento en seco con gomas iónicas	Reducción de la claridad del empastado, reducción del poder de hinchamiento, la solubilidad y los valores de color.	Pramodrao & Riar (2014).
	Presión osmótica, reticulación y acetilación.	Mayor poder de hinchamiento y solubilidad. Óptimo para utilizar como agentes espesantes.	Karmakar <i>et al.</i> (2014).

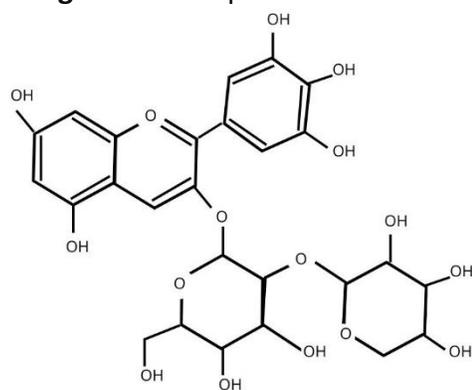
Fuente: Adaptado de Setiarto *et al.* (2020).

2.4 *Hibiscus Sabdariffa*

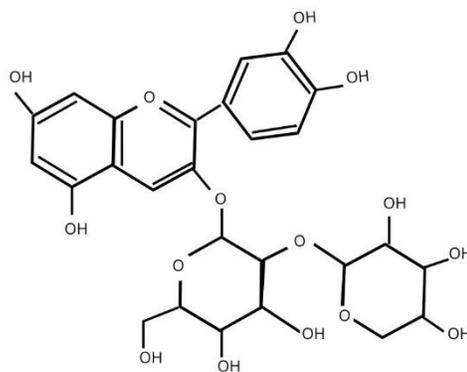
También conocida como flor de jamaica. De la familia *Malvaceae*; *Hibiscus Sabdariffa* es una planta ampliamente cultivada en el mundo. Principalmente, en países del Sudeste Asiático como China e India y algunos otros países como Egipto, Sudán, Nigeria, México, entre otros (Montalvo-González *et al.*, 2022). La producción de dicha planta es anual; en México, la producción anual aproximada es de 18,000 hectáreas, siendo Guerrero, Michoacán y Oaxaca los principales efectos productores (Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias, 2024). Entre sus características principales, presenta cálices de color rojo atribuido a una alta concentración de antocianinas. Dentro de las cuales, se considera que delfinidina-3-glucósido y cianidina-3-glucósido son las principales y se encuentran en mayor concentración, cuya estructura corresponde a la **Figura 6**. Sin embargo, en el extracto también se pueden encontrar delfinidina-3-glucósido y cianidina-3-glucósido. Además, presenta algunos otros compuestos fenólicos como ácidos fenólicos (protocatecuico, clorogénico, cafeico y gálico). También se han encontrado diversos flavonoides como miricetina y quercetina. De igual manera se ha identificado una importante concentración de ácidos orgánicos, uno de los cuales solo se encuentra en esta planta como parte de la naturaleza; el ácido hibiscus. Otros ácidos orgánicos presentes son el cítrico, málico y tartárico (Sapian *et al.*, 2023).

Se le atribuye un efecto medicinal contra enfermedades cardiovasculares, tales como; hipertensión. Ya que muestra un efecto cardioprotector. Así mismo, presenta actividad antiinflamatoria, demostrando un efecto contra la obesidad, diabetes y algunas enfermedades hepáticas. Estos usos medicinales tradicionales han creado un interés en el área de la investigación científica. Por lo que se ha recurrido a estudios *in vitro*, *in vivo* e *in situ* que muestren su efecto para el control de dichas enfermedades. Donde además se ha estudiado su efecto contra algunos tipos de cáncer, generando así apoptosis en células responsable de leucemia y melanoma. Este efecto contra dichas enfermedades se ha vinculado completamente con las dos antocianinas mayoritarias (**Figura 6**) (Khan *et al.*, 2022).

Figura 6. Principales antocianinas presentes en el extracto acuoso de jamaica.



Delphinidina-3-sambubiosido (D3S)



Cianidina-3-sambubiosido (C3S)

En la industria alimentaria, la jamaica se puede encontrar de múltiples formas; los cálices secos o frescos son vendidos para la preparación de bebidas. Así mismo, el extracto en polvo o presentación del extracto líquido. También se utiliza en la elaboración artesanal de jaleas, licores, helados y en algunos casos se consume como sustituto de café. Además, se ha observado, que el consumo del extracto acuoso de jamaica, puede inhibir la acción enzimática de α -amilasa y α -glucosidasa, reduciendo así la digestibilidad de carbohidratos. Por otro lado, se puede conseguir como tabletas de extracto en forma de suplemento alimentario (Montalvo-González *et al.*, 2022; Sopian *et al.*, 2023).

Dado que el efecto terapéutico se asocia con las antocianinas presentes en la jamaica, se ha buscado incrementar la estabilidad de éstas, mediante la microencapsulación, según se muestra en el **Cuadro 4**. Encontrando el extracto como comprimidos de píldoras o polvo (Khan *et al.*, 2022).

Cuadro 6. Encapsulación del extracto de Jamaica.

Material pared	Método de encapsulación	Propiedades	Referencia
Almidón modificado (por hidrólisis ácida, succinilación y extrusión) de <i>Canna indica L.</i>	Secado por aspersión	Actividad antimicrobiana	Gómez-Aldapa <i>et al.</i> (2019)
Masa de pared celular de levadura <i>S. cerevisiae</i> (compuesta principalmente por β -glucanos y proteínas)	Liofilización	Concentración de antocianinas retenidas	Nguyen <i>et al.</i> (2022)
Maltodextrinas	Secado por aspersión	Capacidad antioxidante	Nguyen <i>et al.</i> (2022)
Maltodextrina-trehalosa (1:1)	Secado por aspersión	Capacidad antioxidante	Millinia <i>et al.</i> (2024)
β -ciclodextrinas y proteínas	Secado por aspersión	Estabilidad térmica	Li <i>et al.</i> (2022)
Emulsión con aceite de rapsia/pectina	Gelificación iónica	Estabilidad durante el almacenamiento	Moura <i>et al.</i> (2018)

II. JUSTIFICACIÓN

Dado que el extracto acuoso de jamaica ha mostrado una elevada concentración de compuestos bioactivos, existe un nuevo interés por su aplicación como ingrediente funcional. Su composición fitoquímica consta principalmente de compuestos fenólicos, dentro de los cuales, las antocianinas se encuentran mayormente presentes. Dichos compuestos fenólicos presentan efectos positivos sobre la salud humana. Donde se destaca su capacidad antihipertensiva y antiinflamatoria. En el proceso digestivo, las antocianinas son absorbidas principalmente en las células epiteliales del intestino delgado. Sin embargo, son sensibles a cambios en las condiciones ambientales, tales como, la presencia de enzimas, la humedad, el incremento de temperatura o cambios de pH. Por lo que suelen degradarse y esto evita que su efecto benéfico se aproveche.

En ese sentido, la microencapsulación podría ser una alternativa favorable para brindar transporte y protección a dichos compuestos bioactivos. Ya se ha reportado que el almidón de malanga puede ser óptimo para ser utilizado como material pared en el proceso de encapsulación. Sin embargo, se busca incrementar la capacidad de protección del almidón y tener una mayor estabilidad. Por lo que, en este estudio se aplicó un tratamiento sinérgico (ultrasonido-enzimas), favoreciendo la formación de poros y buscando incrementar el área de contacto entre el extracto a encapsular y los grupos OH de la amilosa y amilopectina, favoreciendo la interacción entre las cadenas de amilosa con los compuestos químicos a encapsular.

III. HIPÓTESIS

La microencapsulación es una alternativa favorable para brindar transporte y protección a compuestos bioactivos de jamaica utilizando como material pared almidón de malanga poroso. El almidón de malanga modificado por ultrasonido y enzimas amilolíticas incrementa la exposición de grupos OH en cadenas simples de glucosa, lo que podría incrementar la interacción de las cadenas de amilosa con los compuestos químicos a encapsular. Lo que podría ser óptimo para generar una liberación controlada.

IV. OBJETIVOS

5.1 General

Evaluar el almidón de malanga nativo y modificado como material pared en la encapsulación del extracto acuoso de jamaica mediante secado por aspersión.

5.2 Específicos

1. Modificar el almidón de malanga de forma física, enzimática y dual para incrementar su capacidad de retención de compuestos bioactivos.

2. Caracterizar morfológica y fisicoquímicamente los almidones de malanga nativo y modificados.

3. Cuantificar la concentración de compuestos fenólicos totales en el extracto acuoso de jamaica encapsulado para evaluar la eficiencia del almidón como material pared.

4. Evaluar la estabilidad de los encapsulados por medio de la cuantificación de compuestos bioactivos durante el almacenamiento.

5. Determinar la bioaccesibilidad *in vitro* de los encapsulados para evaluar la capacidad del material pared como medio de liberación controlada de las antocianinas.

V. MATERIALES Y MÉTODOS

6.1 Materia prima

Se utilizó el tubérculo de malanga (*Colocasia esculenta (L.) Shott*) para la obtención del almidón, el cual fue adquirido de la localidad de Actopan, Veracruz, México. Los cálices de jamaica (*Hibiscus sabdariffa*) para la obtención del extracto acuoso fueron adquiridos del Estado de Guerrero, México.

6.2 Métodos

En la **Figura 7** se presenta el proceso general de esta investigación desde la modificación del almidón hasta su aplicación como material pared. Así mismo, la caracterización del almidón y los encapsulados.

6.2.1 Aislamiento del almidón

Para la obtención de almidón nativo, se utilizó la metodología descrita por Rosales-Chimal *et al.* (2023). El tubérculo se lavó y peló con el fin de eliminar la cáscara, posteriormente se cortó en cubos pequeños. Para la extracción del almidón se utilizó una relación de 1:2 malanga: agua. Se colocó 1 kg de trozos de malanga y 2 L de agua en una licuadora industrial (Waring Commercial, CB15 4-L, Estados Unidos) en un proceso de corto tiempo y baja velocidad. Donde se licuó por 40 segundos. Este proceso se repitió 10 veces. La mezcla se tamizó a través de una malla 40 (0.425 mm) y posteriormente en una malla 100 (0.15 mm), se dejó reposar durante 2 días y se lavó repetidamente hasta obtener un líquido claro en la superficie y sólidos (almidón) en el fondo. El almidón fue decantado y se desechó el líquido. Utilizando una centrífuga (Rotina 420 Hettich) a 878 xg durante 8 min, se recuperó el almidón. La muestra de almidón se deshidrató en un horno de charolas (horno marca APEX modelo SSE 17 M, Estados Unidos) a 45 °C por 24 h. Finalmente, el almidón seco se molió, se tamizó en malla 100 (0.15 mm), y por último fue almacenado en un recipiente de plástico hermético a 25 °C hasta su posterior uso.

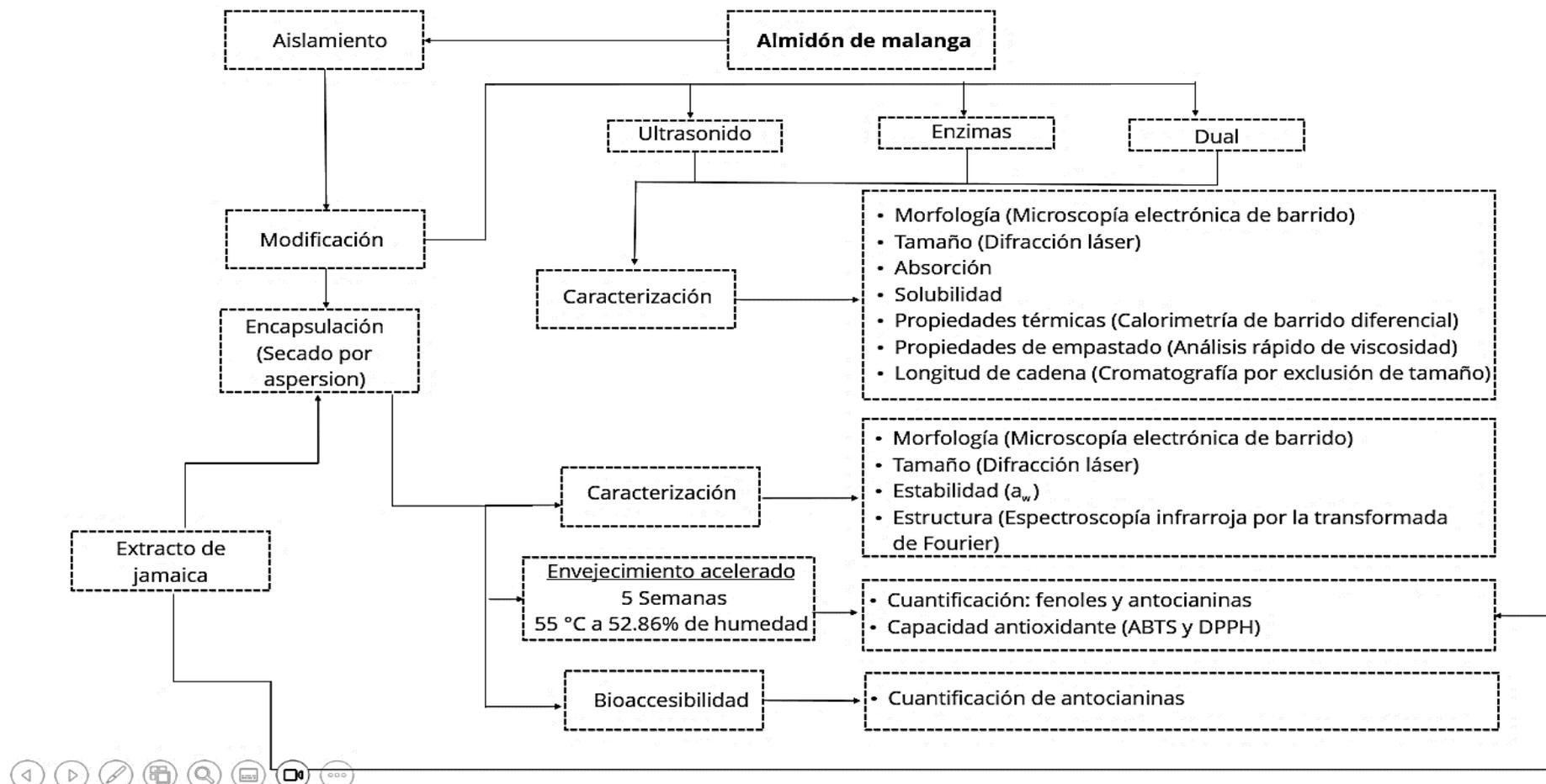


Figura 7. Diagrama del planteamiento experimental.

6.2.2 Modificación del almidón

6.2.2.1 Física

Para la modificación física se utilizó ultrasonido siguiendo la metodología de Martins *et al.* (2020) con algunas adaptaciones. Se utilizó una solución de almidón de malanga en agua destilada a una concentración del 20% (p/p), con un procesador de ultrasonido (Sonics & Materials Inc., VCX-1500, Newtown, CT, Estados Unidos) a una potencia de 1500 W, frecuencia constante de 20 kHz y amplitud de onda de 95%, aplicando 40 minutos de sonicación, en dos tratamientos de 20 minutos con un intervalo de 10 minutos, aplicando tiempos de impulso de onda de 2 segundos de encendido y 4 segundos de apagado.

6.2.2.2 Enzimática

La hidrólisis enzimática se realizó de acuerdo a la metodología propuesta por Leyva-López *et al.* (2019), con algunas modificaciones en el tiempo de aplicación. La muestra de almidón de malanga se disolvió en buffer de acetato de sodio (50 mM, pH 4.02) a 25% (p/v), se agregó una mezcla de enzimas α -amilasa (A3306, Sigma Aldrich) y amiloglucosidasa (E-AMGDF, Megazyme) (10 U/g de almidón) durante 20 horas, en un baño de agua a 30 °C, con agitación magnética a 380 rpm. La hidrólisis se terminó con la neutralización del pH con NaOH 1M. Posteriormente, la muestra de almidón se centrifugó y se eliminó el solvente. Los hidrolizados se lavaron con agua destilada centrifugando a 3500 xg durante 10 minutos, el procedimiento se repitió tres veces. La mezcla se dejó en reposo, se separó el sobrenadante y los sólidos se secaron en un horno a 35 °C durante 24 h. Una vez que la muestra se secó, el almidón se molió y se tamizó pasando a través de un tamiz malla del número 100 (0.15 mm), y se almacenó en un contenedor sellado hasta su análisis.

6.2.2.3 Modificación Dual

Para la modificación dual, se realizó mediante la metodología descrita en la sección 6.2.2.1 descrita para la modificación por ultrasonido. Posteriormente el almidón sonicado,

se modificó enzimáticamente de acuerdo con la metodología propuesta en la *sección* 6.2.2.2.

6.2.3 Caracterización morfológica del almidón

6.2.3.1 Microscopía electrónica de barrido

Para evaluar la morfología de los gránulos de almidón se utilizó un Microscopio electrónico de barrido marca JSEM 35CX, Japan Electronic Optical Limited, Japan. La metodología aplicada fue la reportada por Paredes-López *et al.* (1989). Donde la muestra fue colocada en una cinta doble cara de cobre y recubierta con una capa de carbón de 20 nm. Posteriormente, la muestra fue recubierta por una capa de oro de 50 nm en un ionizador JEOL, Tokio, Japón a un voltaje de 8 kV.

6.2.3.2 Distribución del tamaño del gránulo

Utilizando un equipo Mastersizer 2000 (Malvern Instruments Ltd., Worcestershire, UK) se aplicó difracción láser para la determinación del tamaño de partícula de los gránulos del almidón. Tomando como condiciones de uso las implementadas por Alfaro-Galarza *et al.* (2020), donde se aplicó una presión de 2 bares en un dispersor de scirocco. El rango de oscurecimiento medido fue entre 0.5% y 5.0%. Para el cálculo del tamaño de partícula se utilizó la aproximación de Fraunhofer.

6.2.4 Caracterización estructural del almidón

6.2.4.1 Contenido de amilosa

Se determinó el contenido de amilosa siguiendo la metodología descrita por Hoover & Ratnayake. (2001). Se pesó 20 mg de almidón en tubos de ensayo, el cual fue calentado a 85°C durante 15 minutos. Al concluir el tiempo las muestras se enfriaron a temperatura ambiente y se disolvieron en 8 mL de DMSO al 90 %. Los tubos se mantuvieron en agitación en un baño de agua durante 20 minutos. Posteriormente, la solución se diluyó con agua destilada en matraces aforados de 25 mL. Se tomó una alícuota de 1 mL, se adicionó 5 mL de solución I2/KI (0,0025 M I2 y 0,0065 M KI) y se aforó con agua destilada en matraces de

50mL. Las muestras se dejaron reposar durante 15 minutos hasta medir la absorbancia a 600 nm.

6.2.4.2 Longitud de cadena

Utilizando cromatografía de alta resolución de intercambio aniónico acoplada a un detector de pulsos amperométricos (CLARIA-DPA), se determinó la longitud de cadena de la amilopectina. La muestra se colocó en una jeringa acoplada a un filtro de 0.45 μm (NYL, w/GMF, Whatman, USA), se tomaron 0.6 mL de muestra, los cuales fueron colocados en un vial y posteriormente se inyectaron automáticamente al equipo. Para la fase móvil se utilizaron dos soluciones: NaOH 150 mM con NaNO_3 500 mM. A 0 min, el gradiente para B1 fue 6%; después de 6 minutos, B2 fue 8%; a los 26 min, B3 fue 13%. A los 62 min, el gradiente B4 cambió a 20%; a los 82 min, el gradiente B5 fue 25%.

6.2.4.3 Difracción de rayos X

El patrón de cristalinidad de los almidones se determinó mediante difracción de rayos X, con un difractómetro Bruker modelo AXS D2 PHASER A26-X1-A2B0B2A1, Alemania. Las condiciones de opción fueron 27 mV y 50 kV. En el ángulo 2θ de 5° a 32° , con un conteo de 2 segundos. Posteriormente el cálculo de cristalinidad se realizó con la siguiente ecuación:

$$\text{Cristalinidad (\%)} = \frac{A_c}{A_c + A_a} \times 100$$

(Ecuación 1)

Donde; A_c corresponde al área cristalina sobre el difractograma de rayos X y A_a es área amorfa sobre el difractograma de rayos X.

6.2.5 Caracterización fisicoquímica del almidón.

6.2.5.1 Absorción y solubilidad en agua

La capacidad de absorción y solubilidad en agua del almidón nativo y modificado de malanga, se determinó de acuerdo a la metodología descrita por Gerçekaslan (2021). Para lo cual, 1.0 g de muestra (almidón nativo, modificado por ultrasonido, por enzimas y dual) fue pesada en tubos de centrífuga y se mezcló con 10 mL de agua destilada. Se agitó en un vórtex para dispersar completamente la suspensión. La suspensión de almidón se dejó reposar durante 10 min, donde los tubos se colocaron de forma horizontal. Posteriormente, la dispersión se centrifugó a 3000 g durante 15 min. La solubilidad se evaluó decantando el sobrenadante en capsulas de aluminio y se secaron a 40 °C. Para la capacidad de absorción de agua, el sedimento se pesó. La capacidad de absorción de los gránulos y la solubilidad del almidón se calculó según la siguiente ecuación:

$$\text{Capacidad de absorción} = \frac{(\text{peso del tubo} + \text{sedimento}) - \text{peso del tubo}}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

(Ecuación 2)

$$\text{Solubilidad} = \frac{\text{peso del sobrenadantes seco}}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

(Ecuación 3)

6.2.5.2 Propiedades térmicas

Las propiedades térmicas se evaluaron utilizando calorimetría diferencial de barrido (TA Instruments, Modelo Q2000, New Castle, Estados Unidos). Para la caracterización, se siguió la metodología descrita por Paredes-López *et al.* (1989). En charolas de aluminio tzero aluminium hermetic se colocaron 2 mg de muestra y se hidrataron con 7 microlitros de agua destilada. transcurrido este tiempo a las muestras se sometieron a calentamiento de 30 a

130 °C, utilizando una velocidad de calentamiento de 10 °C/min., como referencia se utilizó una charola de aluminio vacía.

6.2.5.3 Análisis Rápido de Viscosidad

Para determinar el perfil de viscosidad de la dispersión del almidón nativo y modificado, se utilizó la metodología propuesta por la AACC (2000) con un equipo de Análisis Rápido de Viscosidad (RVA-4500, Perten Instruments). Se prepararon suspensiones de almidón (2.5 g, 10% humedad) directamente en un recipiente de muestra de aluminio RVA y se añadió agua destilada hasta un peso total de 28 g. Se estableció un ciclo de calentamiento y enfriamiento programado de 23 min en el que las muestras se mantuvieron a 30 °C durante 1 min, se calentaron a 95 °C en 7.5 min, se mantuvieron a 95 °C durante 5 min, se enfriaron a 50 °C en 7.5 min y se mantuvieron a 50 °C durante 2 min a una velocidad de 160 rpm. Los parámetros registrados fueron temperatura de empastado (PT), pico de viscosidad a 95 °C (PV), ruptura (BD), retroceso (SB) y viscosidad final a 50 °C (FV).

6.2.6 Extracto acuoso de jamaica

6.2.6.1 Obtención del extracto

El extracto acuoso se obtuvo utilizando las condiciones óptimas reportadas por Leyva-López *et al.* (2024); para lo cual se colocaron 200 mL de agua destilada en ebullición y se adicionaron 6g de calices de jamaica, la suspensión se mantuvo en ebullición durante 12 minutos; transcurrido este tiempo, la suspensión se centrifugó a 4000 xg, se recolectó el sobrenadante y se almacenó en un frasco de vidrio ámbar, el cual se mantuvo en oscuridad hasta su posterior uso.

6.2.6.2 Cuantificación de compuestos fenólicos

Se aplicó la metodología descrita por Waterman & Mole (1994), con las modificaciones sugeridas por Stratil *et al.*, (2007). Se colocaron 100 μ L de extracto en un tubo de ensayo, se le añadió 1 mL de agua y 500 μ L de reactivo de Folin Ciocalteu. El tubo se agitó y se dejó reposar por tres minutos. Posteriormente, se añadió 1.5 mL de Na_2CO_3 . El tubo se agitó y se dejó reposar por tres minutos, posteriormente se añadió 1.5 mL de Na_2CO_3 . Se agitó nuevamente y se dejó reposar en oscuridad por 15 min. Se determinó la absorbancia utilizando espectrofotómetro a 765 nm. La concentración de fenoles totales se determinó con una curva de calibración de ácido gálico de 0-500 ppm utilizando la ecuación de la recta. Los resultados obtenidos fueron reportados en mg equivalentes de ácido gálico por cada 100g de muestra.

6.2.6.3 Cuantificación de antocianinas

Para la cuantificación de antocianinas se siguió la metodología descrita por Lee, *et al.* (2005) con algunas modificaciones. Se prepararon dos buffers uno a pH 1 de cloruro de potasio 0.025 M (1.86 g KCl en 980mL de agua y ajustado con HCl hasta llegar a 1L); se preparó un buffer con Acetato de sodio 0.4M (54.43 g de $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na}$ en 960 mL de agua destilada ajustado con HCl hasta llegar a 1L) a pH 4.5. Se utilizó una relación 1:2 (muestra/ buffer). Donde se colocó 1 mL de muestra en tubos de ensayo y 2 mL de buffer pH 1. Así mismo se colocó 1 mL de muestra a 2 mL de buffer pH 4.5. Se dejó reposar en oscuridad durante 15 minutos y posteriormente, la medición en espectrofotómetro se realizó a 520 y 700 nm en ambos buffers. La concentración se determinó utilizando las siguientes ecuaciones:

La absorbancia final (A_F):

$$A_F = (A_{520nm} - A_{700nm})_{pH\ 1.0} - (A_{520nm} - A_{700nm})_{pH\ 4.5}$$

(Ecuación 4)

El valor de la absorbancia se sustituyó en la siguiente ecuación para obtener la concentración de antocianinas:

$$\text{Antocianinas monoméricas (mg/L)} = \frac{A * PM * FD * 1000}{\xi * 1}$$

(Ecuación 5)

Donde ξ y PM, corresponden a la absorptividad molar y peso molecular de la antocianina que predomina en la muestra y FD es el factor de dilución (volumen total/volumen de extracto). Dado que una de las antocianinas predominantes en *H. sabdariffa* es la cianidina-3-glucósido, se utilizaron su absorptividad molar (ξ : 26,900) y peso molecular de 449.2 g/mol. El resultado obtenido se expresó como mg equivalentes de cianidina-3-glucósido en 100 g de cáliz.

6.2.6.4 Capacidad antioxidante

6.2.6.4.1 Capacidad de inhibición del radical ABTS⁺

La capacidad de inhibición del radical ABTS⁺ (2,2'-azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfónico) se evaluó de acuerdo a Re *et al.* (1999) con algunas modificaciones. Se preparó una solución de K₂S₂O₈ 2.45 mM (se pesaron 3.31 mg y se añadieron 5mL de agua). Para la preparación del ABTS⁺ 7 mM, se tomaron 2 mL de persulfato y se añadieron 7.2 mg del radical. Así se llevó a cabo una reacción sometida a oscuridad durante 16 horas. A 765 nm se midió la absorbancia del radical ajustando a 0.7 con buffer de fosfatos 10 mM. Para el análisis, se tomaron 30 μ L de extracto y se añadió 2970 μ L del ABTS⁺ ajustado. La reacción se llevó a cabo por 15 minutos en oscuridad. El resultado se reportó en % de inhibición del radical ABTS⁺.

6.2.6.4.2 Capacidad de inhibición del radical DPPH⁺

La determinación se realizó siguiendo el método descrito por Brand-Williams *et al.* (1995). Se pesaron 2.5mg de DPPH⁺ (2,2-difenil-1-picrilhidrazilo) y se disolvieron en 50 mL de metanol, la absorbancia de la solución de DPPH⁺ se ajustó a 0.5 a una longitud de onda de 515 nm. Para el análisis del extracto, se tomaron 200 μ L y se añadieron 2 mL de DPPH⁺. La reacción se llevó a cabo por 40 minutos en oscuridad. El resultado se reportó en % de inhibición del radical DPPH⁺.

6.2.6.5 Espectrofotometría de infrarrojo por la transformada de Fourier

Se realizó espectrofotometría de infrarrojo por la Transformada de Fourier (FTIR), siguiendo las condiciones descritas por Das *et al.* (2019). Donde se utilizó un espectro Perkin Elmer modelo Spectrum two, Estados Unidos. El cual fue equipado con reflectancia total atenuada (RTA). Para la medición se utilizó un intervalo de 400 a 4000 cm^{-1} a temperatura ambiente. Las señales fueron recolectadas en 1 cm^{-1} y digitalizados con el software (Perkin Elmer modelo Spectrum 10 STD, Estados Unidos).

6.2.7 Encapsulación del extracto acuoso de jamaica

Se realizaron 4 tratamientos diferentes. Se utilizó el almidón de malanga en su forma nativa, el almidón modificado por ultrasonido, el almidón modificado por enzimas, almidón con modificación dual (física y enzimática) a las condiciones óptimas de la metodología aplicada por Rosales-Chimal *et al.* (2023). El proceso de microencapsulación se llevó a cabo utilizando un secador por aspersion (Mini Spray B-290, BÜCHI Corporation, New castle, DE), a una temperatura de entrada de 125 °C, una concentración de sólidos de 20.9% con una velocidad de alimentación de 7 mL/min.

6.2.8 Retención de antocianinas en las microcápsulas

La retención de compuestos se determinó como la proporción de antocianinas en un tiempo de almacenamiento sobre la concentración inicial de compuestos encapsulados según describe Tari *et al.* (2003), utilizando la siguiente ecuación:

$$\text{Retención de compuestos (\%)} = \frac{\text{retención en tiempo X de almacenamiento}}{\text{retención en tiempo cero de almacenamiento}} * 100$$

(Ecuación 6)

6.2.9 Caracterización de los encapsulados

6.2.9.1 Morfológica de los encapsulados

La caracterización morfológica y de tamaño de los encapsulados se realizó siguiendo la metodología descrita en la *sección 6.2.3* aplicada para la caracterización de gránulos de almidón.

6.2.9.2 Actividad de agua

Se utilizó el equipo Aqua LAB V. 2.2 (Mod. 3TE, Decagon Devices, Inc., EE. UU.), el equipo se calibró con carbón activado ($a_w < 0.500$) y agua destilada ($a_w = 1.000 \pm 0.003$); posteriormente se pesó 1.5 gramo de cada muestra (microencapsulados en almidón nativo y modificados) y se introdujeron a la cámara.

6.2.9.3 Caracterización estructural de los encapsulados

La caracterización estructural de los encapsulados se evaluó mediante FTIR. Se aplicó la metodología descrita en la *sección 6.2.6.5* para la caracterización del extracto.

6.2.10 Estabilidad de los encapsulados

6.2.10.1 Envejecimiento acelerado

Las microcápsulas del extracto acuoso en los almidones de malanga nativo y modificados, fueron sometidos a envejecimiento acelerado, para lo cual las microcápsulas se almacenaron a una temperatura de 55 °C y una humedad relativa de 52.86% , de acuerdo con lo reportado por Leyva-López *et al.* (019). Estas condiciones fueron evaluadas semanalmente durante 5 semanas.

6.2.10.2 Cuantificación de fenoles totales

Para la cuantificación de compuestos bioactivos, las capsulas sometidas a envejecimiento acelerado, se abrieron para liberar los compuestos. Para lo cual, se preparó metanol acidificado al 1% con HCl (99 mL metanol a 1mL HCl). En tubos de centrifuga, se pesaron 100 mg de microcápsulas y se agregó 5 mL de metanol acidificado. Los tubos se colocaron en vórtex por 10 segundos. Posteriormente, los tubos se mantuvieron en agitación a 300 rpm durante 10 minutos. Finalmente, los tubos se centrifugaron por 30 minutos a 5000 rpm y se colocaron en oscuridad hasta su análisis. Para la cuantificación de fenoles se realizó la metodología descrita en la *sección 6.2.6.2*.

6.2.10.3 Cuantificación de antocianinas monoméricas

Los compuestos fueron liberados de las capsulas, según lo descrito en la *sección 6.2.7.2* y la cuantificación se realizó como se describe en *la sección 6.2.6.3*.

6.2.10.4 Capacidad antioxidante de los encapsulados

Para la determinación de la capacidad antioxidante de los encapsulados, se realizó la liberación de compuestos bioactivos siguiendo la metodología descrita en la *sección 6.2.7.2* y la capacidad de inhibición contra ABTS⁺ y DPPH⁺ se describió en la *sección 6.2.6.4*.

6.2.11 Determinación de la bioaccesibilidad *in vitro*

Ahmad *et al.* (2018) realizó un modelo que simula la digestión en tres fases: la boca, el estómago y el intestino, de la cual se adaptó esta metodología. Las soluciones fueron preparadas de acuerdo con el **Cuadro 5**. En matraces de 125 mL se colocaron 100 mg de microencapsulados de almidón nativo, modificado físicamente, enzimáticamente y con modificación dual y se incubaron a 37 °C con agitación constante. Las muestras fueron digeridas secuencialmente. Se añadió jugo salival (10 mL) a la muestra de la boca, que luego se mezcló durante 5 minutos y se tomó una alícuota de 1 mL. Se añadió jugo gástrico simulado (10 mL) a la muestra de estómago y la mezcla se mantuvo en agitación constante. Se tomó una alícuota (1 mL) recolectados después de 30 min y 1 h de incubación. La muestra de intestino se mantuvo bajo agitación constante y se añadieron 10 mL de jugo intestinal simulado; después de 2 h, se colectó 1 mL de muestra. Todas las alícuotas se centrifugaron a 7125 rpm durante 5 min y se filtró el sobrenadante. La cantidad de las antocianinas liberadas se midieron utilizando el método de diferencial de pH, de acuerdo a Lee *et al.* (2005). Las muestras se tomaron por seis semanas.

Cuadro 7. Preparación de soluciones para la bioaccesibilidad.

	Soluto	Solvente
Solución salival	0.2% α -amilasa	Buffer de fosfatos pH 6.8 \pm 0,2
Solución gástrica	3.0 g/L de pepsina	NACl estéril (ajuste a pH 3.0 \pm 0,2 con 1.0 M de HCl)
Solución intestinal	3.0 g/L de sales biliares 10.0 g/L de pancreatina	Buffer de fosfatos pH 8.0 \pm 0,2

6.2.12 Análisis estadístico

Los resultados obtenidos se analizaron mediante un análisis de varianza (ANOVA) de una y dos vías; la significancia estadística se evaluó mediante la prueba de Tukey ($\alpha=0.05$). Se utilizó el programa STATISTICA (StatSoft Inc, versión 12.0, Estados Unidos). Se analizaron tres repeticiones en cada muestra.

VII. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

7.1 Modificación del almidón

7.1.1 Morfología del almidón

7.1.1.1 Microscopía electrónica de barrido

Usando microscopía electrónica de barrido se estudió la superficie granular de los almidones de malanga nativo y modificados (**Figura 8**). La forma y tamaño del gránulo de almidón, puede influir en las propiedades fisicoquímicas del almidón; en donde se ha observado que, los almidones de gránulo grande presentan propiedades de empastado con viscosidades más altas que el almidón de gránulo pequeño (Agama-Acevedo *et al.*, 2011). El almidón de malanga nativo (**Figura 8AN**) ha sido caracterizado por algunos autores, coincidiendo con lo observado en esta investigación, donde los gránulos presentan una estructura poliédrica irregular con superficie lisa, mostrando un tamaño inferior a 5 μm , clasificándose como almidón de gránulo muy pequeño (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018; Nagar *et al.*, 2021).

Así mismo, la morfología del almidón modificado por ultrasonido (**Figura 8MF**) presentó la misma forma poliédrica irregular del almidón nativo. Sin embargo, los gránulos exhibieron algunas fisuras superficiales. Es posible que al aplicar ultrasonido ocurra un proceso llamado cavitación, el cual produce la formación de burbujas en solución acuosa y cuando dichas burbujas explotan, son responsables de la aparición de fisuras o poros (Wu *et al.*, 2011). Ya se ha observado este comportamiento al aplicar ultrasonido en gránulos de almidón de malanga; Hu *et al.* (2021) reportó la formación de poros superficiales a una frecuencia de 40 kHz; Martins *et al.*, (2020) aplicó una frecuencia de 20kHz, igual que en esta investigación, con una amplitud máxima de 60% donde también se logró observar cierto daño sobre la superficie granular.

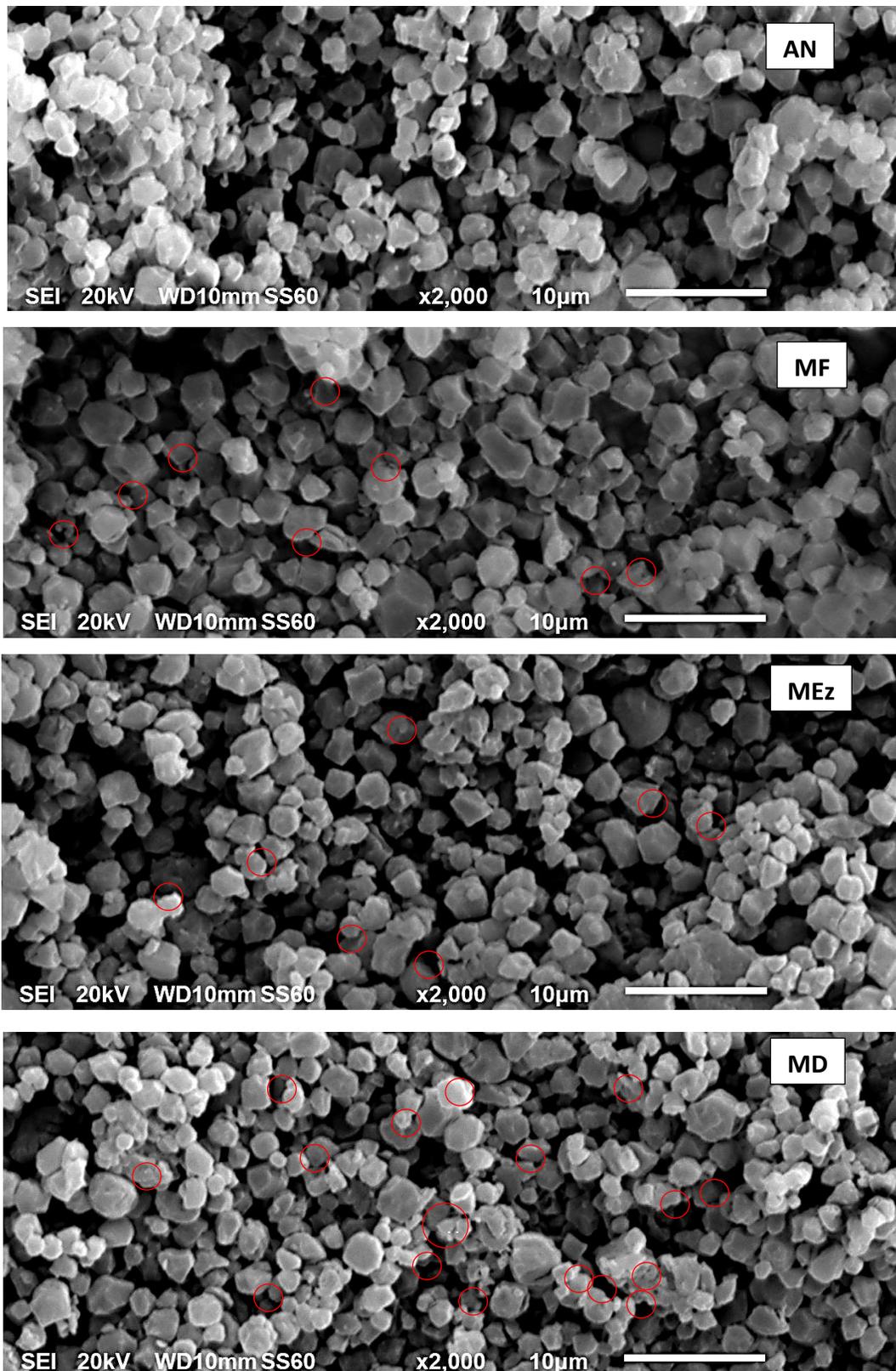


Figura 8. Microscopía electrónica de barrido del almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD).

Paralelamente, el almidón modificado por enzimas amilolíticas (**Figura 8MEz**) también mostró la aparición de pequeñas grietas superficiales, conservando la forma del almidón nativo. En fuentes tales como sorgo y maíz, también se ha aplicado el tratamiento de modificación con α -amilasa y amilogucosidasa, en donde también se ha mostrado la aparición de porosidades (Dura *et al.*, 2014). Sin embargo, ambas enzimas presentan un mecanismo de acción diferente, donde la hidrólisis producida por amilogucosidasa tiende a la formación de porosidades de mayor tamaño, siendo esta una enzima exógena, lo que favorece la acción endógena de α -amilasa (Benavent-Gil & Rosell, 2017; Dura *et al.*, 2014; Yang *et al.*, 2019).

En la modificación dual (MD) se observan aberturas más alargadas, dado que el almidón sonicado presentaba pequeñas fisuras, las enzimas tuvieron mayor zona de contacto, actuando así tanto en el interior del granulo como en los poros ya formados, según reporta Majzoobi *et al.* (2015) en almidón de trigo.

7.1.1.2 Distribución de tamaño del almidón (Difracción láser)

En los sistemas de encapsulación, el tamaño del granulo y la distribución homogénea de los mismos, influye directamente en el tamaño de los encapsulados y en la liberación de los compuestos encapsulados (Montoya-Yepes *et al.*, 2023). Se ha reportado que el tamaño del almidón de malanga oscila entre 1-5 μm , lo que permite clasificarlo como almidón de gránulo muy pequeño (Singla *et al.*, 2020). El tamaño del almidón de malanga nativo y modificado se determinó al aplicar difracción láser. En el **Cuadro 6** se muestra el tamaño medio de los gránulos de almidón y en el **Figura 9** se presenta la distribución de tamaño medio. El almidón de malanga nativo presentó un tamaño medio de 3.25 μm .

En cuanto a la modificación física por ultrasonido, se ha presentado una reducción de tamaño, con un comportamiento uniforme y unimodal. Dicho tamaño, no mostró diferencia estadística con el almidón nativo ni con el almidón modificado por enzimas.

Cuadro 8. *Tamaño de partícula del almidón de malanga nativo y modificados.*

Almidón	Área (μm^2)	D (v, 0.5) μm
AN	2.34 ± 0.11^d	3.25 ± 0.11^a
MF	6.76 ± 0.20^b	2.77 ± 0.02^{ab}
MEz	8.19 ± 0.09^a	2.64 ± 0.05^b
MD	3.38 ± 0.28^c	1.52 ± 0.38^c

Donde, almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD). Promedio de tres repeticiones \pm desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice señalan diferencia estadística según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

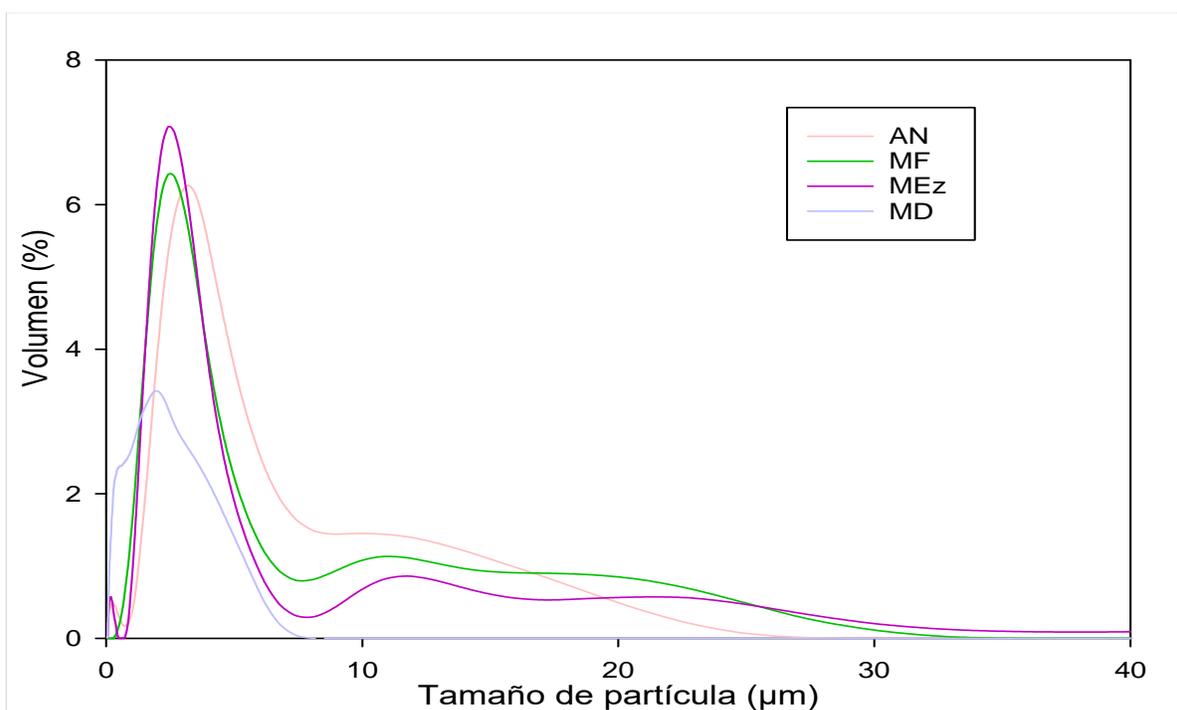


Figura 9. *Tamaño de partícula del almidón de malanga nativo.*

Donde, almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD).

Martins *et al.* (2020) reportaron una disminución en el tamaño del gránulo de almidón a la misma frecuencia utilizada en esta investigación (20kHz), y una amplitud de onda menor (60%), esta reducción en el tamaño del gránulo de almidón se relaciona con el daño superficial de los gránulos observado en la micrografía. De igual forma, en la modificación por enzimas amilolíticas, el tamaño también presentó una reducción.

En almidón de maíz modificado con α -amilasa y amiloglucosidasa, para ser aplicado como material pared, también se presentó una reducción del tamaño (Leyva-López *et al.*, 2019). Donde, previamente se ha estudiado que dichas enzimas cortan enlaces α -1,4. Lo que podría influir en el tamaño. Sin embargo, Chen *et al.* (2011) han reportado un incremento del área superficial específica al modificar el almidón de *Cassava* relacionado con la irregularidad de la superficie ocasionada por la formación de porosidades.

En cuanto a la modificación dual, se reportó que, en almidón de trigo, el tratamiento ultrasónico aceleró la actividad enzimática. Lo cual aumentó el efecto amilolítico en la superficie de los gránulos, lo que justifica la reducción. Comportamiento que también se observó en esta investigación, mostrando el menor tamaño en este tratamiento (Majzoobi *et al.*, 2015).

7.1.2 Caracterización estructural del almidón

7.1.2.1 Contenido de amilosa

Las propiedades fisicoquímicas del almidón y sus posibles aplicaciones dependen principalmente del contenido de amilosa. La cual puede variar de acuerdo con el tipo de cultivo, la variedad, las condiciones ambientales, la temporada de cosecha y el método de cuantificación (Ma *et al.*, 2023). En almidón de malanga se han determinado valores entre 2.5% hasta 35.9% (Nagar *et al.*, 2021). Específicamente para variedades mexicanas se han obtenido valores entre 2.5% (Agama-Acevedo *et al.*, 2011) y 11.7% (Rosales-Chimal *et al.*, 2023). Al determinar el contenido De amilosa en esta investigación (**Cuadro 7**), se obtuvieron valores inferiores a 10%. Donde la mayor fracción de amilosa se presentó en almidón nativo.

Cuadro 9. Longitud de cadena de amilopectina y contenido de amilosa.

	% Amilosa	Parámetros de distribución de longitud de cadena		
		B ₁	B ₂	B ₃
AN	9.25% ± 0.56 ^a	43.07 ± 0.01 ^a	14.72 ± 0.12 ^a	15.11 ± 0.01 ^a
MF	8.33% ± 0.37 ^a	43.57 ± 1.09 ^a	14.36 ± 0.40 ^a	14.75 ± 0.53 ^a
MEz	6.61% ± 0.21 ^b	43.10 ± 1.30 ^a	14.37 ± 0.55 ^a	15.05 ± 0.66 ^a
MD	6.73% ± 0.21 ^b	44.98 ± 0.97 ^a	14.06 ± 0.35 ^a	14.59 ± 0.37 ^a

Donde, almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD). Promedio de tres repeticiones ± desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

Además, no se observó diferencia significativa con el almidón modificado por ultrasonido. Por otro lado, al determinar la concentración amilosa en el almidón modificado de forma enzimática y dual se presentó una similitud entre ambas modificaciones, siendo estadísticamente diferentes al almidón nativo. Respecto al efecto del ultrasonido sobre los gránulos almidón, las características del almidón modificado podrían depender de la amplitud de onda, el tiempo de sonicación y la frecuencia (Jambrak *et al.*, 2010). En almidón de malanga al aplicar baja frecuencia, se ha observado un incremento en el ordenamiento cristalino por lo que la determinación del contenido de amilosa podría ser inferior a la del almidón nativo o no mostrar diferencia (Hu *et al.*, 2021).

El efecto de la modificación enzimática depende de factores como la forma y tamaño del gránulo, la concentración de amilosa y la cristalinidad inicial (Singh *et al.*, 2023). Las enzimas amilolíticas actúan principalmente en las zonas amorfas del almidón, las cuales están conformadas en su mayoría por amilosa (Punia Bangar *et al.*, 2022) Lo cual justifica la reducción del contenido de amilosa en este almidón. Además, en cuanto a las propiedades de empastado, una reducción del contenido de amilosa está directamente relacionado con la disminución del pico de viscosidad máxima y una baja tendencia a la retrogradación, influyendo así sobre la velocidad de flujo del secado por aspersion durante el proceso de microencapsulación (Zhao *et al.*, 2018).

Las enzimas amilolíticas suelen actuar en puntos susceptibles a la hidrólisis. Tal es el caso del almidón poroso, el cual facilita el ingreso de las enzimas al gránulo (Benavent-Gil & Rosell, 2017). A la par, la enzima amiloglucosidasa es una exo-amilasa que favorece el ingreso de las α -amilasas al interior del gránulo, favoreciendo su efecto como endo-amilasa por lo que se utilizan en conjunto (Punia Bangar *et al.*, 2022). Este comportamiento podría ser el mecanismo de acción de las enzimas en el almidón modificado de forma dual, ya que el ultrasonido (la modificación física) generó fisuras en la superficie del almidón favoreciendo el efecto enzimático y reduciendo el contenido de amilosa (Hu *et al.*, 2021).

7.1.2.2 Longitud de cadena (cromatografía de exclusión por tamaño)

Utilizando cromatografía de exclusión por tamaño, se comparó la longitud de cadena de la amilopectina del almidón de malanga nativo y modificado (**Cuadro 7**). En las tres fracciones, la longitud de cadena de la amilopectina presente en el almidón de malanga nativo, modificado por enzimas, ultrasonido y combinado, no mostró diferencia significativa entre tratamientos ($p > 0.05$).

Se presentaron tres medidas representantes de la longitud de cadena; B_1 , B_2 y B_3 con distinto grado de polimerización. Donde B_1 , con un grado de polimerización de 13-24, corresponde a la cadena más interna y corta, considerada incluso inicial. La cadena B_2 (polimerización 25-36) y B_3 (polimerización >36), suelen ser más largas y se encuentran en forma de doble hélice (Gebre *et al.*, 2024).

En cuanto al efecto por ultrasonido, algunos autores han discutido que ocurre el desdoblamiento de la doble hélice de las secciones B_2 y B_3 . Lo cual, podría incrementar el ordenamiento cristalino, sin reducir la longitud de cadena. Esto depende de la amplitud y frecuencia (Zhu, 2015). En este sentido, al aplicar una frecuencia de 20 kHz y amplitud del 50%, se ha observado un aumento de cadenas B_3 en un tiempo de sonicación mayor a dos horas, en fuentes de almidón como la quinoa y el maíz (Wei *et al.*, 2023).

Por otro lado, el almidón modificado por enzimas amiloglucosidasa y α -amilasa, actúan principalmente sobre enlaces α -1,4. Dado que estas enzimas cumplen una función amilolítica, la amilosa es la principal estructura de interés. La amilosa se ubica en las zonas amorfas del almidón, por lo que la hidrólisis de la amilosa favorece el incremento de la zona cristalina. Para fines del proceso de encapsulación, el aumento de la cristalinidad favorece la estabilidad de los encapsulados; en cuanto a las propiedades de empastado, un menor contenido de amilosa, favorece a los valores de viscosidad pico más bajos (Gebre *et al.*, 2024; Punia Bangar *et al.*, 2022).

7.1.2.3 Difracción de rayos X

El almidón presenta una estructura semicristalina. Donde la amilosa y amilopectina están organizadas en laminas amorfas y cristalinas respectivamente. Utilizando difracción de rayos X se han identificado tres tipos de conformaciones; tipo A, B y C. Siendo el patrón de tipo A el más estable debido a que las cadenas glucosídicas de la amilopectina se ensamblan en doble hélice dejando únicamente 4 moléculas de agua en su interior por lo que el empaquetamiento presenta una mayor rigidez. El gránulo de almidón suele presentar un porcentaje de cristalinidad de 15 a 45%. Siendo el almidón más cristalino el que presenta menor contenido de amilosa (Seidi *et al.*, 2022).

En la **Figura 10**, se presenta el patrón de difracción del almidón de malanga. El cual, exhibe un polimorfismo atípico para un tubérculo, siendo de tipo A. Este tipo de difracción suele ser más común en granos y cereales (Nagar *et al.*, 2021). En cuanto a los almidones modificados se observa el mismo patrón con incremento en la intensidad de los picos típico, siendo el almidón modificado por ultrasonido el que presentó la más alta cristalinidad relativa, con 43.79 ± 0.05 . Siendo significativamente mayor a la cristalinidad del almidón nativo.

El efecto del ultrasonido sobre el grado de cristalinidad del almidón, depende en primera instancia de las condiciones (frecuencia, potencia y duración del tratamiento (Sui & Kong, 2023). En tratamientos de baja frecuencia y estructuras de tipo A, como es el caso del almidón de malanga, se ha observado un incremento en el ordenamiento. Donde se discute que el ultrasonido podría haber actuado sobre las zonas amorfas generando una reorganización (Martins *et al.*, 2020a). En cuanto al efecto de alfa amilasa, al actuar sobre las zonas amorfas genera un aumento de la zona cristalina (Dura *et al.*, 2014; Zhao *et al.*, 2018). Este comportamiento también ha sido observado al utilizar la enzima amiloglucosidasa o combinada con alfa amilasa. Tal es el caso de la modificación de almidón de arroz a diferentes tiempos de hidrólisis y de la modificación del almidón de yuca (Chen *et al.*, 2011; Lacerda *et al.*, 2018).

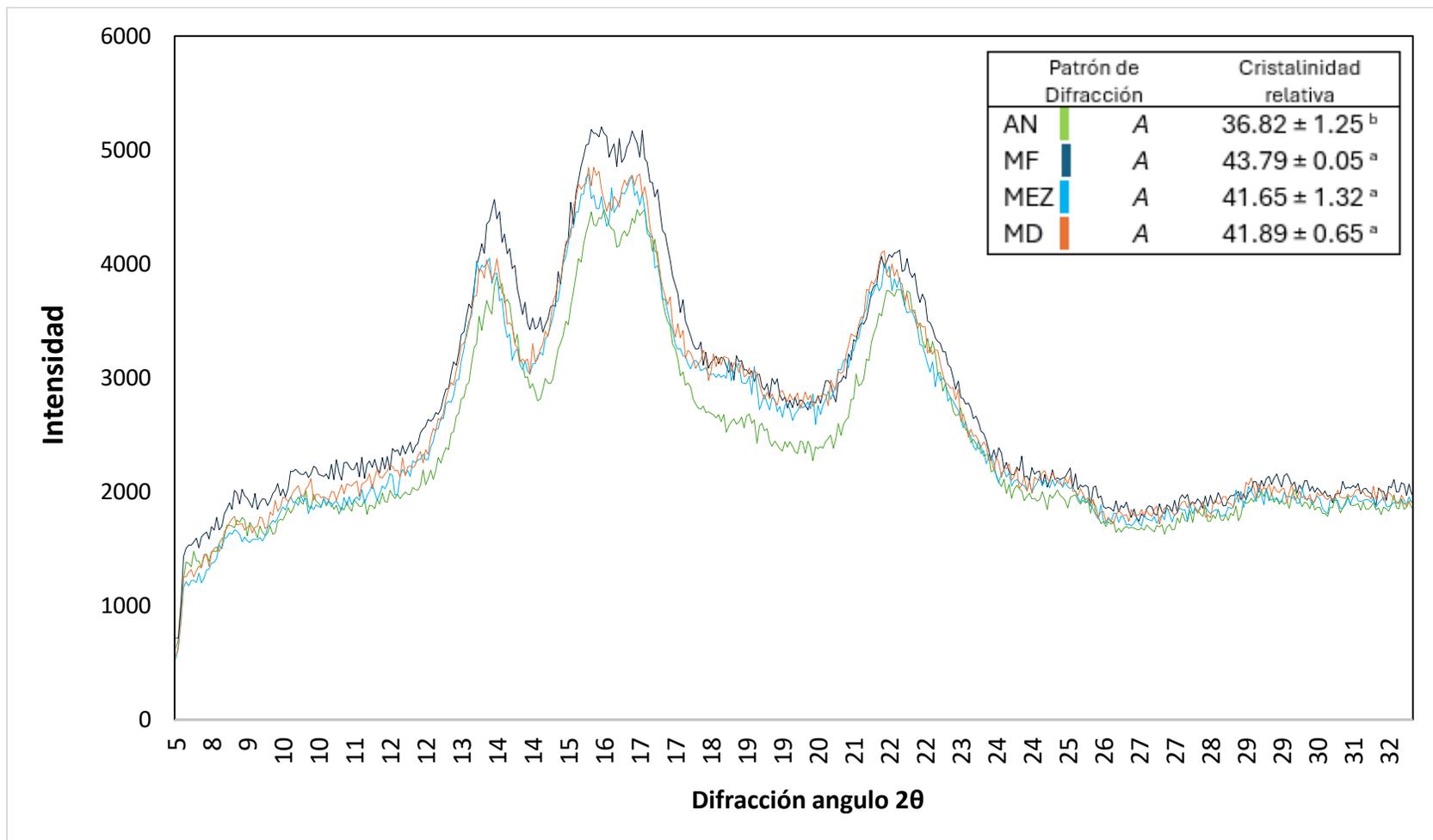


Figura 10. Patrón de difracción y cristalinidad relativa del almidón de malanga nativo y modificados.

Promedio de tres repeticiones ± desviación estándar. Valores con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

7.1.3 Caracterización fisicoquímica del almidón

7.1.3.1 Absorción y solubilidad

La absorción y la solubilidad son parámetros determinados por la integridad del gránulo de almidón (Zhang *et al.*, 2023; Zhao *et al.*, 2018). Así mismo, son útiles al evaluar la interacción entre las zonas amorfas y cristalinas (Dura *et al.*, 2014). En el proceso de encapsulación, se busca que el almidón tenga una baja capacidad de absorción y solubilidad moderada con el fin de generar dispersiones estables, homogéneas y de baja viscosidad previas al proceso de secado por aspersión. La solubilidad también favorece la formación de películas actuando como material de protección alrededor del compuesto encapsulado. Además, la solubilidad influye en la liberación controlada de los compuestos (Augustin *et al.*, 2006; Ray *et al.*, 2016; Zhao *et al.*, 2023). En el **Cuadro 9** se presenta la capacidad de absorción y solubilidad en los almidones de malanga nativo y modificados.

En cuanto a los valores de absorción de agua, el almidón nativo mostró una capacidad de 2 g de agua absorbida por g de almidón. Del mismo modo, los almidones modificados presentaron valores semejantes al nativo, donde no se observa diferencia significativa ($p > 0.05$). El parámetro de absorción consiste en la adición de almidón al agua, de tal forma que el agua llega al interior de los gránulos lo cual ocasiona un aumento del volumen del gránulo (Zhang *et al.*, 2024). Dura *et al.* (2014) han discutido que la absorción comienza en la zona amorfa del almidón y en la zona cristalina la capacidad de absorción es limitada. Lo que podría justificar la baja capacidad de absorción, ya que el almidón de malanga nativo en variedades mexicanas ha presentado valores altos de cristalinidad y en los procesos de modificación se observa un incremento.

A la par, la solubilidad es un parámetro que consiste en la capacidad de disolver el almidón en agua (Nagar *et al.*, 2021). En el almidón nativo, la solubilidad fue de 1% y los almidones modificados presentaron un incremento; donde, el almidón modificado por ultrasonido no es estadísticamente diferente al almidón nativo.

Cuadro 10. Absorción y solubilidad del almidón de malanga nativo y modificados.

	Solubilidad (%)	Absorción (g agua/g almidón)
AN	1.00 % ± 0.000 ^c	2.30 ± 0.023 ^a
MF	2.00 % ± 0.007 ^b	2.24 ± 0.083 ^a
MEz	7.60 % ± 0.007 ^a	2.40 ± 0.030 ^a
MD	6.74 % ± 0.002 ^a	2.34 ± 0.085 ^a

Donde, almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD). Promedio de tres repeticiones ± desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

El almidón modificado por enzimas y modificado de forma dual, fueron estadísticamente más solubles que el nativo. La solubilidad en almidón nativo se debe a distintos factores, como muy pequeño tamaño y a su vez, a la compactación de las cadenas de amilosa y amilopectina. Dado que el almidón de malanga presenta una estructura altamente cristalina, la interacción con el agua es limitada (Alam & Hasnain, 2009). En cuanto al almidón modificado por ultrasonido se presentó un ligero aumento sobre este parámetro. Hu *et al.* (2021) modificó almidón de malanga por ultrasonido, discutiendo que el aumento sobre la solubilidad se debe a la liberación de cadenas cortas de glucosa que mediante puentes de hidrógeno se unen a moléculas de agua.

Por el contrario, el almidón modificado por enzimas y almidón modificado de forma dual muestran un porcentaje de solubilidad mayor debido a que la integridad de los gránulos cambió con la modificación; es así que la superficie presentó fisuras o porosidades, lo cual incrementó el área superficial, liberando grupos hidroxilo disponibles para interactuar con moléculas de agua (Zhang *et al.*, 2023; Zhao *et al.*, 2018). Este comportamiento también fue observado en almidón de maíz modificado con enzimas amilolíticas, donde los subproductos de amiloglucosidasa fueron más solubles que los productos de hidrólisis de α -amilasa (Dura *et al.*, 2014).

7.1.3.2 Análisis térmico

Las propiedades térmicas son parámetros de gran importancia en el proceso de encapsulación. Son una señal de la estabilidad en almacenamiento y del proceso de liberación de los compuestos bioactivos. Existen dos parámetros de importancia; la temperatura de gelatinización y la entalpia de gelatinización. En el proceso de gelatinización la hidratación destruye por completo la estructura cristalina. En este sentido, la energía necesaria para llegar a la temperatura de gelatinización es conocida como entalpia (Choudhury *et al.*, 2021).

En variedades mexicanas del almidón de malanga nativo, el rango de temperatura de gelatinización reportado corresponde a valores entre 70-75 °C (Jane *et al.*, 1992; Nagar

et al., 2021) y el valor de entalpía corresponde a 12.48 J/g (Singla *et al.*, 2020). En el **Cuadro 10** se presentan las propiedades térmicas del almidón de malanga nativo y modificados. Respecto al almidón modificado físicamente, se observó una disminución de la entalpía de gelatinización (ΔH_{gel}) y un aumento de la temperatura. Este comportamiento ha sido estudiado por algunos autores. Los cuales, han discutido que en el proceso de sonicación, la conformación de doble hélice de la amilopectina se despolimeriza en cadenas simples de glucosa, que en baja frecuencia favorecen al ordenamiento cristalino (Cooke & Gidley, 1992; Flores-Silva *et al.*, 2018; Martins *et al.*, 2020).

En comparación, la modificación enzimática favoreció el incremento de la temperatura, lo que podría representar un aumento sobre la estabilidad. More *et al.* (2018) modificaron almidón de malanga con enzima α -amilasa, el cual se utilizó para estabilizar helado. Mostrando, que el almidón de malanga modificado por enzimas presenta estabilidad, evitando la sinéresis en procesos de congelación y descongelación. Este comportamiento también ha sido observado en almidón modificado por ultrasonido (Singla *et al.*, 2020).

7.1.3.3 Propiedades de empastado

La modificación del almidón cuyo propósito es la encapsulación en seco por aspersión, requiere un pico de viscosidad máximo bajo; sí la viscosidad es baja, la velocidad de flujo es mayor en el proceso de secado, lo cual reduce el tiempo dentro de la cámara, evitando la pérdida de compuestos bioactivos. Es así que, el almidón debe ser fácilmente soluble, interactuando mediante puentes de hidrógeno con las moléculas de agua (Zhao *et al.*, 2023). Así mismo, un tamaño de gránulo pequeño da como resultado una baja viscosidad (Esquivel-González *et al.*, 2022).

En el **Cuadro 11**, se muestran las propiedades de empastado. En los cuales se observó que la modificación por ultrasonido presentó una disminución de las

Cuadro 11. Temperaturas de gelatinización y entalpías del almidón de malanga nativo y modificados.

	Temperatura de gelatinización (°C)	Entalpía (J/g)
AN	75.48 ± 0.050 ^c	12.25 ± 0.050 ^a
MF	77.27 ± 0.075 ^{bc}	10.51 ± 0.020 ^c
MEz	79.89 ± 0.050 ^{ab}	12.27 ± 0.040 ^a
MD	80.17 ± 0.115 ^a	11.44 ± 0.040 ^b

Donde, almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD). Promedio de tres repeticiones ± desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

Cuadro 12. *Propiedades de empastado del almidón de malanga nativo y modificados.*

	Viscosidad pico (cP)	Temperatura de empastado (°C)	Viscosidad final (cP)	Viscosidad de rompimiento	Retrogradación
AN	3957.26 ± 155.28 ^a	87.66 ± 0.09 ^a	3930.85 ± 70.09 ^a	1822.91 ± 155.28 ^a	1777.65 ± 88.94 ^a
MF	2989.23 ± 11.23 ^b	87.58 ± 0.05 ^b	3162.82 ± 9.40 ^b	1441.16 ± 11.01 ^b	1672.65 ± 28.95 ^b
MEz	752.44 ± 47.78 ^c	87.41 ± 0.027 ^c	298.16 ± 4.38 ^c	633.90 ± 48.32 ^c	179.62 ± 2.85 ^c
MD	508.28 ± 8.04 ^d	87.43 ± 0.37 ^d	58.4169 ± 0.46 ^d	478.75 ± 07.35 ^d	28.88 ± 0.22 ^d

Donde, almidón de malanga nativo (AN) modificado por ultrasonido (MF) modificado por enzimas (MEz) doblemente modificado (MD). Promedio de tres repeticiones ± desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey (p<0.05).

propiedades de empastado y la viscosidad pico fue estadísticamente diferente ($p < 0.05$) y menor que la del almidón nativo. Martins *et al* (2020) modificó el almidón de malanga aplicando ultrasonido y obtuvo una tendencia similar en cuanto a estas propiedades. En la cual, se presentaron valores del rompimiento de gránulos y retrogradación, más bajos que el almidón nativo. Por otro lado, dependiendo de la amplitud de onda y la frecuencia, el ultrasonido podría aumentar el valor de viscosidad máxima (Zhu, 2015). A 20 kHz y amplitudes superior al 50% se ha observado la reducción de dichos parámetros, que en esta investigación se logró obtener el mismo comportamiento al aplicar la misma frecuencia y una amplitud mayor (95%) (Martins *et al.*, 2020).

Además, en el tratamiento enzimático, se observaron valores muy bajos de viscosidad en relación con el nativo y el modificado por ultrasonido, los cuales han mostrado diferencia estadística significativa ($p < 0.05$). Así mismo, la viscosidad máxima se asocia con la fracción de amilosa del almidón, por lo que la obtención de valores más bajos de viscosidad pico son una señal de disminución de amilosa. Asu vez, esta reducción es señal de fragmentación o desintegración de la superficie del granulo al aplicar tratamientos físicos, químicos o enzimáticos, lo que a su vez se ha asociado con un aumento en la solubilidad (Miao *et al.*, 2011; Nagar *et al.*, 2021).

7.1.4 Caracterización del extracto acuoso de jamaica

Para la caracterización del extracto acuoso de jamaica, se determinó la concentración de fenoles (1321.11 ± 22.22 mg de ácido gálico por cada 100 g de extracto), antocianinas (3605.29 ± 109.92 mg de cianidin-3-glucósido) y la capacidad de inhibición de los radicales DPPH⁺ ($86.16 \pm 1.20\%$) y ABTS⁺ (99.60 ± 0.39).

La composición fitoquímica y la capacidad antioxidante dependerá de factores tales como el solvente utilizado, el tiempo de extracción y la temperatura empleada (Khan *et al.*, 2022; Montalvo-González *et al.*, 2022; Sapián *et al.*, 2023). Algunos autores han discutido que la concentración de fenoles podría ser más alta en el extracto etanólico (Khan *et al.*, 2022; Montalvo-González *et al.*, 2022; Sapián *et al.*, 2023). Sin embargo, para esta

investigación, el extracto fue obtenido en medio acuoso ya que, favorece la extracción de antocianinas que son altamente solubles en agua, en un corto tiempo de ebullición con el fin de evitar la degradación (Hernández-Bautista, 2021).

En cuanto a la composición fenólica, Vargas-León *et al.* (2018) han reportado que el extracto acuoso podría presentar valores entre 177-1758 mg EAG/100 g cálices, lo que se acerca a lo obtenido en esta investigación. Guardiola & Mach. (2014) realizaron una caracterización del extracto seco utilizando cromatografía de líquidos de alta resolución y se determinó que los principales compuestos fenólicos presentes son ácidos fenólicos como el gálico, el protocatecuico y el cafeico. Asimismo, se identificaron algunos flavonoides como quercetina.

A la par, los compuestos bioactivos mayoritarios en el extracto son las antocianinas Delfinidina-3-sambubiosido (D3S) y Cianidina-3-sambubiosido (C3S), a las cuales se les atribuye la función biológica que el extracto desempeña contra enfermedades cardiovasculares, las cuales han sido determinadas en concentraciones de 2701 y 1939 ppm respectivamente (Izquierdo-Vega *et al.*, 2020).

La capacidad de inhibición del radical DPPH⁺, se ha asociado con la presencia de fenoles. En cuanto a la concentración de antocianinas, hay una asociación directa con la inhibición del radical ABTS⁺. Además, *Hibiscus sabdariffa* se ha utilizado en productos cárnicos, debido a su potencial capacidad antioxidante (Nascimento *et al.*, 2024).

7.1.5 Encapsulación del extracto acuoso de Jamaica

7.1.5.1 Morfología de los encapsulados

7.1.5.1.1 Microscopía electrónica de barrido

La caracterización morfológica de los encapsulados se evaluó por Microscopía Electrónica de Barrido. La Figura 12, muestra la formación de agregados esféricos al utilizar el almidón de malanga nativo. En esta fracción de almidón, se observó una

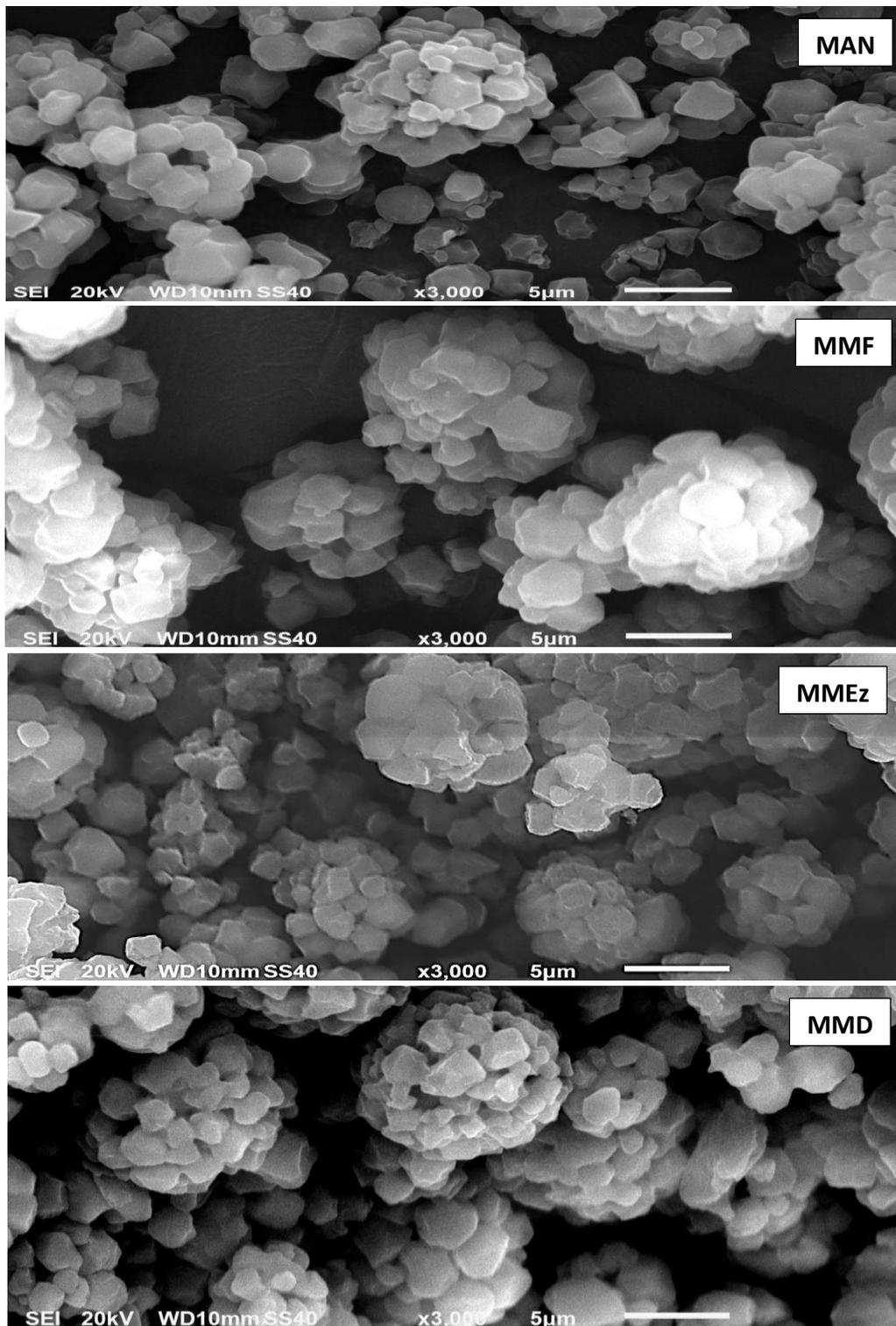


Figura 11. Microscopía electrónica de barrido de los encapsulados.

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN) encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF) encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD).

amplia variedad de formas y tamaños en los gránulos. Dando como resultado, agregados irregulares. También se observa una variedad de tamaños en los agregados. Donde, los agregados más grandes se formaron con gránulos de estructura similar y de menor tamaño.

La formación de agregados en almidón de malanga modificado por ultrasonido mostró aglomerados más homogéneos, lo que podría atribuirse al efecto del ultrasonido sobre la reducción del tamaño del granulo. Martins *et al* (2020) aplicaron ultrasonido con una amplitud del 60 % en almidón de malanga y también observaron reducción de tamaño del gránulo. Además, en el almidón de malanga se encuentra una fracción proteica, que se ha estudiado como un posible agente aglutinante (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018). Esta fracción proteica podría haber sufrido cambios en la estructura tridimensional y en la carga eléctrica, que al aplicarse como material pared, brinda soporte y protección en la formación de microesfera (Su & Cavaco-Paulo, 2021).

En cuanto a la encapsulación en almidón modificado por enzimas, se aplicaron dos tipos de enzimas, una exógena (amiloglucosidasa) y otra endógena (α -amilasa). Debido a la hidrólisis interna y externa del almidón, se observó una mayor homogeneidad en las capsulas. Sin embargo, el tamaño de estas esferas es más pequeño que los otros encapsulados.

Además, en el proceso de encapsulación se ha observado que la modificación con estas enzimas, puede formar agregados esféricos de menor tamaño (Lacerda *et al.*, 2018). Esto podría deberse a que el sitio activo de las enzimas, suele ubicarse en la huella de los cuerpos proteicos, por lo que la pérdida proteica reduce la tendencia a la aglomeración (Kumar *et al.*, 2017).

En los encapsulados utilizando modificación dual se observó un aumento en el tamaño de las microesferas y homogeneidad. Majzoobi *et al.* (2015), aplicaron un tratamiento dual entre el uso de ultrasonido y α -amilasa en almidón de trigo. También, Wu *et al.* (2011) modificaron almidón de maíz utilizando amiloglucosidasa y ultrasonido. Donde los resultados han mostrado un incremento en la capacidad de absorción. Sin embargo, la aplicación de estos almidones modificados no está enfocada a la encapsulación. Por lo que en esta investigación se evaluó la estabilidad con respecto al tiempo de almacenamiento.

7.1.5.1.2 Distribución del tamaño de los encapsulados (difracción láser)

En el **Figura 13** se muestra el tamaño medio de los encapsulados en almidón de malanga nativo y modificados. Donde el almidón nativo, tiene un tamaño esférico menor a 10 μm . Del mismo modo, el almidón modificado enzimáticamente, presentó agregados esféricos pequeños que no presentan diferencia estadística significativa ($p>0.05$). Aunque el comportamiento del almidón enzimático es similar al del nativo; el almidón nativo muestra una señal por debajo de 5 μm que podría asociarse con los gránulos libres que no formaron agregados esféricos y fueron observados en las micrografías.

La encapsulación en almidón modificado físicamente presentó un tamaño de gránulo mayor al del almidón nativo. Lo que respalda lo discutido sobre la tendencia de los gránulos más pequeños a aglomerarse. Asimismo, el comportamiento de los encapsulados en almidón modificado físicamente mostró una tendencia más uniforme y estadísticamente diferente al nativo ($p<0.05$). El almidón modificado de forma dual presentó una tendencia bimodal, donde el tamaño fue significativamente mayor y diferente estadísticamente ($p<0.05$). En la modificación de almidón de maíz

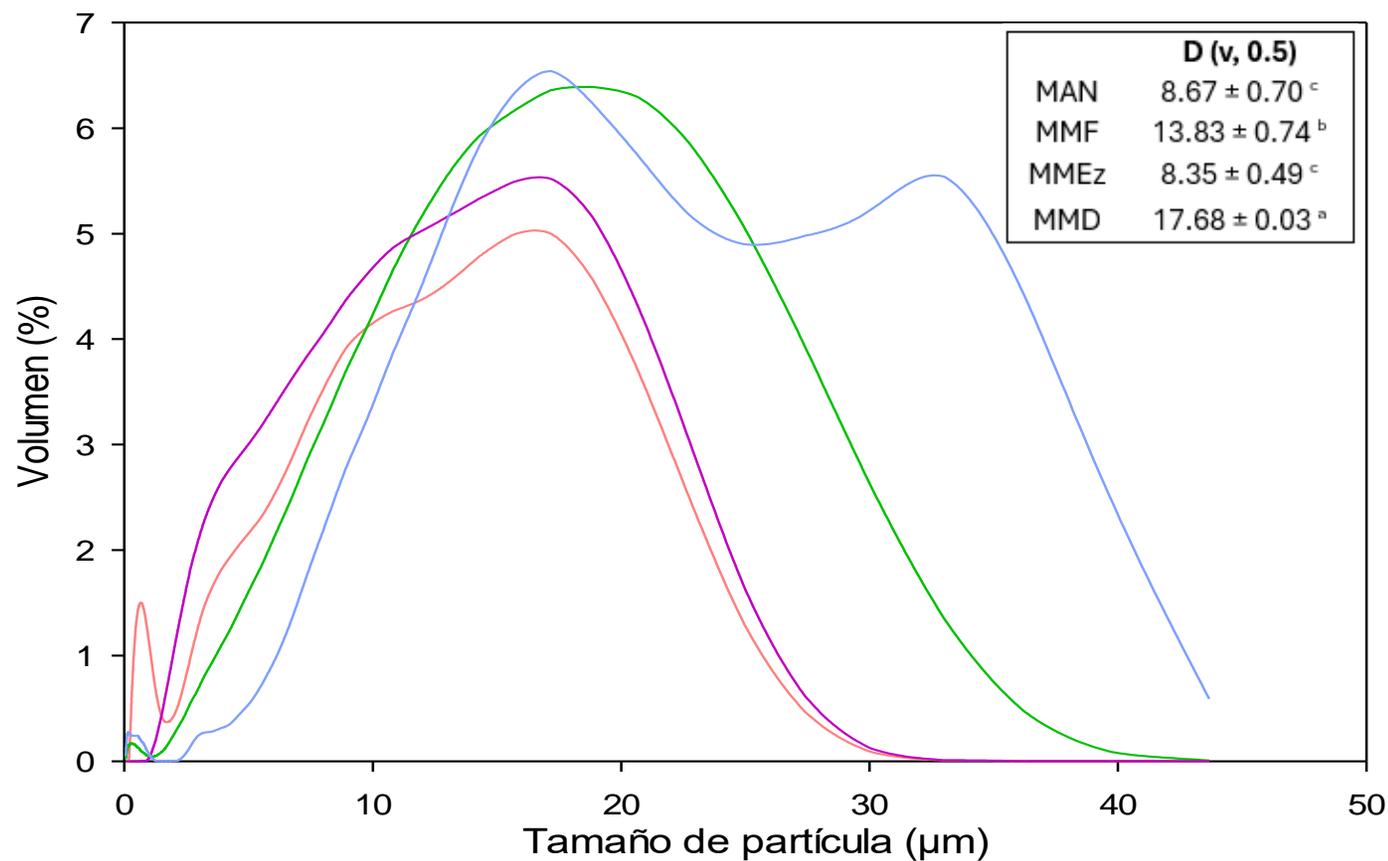


Figura 12. Distribución del tamaño de partícula de los encapsulados en almidón de malanga.

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN) encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF) encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD). Promedio de tres repeticiones ± desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

7.1.5.2 Espectroscopía de infrarrojo por la transformada de Fourier

La caracterización estructural de los encapsulados en el almidón nativo, modificados y el extracto puro de Jamaica se muestra en el espectro de FT-IR (**Figura 14**). Esta técnica permitió la identificación de los grupos funcionales presentes en el extracto acuoso y del mismo modo, la presencia de dichos grupos funcionales en los encapsulados. También se buscó la aparición de nuevas señales en el espectro, que presentaran la formación de nuevos enlaces de interacción entre el almidón y los compuestos encapsulados.

En el extracto acuoso de Jamaica se han identificado algunos ácidos orgánicos como el ácido hibiscus y el ácido ascórbico (Izquierdo-Vega *et al.*, 2020). Además, por cromatografía de líquidos se han reconocido hasta 18 compuestos fenólicos; entre ellos algunos ácidos fenólicos y antocianinas (Guardiola & Mach, 2014). En el extracto acuoso de Jamaica se han identificado algunos ácidos orgánicos como el ácido hibiscus y el ácido ascórbico (Izquierdo-Vega *et al.*, 2020). Además, por cromatografía de líquidos se han reconocido hasta 18 compuestos fenólicos; entre ellos algunos ácidos fenólicos y antocianinas (Guardiola & Mach, 2014).

En el espectro, la región comprendida entre 1000 a 1200, corresponde a carbohidratos. En ese sentido, esta zona pertenecería al almidón que funciona como material encapsulante. La zona amorfa corresponde a la banda 1022 y la zona cristalina a 1047 y 995 (Zhang *et al.*, 2024). Aplicando deconvolución se evaluó el área de la zona amorfa y cristalina, según se muestra en el **Cuadro 14**. En los encapsulados con almidón modificado por enzimas y de forma dual, se observa un aumento en el área amorfa.

Dado que las enzimas amilolíticas utilizadas para la modificación cortan enlaces α -1,4, podría haber cadenas glucosídicas que favorecen la interacción con los compuestos fenólicos. Sin embargo, los espectros correspondientes a los encapsulados no muestran nuevas señales, por lo que no hay formación de nuevos enlaces. Se ha sugerido que las interacciones entre los

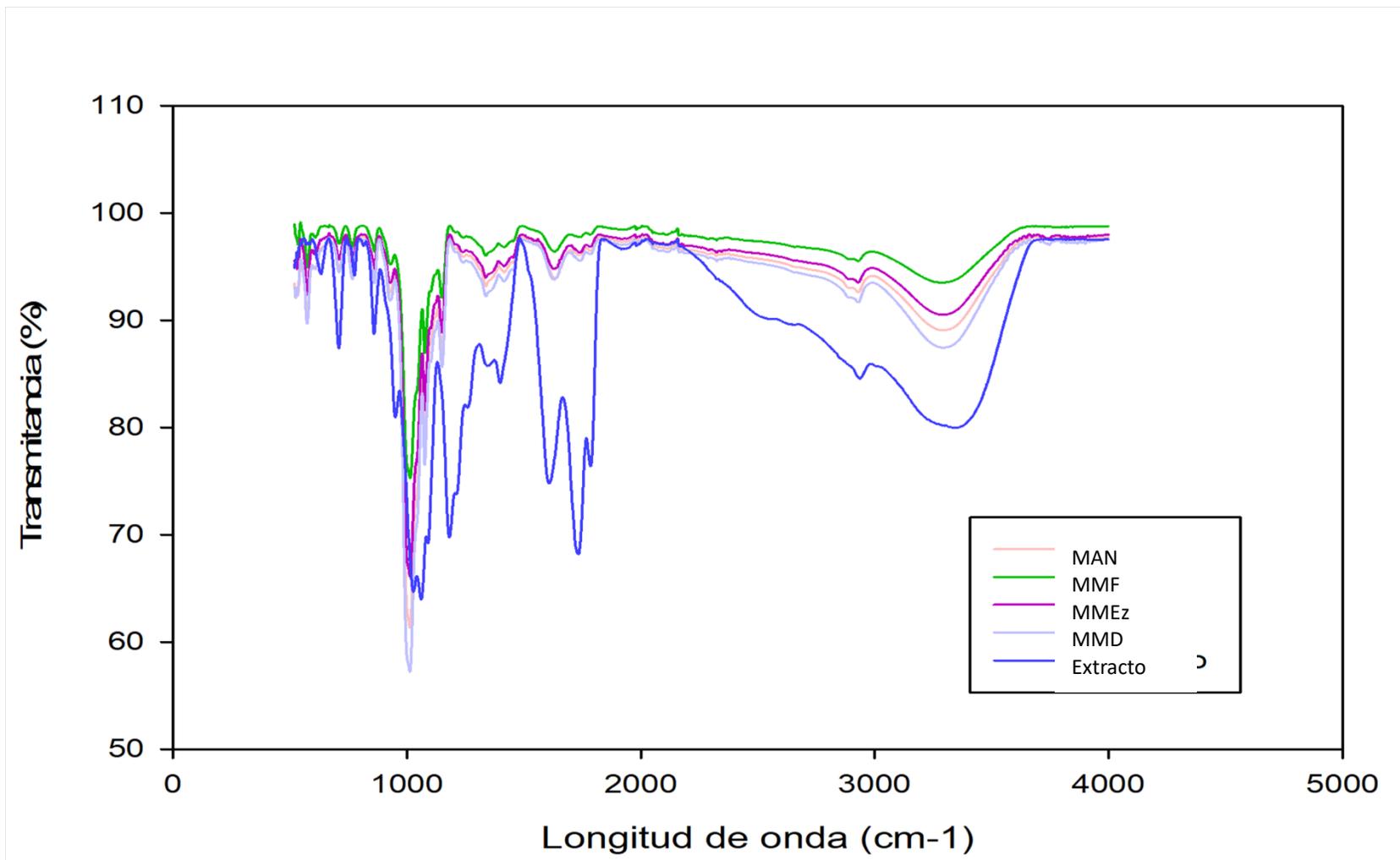


Figura 13. Espectroscopía infrarroja por la transformada de Fourier del extracto acuoso de jamaica y los encapsulados.

Cuadro 13. Deconvoluciones zonas amorfas y cristalinas.

Ángulo	Almidón nativo	Encapsulados			
		AN	MF	MEz	MD
1047	9.76	1.65	0.97	0.25	0.32
1022	1.37	2.08	0.98	9.30	13.23
995	8.06	10.85	6.50	5.67	7.86
R ²	0.99	0.99	0.99	0.97	0.97

compuestos fenólicos y el almidón se dan por enlaces no covalentes; interacciones débiles como puentes de hidrógeno. Éste mismo comportamiento fue reportado por Das *et al.* (2019) al encapsular antocianinas en almidón de arroz.

En los espectros de los encapsulados se observa la misma tendencia de señales, en menor intensidad (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018). La región entre 3000-3500 corresponde a los grupos OH. Que dan lugar a la formación de interacciones por puentes de hidrógeno antes mencionadas. En cuanto a los ácidos carboxílicos la señal se da entre 1610-1550, los ácidos fenólicos se observaron con la presencia de anillo aromático en 1015 y el estiramiento C-O en 1234. En cuanto a las antocianinas, la combinación de anillos aromáticos se observó entre 2000-1660, deformación angular de compuestos fenólicos se vio entre 1300-1380 (Coates, 2000).

7.1.5.3 Actividad de agua de los encapsulados

La actividad de agua para los encapsulados, es una señal de estabilidad (Souza *et al.*, 2018). Para la encapsulación de extracto de Jamaica utilizando almidón de malanga nativo y modificado (**Cuadro 15**), se obtuvieron valores de 0.208 a 0.257, donde la actividad más baja se observó en los encapsulados con almidón nativo (MAN). Esto podría deberse a que las modificaciones del almidón generaron la exposición de grupos OH (Mercado-Mercado *et al.*, 2015). Ya se ha utilizado el almidón de malanga en la encapsulación en secado por aspersión para antocianinas (Rosales-Chimal *et al.*, 2023) y lactobacilos (Alfaro-Galarza *et al.*, 2020) donde los valores de actividad de agua reportados, fueron inferiores a 0.3 y en aceite de semilla de granada (Cortez-Trejo *et al.*, 2021) se observó un rango entre 0.2 y 0.4. Leyva-López *et al.* (2019) han discutido la importancia de una actividad de agua baja. Donde se ha logrado evitar la actividad microbiológica y brindar estabilidad contra la oxidación, al manejar valores inferiores a 0.6. Además en ésta fuente de almidón, obtener valores inferiores a 0.6 señalan que la temperatura de entrada al secador y el proceso de secado por aspersión fue eficiente (Rosales-Chimal *et al.*, 2023).

Cuadro 14. Actividad de agua de los encapsulados.

Encapsulados	a_w
MAN	0.208 ± 0.050 ^c
MMF	0.254 ± 0.070 ^b
MMEz	0.278 ± 0.040 ^a
MMD	0.257 ± 0.010 ^b

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN) encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF) encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD). Promedio de tres repeticiones \pm desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

7.1.5.4 Retención de compuestos bioactivos

En el **Cuadro 16** se muestra la concentración en el tiempo basal de antocianinas y fenoles cuantificables retenidos en las microcápsulas (antocianinas y fenoles totales) así como, la capacidad de inhibición inicial contra los radicales ABTS y DPPH. Así pues, de acuerdo con la concentración inicial de compuestos bioactivos presentes en el extracto con respecto a lo que los materiales pared de almidón nativo, modificado físicamente, modificado enzimáticamente y de forma dual; la eficiencia de encapsulación de fenoles respectivamente ha sido de 52.22%, 55.98%, 44% y 40.42% respectivamente. A su vez determinando la concentración de antocianinas retenidas, se cuantificó una retención de 15% en almidón nativo, 9% en almidón modificado por ultrasonido, 5% en almidón enzimático y 12% en almidón modificado de forma dual.

Dado que el extracto presentó una concentración elevada de antocianinas, el almidón de malanga modificado mostró una menor capacidad de retención debido a la reducción del tamaño durante la modificación. Sin embargo, el almidón modificado mostró una mayor eficiencia de retención con respecto al tiempo que el almidón nativo. Este comportamiento también ha sido observado por en la modificación por ultrasonido del almidón de castaña de indias y castaña de agua al encapsular resveratrol (Ahmad & Gani, 2021). También se ha estudiado que la baja retención inicial, podría deberse a que el almidón modificado exponía un mayor número de grupo -OH, lo que a su vez incrementó la interacción con los compuestos bioactivos brindando protección química y física al compuesto encapsulado lo que aumenta la estabilidad (Miao *et al.*, 2021).

Por su parte, la capacidad de los encapsulados de inhibir al radical ABTS fue de 70% aproximado y DPPH 80%. Los cuales no muestran diferencia significativa. Ya se ha reportado que la inhibición de radicales es alta cuando la temperatura de entrada es más alta lo cual favorece el secado y forma una película protectora lo cual impide la pérdida de compuestos encapsulados (Miao *et al.*, 2021).

Cuadro 15. Concentración de compuestos encapsulados y capacidad antioxidante en tiempo cero de almacenamiento.

	Fenoles (mg Equivalentes de Ácido gálico/ 100 g)	Antocianinas (mg Equivalentes de Cianinida-3- glucósido /100g)	Inhibición del radical ABTS (%)	Inhibición del radical DPPH (%)
MAN	689.63 ± 3.70 ^b	546.9 ± 7.23 ^a	74.15 ± 0.58 ^a	81.08 ± 1.35 ^b
MMF	739.63 ± 11.11 ^a	342.3 ± 14.46 ^c	73.58 ± 0.46 ^a	79.44 ± 0.289 ^b
MMEz	582.22 ± 10.31 ^c	183.7 ± 14.46 ^d	73.44 ± 0.22 ^a	85.81 ± 0.29 ^a
MMD	534.07 ± 1.85 ^d	463.4 ± 12.52 ^b	73.63 ± 0.08 ^a	80.79 ± 0.29 ^b

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN), encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF), encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD). Promedio de tres repeticiones ± desviación estándar. Valores en la misma columna y con distinta letra en superíndice son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

7.1.5.5 Estabilidad de los encapsulados (envejecimiento acelerado)

7.1.5.5.1 Cuantificación de compuestos fenólicos

La cuantificación de compuestos fenólicos en el tiempo basal mostró que todos los tratamientos fueron estadísticamente diferentes ($p \leq 0.05$). Siendo el almidón modificado por ultrasonido, el que presentó mayor retención de fenoles. En la **Figura 15** se observa la eficiencia de retención de los compuestos fenólicos encapsulados. En la cual, se evaluó el tiempo de almacenamiento y el efecto del material pared. El material pared no muestra diferencia estadísticamente significativa entre los tratamientos hasta el día 28. A la par, el tiempo ha mostrado tener un mayor efecto siendo los primeros 7 días en los que se observó la mayor disminución de compuestos encapsulados. A partir del día 14, los encapsulados en los distintos materiales de pared, no mostraron cambios en eficiencia de encapsulación de compuestos fenólicos. Sin embargo, al día 35, el almidón modificado de forma dual presentó la mayor eficiencia de retención.

Das *et al.* (2019), han discutido la capacidad de retención de fenoles podría estar asociada a la viscosidad inicial donde la concentración de sólidos es determinante. Además, algunos autores han evaluado la capacidad del almidón de para formar interacciones no covalentes en los sistemas de encapsulación con materiales como el almidón y las proteínas, lo cual favorece la estabilidad del encapsulado (Ferruzzi *et al.*, 2020; Frazier *et al.*, 2010; Xu *et al.*, 2021). Las modificaciones del almidón favorecen la exposición de grupos OH, incrementando las interacciones con el almidón (Mercado-Mercado *et al.*, 2015). Asimismo, aumentó la superficie de contacto ya que el almidón modificado presenta mayor área superficial lo cual pudo favorecer la estabilidad que se presentó en el almidón modificado de forma dual. Shao *et al.* (2018), encapsularon compuestos bioactivos en nanopartículas de almidón de malanga, demostrando que, a menor tamaño de partícula, mayor era la estabilidad. Por otro lado, (Rosales-Chimal *et al.*, 2023) también presentó una buena estabilidad en compuestos fenólicos encapsulados en almidón nativo.

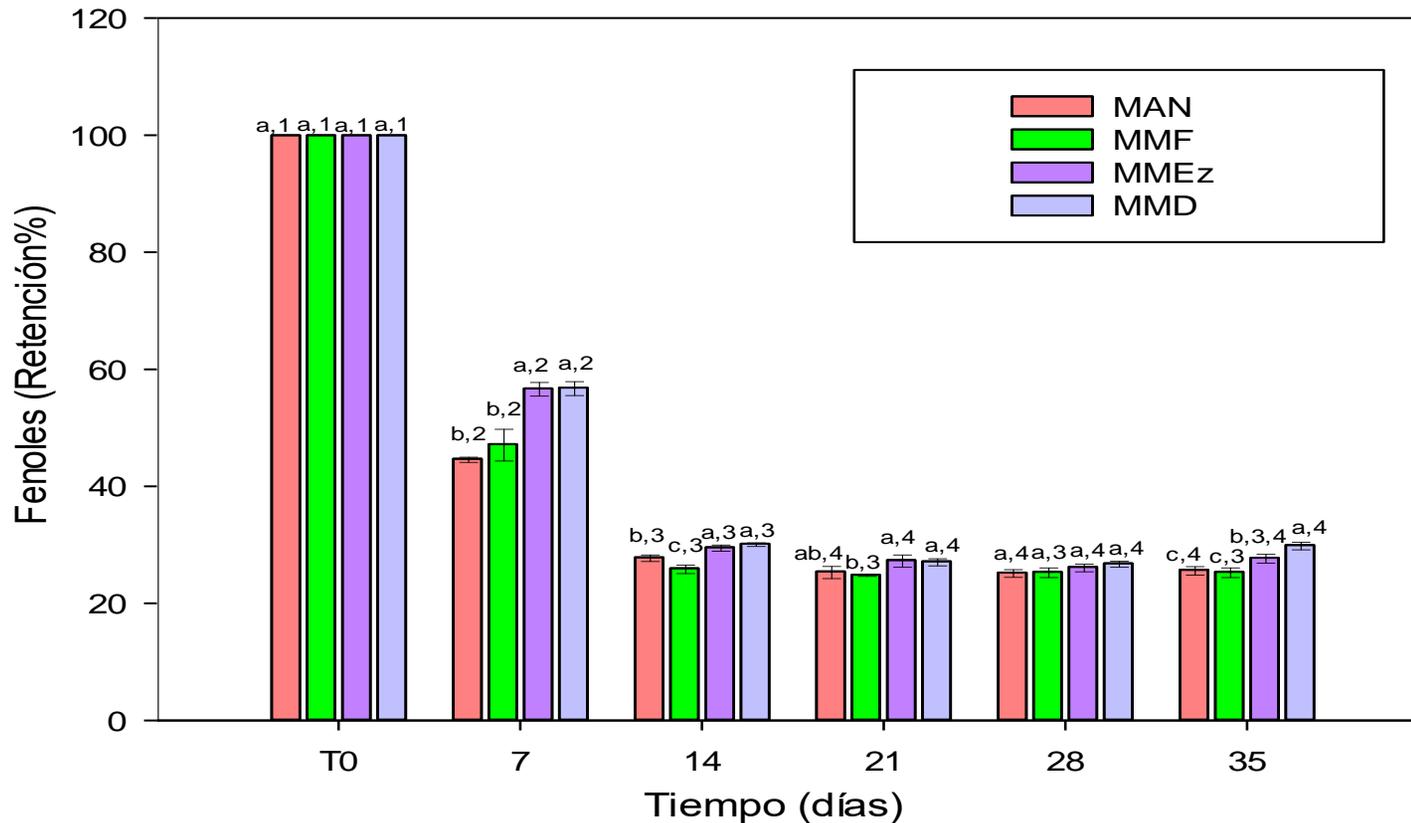


Figura 14. Eficiencia de retención de fenoles en condiciones de almacenamiento acelerado.

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN), encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF), encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD). Media de 3 réplicas \pm desviación estándar. Las letras en superíndice representan el efecto del material pared y los números representan el efecto del tiempo de almacenamiento. Las barras con diferentes letras y números son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

7.1.5.5.2 Cuantificación de antocianinas

En el tiempo basal (**Cuadro 16**), la mayor cuantificación de antocianinas se observó en el almidón nativo. Todos los tratamientos mostraron diferencia estadística significativa ($p < 0.05$). Sin embargo, en la **Figura 16**, al evaluar el efecto del tiempo se observa una mayor eficiencia de retención en los encapsulados con almidón modificado por ultrasonido y los encapsulados en almidón modificado por enzimas. Siendo el material pared, la variable más importante para la conservación de antocianinas. Rosales-Chimal *et al.* (2023) utilizó el almidón de malanga nativo para la encapsulación en secado por aspersion encontrando la temperatura óptima de entrada y la concentración de almidón de malanga ideal para la encapsulación de antocianinas. Destacando que, una mayor concentración de sólidos favorecía la interacción de grupos OH con las antocianinas. Este comportamiento también se observó en la encapsulación en almidón modificado por ultrasonido y enzimas.

Algunos autores han discutido las posibles interacciones que ocurren entre el almidón y las antocianinas. Dividiendo las posibles interacciones en dos grupos; complejos de inclusión y de no inclusión. Los complejos de inclusión muestran mecanismos similares a los que se observan en la formación del complejo tipo V con lípidos; así que, la formación de complejos de inclusión podría darse si la antocianina presenta una cadena lineal hidrocarbonada quedando dentro de la cadena de amilosa o por la interacción hidrófoba de la parte interna del almidón con un anillo aromático (Zhang *et al.*, 2024). En almidón de arroz utilizado para la encapsulación de antocianidinas, se estudió la formación de complejos de inclusión (Das *et al.*, 2019). Por otro lado, las antocianinas pueden generar impedimento estérico, debido a su gran tamaño, chocando así con la estructura de la doble hélice. Por lo que las interacciones podrían ser formando complejos de no inclusión mediante interacciones débiles como puentes de hidrógeno y fuerzas de Van der Waals (Zhang *et al.*, 2024).

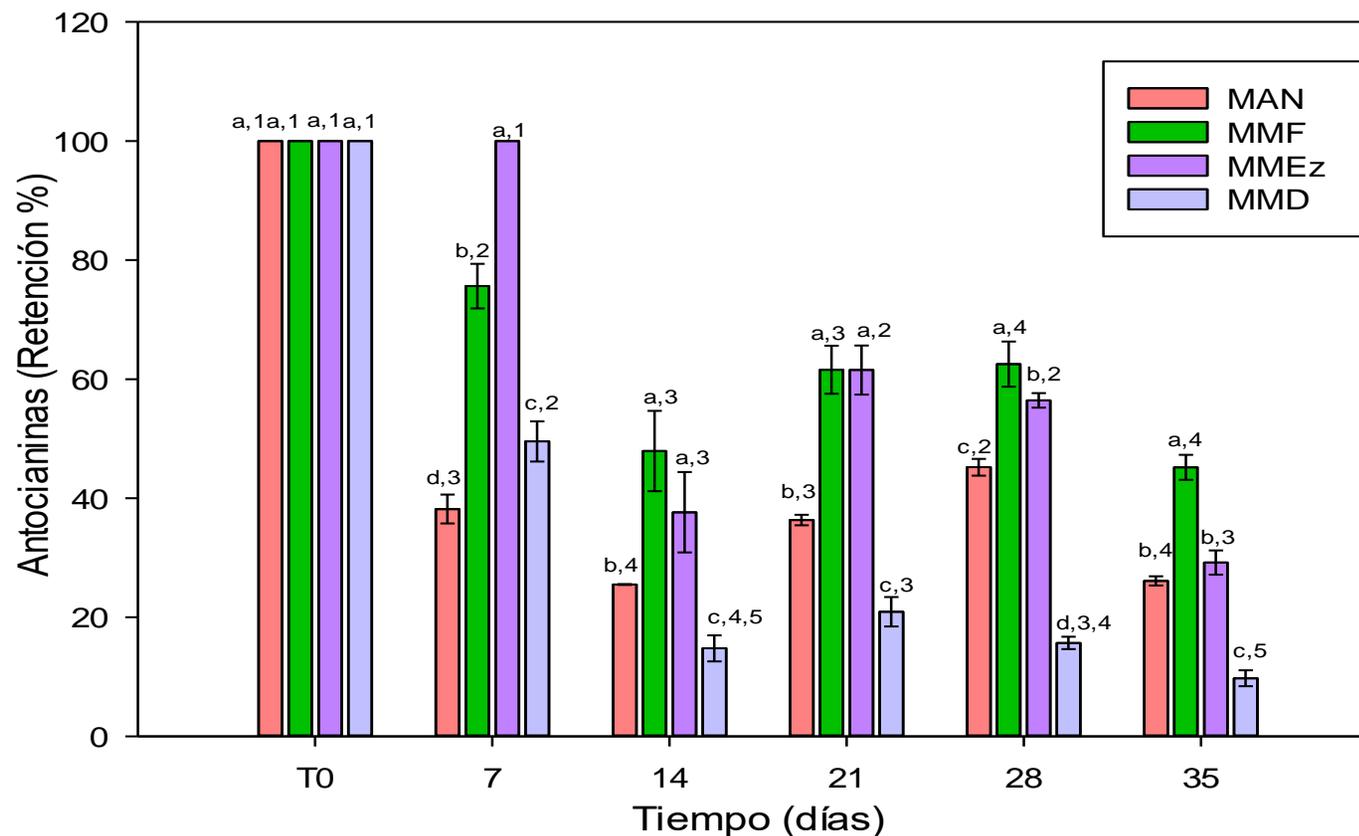


Figura 15. Eficiencia de retención de antocianinas en condiciones de almacenamiento acelerado.

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN), encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF), encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD). Media de 3 réplicas \pm desviación estándar. Las letras en superíndice representan el efecto del material pared y los números representan el efecto del tiempo de almacenamiento. Las barras con diferentes letras y números son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

9.1.5.5.3 Capacidad de inhibición del radical ABTS

Al evaluar el efecto de la inhibición del radical ABTS⁺, en el tiempo basal, no se observan diferencias significativas entre los distintos encapsulados ($p > 0.05$). Sin embargo, la evaluación en envejecimiento acelerado en la **Figura 17**, muestra que la mayor pérdida se dio al día 7. Siendo el encapsulado en almidón modificado por ultrasonido el que conservó la mayor capacidad de inhibición. Un comportamiento similar se observó en la **Figura 16** con la eficiencia de encapsulación de antocianinas, donde la mayor eficiencia fue observada en el encapsulado en almidón modificado físicamente.

Además, se discute que la pérdida o degradación de compuestos bioactivos, así como la unión de estos a una molécula de mayor tamaño pueden influir en la reducción de la capacidad antioxidante. En el caso de los compuestos fenólicos, la presencia de grupos metoxi, incrementan la capacidad de inhibición. Tal es el caso del ácido gálico (presente en el extracto acuoso de jamaica), el cual presenta cinco grupos OH en su estructura (Gulcin, 2020). Los mecanismos de inhibición del radical ABTS se basan en la transferencia de un átomo de hidrógeno y la transferencia de un solo electrón (Prior *et al.*, 2005). En los flavonoides estos mecanismos se dan gracias a los grupos hidroxilo ubicados en el carbono 3 y 5 (Gulcin, 2020) las cuales son compuestos mayoritarios en el extracto de jamaica.

Cassol *et al.* (2019), evaluó la capacidad de inhibición del ABTS⁺, encontrando una capacidad de 46.3% o menos en el extracto fenólico de *Hibiscus sabdariffa*. Asimismo (Lyu *et al.*, 2020) evaluó la capacidad de inhibición de *Hibiscus* encontrando un porcentaje entre 84 y 57%. Por lo que, en esta investigación el método de encapsulación fue eficiente; ya que, los porcentajes de inhibición en el tiempo cero fueron superiores a 70%.

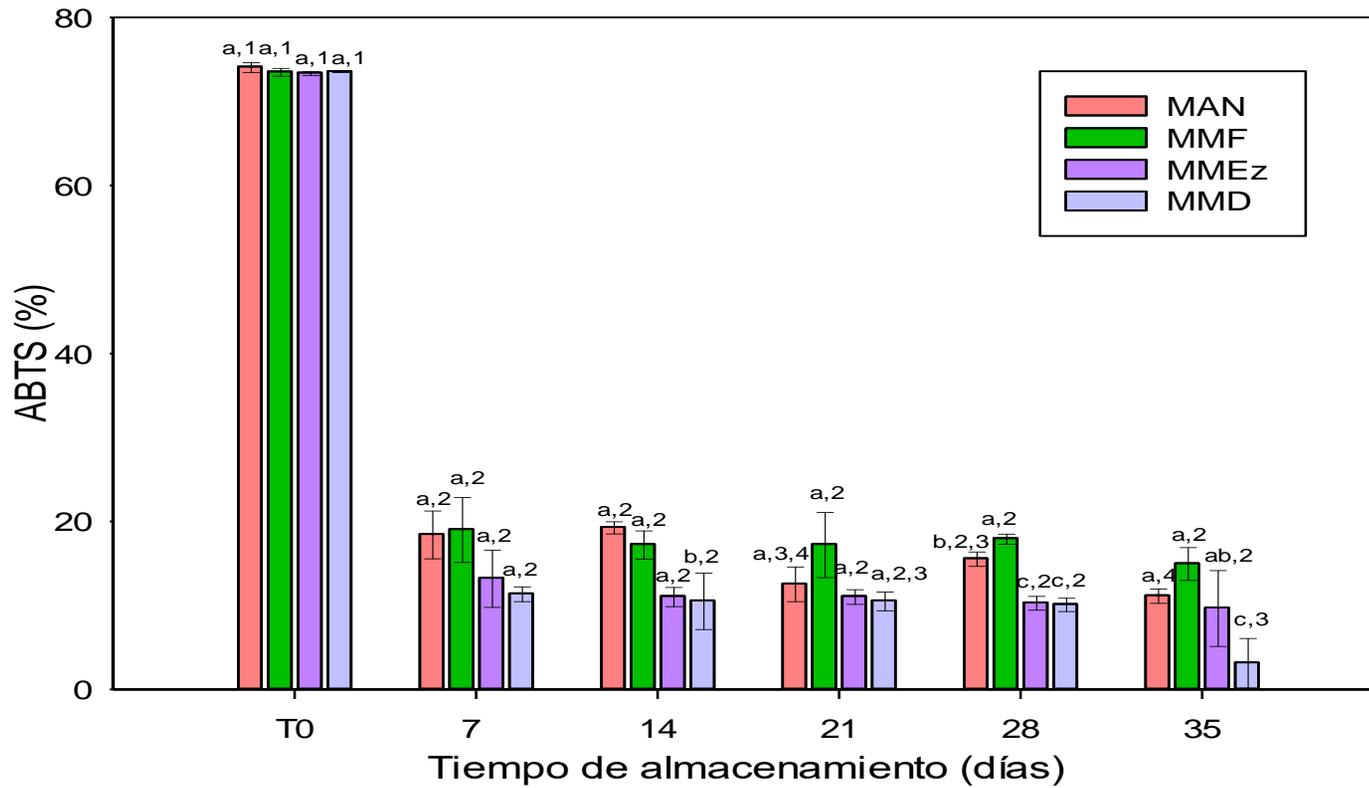


Figura 16. Efecto inhibitorio del ABTS⁺ con los encapsulados en los diferentes materiales de pared.

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN), encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF), encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD). Media de 3 réplicas \pm desviación estándar. Las letras en superíndice representan el efecto del material pared y los números representan el efecto del tiempo de almacenamiento. Las barras con diferentes letras y números son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

9.1.5.5.4 Capacidad de inhibición del radical DPPH⁺

Al evaluar la capacidad de inhibición del radical DPPH⁺, en el tiempo basal no se observan diferencias significativas para el encapsulado en almidón nativo, modificado físicamente y de forma dual. Siendo el encapsulado en almidón modificado enzimáticamente MMEz el que mostró mayor capacidad contra este radical. Del mismo modo, al evaluar el efecto del material de protección y tiempo, la variable tiempo no representó un efecto estadísticamente significativo ($p > 0.05$) a diferencia del material pared. Donde se observó una mayor inhibición del extracto encapsulado en almidón modificado enzimáticamente y de forma dual. La inhibición del radical DPPH⁺ ha mostrado una relación directa con los fenoles. Sin embargo, esto no se debe tanto a la concentración fenólica, sino más bien a los grupos hidroxilo y su posición, sobre todo aquellos ubicados en orto y para, ya que se reduce el impedimento estérico (Mercado-Mercado *et al.*, 2015). Del mismo modo, el grado de hidroxilación influye en la inhibición de radicales (Gulcin, 2020). El extracto acuoso de jamaica, presenta diversos compuestos fenólicos (Guardiola & Mach, 2014), los cuales pueden actuar por distintos mecanismos de inhibición del radical DPPH⁺. En el caso de los ácidos fenólicos (en el extracto de jamaica, el ácido cafeico, gálico y clorogénico) se ha estudiado que el proceso se basa en la transferencia de electrones con una pérdida secuencial de protones. De los ácidos fenólicos, el cafeico es uno de los ácidos hidroxicinámicos que ha mostrado una mayor capacidad de inhibición (Gulcin, 2020).

A la par, el extracto presenta un importante número de flavonoides, siendo las antocianinas (delfinidina-3-o sambubiosido y cianidina-3-o sambubiosido), compuestos mayoritarios (Guardiola & Mach, 2014). Es posible, que el mecanismo de acción de los flavonoides sea de transferencia de un átomo de hidrógeno. Donde la densidad electrónica de los anillos A y C influyen acelerando el proceso de inhibición y el anillo B es la zona de desprotonación, que en el caso de las antocianinas se suele ubicar el radical glucosídico (Enaru *et al.*, 2021; Gulcin, 2020).

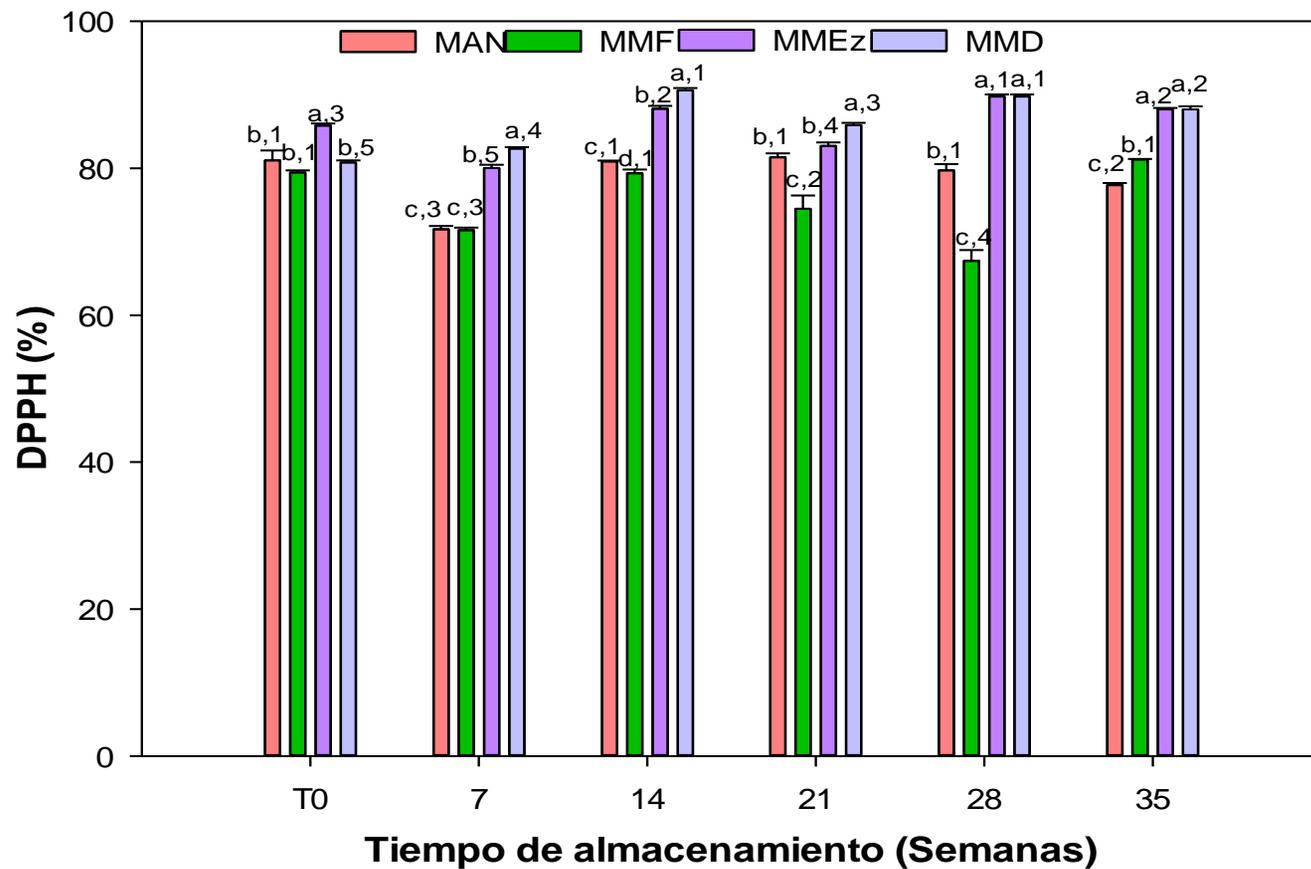


Figura 17. Efecto inhibitorio del radical DPPH+ con los encapsulados en los diferentes materiales de pared.

Media de 3 réplicas \pm desviación estándar. Las letras en superíndice en el mismo tiempo de almacenamiento representan el efecto del material pared y los números en el mismo material de encapsulación representan el efecto del tiempo de almacenamiento. Las barras con diferentes letras y números son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

De Moura *et al.* (2019) encapsuló el extracto de Jamaica, aplicando extrusión y secado por aspersión, obteniendo un efecto de inhibición contra DPPH⁺, superior al 60%. Además, evaluando otras especies encapsuladas del género *Hibiscus*, se han observado altos valores de inhibición; tales como, *H. Norena* encapsulada por liofilización muestra valores superiores a 80% (Piovesana & Noreña, 2018). Además, se adicionó *H. cannabinus* como aditivo antioxidante a un café, para lo cual, se utilizó un proceso de emulsión y secado por aspersión. Esto incremento la capacidad de inhibición del radical ABTS⁺ con el café, más del 100% (Chew *et al.*, 2020).

7.1.5.6 Bioaccesibilidad in vitro

Las antocianinas sufren cambios durante el proceso digestivo. Esto se debe al cambio de pH correspondientes a las zonas de la boca, estomago e intestino. Por lo que son degradadas, en algunos casos la disminución del pH favorece la reorganización de nuevas estructuras. Investigaciones previas han concluido que el producto metabólico de las antocianinas en la solución salival y orina, son las chalconas, que al carecer de color son difíciles de cuantificar y reportar (Victoria-Campos *et al.*, 2022). Por lo que es de interés evaluar la concentración de antocianinas detectables en las distintas fases de las soluciones simuladas y saber cuál fue el material pared que brindó mayor protección.

Se muestra la bioaccesibilidad de las antocianinas encapsuladas en el **Cuadro 17**, tanto en el tiempo basal (tiempo cero), como en el almacenamiento en condiciones de envejecimiento acelerado. En el cual se observó que, en el tiempo inicial, el encapsulado en almidón modificado físicamente liberó la mayor concentración de antocianinas en las tres soluciones, siendo significativamente mayor la concentración con respecto a los otros encapsulados. Donde el sistema de encapsulación con almidón modificado enzimáticamente también presentó una concentración más alta que el almidón nativo. Sin embargo, con respecto al tiempo, el enzimático mostró concentraciones significativamente menores que el nativo. En cuanto al almidón

Cuadro 16. Bioaccesibilidad del extracto acuoso de Jamaica en los diferentes materiales de pared.

Solución	Encapsulado	Tiempo 0	7 días	14 días	21 días	28 días	35 días
Salival	MAN	123.40 ± 2.76 ^{c,2}	134.76 ± 5.91 ^{a,1}	110.38 ± 1.90 ^{b,3}	89.01 ± 2.02 ^{c,5}	96.35 ± 1.04 ^{a,4}	87.84 ± 2.02 ^{a,4,5}
	MMF	162.31 ± 2.18 ^{a,1}	140.44 ± 3.52 ^{a,2}	128.75 ± 0.87 ^{a,3}	105.04 ± 1.04 ^{a,4}	98.52 ± 1.45 ^{a,5}	90.17 ± 0.87 ^{a,6}
	MMEz	137.93 ± 2.52 ^{b,1}	136.26 ± 1.74 ^{a,1}	108.04 ± 1.45 ^{b,2}	90.01 ± 6.44 ^{b,3}	76.81 ± 1.76 ^{b,4}	58.78 ± 1.53 ^{b,5}
	MMD	117.89 ± 9.43 ^{c,1}	109.54 ± 0.77 ^{b,1}	92.18 ± 1.33 ^{c,2}	66.96 ± 0.29 ^{c,3}	75.14 ± 7.81 ^{b,3}	61.95 ± 0.29 ^{b,3}
Gástrica	MAN	155.20 ± 3.06 ^{c,1}	149.53 ± 6.77 ^{a,1}	112.65 ± 4.60 ^{bc,2}	119.53 ± 5.23 ^{c,2}	91.58 ± 8.96 ^{b,3}	95.63 ± 2.53 ^{a,3}
	MMF	203.42 ± 8.09 ^{a,1}	156.42 ± 9.75 ^{a,2}	138.59 ± 7.97 ^{a,2}	156.42 ± 9.75 ^{a,2}	109.41 ± 5.57 ^{a,3}	100.90 ± 3.22 ^{a,3}
	MMEz	170.20 ± 6.43 ^{b,1}	145.07 ± 6.91 ^{ab,2}	120.35 ± 4.86 ^{b,3}	125.14 ± 6.71 ^{b,3}	87.53 ± 2.43 ^{bc,4}	72.94 ± 3.22 ^{b,4}
	MMD	151.15 ± 1.40 ^{c,1}	129.65 ± 5.48 ^{b,2}	102.93 ± 5.48 ^{c,3}	119.77 ± 7.31 ^{c,2,3}	75.78 ± 3.91 ^{c,4}	68.48 ± 1.86 ^{b,4}
Intestinal	MAN	80.19 ± 0.99 ^{c,1}	81.01 ± 9.34 ^{ab,1}	85.92 ± 8.93 ^{a,1}	82.48 ± 5.95 ^{ab,1}	72.17 ± 4.32 ^{b,1}	61.86 ± 2.98 ^{b,2}
	MMF	131.16 ± 2.62 ^{a,1}	94.51 ± 6.87 ^{a,2}	90.21 ± 4.30 ^{a,2}	89.93 ± 7.94 ^{a,2}	81.62 ± 2.98 ^{a,2}	73.31 ± 2.62 ^{a,3}
	MMEz	93.93 ± 6.51 ^{b,1}	74.46 ± 8.12 ^{b,2}	77.90 ± 4.96 ^{b,2}	73.89 ± 1.72 ^{b,2}	73.89 ± 1.72 ^{b,2}	52.12 ± 0.99 ^{c,3}
	MMD	61.34 ± 0.86 ^{d,2}	61.86 ± 5.15 ^{b,2}	65.11 ± 7.04 ^{b,1,2}	69.03 ± 7.14 ^{b,1}	66.30 ± 4.96 ^{c,1}	63.58 ± 5.95 ^{b,1,2}

Donde, encapsulados en almidón de malanga nativo (MAN), encapsulados en almidón modificado por ultrasonido (MMF), encapsulados en almidón modificado por enzimas (MMEz) y encapsulados en almidón doblemente modificado (MMD). Media de 3 réplicas ± desviación estándar. Las letras en superíndice representan el efecto del material pared y los números representan el efecto del tiempo de almacenamiento. Las letras y/o números diferentes entre filas y columnas son significativamente diferentes según la prueba de Tukey ($p < 0.05$).

modificado físicamente, con respecto al tiempo, no se observaron diferencias entre el día 7 y el día 21 para las soluciones gástrica e intestinal. Además, para la zona intestinal, el encapsulado MMF, mostró las concentraciones más altas y presentó diferencia estadística significativa ($p < 0.05$).

Para el aprovechamiento de los beneficios nutricionales, las antocianinas deben llegar íntegras a la pared gástrica. Además, parte de su absorción se da en las células epiteliales del intestino delgado. A partir de antocianinas degradadas, también se pueden obtener ácidos fenólicos, cuya absorción se da principalmente en el colon. Por lo cual, obtener una concentración alta de antocianinas en la fracción intestinal es de importancia (Fernandes *et al.*, 2014).

No obstante, se ha hablado de la posible interacción almidón-polifenol. Que puede influir en el proceso digestivo. Al ser complejo de inclusión, se ha sugerido la formación de almidón resistente tipo V. En el cual, las enzimas como α -amilasa son inhibidas de forma reversible (formación de enlaces no covalentes) o irreversible (enlaces covalentes entre el almidón y la enzima). Por lo que, la unión de antocianinas al almidón, podrían influir en el control de la liberación de glucosa en la sangre. (Zhang *et al.*, 2024)

Una de las antocianinas mayormente presente en el extracto acuoso de Jamaica es cianidina-3-glucósido (Khan *et al.*, 2022). La cual, ha sido estudiado en la digestión de almidón y se ha visto que puede generar cambios conformacionales en α -amilasa y amilogucosidasa. Además de la reducción de actividad enzimática, la interacción almidón-polifenol podría presentar un mayor orden cristalino debido a la organización que se da con estos compuestos (Zhang *et al.*, 2024).

El mecanismo de digestión de almidón-polifenol, al ser interacción tipo V. Funciona como fibra dietética llegando así al intestino grueso, donde las bacterias ácido-lácticas se encargan de fermentar y formar como productos, ácidos grasos de cadena corta que luego pueden ser reabsorbidos (Romero Hernández *et al.*, 2022).

VIII. CONCLUSIONES

La modificación con ultrasonido, con enzimas amilolíticas y de forma dual, disminuyó el tamaño de granulo del almidón y actuó sobre la superficie de los gránulos generando poros o fisuras. Asimismo, lo almidones modificados presentaron mayor cristalinidad con respecto al almidón nativo. Mientras que los almidones modificados exhibieron una viscosidad máxima menor que el nativo. Además, se observó un incremento en la estabilidad térmica del almidón modificado donde la entalpía no mostró diferencia significativa y la temperatura de gelatinización aumentó hasta 5°C.

Paralelamente, la modificación física y enzimática del almidón de malanga tuvo un efecto significativo en la preparación de microcápsulas al aplicar el método de secado por aspersión. Donde se demostró una mayor homogeneidad del tamaño de partícula, mayor actividad del agua, mayor estabilidad y eficiencia de encapsulación. Así mismo, mediante la caracterización morfológica de los encapsulados se muestran gránulos con características similar. Sin embargo, hubo un incrementó en la eficiencia de retención de compuestos químicos con respecto al almidón nativo.

La modificación del almidón mediante ultrasonido ha aumentado la eficiencia de retención y al mismo tiempo ha mostrado una mayor bioaccesibilidad a las antocianinas, principalmente en la parte gástrica e intestinal.

IX. REFERENCIAS

- AACC. (2000). *Gelatinization temperature of rice flour. 43.01. Approval pending, Approved Methods of Analysis*. (11th ed).
- Abubakar, S. M., Ukeyima, M. T., Spencer, J. P. E., & Lovegrove, J. A. (2019). Acute Effects of Hibiscus Sabdariffa Calyces on Postprandial Blood Pressure, Vascular Function, Blood Lipids, Biomarkers of Insulin Resistance and Inflammation in Humans. *Nutrients*, 11(2), 341. <https://doi.org/10.3390/nu11020341>
- Agama-Acevedo, E., Garcia-Suarez, F. J., Gutierrez-Meraz, F., Sanchez-Rivera, M. M., San Martin, E., & Bello-Pérez, L. A. (2011). Isolation and partial characterization of Mexican taro (*Colocasia esculenta L.*) starch. *Starch - Stärke*, 63(3), 139–146. <https://doi.org/10.1002/star.201000113>
- Ahmad, M., Ashraf, B., Gani, A., & Gani, A. (2018). Microencapsulation of saffron anthocyanins using β glucan and β cyclodextrin: Microcapsule characterization, release behaviour & antioxidant potential during in-vitro digestion. *International Journal of Biological Macromolecules*, 109, 435–442. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.11.122>
- Ahmad, M., & Gani, A. (2021). Ultrasonicated resveratrol loaded starch nanocapsules: Characterization, bioactivity and release behaviour under in-vitro digestion. *Carbohydrate Polymers*, 251, 117111. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117111>
- Ai, Y., & Jane, J. (2018). Understanding Starch Structure and Functionality. En *Starch in Food* (pp. 151–178). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100868-3.00003-2>
- Alam, F., & Hasnain, A. (2009). Studies on Swelling and Solubility of Modified Starch from Taro (*Colocasia esculenta*): Effect of pH and Temperature. *Agriculturae Conspectus Scientificus (ACS)*, 74.
- Alfaro-Galarza, O., López-Villegas, E. O., Rivero-Perez, N., Tapia- Maruri, D., Jiménez-Aparicio, A. R., Palma-Rodríguez, H. M., & Vargas-Torres, A. (2020). Protective effects of the use of taro and rice starch as wall material on the viability of encapsulated

- Lactobacillus paracasei subsp. Paracasei. *LWT*, 117, 108686.
<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108686>
- Alu'datt, M. H., Alrosan, M., Gammoh, S., Tranchant, C. C., Alhamad, M. N., Rababah, T., Zghoul, R., Alzoubi, H., Ghatasheh, S., Ghozlan, K., & Tan, T.-C. (2022). Encapsulation-based technologies for bioactive compounds and their application in the food industry: A roadmap for food-derived functional and health-promoting ingredients. *Food Bioscience*, 50, 101971. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.101971>
- Apriyanto, A., Compart, J., & Fettke, J. (2022). A review of starch, a unique biopolymer – Structure, metabolism and in planta modifications. *Plant Science*, 318, 111223. <https://doi.org/10.1016/j.plantsci.2022.111223>
- Arinola, S. O. (2019). Physicochemical properties of pregelatinized and microwave radiated white and red cocoyam (*Colocasia esculenta*) starches. *Croatian journal of food science and technology*, 11(2), 251–258. <https://doi.org/10.17508/CJFST.2019.11.2.15>
- Augustin, M. A., Sanguansri, L., & Bode, O. (2006). Maillard Reaction Products as Encapsulants for Fish Oil Powders. *Journal of Food Science*, 71(2). <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2006.tb08893.x>
- Ayyaril, S. S., Shanableh, A., Bhattacharjee, S., Rawas-Qalaji, M., Cagliani, R., Shabib, A. G., & Imran Khan, M. (2023). Recent progress in micro and nano-encapsulation techniques for environmental applications: A review. *Results in Engineering*, 18, 101094. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2023.101094>
- Benavent-Gil, Y., & Rosell, C. M. (2017). Performance of Granular Starch with Controlled Pore Size during Hydrolysis with Digestive Enzymes. *Plant Foods for Human Nutrition*, 72(4), 353–359. <https://doi.org/10.1007/s11130-017-0635-0>
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT - Food Science and Technology*, 28(1), 25–30. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)
- Bule, M., Albelbeisi, A. H., Nikfar, S., Amini, M., & Abdollahi, M. (2020). The antidiabetic and antilipidemic effects of Hibiscus sabdariffa: A systematic review and meta-analysis of

- randomized clinical trials. *Food Research International*, 130, 108980. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.108980>
- Cabral, B. R. P., de Oliveira, P. M., Gelfuso, G. M., Quintão, T. de S. C., Chaker, J. A., Karnikowski, M. G. de O., & Gris, E. F. (2018). Improving stability of antioxidant compounds from *Plinia cauliflora* (jabuticaba) fruit peel extract by encapsulation in chitosan microparticles. *Journal of Food Engineering*, 238, 195–201. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.06.004>
- Cassol, L., Rodrigues, E., & Zapata Noreña, C. P. (2019). Extracting phenolic compounds from *Hibiscus sabdariffa* L. calyx using microwave assisted extraction. *Industrial Crops and Products*, 133, 168–177. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.03.023>
- Chen, Y., Huang, S., Tang, Z., Chen, X., & Zhang, Z. (2011). Structural changes of cassava starch granules hydrolyzed by a mixture of α -amylase and glucoamylase. *Carbohydrate Polymers*, 85(1), 272–275. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.01.047>
- Cheng, Y., Liu, Y., Wu, J., Ofori Donkor, P., Li, T., & Ma, H. (2017). Improving the enzymolysis efficiency of potato protein by simultaneous dual-frequency energy-gathered ultrasound pretreatment: Thermodynamics and kinetics. *Ultrasonics Sonochemistry*, 37, 351–359. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2017.01.034>
- Chew, S.-C., Tan, C.-P., Tan, C.-H., & Nyam, K.-L. (2020). In-vitro bioaccessibility of spray dried refined kenaf (*Hibiscus cannabinus*) seed oil applied in coffee drink. *Journal of Food Science and Technology*, 57(7), 2507–2515. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04286-9>
- Cho, T. J., Kim, S. A., Kim, H. W., Park, S. M., & Rhee, M. S. (2020). Changes in Consumers' Food Purchase and Transport Behaviors over a Decade (2010 to 2019) Following Health and Convenience Food Trends. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(15), 5448. <https://doi.org/10.3390/ijerph17155448>
- Choudhury, N., Meghwal, M., & Das, K. (2021). Microencapsulation: An overview on concepts, methods, properties and applications in foods. *Food Frontiers*, 2(4), 426–442. <https://doi.org/10.1002/fft2.94>

- Coates, J. (2000). Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach. En R. A. Meyers (Ed.), *Encyclopedia of Analytical Chemistry* (1a ed.). Wiley. <https://doi.org/10.1002/9780470027318.a5606>
- Cooke, D., & Gidley, M. J. (1992). Loss of crystalline and molecular order during starch gelatinisation: Origin of the enthalpic transition. *Carbohydrate Research*, *227*, 103–112. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(92\)85063-6](https://doi.org/10.1016/0008-6215(92)85063-6)
- Cortez-Trejo, M. C., Wall-Medrano, A., Gaytán-Martínez, M., & Mendoza, S. (2021). Microencapsulation of pomegranate seed oil using a succinylated taro starch: Characterization and bioaccessibility study. *Food Bioscience*, *41*, 100929. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.100929>
- Das, A. B., Goud, V. V., & Das, C. (2019). Microencapsulation of anthocyanin extract from purple rice bran using modified rice starch and its effect on rice dough rheology. *International Journal of Biological Macromolecules*, *124*, 573–581. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.11.247>
- Das, A., & Sit, N. (2021). Modification of Taro Starch and Starch Nanoparticles by Various Physical Methods and their Characterization. *Starch - Stärke*, *73*(5–6), 2000227. <https://doi.org/10.1002/star.202000227>
- De Moura, S. C. S. R., Berling, C. L., Garcia, A. O., Queiroz, M. B., Alvim, I. D., & Hubinger, M. D. (2019). Release of anthocyanins from the hibiscus extract encapsulated by ionic gelation and application of microparticles in jelly candy. *Food Research International*, *121*, 542–552. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.12.010>
- De Moura, S. C. S. R., Berling, C. L., Germer, S. P. M., Alvim, I. D., & Hubinger, M. D. (2018). Encapsulating anthocyanins from *Hibiscus sabdariffa* L. calyces by ionic gelation: Pigment stability during storage of microparticles. *Food Chemistry*, *241*, 317–327. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.08.095>
- Deka, D., & Sit, N. (2016). Dual modification of taro starch by microwave and other heat moisture treatments. *International Journal of Biological Macromolecules*, *92*, 416–422. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.07.040>

- Díaz-Montes, E. (2023). Wall Materials for Encapsulating Bioactive Compounds via Spray-Drying: A Review. *Polymers*, *15*(12), 2659. <https://doi.org/10.3390/polym15122659>
- Dura, A., Błaszczak, W., & Rosell, C. M. (2014). Functionality of porous starch obtained by amylase or amyloglucosidase treatments. *Carbohydrate Polymers*, *101*, 837–845. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.10.013>
- Enaru, B., Dreţcanu, G., Pop, T. D., Stănilă, A., & Diaconeasa, Z. (2021). Anthocyanins: Factors Affecting Their Stability and Degradation. *Antioxidants*, *10*(12), 1967. <https://doi.org/10.3390/antiox10121967>
- Esquivel-González, B. E., Medina-Torres, L., Ochoa-Martínez, L. A., Rutiaga-Quiñones, O. M., Rocha-Guzmán, N. E., Calderas, F., & Varela-Santos, E. D. C. (2022). Microencapsulation of betanins by spray drying with mixtures of sweet potato starch and maltodextrin as wall materials to prepare natural pigments delivery systems. *Journal of Food Processing and Preservation*, *46*(4). <https://doi.org/10.1111/jfpp.16431>
- Feng, J., Cerniglia, C. E., & Chen, H. (2012). Toxicological significance of azo dye metabolism by human intestinal microbiota. *Frontiers in bioscience (Elite edition)*, *4*, 568–586.
- Fernandes, I., Faria, A., Calhau, C., De Freitas, V., & Mateus, N. (2014). Bioavailability of anthocyanins and derivatives. *Journal of Functional Foods*, *7*, 54–66. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2013.05.010>
- Fernandes, S. S., Coelho, M. S., & Salas-Mellado, M. de las M. (2019). Bioactive Compounds as Ingredients of Functional Foods. En *Bioactive Compounds* (pp. 129–142). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814774-0.00007-4>
- Ferruzzi, M. G., Hamaker, B. R., & Bordenave, N. (2020). Phenolic compounds are less degraded in presence of starch than in presence of proteins through processing in model porridges. *Food Chemistry*, *309*, 125769. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125769>
- Figueiredo, J. de A., Silva, C. R. de P., Souza Oliveira, M. F., Norcino, L. B., Campelo, P. H., Botrel, D. A., & Borges, S. V. (2022). Microencapsulation by spray chilling in the food

- industry: Opportunities, challenges, and innovations. *Trends in Food Science & Technology*, 120, 274–287. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.12.026>
- Flores-Silva, P. C., Alvarez-Ramirez, J., & Bello-Perez, L. A. (2018). Effect of Dual Modification Order with Ultrasound and Hydrothermal Treatments on Starch Digestibility. *Starch - Stärke*, 70(5–6), 1700284. <https://doi.org/10.1002/star.201700284>
- Frazier, R. A., Deaville, E. R., Green, R. J., Stringano, E., Willoughby, I., Plant, J., & Mueller-Harvey, I. (2010). Interactions of tea tannins and condensed tannins with proteins. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 51(2), 490–495. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2009.05.035>
- Gebre, B. A., Zhang, C., Li, Z., Sui, Z., & Corke, H. (2024). Impact of starch chain length distributions on physicochemical properties and digestibility of starches. *Food Chemistry*, 435, 137641. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137641>
- Gerçekaslan, K. E. (2021). Hydration level significantly impacts the freezable—And unfreezable -water contents of native and modified starches. *Food Science and Technology*, 41(2), 426–431. <https://doi.org/10.1590/fst.04520>
- Getachew, A., Yilma, Z., & Abrha, S. (2020). Acetylation and Evaluation of Taro Boloso-I Starch as Directly Compressible Excipient in Tablet Formulation. *Advances in Pharmacological and Pharmaceutical Sciences*, 2020, 1–10. <https://doi.org/10.1155/2020/2708063>
- Gimbun, J., Nguang, S. L., Pang, S. F., Yeong, Y. L., Kee, K. L., & Chin, S. C. (2019). Assessment of Phenolic Compounds Stability and Retention during Spray Drying of Phyllanthus niruri Extracts. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58(2), 752–761. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.8b03060>
- Gómez-Aldapa, C. A., Castro-Rosas, J., Rangel-Vargas, E., Navarro-Cortez, R. O., Cabrera-Canales, Z. E., Díaz-Batalla, L., Martínez-Bustos, F., Guzmán-Ortiz, F. A., & Falfan-Cortes, R. N. (2019). A modified Achira (*Canna indica* L.) starch as a wall material for the encapsulation of Hibiscus sabdariffa extract using spray drying. *Food Research International*, 119, 547–553. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.10.031>

- Guardiola, S., & Mach, N. (2014). Potencial terapéutico del Hibiscus sabdariffa: Una revisión de las evidencias científicas. *Endocrinología y Nutrición*, *61*(5), 274–295. <https://doi.org/10.1016/j.endonu.2013.10.012>
- Gulcin, İ. (2020). Antioxidants and antioxidant methods: An updated overview. *Archives of Toxicology*, *94*(3), 651–715. <https://doi.org/10.1007/s00204-020-02689-3>
- Guo, Y., Qiao, D., Zhao, S., Zhang, B., & Xie, F. (2021). Starch-based materials encapsulating food ingredients: Recent advances in fabrication methods and applications. *Carbohydrate Polymers*, *270*, 118358. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118358>
- Hamzah, Y., & Siti, A. (2012, julio 9). *Effect of Heat Moisture Treatment on Molecular Structure and Thermal Properties of Taro Starch (Colocasia esculenta sp.)*.
- Hazarika, B. J., & Sit, N. (2016). Effect of dual modification with hydroxypropylation and cross-linking on physicochemical properties of taro starch. *Carbohydrate Polymers*, *140*, 269–278. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.12.055>
- He, R., Li, S., Zhao, G., Zhai, L., Qin, P., & Yang, L. (2023). Starch Modification with Molecular Transformation, Physicochemical Characteristics, and Industrial Usability: A State-of-the-Art Review. *Polymers*, *15*(13), Article 13. <https://doi.org/10.3390/polym15132935>
- Hernández-Bautista, M. (2021). *Evaluación de la actividad antihipertensiva del extracto de Hibiscus sabdariffa L encapsulado con almidón de malanga mediante secado por aspersión*. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.
- Herranz-López, M., Olivares-Vicente, M., Boix-Castejón, M., Caturla, N., Roche, E., & Micol, V. (2019). Differential effects of a combination of Hibiscus sabdariffa and Lippia citriodora polyphenols in overweight/obese subjects: A randomized controlled trial. *Scientific Reports*, *9*(1), 2999. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-39159-5>
- Hong, Y., Yang, J., Liu, W., Gu, Z., Li, Z., Cheng, L., Li, C., & Duan, X. (2019). Sustained release of tea polyphenols from a debranched corn starch–xanthan gum complex carrier. *LWT*, *103*, 325–332. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.01.014>

- Hoyos-Leyva, Bello-Pérez, L. A., Agama-Acevedo, E., & Alvarez-Ramirez, J. (2018). Thermodynamic analysis for assessing the physical stability of core materials microencapsulated in taro starch spherical aggregates. *Carbohydrate Polymers*, *197*, 431–441. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.06.012>
- Hoyos-Leyva, Bello-Perez, L. A., Agama-Acevedo, J. E., Alvarez-Ramirez, J., & Jaramillo-Echeverry, L. M. (2019). Characterization of spray drying microencapsulation of almond oil into taro starch spherical aggregates. *LWT*, *101*, 526–533. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.11.079>
- Hoyos-Leyva, J., Bello-Pérez, L. A., Agama-Acevedo, E., & Alvarez-Ramirez, J. (2018). Potential of taro starch spherical aggregates as wall material for spray drying microencapsulation: Functional, physical and thermal properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, *120*, 237–244. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.08.093>
- Hoyos-Leyva, J. D., Bello-Pérez, L. A., Alvarez-Ramirez, J., & Garcia, H. S. (2018). Microencapsulation using starch as wall material: A review. *Food Reviews International*, *34*(2), 148–161. <https://doi.org/10.1080/87559129.2016.1261298>
- Hoyos-Leyva, J. D., Chavez-Salazar, A., Castellanos-Galeano, F., Bello-Perez, L. A., & Alvarez-Ramirez, J. (2018). Physical and chemical stability of l-ascorbic acid microencapsulated into taro starch spherical aggregates by spray drying. *Food Hydrocolloids*, *83*, 143–152. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.05.002>
- Hu, A., Chen, X., Wang, W., Li, L., Zhou, Y., Zhi, W., & Zheng, J. (2021). Properties and Structure of Modified Taro Starch: Comparison of Ultrasound and Malic Acid Treatments. *Starch - Stärke*, *73*(9–10), 2000252. <https://doi.org/10.1002/star.202000252>
- Hu, A., Li, Y., & Zheng, J. (2019). Dual-frequency ultrasonic effect on the structure and properties of starch with different size. *LWT*, *106*, 254–262. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.02.040>
- Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias. (2024, enero 22). *Varietades mejoradas de jamaica con altos rendimientos de cálices* | Instituto

- Izquierdo-Vega, J., Arteaga-Badillo, D., Sánchez-Gutiérrez, M., Morales-González, J., Vargas-Mendoza, N., Gómez-Aldapa, C., Castro-Rosas, J., Delgado-Olivares, L., Madrigal-Bujaidar, E., & Madrigal-Santillán, E. (2020). Organic Acids from Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.)—A Brief Review of Its Pharmacological Effects. *Biomedicines*, *8*(5), 100. <https://doi.org/10.3390/biomedicines8050100>
- Jafari, S., Jafari, S. M., Ebrahimi, M., Kijpatanasilp, I., & Assatarakul, K. (2023). A decade overview and prospect of spray drying encapsulation of bioactives from fruit products: Characterization, food application and in vitro gastrointestinal digestion. *Food Hydrocolloids*, *134*, 108068. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.108068>
- Jambrak, A. R., Herceg, Z., Šubarić, D., Babić, J., Brnčić, M., Brnčić, S. R., Bosiljkov, T., Čvek, D., Tripalo, B., & Gelo, J. (2010). Ultrasound effect on physical properties of corn starch. *Carbohydrate Polymers*, *79*(1), 91–100. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.07.051>
- Jane, J., Shen, L., Chen, J., & Kasemsuwan, T. (1992). *Physical and Chemical Studies of Taro Starches and Flours*. *69* (5), 528–535.
- Ji, Y. (2021). Synthesis of porous starch microgels for the encapsulation, delivery and stabilization of anthocyanins. *Journal of Food Engineering*, *302*, 110552. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2021.110552>
- Kamiloglu, S., Tomas, M., Ozdal, T., Yolci-Omeroglu, P., & Capanoglu, E. (2021). Chapter 2— Bioactive component analysis. En C. M. Galanakis (Ed.), *Innovative Food Analysis* (pp. 41–65). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819493-5.00002-9>
- Karmakar, R., Ban, D., & Ghosh, U. (2014). Comparative study of native and modified starches isolated from conventional and nonconventional sources. *International Food Research Journal*, *21*, 597–602.
- Khan, N. H., Abdulbaqi, I. M., Darwis, Y., Aminu, N., & Chan, S.-Y. (2022). A stability-indicating HPLC-UV method for the quantification of anthocyanin in Roselle (*Hibiscus*

- Sabdariffa L.) spray-dried extract, oral powder, and lozenges. *Heliyon*, 8(3).
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e09177>
- Kumar, L., Brennan, M. A., Mason, S. L., Zheng, H., & Brennan, C. S. (2017). Rheological, pasting and microstructural studies of dairy protein–starch interactions and their application in extrusion-based products: A review. *Starch - Stärke*, 69(1–2), 1600273.
<https://doi.org/10.1002/star.201600273>
- Lacerda, L. D., Leite, D. C., Soares, R. M. D., & Da Silveira, N. P. (2018). Effects of α -Amylase, Amyloglucosidase, and Their Mixture on Hierarchical Porosity of Rice Starch. *Starch - Stärke*, 70(11–12), 1800008. <https://doi.org/10.1002/star.201800008>
- Lee, J., Durst, R. W., Wrolstad, R. E., Collaborators:, Eisele, T., Giusti, M. M., Hach, J., Hofsommer, H., Koswig, S., Krueger, D. A., Kupina;, S., Martin, S. K., Martinsen, B. K., Miller, T. C., Paquette, F., Ryabkova, A., Skrede, G., Trenn, U., & Wightman, J. D. (2005). Determination of Total Monomeric Anthocyanin Pigment Content of Fruit Juices, Beverages, Natural Colorants, and Wines by the pH Differential Method: Collaborative Study. *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, 88(5), 1269–1278.
<https://doi.org/10.1093/jaoac/88.5.1269>
- Lee, J., Durst, R. W., Wrolstad, R. E., Collaborators:, Eisele, T., Giusti, M. M., Hach, J., Hofsommer, H., Koswig, S., Krueger, D. A., Kupina;, S., Martin, S. K., Martinsen, B. K., Miller, T. C., Paquette, F., Ryabkova, A., Skrede, G., Trenn, U., & Wightman, J. D. (2005). Determination of Total Monomeric Anthocyanin Pigment Content of Fruit Juices, Beverages, Natural Colorants, and Wines by the pH Differential Method: Collaborative Study. *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, 88(5), 1269–1278.
<https://doi.org/10.1093/jaoac/88.5.1269>
- Legesse, T., & Bekele, T. (2021). Evaluation of improved taro (*Colocasia esculenta*(L.) Schott) genotypes on growth and yield performance in North-Bench woreda of Bench-Sheko zone, South-Western Ethiopia. *Heliyon*, 7(12), e08630.
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e08630>
- León-Méndez, G., León-Méndez, D., Monroy-Arellano, M. R., Espriella-Angarita, S. D. L., & Barros, A. H.-. (2020). Modificación química de almidones mediante reacciones de

esterificación y su potencial uso en la industria cosmética. *Archivos Venezolanos de Farmacología y Terapéutica*, 39(5), 620–626.

- Leyva-López, R., Palma-Rodríguez, H. M., López-Torres, A., Capataz-Tafur, J., Bello-Pérez, L. A., & Vargas-Torres, A. (2019). Use of enzymatically modified starch in the microencapsulation of ascorbic acid: Microcapsule characterization, release behavior and in vitro digestion. *Food Hydrocolloids*, 96, 259–266. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.04.056>
- Leyva-López, R., Vargas-Torres, A., Guzmán-Ortiz, F. A., Aparicio-Saguilán, A., Madariaga-Navarrete, A., & Palma-Rodríguez, H. M. (2024). Microencapsulation of Hibiscus sabdariffa L. extract using porous starch and gum Arabic: Optimized process, characterization, stability, and simulated gastrointestinal conditions. *International Journal of Biological Macromolecules*, 277, 133754. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.133754>
- Li, B., Zhao, Y., Wang, M., Guan, W., Liu, J., Zhao, H., & Brennan, C. S. (2022). Microencapsulation of roselle anthocyanins with β -cyclodextrin and proteins enhances the thermal stability of anthocyanins. *Journal of Food Processing and Preservation*, 46(5). <https://doi.org/10.1111/jfpp.16612>
- Li, J. Z. (2023). Starch-based materials for microencapsulation. En *Microencapsulation in the Food Industry* (pp. 225–243). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821683-5.00031-5>
- Liu, C., An, F., He, H., He, D., Wang, Y., & Song, H. (2018). Pickering emulsions stabilized by compound modified areca taro (*Colocasia esculenta* (L.) Schott) starch with ball-milling and OSA. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 556, 185–194. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.08.032>
- Lyu, J. I., Ryu, J., Jin, C. H., Kim, D.-G., Kim, J. M., Seo, K.-S., Kim, J.-B., Kim, S. H., Ahn, J.-W., Kang, S.-Y., & Kwon, S.-J. (2020). Phenolic Compounds in Extracts of Hibiscus acetosella (Cranberry Hibiscus) and Their Antioxidant and Antibacterial Properties. *Molecules*, 25(18), 4190. <https://doi.org/10.3390/molecules25184190>

- Ma, M., Bordiga, M., & Sui, Z. (2023). Granular Structure of Starch. En Z. Sui & X. Kong (Eds.), *Physical Modifications of Starch* (pp. 13–26). Springer Nature Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-99-5390-5_2
- Majzoubi, M., Hedayati, S., & Farahnaky, A. (2015). Functional properties of microporous wheat starch produced by α -amylase and sonication. *Food Bioscience*, *11*, 79–84. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.05.001>
- Martins, A., Beninca, C., Bet, C. D., Bisinella, R. Z. B., De Oliveira, C. S., Hornung, P. S., & Schnitzler, E. (2020a). Ultrasonic modification of purple taro starch (*Colocasia esculenta* B. Tini): Structural, psychochemical and thermal properties. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, *142*(2), 819–828. <https://doi.org/10.1007/s10973-020-09298-3>
- Martins, A., Beninca, C., Bet, C. D., Bisinella, R. Z. B., De Oliveira, C. S., Hornung, P. S., & Schnitzler, E. (2020b). Ultrasonic modification of purple taro starch (*Colocasia esculenta* B. Tini): Structural, psychochemical and thermal properties. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, *142*(2), 819–828. <https://doi.org/10.1007/s10973-020-09298-3>
- Mercado-Mercado, G., Blancas-Benitez, F. J., Velderrain-Rodríguez, G. R., Montalvo-González, E., González-Aguilar, G. A., Alvarez-Parrilla, E., & Sáyago-Ayerdi, S. G. (2015). Bioaccessibility of polyphenols released and associated to dietary fibre in calyces and decoction residues of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Journal of Functional Foods*, *18*, 171–181. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2015.07.001>
- Mi, X., Wang, W., Gao, J., Long, Y., Xing, F., Wang, X., Xu, F., You, X., Li, S., & Liu, Y. (2012). Fabrication of highly porous starch monoliths and their application as green desiccants: FABRICATION OF HIGHLY POROUS STARCH MONOLITHS. *Polymers for Advanced Technologies*, *23*(1), 38–47. <https://doi.org/10.1002/pat.1836>
- Miao, L., Xu, Y., Jia, C., Zhang, B., Niu, M., & Zhao, S. (2021). Structural changes of rice starch and activity inhibition of starch digestive enzymes by anthocyanins retarded starch digestibility. *Carbohydrate Polymers*, *261*, 117841. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117841>

- Miao, M., Jiang, B., Zhang, T., Jin, Z., & Mu, W. (2011). Impact of mild acid hydrolysis on structure and digestion properties of waxy maize starch. *Food Chemistry*, *126*(2), 506–513. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.031>
- Millinia, B. L., Mashithah, D., Nawatila, R., & Kartini, K. (2024). Microencapsulation of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) anthocyanins: Effects of maltodextrin and trehalose matrix on selected physicochemical properties and antioxidant activities of spray-dried powder. *Future Foods*, *9*, 100300. <https://doi.org/10.1016/j.fufo.2024.100300>
- Montalvo-González, E., Villagrán, Z., González-Torres, S., Iñiguez-Muñoz, L., Isiordia-Espinoza, M., Ruvalcaba-Gómez, J., Arteaga-Garibay, R., Acosta, J., González-Silva, N., & Anaya-Esparza, L. (2022). Physiological Effects and Human Health Benefits of *Hibiscus sabdariffa*: A Review of Clinical Trials. *Pharmaceuticals*, *15*(4), 464. <https://doi.org/10.3390/ph15040464>
- Montoya-Yepes, D. F., Jiménez-Rodríguez, A. A., Aldana-Porras, A. E., Velásquez-Holguin, L. F., Méndez-Arteaga, J. J., & Murillo-Arango, W. (2023). Starches in the encapsulation of plant active ingredients: State of the art and research trends. *Polymer Bulletin*. <https://doi.org/10.1007/s00289-023-04724-6>
- More, P., Solunke, R., Talib, M., & Parate, V. (2018, enero 22). *Stabilization of Ice-cream by incorporating α -Amylase Modified Taro (*Colocasia esculenta*) Starch*. <https://doi.org/10.1727/IJCRT.17172>
- More, P., Talib, M. I., & Parate, V. R. (2017). Development of Modified Instant Starch from Taro (*Colocasia esculenta*) by Gelatinization. *IOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology*, *11*(01), 52–59. <https://doi.org/10.9790/2402-1101025259>
- Muangrat, R., Ravichai, K., & Jirarattanarangsri, W. (2019). Encapsulation of polyphenols from fermented wastewater of Miang processing by freeze drying using a maltodextrin/gum Arabic mixture as coating material. *Journal of Food Processing and Preservation*, *43*(4), e13908. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13908>
- Nagar, C. K., Dash, S. K., Rayaguru, K., Pal, U. S., & Nedunchezhiyan, M. (2021). Isolation, characterization, modification and uses of taro starch: A review. *International Journal*

of *Biological Macromolecules*, 192, 574–589.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.10.041>

- Nascimento, N. P. D., Vinhal Borges, Í. G. A., De Castro, J. S., Nascimento, C. P. D., Bitu, L. A., De Sousa, P. H. M., & Da Silva, E. M. C. (2024). Enhancing the quality and antioxidant properties of beef burgers with dried *Hibiscus sabdariffa* L. leaves: Characterization and sensory evaluation. *Food Bioscience*, 57, 103568. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2023.103568>
- Nazario-Lezama, N., Arvizu-Barrón, E., Mayett-Moreno, Y., Álvarez-Ávila, M. D. C., & García-Pérez, E. (2020). Producción y comercialización de malanga (*Colocasia esculenta* (L.) Shott) en Actopan, Veracruz, México: Perspectiva de cadena de valor. *Agro Productividad*, 13(5). <https://doi.org/10.32854/agrop.vi.1660>
- Nguyen, Q., Dang, T., Nguyen, T., Nguyen, T., & Nguyen, N. (2022). Microencapsulation of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) anthocyanins: Effects of drying conditions on some physicochemical properties and antioxidant activities of spray-dried powder. *Food Science & Nutrition*, 10(1), 191–203. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2659>
- Nguyen, T.-T., Voilley, A., Tran, T. T. T., & Waché, Y. (2022). Microencapsulation of *Hibiscus sabdariffa* L. Calyx Anthocyanins with Yeast Hulls. *Plant Foods for Human Nutrition*, 77(1), 83–89. <https://doi.org/10.1007/s11130-022-00947-6>
- Nwachukwu, D. C., Aneke, E. I., Nwachukwu, N. Z., Azubike, N., & Obika, L. F. O. (2016). Thirst perception in mild to moderate hypertensive Nigerians treated with aqueous extract of *Hibiscus sabdariffa* L. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 10(18), 403–410. <https://doi.org/10.5897/AJPP2016.4547>
- Pachau, L., Dutta, R. S., Devi, T. B., Deka, D., & Hauzel, L. (2018). Taro starch (*Colocasia esculenta*) and citric acid modified taro starch as tablet disintegrating agents. *International Journal of Biological Macromolecules*, 118, 397–405. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.06.086>
- Paredes-López, O., Schevenin, M. L., Hernández-López, D., & Cárabez-Trejo, A. (1989). Amaranth Starch—Isolation and Partial Characterization. *Starch - Stärke*, 41(6), 205–207. <https://doi.org/10.1002/star.19890410602>

- Piovesana, A., & Noreña, C. P. Z. (2018). Microencapsulation of Bioactive Compounds from Hibiscus Calyces Using Different Encapsulating Materials. *International Journal of Food Engineering*, *14*(1), 20170170. <https://doi.org/10.1515/ijfe-2017-0170>
- Pramodrao, K. S., & Riar, C. S. (2014). Comparative study of effect of modification with ionic gums and dry heating on the physicochemical characteristic of potato, sweet potato and taro starches. *Food Hydrocolloids*, *35*, 613–619. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.08.006>
- Prior, R. L., Wu, X., & Schaich, K. (2005). Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *53*(10), 4290–4302. <https://doi.org/10.1021/jf0502698>
- Punia Bangar, S., Ashogbon, A. O., Singh, A., Chaudhary, V., & Whiteside, W. S. (2022). Enzymatic modification of starch: A green approach for starch applications. *Carbohydrate Polymers*, *287*, 119265. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119265>
- Ray, S., Raychaudhuri, U., & Chakraborty, R. (2016). An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. *Food Bioscience*, *13*, 76–83. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.12.009>
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., & Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*, *26*(9–10), 1231–1237. [https://doi.org/10.1016/S0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/S0891-5849(98)00315-3)
- Rincón-Aguirre, A., Bello Pérez, L. A., Mendoza, S., Del Real, A., & Rodríguez García, M. E. (2018). Physicochemical Studies of Taro Starch Chemically Modified by Acetylation, Phosphorylation, and Succinylation. *Starch - Stärke*, *70*(3–4), 1700066. <https://doi.org/10.1002/star.201700066>
- Romero Hernández, H. A., Gutiérrez, T. J., & Bello-Pérez, L. A. (2022). Can starch-polyphenol V-type complexes be considered as resistant starch? *Food Hydrocolloids*, *124*, 107226. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107226>

- Rosales-Chimal, S., Navarro-Cortez, R. O., Bello-Perez, L. A., Vargas-Torres, A., & Palma-Rodríguez, H. M. (2023). Optimal conditions for anthocyanin extract microencapsulation in taro starch: Physicochemical characterization and bioaccessibility in gastrointestinal conditions. *International Journal of Biological Macromolecules*, *227*, 83–92. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.12.136>
- Sameen, A., Khan, M. I., Sattar, M. U., Javid, A., & Ayub, A. (2016). Quality evaluation of yoghurt stabilized with sweet potato (*Ipomoea batatas*) and taro (*Colocassia esculenta*) starch. *International Journal of Food and Allied Sciences*, *2*(1), 23. <https://doi.org/10.21620/ijfaas.2016123-29>
- Sapian, S., Ibrahim Mze, A. A., Jubaidi, F. F., Mohd Nor, N. A., Taib, I. S., Abd Hamid, Z., Zainalabidin, S., Mohamad Anuar, N. N., Katas, H., Latip, J., Jalil, J., Abu Bakar, N. F., & Budin, S. B. (2023). Therapeutic Potential of *Hibiscus sabdariffa* Linn. In Attenuating Cardiovascular Risk Factors. *Pharmaceuticals*, *16*(6), Article 6. <https://doi.org/10.3390/ph16060807>
- Seidi, F., Yazdi, M. K., Jouyandeh, M., Habibzadeh, S., Munir, M. T., Vahabi, H., Bagheri, B., Rabiee, N., Zarrintaj, P., & Saeb, M. R. (2022). Crystalline polysaccharides: A review. *Carbohydrate Polymers*, *275*, 118624. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118624>
- Setiarto, R. H. B., Kusumaningrum, H. D., Jenie, B. S. L., Khusniati, T., Widhyastuti, N., & Ramadhani, I. (2020). Microstructure and physicochemical characteristics of modified taro starch after annealing, autoclaving-cooling and heat moisture treatment. *Food Research*, *4*(4), 1226–1233. [https://doi.org/10.26656/fr.2017.4\(4\).079](https://doi.org/10.26656/fr.2017.4(4).079)
- Shao, P., Zhang, H., Niu, B., & Jin, W. (2018). Physical stabilities of taro starch nanoparticles stabilized Pickering emulsions and the potential application of encapsulated tea polyphenols. *International Journal of Biological Macromolecules*, *118*, 2032–2039. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.07.076>
- Singh, A. K., Kumar, A., Gaikwad, K. K., & Lee, Y. S. (2023). Enzymatic Modification of Starch. In V. S. Sharanagat, D. C. Saxena, K. Kumar, & Y. Kumar (Eds.), *Starch: Advances in*

- Modifications, Technologies and Applications* (pp. 409–430). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-031-35843-2_17
- Singla, D., Singh, A., Dhull, S. B., Kumar, P., Malik, T., & Kumar, P. (2020). Taro starch: Isolation, morphology, modification and novel applications concern - A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, *163*, 1283–1290. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.093>
- Sit, N., Deka, S. C., & Misra, S. (2015). Optimization of starch isolation from taro using combination of enzymes and comparison of properties of starches isolated by enzymatic and conventional methods. *Journal of Food Science and Technology*, *52*(7), 4324–4332. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1462-z>
- Sit, N., Misra, S., Baruah, D., Badwaik, L. S., & Deka, S. C. (2014). Physicochemical properties of taro and maize starch and their effect on texture, colour and sensory quality of tomato ketchup. *Starch - Stärke*, *66*(3–4), 294–302. <https://doi.org/10.1002/star.201300120>
- Souza, A. L. R., Hidalgo-Chávez, D. W., Pontes, S. M., Gomes, F. S., Cabral, L. M. C., & Tonon, R. V. (2018). Microencapsulation by spray drying of a lycopene-rich tomato concentrate: Characterization and stability. *LWT*, *91*, 286–292. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.01.053>
- Speranza, B., Petrucci, L., Bevilacqua, A., Gallo, M., Campaniello, D., Sinigaglia, M., & Corbo, M. R. (2017). Encapsulation of Active Compounds in Fruit and Vegetable Juice Processing: Current State and Perspectives. *Journal of Food Science*, *82*(6), 1291–1301. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13727>
- Stratil, P., Klejdus, B., & Kubáň, V. (2007). Determination of phenolic compounds and their antioxidant activity in fruits and cereals. *Talanta*, *71*(4), 1741–1751. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2006.08.012>
- Su, J., & Cavaco-Paulo, A. (2021). Effect of ultrasound on protein functionality. *Ultrasonics Sonochemistry*, *76*, 105653. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2021.105653>
- Sui, Z., & Kong, X. (Eds.). (2023). *Physical Modifications of Starch*. Springer Nature Singapore. <https://doi.org/10.1007/978-981-99-5390-5>

- Talal Al-Malki, A., Abbas Ahmed Sindi, H., & Hussain Al-Qahtani, M. (2021). Regulation of CD36 Gene Expression by *Hibiscus Sabdariffa* Tea Extracts to Affect the Atherosclerosis Biomarkers in Saudi Women. *Journal of Food and Nutrition Research*, 9(1), 45–49. <https://doi.org/10.12691/jfnr-9-1-7>
- Tari, T. A., Annapure, U. S., Singhal, R. S., & Kulkarni, P. R. (2003). Starch-based spherical aggregates: Screening of small granule sized starches for entrapment of a model flavouring compound, vanillin. *Carbohydrate Polymers*, 53(1), 45–51. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(02\)00293-X](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(02)00293-X)
- Tian, S., Xue, X., Wang, X., & Chen, Z. (2022). Preparation of starch-based functional food nano-microcapsule delivery system and its controlled release characteristics. *Frontiers in Nutrition*, 9, 982370. <https://doi.org/10.3389/fnut.2022.982370>
- Torres, O., Tena, N. M., Murray, B., & Sarkar, A. (2017). Novel starch based emulsion gels and emulsion microgel particles: Design, structure and rheology. *Carbohydrate Polymers*, 178, 86–94. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.09.027>
- Vargas-León, E. A., Díaz-Batalla, L., González-Cruz, L., Bernardino-Nicanor, A., Castro-Rosas, J., Reynoso-Camacho, R., & Gómez-Aldapa, C. A. (2018). Effects of acid hydrolysis on the free radical scavenging capacity and inhibitory activity of the angiotensin converting enzyme of phenolic compounds of two varieties of jamaica (*Hibiscus sabdariffa*). *Industrial Crops and Products*, 116, 201–208. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.02.044>
- Victoria-Campos, C. I., Ornelas-Paz, J. D. J., Rocha-Guzmán, N. E., Gallegos-Infante, J. A., Failla, M. L., Pérez-Martínez, J. D., Rios-Velasco, C., & Ibarra-Junquera, V. (2022). Gastrointestinal metabolism and bioaccessibility of selected anthocyanins isolated from commonly consumed fruits. *Food Chemistry*, 383, 132451. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132451>
- Vijeth, S., B. Heggannavar, G., & Y. Kariduraganavar, M. (2019). Encapsulating Wall Materials for Micro-/Nanocapsules. En F. Salaün (Ed.), *Microencapsulation—Processes, Technologies and Industrial Applications*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.82014>

- Wang, H., Xu, K., Ma, Y., Liang, Y., Zhang, H., & Chen, L. (2020). Impact of ultrasonication on the aggregation structure and physicochemical characteristics of sweet potato starch. *Ultrasonics Sonochemistry*, *63*, 104868. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2019.104868>
- Wardana, A. A., Surono, I. S., & Hendry. (2019). Resistant starch content, pasting properties, and structure of modified taro (*Colocasia esculenta* L. Schott) starch granule by steam cooking. *Journal of Physics: Conference Series*, *1363*(1), 012008. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1363/1/012008>
- Waterman, P. G., & Mole, S. (1994). *Analysis of phenolic plant metabolites*. Blackwell Scientific.
- Wei, Y., Li, G., & Zhu, F. (2023). Impact of long-term ultrasound treatment on structural and physicochemical properties of starches differing in granule size. *Carbohydrate Polymers*, *320*, 121195. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2023.121195>
- Wu, Y., Du, X., Ge, H., & Lv, Z. (2011). Preparation of microporous starch by glucoamylase and ultrasound. *Starch - Stärke*, *63*(4), 217–225. <https://doi.org/10.1002/star.201000036>
- Wulff, D., Chan, A., Liu, Q., Gu, F. X., & Aucoin, M. G. (2020). Characterizing internal cavity modulation of corn starch microcapsules. *Heliyon*, *6*(10), e05294. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e05294>
- Xiao, Z., Kang, Y., Hou, W., Niu, Y., & Kou, X. (2019). Microcapsules based on octenyl succinic anhydride (OSA)-modified starch and maltodextrins changing the composition and release property of rose essential oil. *International Journal of Biological Macromolecules*, *137*, 132–138. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.06.178>
- Xu, T., Li, X., Ji, S., Zhong, Y., Simal-Gandara, J., Capanoglu, E., Xiao, J., & Lu, B. (2021). Starch modification with phenolics: Methods, physicochemical property alteration, and mechanisms of glycaemic control. *Trends in Food Science & Technology*, *111*, 12–26. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.02.023>
- Yang, Z., Xu, X., Singh, R., De Campo, L., Gilbert, E. P., Wu, Z., & Hemar, Y. (2019). Effect of amyloglucosidase hydrolysis on the multi-scale supramolecular structure of corn

- starch. *Carbohydrate Polymers*, 212, 40–50.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.02.028>
- Zhang, B., Cui, D., Liu, M., Gong, H., Huang, Y., & Han, F. (2012). Corn porous starch: Preparation, characterization and adsorption property. *International Journal of Biological Macromolecules*, 50(1), 250–256.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2011.11.002>
- Zhang, J., Tao, L., Yang, S., Li, Y., Wu, Q., Song, S., & Yu, L. (2024). Water absorption behavior of starch: A review of its determination methods, influencing factors, directional modification, and food applications. *Trends in Food Science & Technology*, 144, 104321. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2023.104321>
- Zhang, W., Kong, J., Zhang, M., Chen, Y., Yu, Q., Shen, M., & Xie, J. (2024). Starch-anthocyanins complex: Characterization, digestibility, and mechanism. *Food Hydrocolloids*, 151, 109797. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2024.109797>
- Zhang, Zhong, L., Wang, P., Zhan, L., Yangzong, Y., He, T., Liu, Y., Mao, D., Ye, X., Cui, Z., Huang, Y., & Li, Z. (2023). Structural and Functional Properties of Porous Corn Starch Obtained by Treating Raw Starch with AmyM. *Foods*, 12(17), 3157. <https://doi.org/10.3390/foods12173157>
- Zhao, A.-Q., Yu, L., Yang, M., Wang, C.-J., Wang, M.-M., & Bai, X. (2018). Effects of the combination of freeze-thawing and enzymatic hydrolysis on the microstructure and physicochemical properties of porous corn starch. *Food Hydrocolloids*, 83, 465–472. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.04.041>
- Zhao, D., Li, Z., Xia, J., Kang, Y., Sun, P., Xiao, Z., & Niu, Y. (2023). Research progress of starch as microencapsulated wall material. *Carbohydrate Polymers*, 318, 121118. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2023.121118>
- Zhu, F. (2015). Impact of ultrasound on structure, physicochemical properties, modifications, and applications of starch. *Trends in Food Science & Technology*, 43(1), 1–17. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.12.008>
- Zhu, J., Zhong, L., Chen, W., Song, Y., Qian, Z., Cao, X., Huang, Q., Zhang, B., Chen, H., & Chen, W. (2019). Preparation and characterization of pectin/chitosan beads containing

porous starch embedded with doxorubicin hydrochloride: A novel and simple colon targeted drug delivery system. *Food Hydrocolloids*, 95, 562–570.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.04.042>