

UNIVERSIDAD DEL PAPALOPAN

CAMPUS TUXTEPEC

INGENIERÍA EN ALIMENTOS

“Modificación por ultrasonido del almidón obtenido de semillas del árbol de hule (*Hevea brasiliensis*) y su aplicación como coadyuvante de secado por aspersion”.

Tesis

Para obtener el título de Ingeniero en Alimentos

Presenta

Ana Karen Navarro Loria

Directora

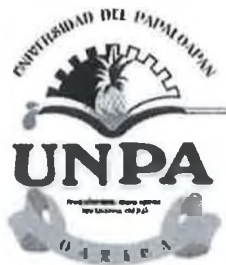
Dra. Delia Esther Páramo Calderón

Codirectora

Dra. Elizabeth León García

San Juan Bautista Tuxtepec, Oaxaca

2024



UNIVERSIDAD DEL PAPALOAPAN

CAMPUS TUXTEPEC

INGENIERÍA EN ALIMENTOS

Tuxtepec, Oax. 08 de Noviembre del 2024

Oficio No.	JCIA/057/2024
Asunto	Autorización de impresión de tesis

C. Ana Karen Navarro Loria
Egresada de la carrera Ingeniería en Alimentos
Universidad del Papaloapan
Presente

Con base en el dictamen de la comisión revisora, se autoriza la impresión del trabajo de tesis titulado: **“Modificación por ultrasonido del almidón obtenido de semillas del árbol de hule (*Hevea brasiliensis*) y su aplicación como coadyuvante de secado por aspersión”** para obtener el título de Licenciado en Ingeniería en Alimentos.

Por lo anterior y de acuerdo al reglamento institucional, se le da trámite legal para que proceda a la impresión del trabajo presentado.

El jurado del examen profesional está compuesto por los siguientes profesores investigadores:

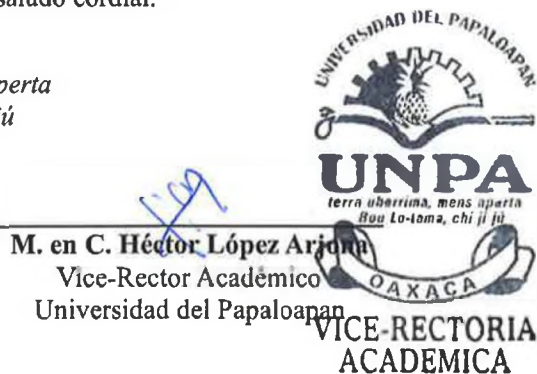
Dr. Miguel Ángel García Muñoz (Universidad del Papaloapan-Ingeniería en Alimentos)
Dr. Aurelio Ramírez Hernández (Universidad del Papaloapan-Ingeniería en Alimentos)
Dra. Elizabeth León García (INIFAT-La Posta)
Dra. Cynthia Magaly Antonio Cisneros (Universidad del Papaloapan-Ingeniería en Alimentos)
M. en C. José Daniel Rodríguez Ortiz (Universidad del Papaloapan-Ingeniería en Alimentos)

Sin más por el momento, le agradezco el apoyo. Reciba un saludo cordial.

Atentamente
Terra uberrima, mens aperta
Bœu Lo-tama, chi ji jú



Dra. Cynthia Magaly Antonio Cisneros
Secretaria de carrera Ingeniería en Alimentos
Universidad del Papaloapan



M. en C. Héctor López Arjona
Vice-Rector Académico
Universidad del Papaloapan
**VICE-RECTORIA
ACADEMICA**

ccp. Egresada, para su conocimiento
ccp. M. E. Yesenia Barrientos Arenal
ccp. Archivo

Campus Loma Bonita
Av. Ferrocarril S/N. Col. Ciudad Universitaria, Loma Bonita, Oaxaca C.P. 68400
Tel/Fax: 01 281 872 92 30
www.unpa.edu.mx

Campus Tuxtepec
Circuito Central N° 200, Col. Parque Industrial, Tuxtepec, Oaxaca. C.P. 68301
Tel/Fax: 01 287 875 9240

DEDICATORIAS

A Susana García, quien me motivó y me enseñó a no rendirme. Sé que, aunque no estés físicamente, desde el cielo has estado siempre a mi lado, viendo con orgullo cuán lejos he llegado en la vida. Fuiste y siempre serás una hermana para mí.

A mi madre, quien fue siempre la primera persona en brindarme todo su amor y apoyo incondicional en cada momento que me trajo hasta aquí. Quien me ayudó a levantarme en las caídas y a ser siempre más fuerte. Cada logro que he obtenido en mi vida ha sido por y para ti, porque siempre has sacrificado más de lo que tienes por darme una educación digna. Gracias por darme más de lo que merezco.

A mi hermana, que me ha apoyado a su manera, pero siempre permaneció conmigo de manera incondicional desde el primer día que estuvimos juntas. Sin importar lo mal o bien que nos llevemos, no te cambiaría por nada.

A mi padre, mi cuñado y mis sobrinos que a pesar de las altas y bajas permanecieron a mi lado en este arduo camino. Gracias por ser mi familia y por estar cuando lo he necesitado.

A mi abuelo Joaquín que me ha apoyado cuando más lo he necesitado, y por supuesto a mi abuela Luz María quien, a pesar de no estar con nosotros, sé que estaría orgullosa de verme lograr mis metas.

AGRADECIMIENTOS

A la Dra. Delia Esther Páramo Calderón, por haber aceptado ser mi asesora de tesis, por haber tenido infinita paciencia y comprensión durante todo el proceso a pesar de las dificultades. Y así mismo por haber estado al pendiente resolviendo dudas y soluciones ante los obstáculos presentados, guiándome desde el primer día que iniciamos este proyecto de investigación. Gracias por estos años siendo una de las mejores profesoras y asesoras que tuve el placer de conocer.

Al Dr. Lucio Abel Vázquez León, por haberme brindado su apoyo y conocimientos en la investigación, por intentar resolver cada duda y brindar consejos para el aporte del proyecto. Gracias por siempre intentar tener tiempo cuando necesité de su ayuda.

Al Dr. Alejandro Aparicio Saguilán, quien con sus conocimientos me ayudó a comprender mejor cada uno de los temas abordados y a mejorar la tesis con sus observaciones y correcciones.

A los estudiantes de maestría y doctorado que me apoyaron en el proceso práctico de la investigación.

A mis compañeros y amigos que de alguna manera u otra me apoyaron y ayudaron en estos años que pasamos juntos.

RESUMEN

El almidón es un biopolímero utilizado en diversas industrias como la farmacéutica, cosmética, entre otros. Sin embargo, una de las industrias donde se destaca su aplicación es en la industria alimentaria donde además de los usos convencionales como estabilizador o espesante, se ha investigado su potencial como material de pared en la encapsulación de compuestos bioactivos. A pesar de que almidones de fuentes convencionales como el maíz, hay algunos que no poseen las características requeridas para cumplir los requisitos como material de pared, es por ello que se recurren a las modificaciones de los almidones. Es así como en este trabajo se buscó demostrar que el almidón de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) modificado por ultrasonido es apto para ser una opción más en la tecnología de encapsulación de compuestos bioactivos a través de su caracterización química, fisicoquímica, estructural y morfológica. Las muestras fueron sometidas a distintos tiempos de modificación por ultrasonido (5, 15, 25 y 35 min) y en los resultados obtenidos del análisis químico proximal se observaron diferencias dependiendo del tiempo de sonicación, el contenido de humedad disminuyó desde 7.33% a 4.07%, los lípidos de 9.46% a 8.22%, proteínas de 33.63 a 26.33% y carbohidratos de 49.08 a 39.12% del almidón nativo hasta el almidón sometido a 35 minutos de sonicación respectivamente; por último, en el contenido de cenizas no se presentaron cambios significativos. En la actividad de agua, aunque los cambios no fueron significativos, hubo un aumento que fue desde 0.311 a 0.3415. El almidón nativo presentó tamaño promedio de partículas de 17 μm mientras que los almidones modificados se concentraron en mayor porcentaje con un tamaño de 43 a 45 μm . En la difracción de rayos X todas las muestras mostraron picos sobresalientes en un ángulo 2θ de 14, 17, 20 y 22°, lo que indica un patrón de tipo A. A una concentración del 10% (p/v) los almidones presentaron comportamiento no newtoniano de tipo reofluidizante a temperaturas de 25°C y 90°C. En el perfil de viscoelasticidad hubo una predominancia del carácter elástico en los geles formados. La temperatura de gelatinización no mostró cambios, permaneciendo en intervalos de 69.13 a 68.16°C, mientras que la entalpía de gelatinización, a pesar de ser valores bajos, hubo una ligera variación: el almidón nativo presentó una entalpía de 0.016 J/g y los almidones modificados disminuyeron de 0.030 a 0.002 J/g, de acuerdo al aumento del tiempo de sonicación. Al utilizarse el almidón modificado por ultrasonido a 35 minutos como coadyuvante en el secado por aspersion para la encapsulación de ácido ascórbico, se obtuvo un rendimiento de 2.18% lo cual indicó que no es viable el proceso debido al alto contenido de lípidos y proteínas. Debido a los resultados obtenidos, se ingiere que el almidón de semilla de hule requiere un proceso que asegure la eliminación de un mayor porcentaje del contenido proteico y lipídico para que a su vez los resultados de la modificación por ultrasonido sean más favorables.

CONTENIDO

DEDICATORIAS.....	3
AGRADECIMIENTOS.....	4
RESUMEN	5
CONTENIDO	6
ÍNDICE DE FIGURAS	9
ÍNDICE DE TABLAS	10
1. INTRODUCCIÓN	11
2. ANTECEDENTES	13
2.1 Semilla de árbol de hule (<i>Hevea brasiliensis</i>)	13
2.1.1 Descripción botánica	13
2.1.2 Composición química	14
2.1.3 Almidón de semilla de hule	14
2.1.4 Propiedades del almidón de semilla de hule.....	16
2.1.4.1 Propiedades térmicas.....	16
2.1.4.2 Características estructurales	16
2.1.4.3 Características morfológicas	17
2.2 Almidón.....	18
2.2.1 Estructura química.....	19
2.2.2 Modificación del almidón	19
2.2.3 Modificación por ultrasonido	20
2.2.3.1 Efecto del ultrasonido sobre las propiedades del almidón	20
2.3 Materiales de pared.....	22
2.3.1 Características de materiales de pared	22
2.3.2 Tipos de materiales de pared	23
2.3.3 Materiales de pared no convencionales	24
2.4 Encapsulación	25
2.4.1 Definición.....	25
2.4.2 Métodos de encapsulación	25
2.4.3 Secado por aspersión	27
2.4.4 Aplicaciones del secado por aspersión para encapsulación.....	28

3.	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	30
4.	JUSTIFICACIÓN.....	31
5.	HIPÓTESIS	32
6.	OBJETIVOS	33
6.1	Objetivo general.....	33
6.2	Objetivos específicos	33
7.	MATERIALES Y MÉTODOS.....	34
7.1	Materia prima	34
7.2	Reactivos	34
7.3	Metodología.....	34
7.4	Etapa 1	35
7.4.1	Aislamiento de almidón.....	35
7.4.2	Modificación del almidón empleando ultrasonido	36
7.4.3	Caracterización del almidón nativo y modificado	36
7.4.3.1	Análisis químico proximal	36
7.4.3.2	Análisis fisicoquímico	37
7.4.3.2.1	Determinación de la actividad de agua.....	37
7.4.3.2.2	Determinación de la temperatura y entalpía de gelatinización	37
7.4.3.2.3	Perfil de viscoelasticidad.....	37
7.4.3.2.4	Curva de flujo	38
7.4.3.3	Análisis morfológico.....	38
7.4.3.3.1	Distribución de tamaño de partícula (DTP).....	38
7.4.3.4	Análisis estructural.....	38
7.4.3.4.1	Difracción de rayos X (DRX).....	38
7.5	Etapa 2	39
7.5.1	Aplicación del almidón modificado como coadyuvante de secado por aspersión	39
7.5.1.1	Preparación de la mezcla de alimentación.....	39
7.5.2	Eficiencia de encapsulación.....	40
7.5.3	Rendimiento del proceso	40
8.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	41
8.1	Análisis químico proximal de almidón de semilla de hule	41
8.2	Actividad de agua.....	42

8.3	Distribución de tamaño de partícula (DTP).....	43
8.4	Difracción de rayos X (DRX)	44
8.5	Curva de flujo	46
8.6	Perfil de viscoelasticidad.....	49
8.7	Tan δ	54
8.8	Viscosidad compleja.....	55
8.9	Temperatura y entalpía de gelatinización	57
8.10	Aplicación del almidón modificado como coadyuvante de secado por aspersión ...	59
8.10.1	Rendimiento del proceso	59
9.	CONCLUSIONES	60
10.	PERSPECTIVAS.....	62
11.	BIBLIOGRAFÍA	63

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Semillas de árbol de hule (BBC News Mundo, 2018).....	14
Figura 2. Difractogramas del almidón de semilla de hule y de maíz. (Rangel-Cortez, 2018).....	17
Figura 3. Micrografías del almidón de semilla de hule: (izquierda) 1000 y (derecha) 3000 aumentos. (Rangel-Cortez, 2018).	17
Figura 4. Estructura del almidón (Adaptado de Curiosoando.com, 2017).	19
Figura 5. Clasificación de los métodos de encapsulación.	27
Figura 6. Etapas de secado por aspersión (Arpagaus, 2017).....	28
Figura 7. Diagrama general de la metodología.	35
Figura 8. Secador por aspersión (Nano Spray Dryer B-90).	39
Figura 9. Distribución de tamaño de partícula de almidón nativo de semilla de hule (Hevea brasiliensis) y modificados por ultrasonido.	44
Figura 10. Difractograma de almidón nativo de semilla de hule (Hevea brasiliensis) y modificados por ultrasonido.....	45
Figura 11. Curva de flujo a 25°C (a) y 90°C (b) de almidón nativo de semilla de hule (Hevea brasiliensis) y modificados por ultrasonido.	47
Figura 12. Curva de enfriamiento de almidón nativo de semilla de hule (Hevea brasiliensis) y modificados por ultrasonido.....	49
Figura 13. Barrido de amplitud en etapa de calentamiento (90°C).	50
Figura 14. Barrido de amplitud en etapa de enfriamiento (25°C).....	51
Figura 15. Barrido de frecuencia en etapa de calentamiento (90°C).	52
Figura 16. Barrido de frecuencia en etapa de enfriamiento (25°C).....	53
Figura 17. Tan δ en etapa de calentamiento a 90°C (a) y en etapa de enfriamiento a 25°C (b).	55
Figura 18. Viscosidad compleja en etapa de calentamiento a 90°C (a) y en etapa de enfriamiento a 25°C (b).	56
Figura 19. Termograma DSC de almidón nativo de semilla de hule (Hevea brasiliensis) y modificados.....	58

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Comparación de composición química de la semilla de hule en fresco.	14
Tabla 2. Comparación entre el contenido de almidón de semilla de hule y de maíz.	15
Tabla 3. Composición química de la harina (HSAH) y del almidón (ASAH) de la semilla del árbol de hule.	15
Tabla 4. Propiedades térmicas de almidón de semilla de hule y maíz obtenidas por calorimetría diferencial de barrido.	16
Tabla 5. Efecto del tratamiento con ultrasonido sobre las propiedades fisicoquímicas del almidón.	21
Tabla 6. Materiales de uso común para encapsulación.	23
Tabla 7. Antecedentes de materiales no convencionales para encapsulación.	24
Tabla 8. Aplicaciones del secado por aspersion como método de encapsulación.	29
Tabla 9. Composición química proximal de almidón de semilla de hule (Hevea brasiliensis) en estado nativo y modificados.	41
Tabla 10. Actividad de agua de almidones modificados de semilla de hule (Hevea brasiliensis).	43
Tabla 11. Temperaturas y entalpía de gelatinización de almidón nativo de semilla de hule (Hevea brasiliensis) y sus modificados.	58

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años se ha incrementado la demanda del consumidor por alimentos que posean mejores características sensoriales y nutricionales, que además contengan compuestos bioactivos. El creciente interés en los compuestos bioactivos deriva de los numerosos beneficios que éstos exhiben para la salud; sin embargo, se caracterizan por ser sensibles a la degradación ante diversos factores ambientales y/o condiciones de procesamiento. La incorporación en sistemas portadores adecuados podría ofrecer una alternativa para brindar protección y estabilidad a estos compuestos, ayudando a conservar sus propiedades durante el procesamiento y almacenamiento. Esto requiere la aplicación de tecnologías adecuadas que permitan protegerlos, reduciendo su inestabilidad y prolongando la vida útil de los productos.

El proceso de secado por aspersion se ha empleado por décadas para encapsular ingredientes alimentarios como aromas y sabores, componentes biológicos como enzimas y microorganismos y compuestos bioactivos como ácidos grasos esenciales, vitaminas, aminoácidos, antioxidantes, entre otros, utilizando diversos materiales como coadyuvantes de secado. Durante este proceso de secado, la evaporación del disolvente es rápida y el atrapamiento del compuesto de interés ocurre casi instantáneamente. El requerimiento de esta propiedad genera la necesidad de seleccionar adecuadamente los materiales que serán empleados en combinación con las condiciones adecuadas de operación para brindar protección a los compuestos. Aunque a menudo es considerado como un proceso de deshidratación, el secado por aspersion puede ser empleado para proteger compuestos activos dentro de una matriz protectora a partir del uso de coadyuvantes de secado de diferente naturaleza. Dentro de los materiales que se han empleado destacan algunas proteínas, gomas, lípidos y carbohidratos o sus derivados. Sin embargo, muchos de ellos son de alto costo y baja disponibilidad, lo cual ha impulsado la búsqueda de nuevos materiales que puedan ser utilizados como materiales coadyuvantes, ya sea para incrementar el contenido de sólidos (lo que permite mejorar el rendimiento del proceso) o para ser utilizados como materiales de pared para encapsular compuestos bioactivos.

El almidón es un polisacárido natural y sus propiedades fisicoquímicas le permiten funcionar como un excelente sistema de transporte para varios compuestos bioactivos. Los coadyuvantes de secado a base de almidón están emergiendo como materiales de interés ya que favorecen la recuperación del producto seco y pueden funcionar como materiales encapsulantes al favorecer la formación de una pared protectora alrededor de los compuestos bioactivos o bien, formar agregados, lo que permite brindar protección, controlar su liberación y generar un mayor rendimiento del proceso de secado por aspersion. Sin embargo, aunque es

uno de los biopolímeros más comunes como material de pared durante el secado por aspersión, en su estado nativo presenta limitaciones técnicas debido al tamaño de su gránulo y su viscosidad alta a bajas concentraciones en dispersiones acuosas. Una alternativa eficaz para mejorar dichas propiedades consiste en realizar modificaciones físicas, químicas o enzimáticas. El proceso de ultrasonido es un método físico que genera una cavitación con fuerza de cizallamiento y temperatura elevadas, lo que puede conducir a la degradación de polisacáridos permitiendo disminuir la cristalinidad, viscosidad y tamaño de partícula; así mismo, el aumento de la solubilidad (Cui Rongbin y Zhu Fan, 2021).

Por otra parte, diversos estudios han demostrado que pueden existir fuentes no convencionales de almidón con interesantes aplicaciones, y aunque el rendimiento puede ser bajo, pueden tener un importante papel como coadyuvantes de secado, incluso como materiales encapsulantes. Se han investigado otras fuentes de almidón debido al alto nivel de demanda que se tiene de los almidones convencionales y por las diversas aplicaciones que día a día se solicitan.

Dentro de los almidones no convencionales podemos mencionar el almidón obtenido de las semillas del árbol de hule (*Hevea brasiliensis*); estas semillas son un subproducto que no tiene ningún aprovechamiento específico, ya que el látex del árbol es el único producto con importancia comercial. En una investigación realizada por Rangel-Cortez (2018), este almidón fue caracterizado mostrando un tamaño pequeño de gránulo, propiedad que puede ser aprovechada para emplearlo como material coadyuvante de secado por aspersión a escala nanométrica. Sin embargo, forma soluciones altamente viscosas, por lo que se propone su modificación física mediante ultrasonido, debido a las especificaciones técnicas del equipo de secado por aspersión, pues se requieren materiales que presenten tamaños de partícula pequeño ($< 7 \mu\text{m}$) y forme soluciones de baja viscosidad ($< 0.01 \text{ Pa s}$).

En base a lo anterior, el objetivo del presente trabajo fue evaluar el efecto del uso de ultrasonido para la modificación del almidón obtenido de semillas de árbol de hule (*Hevea brasiliensis*) y su aplicación como coadyuvante de secado por aspersión.

2. ANTECEDENTES

El proceso de secado por aspersión es una operación básica que consiste en la transformación de una suspensión o disolución en un material seco particulado, mediante la atomización del primero en un medio caliente y seco (Masters, 1991). El secado por aspersión es uno de los métodos más usados por las industrias alimenticias para conservar las propiedades nutricionales de los alimentos. Este proceso se ha convertido en el método predominante para la producción de ingredientes alimenticios encapsulados debido a la disponibilidad de equipo, viabilidad económica y facilidad para escalar los procesos (Gharsallaoui *et al.*, 2007).

Cuando algunas sustancias se someten a este tipo de secado, la matriz sólida resultante llega a un estado amorfo metaestable que es muy sensible a los cambios de temperatura y de contenido de humedad. Algunas veces, se añaden materiales para obtener polvos con el fin de actuar como materiales encapsulantes o de pared, contribuyendo a mantener las propiedades funcionales deseadas en el producto terminado, como la estabilidad contra la oxidación, fácil manipulación, solubilidad mejorada, liberación controlada y vida útil prolongada (Claude & Ubbink, 2006).

Los coadyuvantes de secado cumplen dos funciones principales: se pueden utilizar como materiales de encapsulación durante el secado por aspersión con el propósito de proteger los nutrientes y los componentes bioactivos de factores como la luz, oxígeno, temperatura, humedad, entre otros (Murugesan y Orsat, 2012), o bien, pueden emplearse para incrementar el contenido de sólidos del producto, reducir la higroscopicidad de los polvos y aumentar el rendimiento del proceso.

2.1 Semilla de árbol de hule (*Hevea brasiliensis*)

2.1.1 Descripción botánica

El árbol de hule forma parte de la familia *Euphorbiaceae*, en la posición ordenada de los *Euphorbiales*. Las semillas que este árbol produce presentan una morfología, ligeramente comprimidas, brillantes, ovoides, con dimensiones de 3.5, 1.5 y 3.0 cm, con un peso de 2 a 4 g por semilla (Figura 1). La cáscara que recubre dicha semilla es de color gris o marrón pálido con pequeñas manchas, puntos y líneas irregulares de coloración marrón oscuro (Bionet-EAFRINET, 2018).



Figura 1. Semillas de árbol de hule (BBC News Mundo, 2018)

2.1.2 Composición química

La semilla de caucho es un subproducto que se produce en biomasa de la plantación del árbol de hule, el cual no tiene aprovechamiento alguno. En la Tabla 1 se muestra la composición química según algunos autores (Oluodo *et al.*, 2018).

Tabla 1. Comparación de composición química de la semilla de hule en fresco.

Autor	Humedad (%)	Cenizas (%)	Proteína cruda (%)	Grasas crudas (%)	Fibra cruda (%)	ELN (%)
Mmereole, 2008	NR	3.10	34.10	10.12	4.40	NR
Onwurath <i>et al.</i> , 2010	3.90	2.60	22.30	42.50	NR	29.00
Sharma <i>et al.</i> , 2014	16.00	0.24	25.40	39.10	75.00	33.20
Aguihe <i>et al.</i> , 2017	5.01	5.34	30.68	22.27	5.61	33.53

NR: dato no reportado; ELN: extracto libre de nitrógeno.

2.1.3 Almidón de semilla de hule

El grado de pureza que posee un almidón se establece por medio de la proporción másica almidón total. Rangel-Cortez (2018) comparó la cantidad de almidón encontrado en la semilla de *Hevea brasiliensis* con el de maíz, lo cual se muestra en la Tabla 2:

Tabla 2. Comparación entre el contenido de almidón de semilla de hule y de maíz.

Contenido (g/100g)		
	Almidón semilla de hule	Almidón de maíz
Almidón total	70.72 ± 0.64	83.97 ± 2.81
Almidón dañado	8.70 ± 0.21	0.61 ± 0.00
Amilosa aparente	16.03 ± 0.16	26.64 ± 0.54
Amilopectina	83.97 ± 0.19	72.75 ± 0.71

Los resultados son el promedio de tres determinaciones ± error estándar; base seca

Fuente: Rangel-Cortez, 2018

Asimismo, Rangel-Cortez (2018) evaluó la composición química de la harina y del almidón de la semilla del árbol del hule (*Hevea brasiliensis*), los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Composición química de la harina (HSAH) y del almidón (ASAH) de la semilla del árbol de hule.

Contenido	HSAH	ASAH
	Contenido (g/100 g)	
Humedad	3.86 ± 0.10	8.93 ± 0.13
Cenizas	3.27 ± 0.03	0.97 ± 0.06
Lípidos	43.33 ± 0.60	0.25 ± 0.09
Proteínas	26.09 ± 0.16	10.13 ± 0.43
Carbohidratos (por diferencia)	27.20	88.65
Fibra dietética	14.21 ± 0.14	12.11 ± 0.16

Todos los resultados son el promedio de tres determinaciones ± error estándar. Factor de conversión 6.25

Fuente: Adaptado de Rangel-Cortez, 2018.

De acuerdo con lo reportado en ese estudio, el almidón obtenido de la semilla del árbol de hule presenta un contenido considerable de proteínas y lípidos. El autor concluye que la interacción almidón-proteína es una propiedad que podría ser aprovechada para la formación de agregados esféricos que puedan servir como acarreadores o protectores de diferentes compuestos.

2.1.4 Propiedades del almidón de semilla de hule

2.1.4.1 Propiedades térmicas

Rangel-Cortez (2018) realizó una comparación de las propiedades térmicas del almidón de maíz y el almidón de la semilla de hule obteniendo como resultado lo registrado en la Tabla 4.

Tabla 4. Propiedades térmicas de almidón de semilla de hule y maíz obtenidas por calorimetría diferencial de barrido.

	Temperatura de inicio de gelatinización (Ti, °C)	Temperatura pico de gelatinización (Tp, °C)	Temperatura final de gelatinización (Tf, °C)	ΔH (J/g)	Intervalo de gelatinización (lg, °C)
ASAH	70.03 ± 0.24	75.66 ± 0.31	81.43 ± 0.18	6.93 ± 0.45	11.40 ± 0.09
AM	69.16 ± 0.18	74.62 ± 0.47	80.69 ± 0.18	12.19 ± 0.38	11.52 ± 0.35

Fuente: Rangel-Cortez, 2018.

Noda *et al.* (1998) han reportado que la temperatura en la que comienza la gelatinización está influenciada por la manera en la que está ordenada la región cristalina, la cual corresponde a una distribución de las cadenas de amilopectina. En cuanto a la temperatura pico de gelatinización, se considera que tiene cierta importancia pues ayuda a determinar las condiciones en las que se llevarán los procesamientos de los productos donde sea empleado el almidón (Aparicio-Saguilán *et al.*, 2006).

2.1.4.2 Características estructurales

La estructura del almidón de semilla de hule fue determinada con la difracción de rayos-X por Rangel-Cortez (2018), obteniéndose el difractograma que es mostrado en la Figura 2, donde a su vez se realizó la comparación con el almidón de maíz. En los resultados se presentaron patrones de difracción del tipo A, el cual es común en cereales, teniendo picos de mayor intensidad. Cheetham y Tao (1998) reportaron que el porcentaje de cristalinidad suele ser alto en los almidones que poseen mayor contenido de amilopectina, aunque en el caso del almidón de *Hevea brasiliensis*, se tiene un porcentaje bajo de cristalinidad a pesar de que sus niveles de amilopectina sean altos.

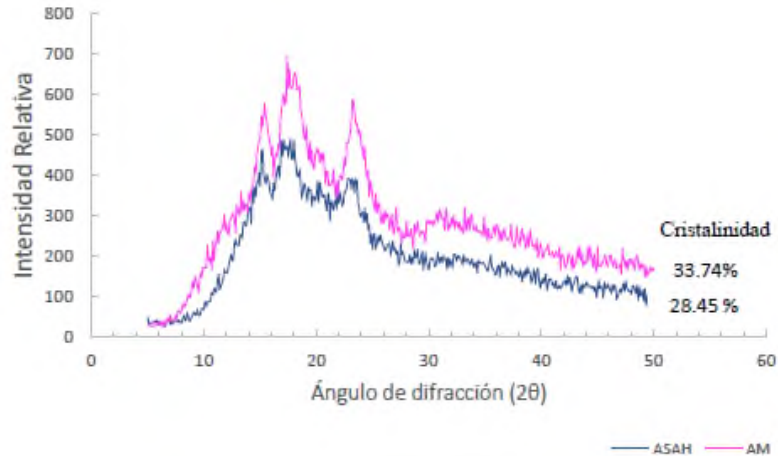


Figura 2. Diffractogramas del almidón de semilla de hule y de maíz. (Rangel-Cortez, 2018)

2.1.4.3 Características morfológicas

La caracterización del almidón de semilla de hule realizada por Rangel-Cortez (2018) fue por medio de una microscopía electrónica de barrido (MEB), en la cual fue posible observar que los gránulos del almidón de semilla de *Hevea brasiliensis* presentan una forma redonda mayormente, ya que también fue posible observar otras formas irregulares. La superficie de dichos gránulos es lisa, además de que se han formado algunos agregados, posiblemente por la presencia de proteínas en la muestra. En las micrografías (Figura 3) se logra apreciar que tiene un tamaño $\leq 5 \mu\text{m}$.

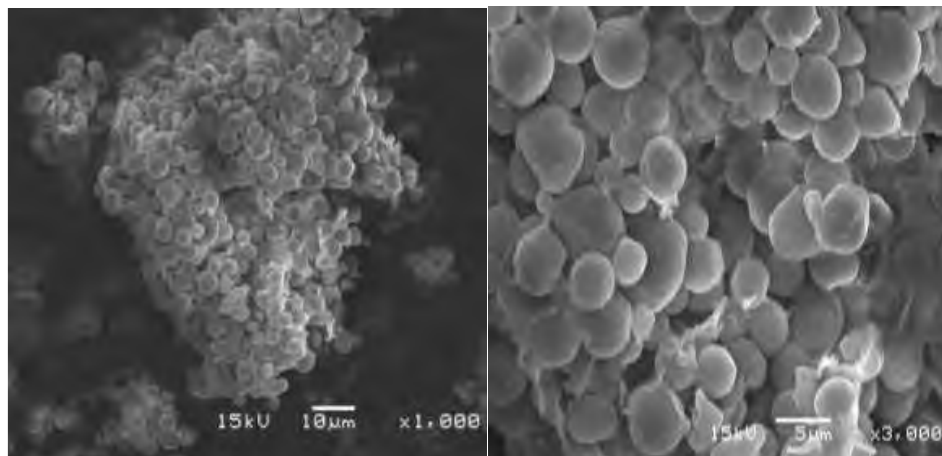


Figura 3. Micrografías del almidón de semilla de hule: (izquierda) 1000 y (derecha) 3000 aumentos. (Rangel-Cortez, 2018).

El almidón es un ingrediente muy importante, que posee atributos de valor añadido para innumerables aplicaciones industriales. Diversos autores han reportado el uso de almidones

modificados empleados como materiales encapsulantes de compuestos bioactivos en el proceso de microencapsulación (Loksuwan, 2007; Robert *et al.*, 2012; Rocha *et al.*, 2012; Wang *et al.*, 2012; Palma-Rodriguez *et al.*, 2013; He *et al.*, 2016), o bien, como materiales formadores de agregados esféricos que podrían brindar protección a compuestos de interés (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018). Algunos estudios se han enfocado en desarrollar agregados esféricos de almidón utilizando gránulos pequeños para fines de encapsulación de compuestos bioactivos (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018) y probióticos (Alfaro-Galarza *et al.*, 2020). El efecto protector podría explicarse por la mayor tendencia de los gránulos pequeños de almidón a formar agregados esféricos durante el secado por aspersión.

Los agregados esféricos de almidón con gránulos pequeños (diámetro <10 μm) son estructuras viables para la encapsulación de compuestos bioactivos. La formación de agregados esféricos requiere la estabilidad de los gránulos de almidón y la acción de un agente aglutinante. El mecanismo involucrado en la formación de agregados esféricos no está del todo claro, aunque algunos resultados en la literatura apuntan a la formación de complejos entre proteínas cargadas positivamente ubicadas en la superficie del gránulo y polisacáridos cargados negativamente. En un estudio realizado por Debet y Gidley (2007) demostraron que las proteínas funcionan como un agente de unión para mantener la cohesión de los gránulos de almidón, por lo que mecanismos similares podrían estar involucrados en la formación de agregados esféricos. Sin embargo, en muchos casos la fracción de proteínas no es suficiente para estabilizar la estructura de los agregados esféricos, por lo que se debe agregar un aglutinante externo, por ejemplo, goma arábiga, carboximetilcelulosa y carragenina (González-Soto *et al.*, 2011; Hoyos-Leyva *et al.*, 2018).

El almidón obtenido de las semillas del árbol de hule posee un tamaño de gránulo pequeño y un contenido importante de proteínas, de manera que podría conducir a la formación y estabilización de agregados esféricos sin ser necesaria la adición de agentes de unión, por lo que existe un área de oportunidad para investigar sobre la capacidad de este material para brindar protección a compuestos bioactivos de interés.

2.2 Almidón

El almidón es un carbohidrato constituido esencialmente por unidades de D-glucosa (98-99%). Su estructura consiste en dos polisacáridos diferentes: la amilosa y la amilopectina (Wang y White, 1994). La amilosa tiene una estructura lineal, mientras que la amilopectina es el componente ramificado. Las fracciones de amilosa y amilopectina se orientan de una forma radial para dar origen a los gránulos de almidón, definiendo así su tamaño y forma.

2.2.1 Estructura química

La organización y la distribución de la amilosa y amilopectina dentro de la estructura granular difiere, esto depende de la fuente botánica, lo cual por consecuencia repercute en las propiedades fisicoquímicas (Pan y Jane, 2000; Kuakpetoon y Wang, 2007).

La amilosa es un polímero lineal que contiene hasta 6000 unidades de glucosa con enlace α -(1,4); con algunas ramificaciones que contienen entre 3 a 20 cadenas de glucosa. Mientras que, la estructura de la amilopectina es altamente ramificada, la cual consiste en cadenas cortas de amilosa conectadas con enlaces α -(1,6) (Figura 3) (Swinkels, 1985).

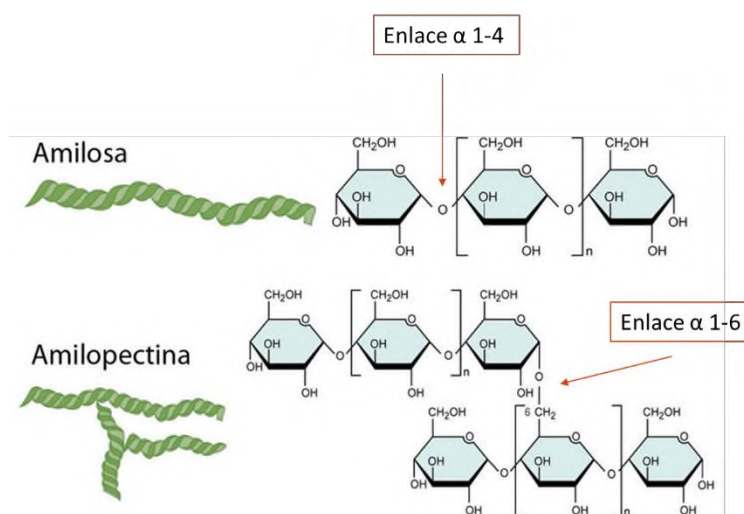


Figura 4. Estructura del almidón (Adaptado de Curiosoando.com, 2017).

2.2.2 Modificación del almidón

Un almidón en su forma nativa no suele ser eficiente al ser utilizado como material de pared, esto se debe a que ciertas propiedades (viscosidad, solubilidad, entre otras) llegan a limitar su aplicación en la encapsulación. A pesar de esto, dicho material presenta la ventaja de que sus propiedades funcionales y fisicoquímicas pueden ser cambiadas por medio de la modificación de su estructura nativa (Palma-Rodríguez, 2012).

Los almidones modificados son abundantes, además de ser funcionales y útiles dentro de la industria alimentaria. Los procesos de modificación pueden ser llevados a cabo por métodos físicos o químicos. Aquellos que son de tipo químico comprenden la oxidación, estabilización, formación de enlaces cruzados y despolimerización, las cuales generan mayores efectos en la funcionalidad y, por otro lado, las modificaciones físicas generan como resultado

productos pregelatinizados y con la capacidad de absorber agua fría, pueden reducir el tamaño del gránulo y modificar las propiedades reológicas para aplicaciones específicas (Aguilar-Chávez, 2007).

2.2.3 Modificación por ultrasonido

El proceso de ultrasonido es considerado un tratamiento físico, que proporciona mejoras en la eficiencia y reactividad a comparación de otros métodos de modificación. El empleo de dicho método puede presentar cambios en ciertas propiedades de los almidones, tales como las fisicoquímicas: gelatinización y retrogradación; funcionales: solubilidad, hinchamiento, absorción de agua y comportamiento reológico de sus pastas; estructurales y morfológicas (Wang y White, 1994).

Los efectos del ultrasonido se deben al fenómeno de cavitación acústica, el cual genera microburbujas en el medio líquido como consecuencia de la rarefacción o presión negativa, producto de la concentración de energía difusa de sonido. Posteriormente, dichas burbujas aumentan de tamaño hasta llegar a un punto crítico, terminan por colapsar dando como resultado una liberación de energía almacenada. Este fenómeno de cavitación acústica ejerce un impacto sobre la estructura de los gránulos de almidón, por el colapso de las burbujas de cavitación, afectando las propiedades fisicoquímicas de éste. El efecto del ultrasonido sobre los gránulos, depende de la potencia y frecuencia de sonicación, temperatura y tiempo de tratamiento, propiedades de la dispersión de almidón, concentración, así como su origen botánico (Ríos *et al.*, 2016).

2.2.3.1 Efecto del ultrasonido sobre las propiedades del almidón

Una de las aplicaciones más antiguas del ultrasonido es para la degradación de polímeros. El proceso de despolimerización se produce a través de los efectos de la cavitación y puede involucrar a dos posibles mecanismos: la degradación mecánica del polímero, resultado del colapso de burbujas de cavitación y la degradación química, como resultado de la reacción química entre el polímero y moléculas de alta energía, tales como los radicales hidroxilos producidos a partir del fenómeno de cavitación (Chemat *et al.*, 2011).

Se ha reportado que el tratamiento con ultrasonido causa cambios en la estructura y tamaño del gránulo de almidón y consecuentemente, cambios en sus propiedades fisicoquímicas (Jambrak *et al.*, 2010; Lima y Andrade, 2010; Manchun *et al.*, 2012; Zhu *et al.*, 2012). El grado de daño del almidón aumenta con el tiempo de tratamiento y disminuye con el incremento de la con-

centración de almidón en la suspensión (Chan *et al.*, 2010). El daño de los gránulos de almidón es agravado cuando aumenta la potencia de sonicación (Zuo *et al.*, 2012, Zhu *et al.*, 2012). Con el aumento de potencia, los gránulos de almidón tienden a aglomerarse, debido a los enlaces liberados, que ofrecen la oportunidad de conectar enlaces entre polímeros.

Zinoviadou *et al.* (2015) reportaron una disminución en la viscosidad de soluciones de almidón de maíz (30% p/p) tratadas con ultrasonido, esto debido al rompimiento parcial de los enlaces glicosídicos del almidón, lo cual coincide con lo reportado por Lila *et al.* (2008) en almidón de maíz, papa, tapioca y camote. Czechowska-Biskup *et al.* (2005) encontraron que el ultrasonido es un método eficiente para la reducción del peso molecular del polisacárido.

En la Tabla 5 se muestra un resumen de otros efectos reportados en almidones sometidos a modificación por ultrasonido, aplicando diferentes condiciones.

Tabla 5. Efecto del tratamiento con ultrasonido sobre las propiedades fisicoquímicas del almidón.

Referencia	Fuente de almidón	Condiciones del tratamiento	Resultados
Jambrak <i>et al.</i> , 2010	Maíz	Suspensión al 10% de almidón en agua 34, 55, 73 W cm ⁻¹ 24 kHz 15 y 30 min	Disminución en la entalpía de gelatinización. Significativa disminución en el coeficiente de consistencia. Un aumento en el poder de hinchamiento, el cual es asociado con la capacidad de absorción de agua y solubilidad de los gránulos de almidón.
Sujka y Jamroz, 2013	Maíz, trigo, arroz y papa	Concentración al 30% de almidón usando como solvente etanol o agua 30 min, 20°C 20 kHz, 170 W	El tratamiento con ultrasonido, especialmente en agua causó menor viscosidad y mayor solubilidad en comparación con el almidón nativo.
Zheng <i>et al.</i> , 2013	Camote	Concentración de 5% de almidón en agua 720 W 25 y 80 kHz 10, 20, 30, 45 y 60 min	La solubilidad incrementó conforme aumentó el tiempo de ultrasonicación. Alcanzó el máximo a los 60 min con ultrasonido de doble frecuencia

Fuente: Adaptado de Ríos *et al.*, 2016.

2.3 Materiales de pared

Un material encapsulante es un componente que se encarga de formar un recubrimiento delgado alrededor de una superficie. Esta capa puede tener una naturaleza inorgánica, orgánica o incluso una combinación de estas dos. En cuanto a aquellas cubiertas de origen orgánico, suelen presentar pigmentos, extensores y otros aditivos como catalizadores, absorbentes o antioxidantes (Dávalos, 2014).

2.3.1 Características de materiales de pared

Son diversos los criterios que deben ser tomados en cuenta en el momento de seleccionar el material de pared apropiado para la encapsulación. Generalmente se tiene como consideración el tipo de activo, sus características e incluso la aplicación que se le dará. El costo del proceso se mantiene como factor clave al seleccionar el material que sea más adecuado. No importa de qué material se trate, la conversión de sus características fisicoquímicas será lo que vaya a determinar el éxito del nuevo producto desarrollado. Es por esto por lo que se necesita estudiar y analizar todas las propiedades que posee el material a utilizar en la obtención de cápsulas, con la finalidad de consumir y predecir su comportamiento en ciertas condiciones de producción, almacenamiento y consumo (Nedovic *et al.*, 2011). Algunas de estas características ideales de los materiales de pared utilizados son los siguientes (Desai y Park, 2005; Shekhar *et al.*, 2010):

- Propiedades reológicas específicas a altas concentraciones.
- Habilidad para dispersarse o emulsificarse con el material a encapsular y mantener la estabilidad de éste.
- Debe ser químicamente inerte, es decir, no debe provocar reacciones con el material a encapsular durante el proceso de encapsulación seleccionado, así como en el tiempo de almacenamiento.
- Capacidad para cubrir y mantener en su interior el material encapsulado.
- Debe ser soluble en medio acuoso, disolventes o que pueda fundir su cubierta con la temperatura.
- Capacidad de proteger al máximo el material encapsulado ante la acción de ciertos factores externos como oxígeno, temperatura, humedad, luz, entre otros.
- Capacidad para liberar por completo los disolventes u otros materiales empleados en el proceso de encapsulación, ya sea en el secado o por condiciones de desolvatación.
- Mantener bajo control la liberación del material encapsulado en condiciones específicas.
- La cubierta puede enmascarar el sabor del ingrediente encapsulado.

2.3.2 Tipos de materiales de pared

Hay cierta diversidad de sustancias que son empleadas para recubrir o encapsular sólidos, líquidos o gases de distintos tipos y propiedades las cuales son mostradas en la Tabla 6.

Tabla 6. Materiales de uso común para encapsulación.

Material para encapsular	Cobertura específica
<i>Gomas</i>	Arábigo, mezquite, guar, alginato de sodio, carragenina
<i>Carbohidratos</i>	Almidón y derivados, maltodextrinas, jarabes de maíz, sacarosa, dextrana, ciclodextrinas
<i>Celulosas</i>	Carboximetilcelulosa, metilcelulosa, etilcelulosa, nitrocelulosa, acetilcelulosa
<i>Lípidos</i>	Ceras, parafinas, grasas, ácidoesteárico, triestearina, mono y diglicéridos
<i>Proteínas</i>	Gelatina, proteína de soja, caseinatos, suero de leche, zeína, gluten, caseína

Fuente: Ríos-Aguirre y Gil-Garzón, 2021

Los materiales que se emplean para realizar el diseño de las cápsulas deben ser de grado alimenticio, biodegradables y con la capacidad de formar una barrera entre la fase interna y su alrededor (Nedovic *et al.*, 2011). La gran mayoría de los materiales que suelen emplearse dentro del sector alimenticio son biomoléculas, que incluyen carbohidratos, lípidos, proteínas y sus combinaciones. Los ejemplos más comunes de materiales proteicos en los procesos de encapsulación son las caseínas, gluten y gelatina. Entre los materiales lipídicos se mencionan los ácidos grasos, alcoholes grasos, ceras (ceras de abejas, carnauba, candelilla), fosfolípidos y glicéridos. Aquellos que están más disponibles para la encapsulación y que además su uso es más amplio en los alimentos y nutraceuticos son los polisacáridos (Nedovic *et al.*, 2011). Las fuentes de donde este tipo de materiales es extraído incluyen frutos, semillas, algas, extracto de plantas, exudados, entre otros (Lajolo *et al.*, 2001).

Para fines de encapsulación, los materiales de pared más comunes son la maltodextrina, la goma arábigo y los almidones modificados. Estas matrices de carbohidratos aumentan la temperatura de transición vítrea del producto seco atrapando al compuesto activo en la fase vítrea que lo protege frente a la temperatura, evita la pegajosidad, el colapso y minimiza los cambios enzimáticos o químicos (Ramírez, 2013).

La elección del material de pared es importante para la eficiencia de la encapsulación y la estabilidad del producto. Los criterios se basan principalmente en las propiedades fisicoquímicas tales como solubilidad, peso molecular, transición vítrea, cristalinidad, capacidad formadora de película y las propiedades emulsionantes (Gharsallaoui *et al.*, 2007), y también en la protección del núcleo contra factores externos como el oxígeno, la luz, la humedad u otros que causen su deterioro (Shahidi y Han, 1993). Teniendo en cuenta lo anterior, existe una limitada disponibilidad de agentes encapsulantes que cumplan dichos criterios (Vasisht, 2014). Esto da lugar a la importancia del desarrollo de nuevos materiales de soporte.

2.3.3 Materiales de pared no convencionales

Ante los elevados costos de importación, se ha buscado la manera de satisfacer las necesidades de la industria para la producción de los productos encapsulados de algunas fuentes alternativas. La industria se ha encargado de buscar un sustituto a estos materiales de altos costos y baja disponibilidad, que sea capaz de proporcionar estabilidad al compuesto encapsulado y que además sea de bajo costo, por lo que han sido sugeridos ciertos productos derivados del almidón. En la Tabla 7 se muestran distintos autores que han trabajado con nuevos materiales para encapsulación, a manera de mostrar sus propiedades y características en dicho proceso.

Tabla 7. Antecedentes de materiales no convencionales para encapsulación.

Referencia	Material de pared	Técnica de encapsulación	Eficacia de encapsulación
Arshad <i>et al.</i> , 2018	Almidón modificado de nuez moscada y goma arábica.	Secado por aspersión	95.38 %
Alfaro-Galarza <i>et al.</i> , 2020.	Almidón nativo de malanga y arroz.	Secado por aspersión	90.00 %
Zanoni <i>et al.</i> , 2020	Almidón modificado de maíz con OSA (anhídrido octenil succínico)	Secado por aspersión	Encapsulado de polifenoles de col lombarda: 79.00 % Encapsulado de polifenoles de achicoria roja: 88.00 %
Romero-Hernández <i>et al.</i> , 2021	Almidón modificado de malanga con OSA (anhídrido octenil succínico)	Secado por aspersión	40.00 %

El almidón es uno de los muchos biopolímeros funcionales utilizados en la encapsulación, lo que lo hace diferente es que tiene muchas variedades naturales para elegir una estructura preferida, sin embargo, carecen de propiedades interfaciales requeridas para una encapsulación eficiente que por lo general están asociadas con gomas y proteínas (Gharsallaoui *et al.*, 2007). Por lo cual, se busca mejorar sus propiedades, a través de la modificación de su estructura nativa convirtiéndolo en una alternativa para ser utilizado como coadyuvante o material de pared en la encapsulación mediante secado por aspersión.

2.4 Encapsulación

2.4.1 Definición

La encapsulación puede ser definida como una técnica en la que gotas líquidas, partículas en estado sólido e incluso gaseoso, son cubiertas por una película polimérica porosa, conteniendo en su interior alguna sustancia activa (Araneda y Valenzuela, 2009). Dicha membrana, barrera o película suele estar hecha de componentes con cadenas, los cuales son capaces de formar una red que posee propiedades hidrofílicas y/o hidrofóbicas (Fuchs *et al.*, 2006).

Este es un proceso tecnológico el cual permite contener una sustancia o componente bioactivo en el interior de otro componente que se denomina recubrimiento. La encapsulación ayuda a mejorar la incorporación de las moléculas de agentes activos o nutraceuticos, incluyéndose también células vivas (probióticos). Actualmente hay diversos motivos por los que se emplea esta tecnología, pues provee una barrera física entre los componentes bioactivos que son sensibles al ambiente, lo que puede permitir que los ingredientes de los alimentos se estabilicen durante su procesamiento, mientras que, en el producto final, ayuda a disminuir los procesos de degradación, tales como la oxidación y la hidrólisis, incrementando así la biodisponibilidad de dichos compuestos activos. Además, permite que el contenido sea liberado bajo una velocidad controlada en condiciones específicas en el sitio que se desea (Nedovic *et al.*, 2011).

2.4.2 Métodos de encapsulación

La selección del procedimiento de encapsulación depende del tamaño de partícula promedio que será requerido, las propiedades físicas del agente de encapsulación, la sustancia que se va a encapsular, cómo será aplicado el material encapsulado, el mecanismo de liberación deseado y los costos involucrados (Martín-Banderas, 2008; De Menezes *et al.*, 2013).

Además, la técnica aplicada debe ser rápida y versátil. El método de encapsulación es seleccionado en base a las características fisicoquímicas que presentan el polímero y el material que será encapsulado, teniendo en cuenta los siguientes requerimientos (Jain, 2000; De Menezes *et al.*, 2013):

- El rendimiento del tamaño deseado en las partículas obtenidas debe ser alto.
- La eficiencia de la encapsulación debe ser alta.
- La reproducibilidad entre los lotes debe estar dentro de los límites.
- Las partículas obtenidas no deberían aglomerarse y su forma debe mantenerse.
- El impacto ambiental generado por las condiciones y materiales de manufactura deben ser considerados.

Por lo tanto, no existe un procedimiento específico para un determinado material de encapsulación y un compuesto bioactivo.

La clasificación de los métodos de encapsulación ha resultado ser un tema controversial con una discrepancia de opiniones entre algunos autores. Una de las más aceptadas es la que ha propuesto Kondo (1979) y Merkle (1984), quienes dividen los métodos en tres grandes grupos: mecánicos, químicos y fisicoquímicos. La Figura 5 resume los métodos de encapsulación de acuerdo con la manera en la que el material a encapsular es transportado, así como los pasos que se requieren para la obtención de las partículas sólidas (Gutiérrez, 2018).

Aunque se han desarrollado diversos métodos de encapsulación, el secado por aspersión sigue siendo la tecnología de encapsulación más utilizada en la industria alimentaria debido al bajo costo, equipo disponible y flexible (Desai y Park, 2005).

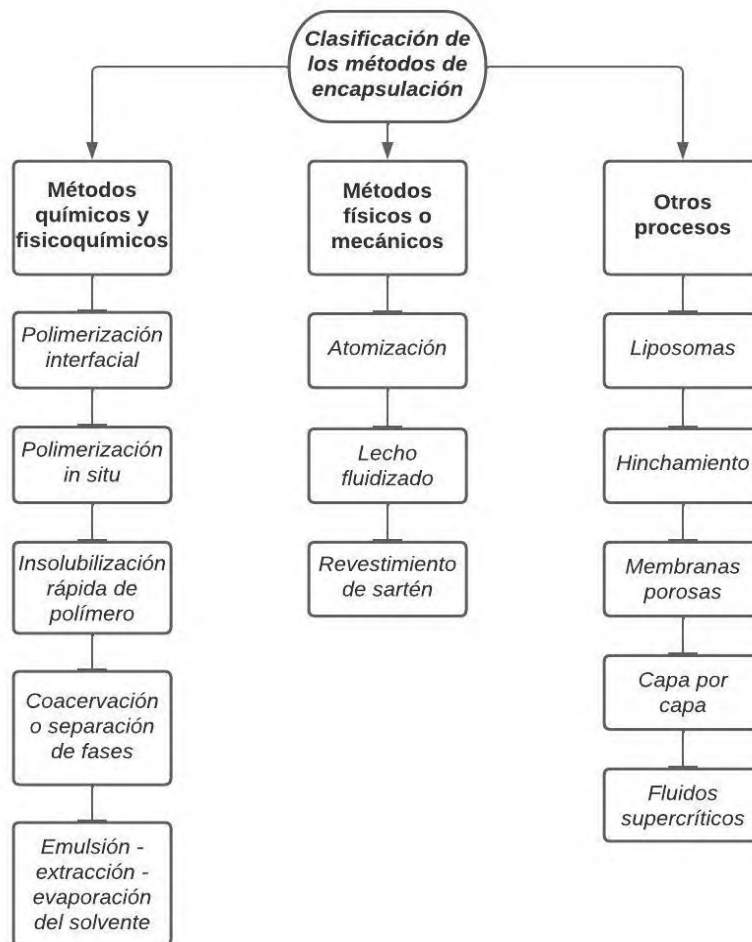


Figura 5. Clasificación de los métodos de encapsulación.

2.4.3 Secado por aspersión

Este método consiste en la atomización de la sustancia activa, previamente dispersa o disuelta en una solución del material encapsulante dentro de una corriente de aire. En la Figura 6 se muestra un esquema del equipo utilizado para este proceso.

El secado por aspersión es una de las técnicas de encapsulación más antiguas pero que actualmente sigue siendo utilizado para encapsular ingredientes alimentarios sensibles al calor (aromas, carotenoides, lípidos) ya que no es complejo, es reproducible y posee menor dependencia a las características de solubilidad del polímero y el componente a encapsular.

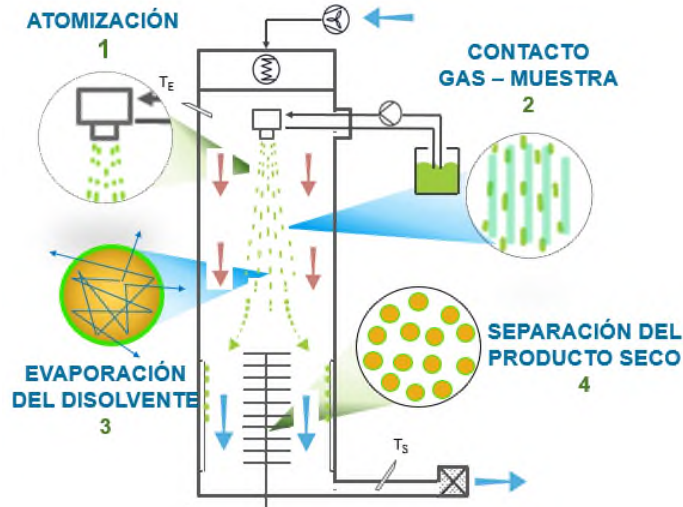


Figura 6. Etapas de secado por aspersión (Arpagaus, 2017).

Durante el proceso de secado por aspersión se identifican distintas etapas que lo componen, siendo estas las siguientes (Gharsallaoui *et al.*, 2007):

- Atomización.
- Contacto de gota – gas de secado.
- Evaporación de disolvente.
- Separación del producto seco.

Algunos parámetros importantes a tomar en cuenta en el proceso de secado por aspersión son: temperatura de entrada y temperatura de salida del gas de secado, caudal del gas de secado, entre otros.

2.4.4 Aplicaciones del secado por aspersión para encapsulación

El secado por aspersión es considerado uno de los métodos más utilizados en la encapsulación dentro de la industria. En varios estudios se ha llegado a concluir que este método es el apropiado para aquellos compuestos que son altamente sensibles a las temperaturas elevadas, proporcionando una buena estabilidad al producto final, además de que el costo de procesamiento es bajo y su implementación es fácil. A continuación, en la Tabla 8, se presentan algunas aplicaciones que ha tenido este método y los respectivos autores de dichas investigaciones donde se utilizaron materiales de pared para el proceso de encapsulación.

Tabla 8. Aplicaciones del secado por aspersión como método de encapsulación.

Referencia	Compuesto encapsulado	Material de pared	Resultado
Palma-Rodríguez, 2012	Ácido ascórbico	Almidón modificado de arroz, maíz, papa con H ₂ SO ₄	Eficiencia: Almidón modificado de arroz: 93% Almidón modificado de maíz: 64% Almidón modificado de papa: 100%
Hoyos-Leyva et al., 2018	Ácido ascórbico	Almidón nativo de malanga	Eficiencia: 20.9%. Retención total: 99%. Almacenamiento por 6 semanas a 55 °C estable
Hoyos-Leyva et al., 2019	Aceite de almendra	Almidón nativo de malanga	Eficiencia: 37 % Retención total: 56 % Agregados porosos
Vázquez-León et al., 2022	Ácido ascórbico	Almidón de frijol (<i>Phaseolus vulgaris</i> L.)	Eficiencia: 36.88% Rendimiento: 33.52%
Aparicio-Saguilán et al., 2024	Ácido ascórbico	Jinicuil (<i>Inga jinicuil</i>)	Eficiencia: 14.97-81.84 % Rendimiento: 19.96-27.64%

3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En la actualidad, existe una creciente demanda por parte de los consumidores en ingerir alimentos con mejores características sensoriales y nutricionales que incluso puedan proporcionar beneficios a la salud. Para brindar beneficios a la salud, deben añadirse compuestos bioactivos a estos alimentos, por lo que se requiere la aplicación de tecnologías adecuadas que permitan proteger dichos compuestos ante factores externos (entre ellos: luz, oxígeno, humedad), proporcionando estabilidad y prolongando la vida útil de los productos. Una estrategia para conseguir esto es la encapsulación de los compuestos bioactivos.

Aunque se han desarrollado muchas técnicas para encapsular, el secado por aspersión es la tecnología más utilizada en la industria alimentaria debido al bajo costo en comparación con las otras técnicas de encapsulación, y por la disponibilidad de equipos a diferente escala de producción (Martínez-Navarrete *et al.*, 2008), además, es apropiada para compuestos sensibles al calor, ya que el tiempo de exposición a temperaturas elevadas es corto. En la mayoría de los casos, esta técnica se aplica en combinación con el uso de materiales coadyuvantes con el propósito de incrementar el rendimiento del proceso y/o brindar protección a los compuestos contra factores externos, permitiendo mejorar la estabilidad del producto obtenido. Dentro de los materiales que se han empleado destacan algunas proteínas, lípidos y carbohidratos o sus derivados, sin embargo, muchos de ellos son de alto costo y baja disponibilidad. Lo anterior ha impulsado la búsqueda de nuevos materiales que puedan ser utilizados como materiales coadyuvantes, ya sea para incrementar el contenido de sólidos (lo que permite mejorar el rendimiento del proceso) o para ser utilizados como materiales de pared para encapsular compuestos bioactivos aplicando secado por aspersión.

Uno de los materiales de pared más utilizados en el área de encapsulación es el almidón, sin embargo, en su forma nativa, los almidones suelen carecer de las propiedades requeridas para lograr una encapsulación eficiente.

4. JUSTIFICACIÓN

Algunas alternativas eficaces para mejorar las propiedades encapsulantes de estos materiales consisten en realizar modificaciones físicas y/o químicas. El método de modificación por ultrasonido entra dentro de la categoría de modificaciones físicas y presenta ciertas ventajas que permiten mejorar algunas de las propiedades de los almidones nativos, tales como disminución del tamaño de partícula y disminución de la viscosidad.

Al utilizar coadyuvantes en el secado por aspersión, se desea tener tamaños pequeños de partícula, esto para lograr una formación de cápsula eficiente, sin cavidades, sobre todo en sistemas que formen agregados esféricos. Además de baja viscosidad en las dispersiones de alimentación del equipo de secado, pues permite obtener un tamaño de gota pequeño en el proceso de aspersión, aprovechando así la energía en forma de calor.

Para estos fines, como material coadyuvante de secado, se propone el uso de almidón obtenido de la semilla del árbol de hule (*Hevea brasiliensis*) modificado por ultrasonido, el cual será recolectado de los alrededores de las plantaciones de hule en la Universidad del Papaloapan Campus Tuxtepec. Se evaluarán sus características fisicoquímicas y morfológicas y posteriormente se fijarán las condiciones de operación del proceso de secado por aspersión que permitan obtener partículas secas estables, evaluando el almidón modificado como coadyuvante y/o material de pared. Se utilizará ácido ascórbico como compuesto modelo a encapsular, debido a que es termosensible, y generalmente por ello se ocupa como compuesto estándar durante tratamientos térmicos.

5. HIPÓTESIS

La modificación por ultrasonido del almidón obtenido de la semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) permitirá obtener un material con tamaño de partícula $<7 \mu\text{m}$ y que forme dispersiones acuosas con viscosidad $<0.01 \text{ Pa s}$, para poder utilizarlo como coadyuvante de secado por aspersión a escala nano para la protección de compuestos bioactivos.

6. OBJETIVOS

6.1 Objetivo general

Obtener almidón de la semilla del árbol de hule (*Hevea brasiliensis*) y modificarlo por ultrasonido y evaluar su aplicación como coadyuvante en un proceso de nanoencapsulación de compuestos bioactivos por método de secado por aspersión.

6.2 Objetivos específicos

- Aislar el almidón de la semilla de *Hevea brasiliensis*.
- Modificar el almidón de la semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) mediante ultrasonido.
- Evaluar el efecto de la modificación por ultrasonido sobre el contenido de proteína presente en el almidón y su capacidad como coadyuvante en secado por aspersión.
- Caracterizar fisicoquímica, morfológica y estructuralmente el almidón modificado.
- Evaluar la aplicación del almidón modificado como material encapsulante durante el secado por aspersión de un compuesto bioactivo aplicando como criterios la eficiencia de encapsulación y el rendimiento del proceso.
- Evaluar la capacidad del almidón de semilla de hule como material coadyuvante por medio de la determinación de la eficacia y rendimiento de encapsulación.

7. MATERIALES Y MÉTODOS

7.1 Materia prima

Se utilizó almidón obtenido de semillas del árbol de hule recolectadas en la Universidad del Papaloapan, campus Tuxtepec.

7.2 Reactivos

El compuesto estándar a encapsular, ácido ascórbico, se adquirió en Sigma-Aldrich. Todos los demás productos químicos que fueron utilizados son de grado analítico.

7.3 Metodología

El presente proyecto se ha desarrollado en dos etapas: 1) Aislamiento, modificación del almidón y su caracterización fisicoquímica, morfológica y estructural; 2) Encapsulación de compuestos bioactivos mediante secado por aspersion, utilizando como coadyuvante de secado el almidón modificado (Figura 7).

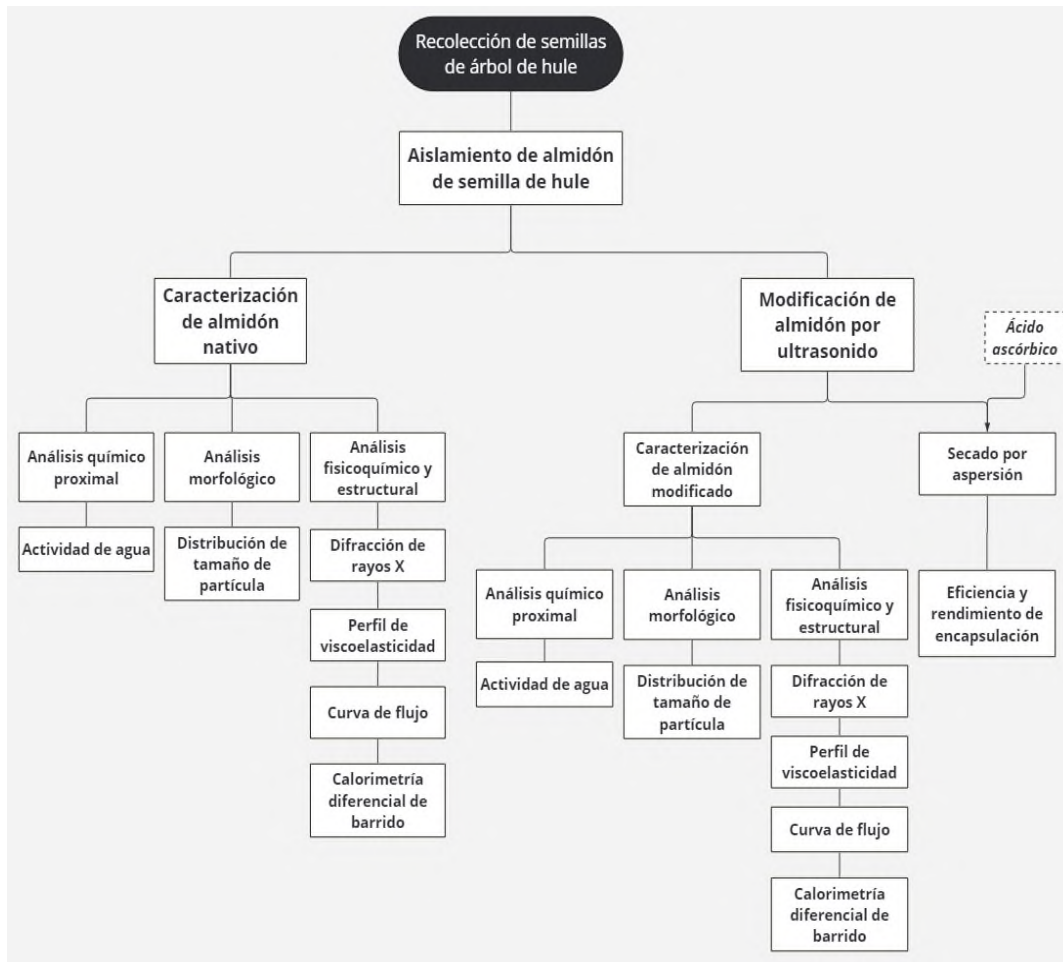


Figura 7. Diagrama general de la metodología.

7.4 Etapa 1

7.4.1 Aislamiento de almidón

Se realizó la recolección de las semillas del árbol de hule en las instalaciones de la Universidad del Papaloapan campus Tuxtepec, Oaxaca, las cuales fueron almacenadas en un lugar seco y a temperatura ambiente.

La metodología utilizada para el aislamiento del almidón de la semilla de hule fue el propuesto por Flores-Gorosquera *et al.* (2004) con ligeras modificaciones. Se realizó una selección manual y se descartaron las semillas que estaban dañadas para después ser retirada la cáscara. Tras haber retirado la cáscara, se procedió a moler las semillas en una licuadora tipo industrial (marca Waring, modelo CB15) de 4 L, por lotes con $\frac{3}{4}$ de agua. La mezcla resultante se hizo pasar a través de un colador para retirar residuos de mayor tamaño que no lograron

licuarse por completo y a continuación el líquido resultante se pasó por tamices de malla No.40 (0.425 mm) y No. 100 (0.150 mm).

La mezcla obtenida fue sometida a un lavado por centrifugación (4000 rpm por 10 min) para obtener los sólidos y desechar el sobrenadante. Los sólidos sedimentados en los tubos de centrifugación fueron colocados en charolas que posteriormente fueron llevadas a deshidratar en el secador de charolas (SUSESA, México), empleando una temperatura de 40 °C durante 12 h. El producto seco obtenido se molió con un mortero de porcelana para disminuir el tamaño de partícula y después se utilizó un molino de granos (marca KURPS) con la finalidad de obtener un polvo más fino. El polvo recolectado se hizo pasar por un tamiz de malla 100 (0.150 mm) y finalmente fue almacenado en un frasco para mantenerlo libre de humedad e impurezas.

7.4.2 Modificación del almidón empleando ultrasonido

Para el proceso de modificación del almidón se utilizó el método propuesto por Monroy *et al.* (2018), en el que se prepararon mezclas de almidón y agua (20% p/p) y se sometieron al proceso de ultrasonido a diferentes tiempos (5, 15, 25 y 35 min), con una potencia de 750 W a una frecuencia de 20 kHz y una amplitud de 40%. Durante este proceso, la temperatura se mantuvo constante (25 °C), utilizando un recirculador de agua. El almidón se obtuvo por centrifugación a 400 xg por 10 min a 20 °C (Heraus Megafuge 16 R, Waltham, MA, USA), y posteriormente se secó en un secador de charolas (SUSESA, México) a una temperatura de 40 °C, durante 24 h. El almidón modificado que se obtuvo fue molido en un molino de granos (marca KURPS) y se pasó por un tamiz malla 100 (0.150 mm). Cada almidón modificado fue almacenado en frascos para su uso posterior.

7.4.3 Caracterización del almidón nativo y modificado

7.4.3.1 Análisis químico proximal

La composición química proximal del almidón nativo y del almidón modificado se ha determinado de acuerdo con los métodos de la AACC (2000) para humedad (44-16.01), cenizas (08-01.01), proteínas (46-13.01) y lípidos (30-25.01). Cada prueba se ha realizado por duplicado en las muestras de almidón nativo y modificado.

7.4.3.2 Análisis fisicoquímico

7.4.3.2.1 Determinación de la actividad de agua

La actividad de agua se determinó a las muestras de almidón nativo y el almidón modificado a una temperatura de 25 °C empleando un medidor de actividad de agua (Analizador de Vapor de Sorción, AQUALAB mod. VSA1144). Las mediciones a cada muestra se realizaron por duplicado.

7.4.3.2.2 Determinación de la temperatura y entalpía de gelatinización

La temperatura y entalpía de gelatinización del almidón nativo y modificado se evaluaron usando un calorímetro de barrido diferencial (modelo DSC 250) (marca TA Instruments, New Castle, USA), utilizando el método propuesto por Paredes-López *et al.* 1994. Se pesaron 2 mg de muestra (en b. s., realizando dos réplicas) dentro de una charola de aluminio sellada a presión. Como referencia se utilizó una charola vacía. La muestra se sometió a un programa de calentamiento en un intervalo de temperatura de 30-120 °C y una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. La temperatura de inicio (T_i), temperatura de gelatinización (T_p), temperatura final (T_f) fueron obtenidas directamente del análisis del software TA Instruments Trios versión 4.

7.4.3.2.3 Perfil de viscoelasticidad

Para realizar los estudios de viscoelasticidad, se prepararon dispersiones de almidón a 10 % (p/v) en base seca, empleando agua destilada. Sus propiedades viscoelásticas se midieron realizando pruebas oscilatorias de baja amplitud en un reómetro Híbrido (marca TA Instruments, modelo Discovery HR-2), empleando un sistema de placa paralela de 40 mm de diámetro con un espesor de muestra de 500 μm . Se realizaron los barridos de amplitud de deformación en un intervalo de 0.1 a 10 %, a una frecuencia constante de 1 Hz y una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2.5 °C/min en un ciclo de calentamiento de 25 a 90°C – cocimiento por 10 min a 90 °C (primera etapa de medición) – enfriamiento de 90 °C a 25 °C (segunda etapa de medición), para determinar la región viscoelástica lineal (RVL). Los barridos de frecuencia se realizaron en un intervalo de 0.1 a 10 Hz, con una amplitud de la deformación constante del 0.5 % en ambas etapas previamente descritas. Se evaluaron en cada etapa los siguientes parámetros: módulo de almacenamiento (G'), módulo de pérdida (G''), tangente del ángulo de desfase ($\tan \delta$) y viscosidad compleja $|\eta^*|$ (Pa.s) mediante el software 5332-1679: TA Instruments TRIOS v4.0.2.30774.

7.4.3.2.4 Curva de flujo

Se preparó una dispersión del 10 % (p/v) de almidón para determinar las curvas de flujo de las diferentes fuentes de almidón. Se utilizó un Reómetro Híbrido (marca TA Instruments, modelo Discovery HR-2) con una geometría cono placa de 2° de 40 mm de diámetro, las muestras fueron analizadas con un GAP de 500 η m. Se realizaron las mediciones a 25 °C (después de un calentamiento de 25 °C hasta 90 °C y posteriormente enfriado a 25 °C, empleando una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 5 °C/min). Se realizaron las mediciones en dos ciclos: ascendente y descendente de 0.03 a 100 s⁻¹ y un tercer barrido descendente de 100 a 0.03 s⁻¹. En los datos obtenidos del tercer ciclo se aplicó la ecuación de la ley de potencia de Ostwald de Waele en función del esfuerzo de corte (τ), donde $\gamma = f(\tau)$, para calcular los parámetros de índice de consistencia (K, Pa.sⁿ) e índice de comportamiento de flujo (η , adimensional). Con lo que se definió el comportamiento de fluido (Steffe, 1992; Tecante y Doublier, 1999). Se utilizó el Software 5332-1679: TA Instruments TRIOS v4.0.2.30774.

7.4.3.3 Análisis morfológico

7.4.3.3.1 Distribución de tamaño de partícula (DTP)

Se utilizó un analizador de tamaño de partícula por dispersión de luz estática Mastersizer 3000 (Malvern Instruments). Las mediciones se llevaron a cabo por triplicado a temperatura ambiente. El tamaño de partícula se ha expresado como el diámetro medio D [v; 0.5] y distribución de volumen (Malvern Instruments Ltd., 1990).

7.4.3.4 Análisis estructural

7.4.3.4.1 Difracción de rayos X (DRX)

Para el estudio de los cambios en la organización de la estructura cristalina de la muestra, se identificaron los picos característicos en 2θ para la región cristalina. Los patrones de difracción se obtuvieron con un difractómetro de rayos-X (Bruker Axs, mod. D8 Advance). Las muestras se colocaron sobre el portamuestras del difractómetro de rayos-X de ángulo ancho, equipado con una fuente de cobre operado a 40 kV y 30 mA, generando una radiación de Cu-K α . Los barridos fueron realizados en un ángulo de 2θ de 5 a 60°.

7.5 Etapa 2

7.5.1 Aplicación del almidón modificado como coadyuvante de secado por aspersión

Se empleó un secador por aspersión a escala laboratorio. La muestra líquida fue alimentada mediante una bomba peristáltica. El flujo de aire a emplear y las temperaturas de entrada se establecieron de acuerdo al tipo de secador utilizado. En la Figura 8 se muestra una fotografía del secador por aspersión que se ha empleado en el presente trabajo. Para llevar a cabo el proceso se han tomado en cuenta los resultados de los experimentos preliminares, así como las especificaciones técnicas del equipo y de esta manera se establecieron las condiciones de secado como la frecuencia de atomización, flujo de alimentación, caudal del gas de secado y la temperatura de entrada.



Figura 8. Secador por aspersión (Nano Spray Dryer B-90).

7.5.1.1 Preparación de la mezcla de alimentación

El material coadyuvante de secado fue el almidón modificado que ha sido clasificado como el más apto para el proceso en base a los resultados de su previa caracterización, empleando agua como disolvente. Se preparó una suspensión con una concentración al 0.5% de sólidos en agua, para lo cual se dio 200 mg de almidón por 50 mg de ácido ascórbico (relación 4:1 p/p). La mezcla resultante se mantuvo en agitación constante durante 20 minutos a una temperatura de 25 °C.

Al finalizar el experimento el polvo obtenido fue pesado y almacenado en un tubo eppendorf.

7.5.2 Eficiencia de encapsulación

La estimación de la eficiencia de encapsulación de ácido ascórbico, en cápsulas de almidón, se realizó de acuerdo con lo descrito por Leyva-López et al. (2019), quienes consideran lavados superficiales de las cápsulas y la ruptura total de las mismas mediante ultrasonido.

La eficiencia de encapsulación (EE) se calculó a partir de los datos del contenido total (AA_T) y superficial (AA_S) de ácido ascórbico, de acuerdo con la Ecuación 1:

$$EE (\%) = [(AA_T - AA_S)/AA_T] \cdot 100 \quad (1)$$

7.5.3 Rendimiento del proceso

Para evaluar el rendimiento del proceso se pesó la masa total de alimentación antes de realizar el secado y una vez que finalizó, fue pesado el producto seco obtenido para determinar el rendimiento de acuerdo a la Ecuación 2.

$$R = \frac{\text{Masa seca total del producto recuperado}}{\text{Masa seca total de la alimentación}} \quad (2)$$

8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

8.1 Análisis químico proximal de almidón de semilla de hule

En la Tabla 9 se muestran los resultados obtenidos para el almidón nativo y modificados por ultrasonido. Se pueden observar cambios significativos en el contenido de humedad, lípidos y proteínas en los almidones modificados. Mientras que otros no presentaron diferencias entre sí como el contenido de cenizas.

Tabla 9. Composición química proximal de almidón de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) en estado nativo y modificados.

Muestra	Humedad	Cenizas	Lípidos	Proteínas	Carbohidratos
AH-NATIVO	7.33 ± 0.19 ^a	0.4958 ± 0.0014 ^a	9.46 ± 0.13 ^{bc}	33.63 ± 0.24 ^a	49.08
US-05	4.77 ± 0.30 ^b	0.4984 ± 0.0001 ^a	9.62 ± 0.02 ^b	27.84 ± 0.24 ^{ab}	42.72
US-15	3.51 ± 0.39 ^b	0.4957 ± 0.0027 ^a	11.37 ± 0.03 ^a	27.11 ± 0.15 ^b	42.48
US-25	3.89 ± 0.29 ^b	0.4976 ± 0.0003 ^a	9.45 ± 0.31 ^{bc}	25.20 ± 0.15 ^b	39.04
US-35	4.07 ± 0.31 ^b	0.4978 ± 0.0003 ^a	8.22 ± 0.09 ^c	26.33 ± 1.02 ^b	39.12

Valores promedio de dos repeticiones ± error estándar. Diferentes letras en una misma columna indican diferencias significativas a un nivel de significancia del 5% ($\alpha=0.05$).

En los resultados se presenta una disminución en el contenido de humedad en las muestras modificadas con ultrasonido en comparación al almidón nativo. Montano (2013) menciona que dicho comportamiento puede deberse a que los almidones en su forma nativa poseen nanocavidades que hacen posible atrapar agua del entorno y acomodarla en su superficie, por lo que, al haber sido modificado, dichas cavidades fueron reducidas, disminuyendo a su vez la humedad en los gránulos de almidón

En el contenido de cenizas no se observó ningún cambio notorio en las muestras analizadas. Alcázar-Alay y Meireles (2015) indican que los valores normales de contenido de cenizas en almidones varían entre 0.01 – 0.4% (p/p), por lo que se puede considerar al almidón de semilla de hule se encuentra ligeramente por encima de dicho intervalo. Las cenizas están conformadas principalmente por minerales como calcio, magnesio, sodio, potasio, hierro y fósforo (Badui, 2001). Rangel-Cortez reportó un contenido de 0.97% de cenizas en almidón nativo de semilla de hule, dicha variación con los datos reportados en el presente trabajo puede deberse a las condiciones climáticas y ubicación en la que fueron cosechadas las semillas de hule.

En los valores encontrados en las muestras de acuerdo al contenido de lípidos se han observado cambios significativos. El comportamiento muestra una tendencia a disminuir el contenido de lípidos en relación al tiempo al cual han sido sometidos al ultrasonido, aunque en la muestra US-15 se marca una excepción, ya que su valor es considerablemente elevado en comparación a las otras muestras. Los resultados fueron considerablemente mayores a lo que reportó Rangel-Cortez (2018) con un 0.25% de lípidos, esto debido a que el proceso de aislamiento de almidón usado fue distinto con el objetivo de obtener un almidón con mayor grado de pureza. Singh *et al.* (2003) destaca que la amilosa tiene la capacidad de formar complejos con los lípidos, los cuales afectan las propiedades funcionales de los almidones como el poder de hinchamiento de los gránulos de almidón, el perfil de viscosidad, las propiedades térmicas, la lixiviación de dicho componente, así como el fenómeno de retrogradación.

Con respecto al contenido de proteína, se puede observar que este disminuyó al aumentar el tiempo del tratamiento con ultrasonido. Este comportamiento es debido a que, con la energía generada durante el proceso de ultrasonido, la proteína adherida a los gránulos de almidón es liberada y desnaturalizada siendo eliminada durante el proceso de lavados para la recuperación del almidón al finalizar el tratamiento con ultrasonido. Alcázar-Alay y Meireles (2015) en su trabajo comparan las propiedades y características de los almidones más comunes y ellos demuestran que el contenido de proteínas varía entre 0.1-2.3%. En el presente trabajo se obtuvieron porcentajes más elevados (33.63 – 25.20%), siendo el almidón nativo el valor más alto. Melian (2010) sugiere que un alto contenido de proteínas cambia las propiedades físicas de las pastas que forman los almidones, lo cual por consecuencia influye en la viscosidad y presenta también una tendencia a espumar. En un estudio hecho por Zhao y Whistler (1994) sobre la formación de agregados de almidón transportadores de sabor, ellos afirman que los agregados del almidón comercial de amaranto se atribuyen a la presencia de proteína residual (2.6 g/100 g). Asimismo, Gonzalez-Soto *et al.* (2011) han confirmado esto al analizar el almidón de malanga, el cual presentó un contenido de 7.4 g/100g y mostró dicho comportamiento de formar agregados.

8.2 Actividad de agua

La actividad de agua es el parámetro que se relaciona con la cantidad de agua presente en un producto alimenticio, el cual no está ligado a solutos. Dicho parámetro se define como la presión de vapor de agua que se encuentra en equilibrio con el alimento, dividido por la presión parcial de agua en condiciones estándar (Cardona, 2019). Este parámetro permite conocer la estabilidad de un alimento ante el crecimiento de microorganismos o reacciones químicas o enzimáticas que propicien la descomposición del alimento en cuestión. A continuación, en la Tabla 10 se muestran los datos correspondientes a la actividad de agua de los almidones modificados de semilla de hule.

Tabla 10. Actividad de agua de almidones modificados de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*).

Muestra	a_w
US-05	0.311 ± 0.001 ^c
US-15	0.327 ± 0.001 ^{bc}
US-25	0.3625 ± 0.007 ^a
US-35	0.3415 ± 0.001 ^{ab}

Valores promedio de dos repeticiones ± error estándar. Diferentes letras en una misma columna indican diferencias significativas a un nivel de significancia del 5% ($\alpha=0.05$).

El aumento de los parámetros de la actividad de agua está en relación al tiempo al que fue sometido a tratamiento. Esto se debe a que, al aplicarse la energía del ultrasonido en las muestras, se rompieron enlaces y se liberaron moléculas. Por consecuencia, una fracción del agua ligada fue liberada, quedando disponible para formar nuevos enlaces o participar en reacciones químicas y/o enzimáticas.

De acuerdo a Cardona (2019), los alimentos que presentan un a_w inferior a 0.6 tienen mayor tendencia a verse afectados por reacciones químicas y bioquímicas que conllevan a el deterioro, como por ejemplo el pardeamiento enzimático, cambios de textura por acción enzimática o la oxidación lipídica.

8.3 Distribución de tamaño de partícula (DTP)

En la Figura 9, se evidencia que cada muestra ha exhibido un comportamiento distinto en relación con la distribución de tamaño de partícula. El almidón nativo (AH-NAT) presenta una distribución de tipo unimodal en el gráfico, donde el pico indica un tamaño promedio de 17 μm . Por su parte, las muestras US-15 y US-35 muestran una distribución de pico bimodal, con un pico principal de 43 μm y segundo pico de menor altura de 5 μm . El almidón US-05, en cambio, presenta un comportamiento multimodal con tres picos: el principal, de mayor volumen, es de 45 μm , mientras que los otros dos picos se elevan con menor volumen a 5 μm y 15 μm . Por último, el almidón US-25 también exhibe un comportamiento polimodal, con el pico de mayor volumen concentrado en 43 μm , seguido de dos picos menores de aproximadamente 5 μm y 66 μm .

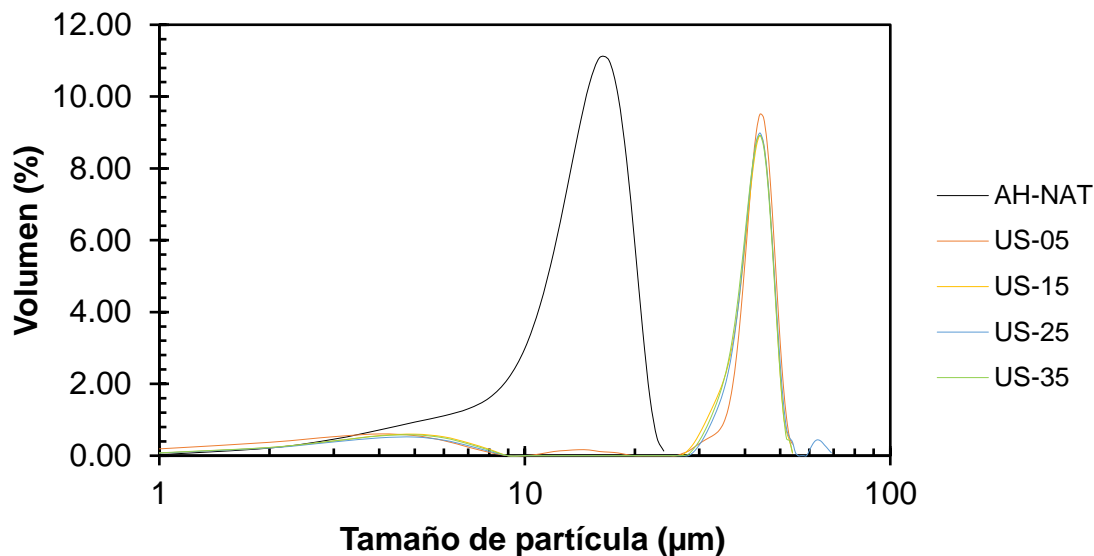


Figura 9. Distribución de tamaño de partícula de almidón nativo de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) y modificados por ultrasonido.

Los almidones modificados por ultrasonido a diferentes tiempos presentan comportamientos similares al concentrar mayor volumen entre 43 y 45 µm, a diferencia del almidón en estado nativo que posee menor tamaño de partícula en mayor volumen. Rangel-Cortez (2018) ha reportado un tamaño de partícula entre 1 y 100 µm, por lo que los resultados en el presente trabajo se consideran dentro de dicho intervalo. Al someter a los almidones a una modificación por ultrasonido, los gránulos presentan una tendencia a aglomerarse, esto debido a los enlaces liberados ante el rompimiento de las cadenas de almidón, por lo que ofrecen la oportunidad de formar enlaces entre polímeros (Ríos-Romero, 2016). Esto último tiene relación con el aumento de tamaño de partícula de los almidones modificados contra el almidón nativo. Aparicio-Saguilán *et al.* (2022) reportaron un comportamiento similar para el almidón de chayotextle (*Sechium edule Sw.*) sometido a un proceso de modificación física (molienda mecánica) a diferentes tiempos de molienda. Ellos encontraron que al aumentar el tiempo de molienda incrementó el tamaño de partícula debido a la formación de agregados.

8.4 Difracción de rayos X (DRX)

El análisis de rayos X muestra las regiones amorfas y cristalinas que conforman al gránulo de almidón (Jenkins *et al.*, 1993). La parte amorfa del gránulo está formada esencialmente por la amilosa, mientras que, la región cristalina está formada por cúmulos paralelos de cadenas cortas de amilopectina, la cual así mismo, presenta regiones amorfas y altamente cristalinas (Rodríguez *et al.*, 2001).

Los difractogramas de las diferentes muestras de almidón se muestran en la Figura 10. El almidón de semilla de hule y sus respectivos modificados han presentado un patrón de tipo A, el cual suele presentarse en los almidones de cereales. Los almidones mostraron picos en un ángulo 2θ de 14, 17 y 20 y 22°. Los almidones modificados no muestran cambios significativos, lo cual indica que no se presentaron cambios en la estructura cristalina. Los porcentajes de cristalinidad obtenidos fueron del 56 % para todas las muestras, esto indica que no hubo ningún cambio en la estructura de la amilopectina, ya que esta es la que está relacionada a la zona cristalina del gránulo de almidón. Esto mismo coincide con el contenido de amilopectina que reportó Rangel-Cortez (2018), quien obtuvo 83.97 g/100g de la mencionada estructura ramificada. Páramo-Calderón *et al.* (2023) ha reportado que al modificar por un método físico (molienda mecánica) almidón de chayotextle se ve afectada la zona amorfa inicialmente y al aumentar el tiempo de modificación, el daño físico comienza a afectar el orden de las dobles hélices en las cadenas de amilopectina, las cuales forman parte de la zona cristalina. Esto indica que la zona cristalina del almidón de semilla de hule no logró ser afectada en el tiempo máximo de modificación por ultrasonido (35 minutos), dicho resultado se atribuye a los altos contenidos de lípidos y proteínas que actuaron como barrera protectora, dificultando la modificación de la estructura de los gránulos. Estos resultados corroboran la disminución del contenido de proteína y lípidos en las muestras modificadas. Sin embargo, es importante mencionar que los cambios en los componentes del almidón (amilosa y amilopectina) pueden ocasionar cambios en sus propiedades funcionales, fisicoquímicas y reológicas.

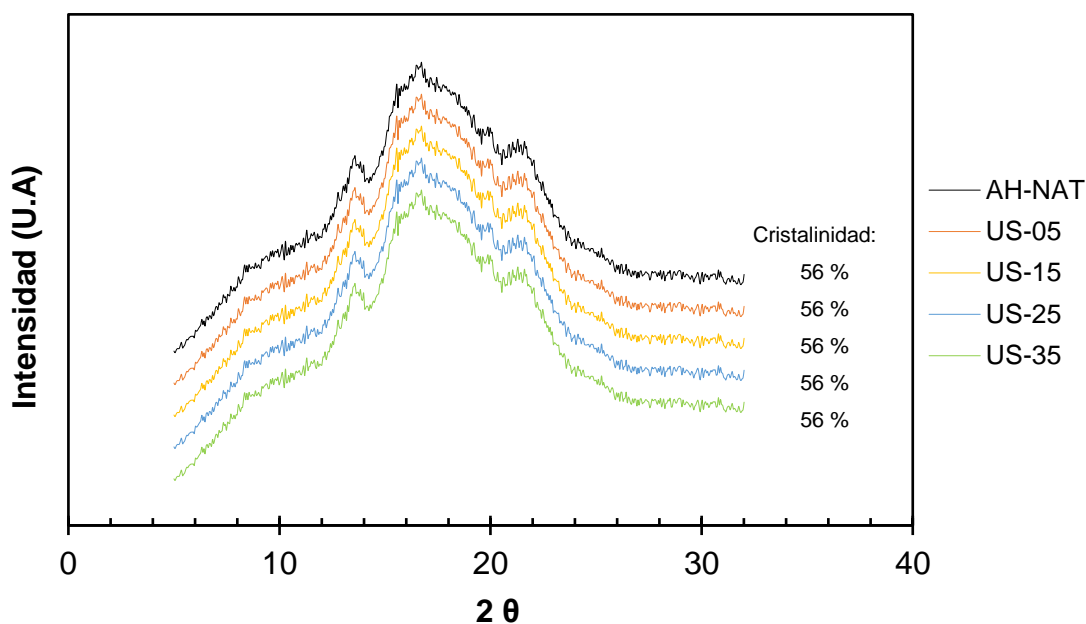


Figura 10. Difractograma de almidón nativo de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) y modificados por ultrasonido.

8.5 Curva de flujo

Los intervalos de las propiedades reológicas y a su vez las propiedades de textura pueden variar de acuerdo al origen botánico del almidón y el tipo de modificación al cuál fue sometido. Las pastas de almidón son el resultado de cambios drásticos en el gránulo durante los procesos de calentamiento. Asimismo, un exceso de agua y temperatura por encima de la temperatura de gelatinización provoca que dichos gránulos se hinchen ante la absorción de agua y a su vez una solubilización de las moléculas del almidón. Este tipo de cambios relacionados a la formación de pastas son irreversibles. Pueden analizarse una amplia gama de propiedades de acuerdo al grado de hinchamiento y el nivel de solubilidad de los gránulos de almidón (Thebaudin *et al.*, 1998).

En la Figura 11 se muestran los resultados del efecto de la velocidad de corte sobre la viscosidad de los almidones nativos y modificado por ultrasonidos a diferentes tiempos a una concentración del 10 % (p/v) las muestras han mostrado un comportamiento característico de los fluidos no newtonianos tanto a una temperatura de 25°C (Figura 11a) como a 90°C (Figura 11b). Los almidones mostraron un comportamiento reofluidizante; esto quiere decir que la viscosidad aparente tiene una tendencia a disminuir con el aumento del esfuerzo de corte o deformación. Rojas *et al.* (2012) define este tipo de comportamiento como fluido reofluidizante y a su vez dentro de los fluidos no newtonianos. En los fluidos no newtonianos, la viscosidad varía proporcionalmente a la energía cinética que se les aplica, respondiendo casi instantáneamente, sin presentar tasas de deformación proporcionales a los esfuerzos cortantes aplicados (Mendes *et al.*, 2019).

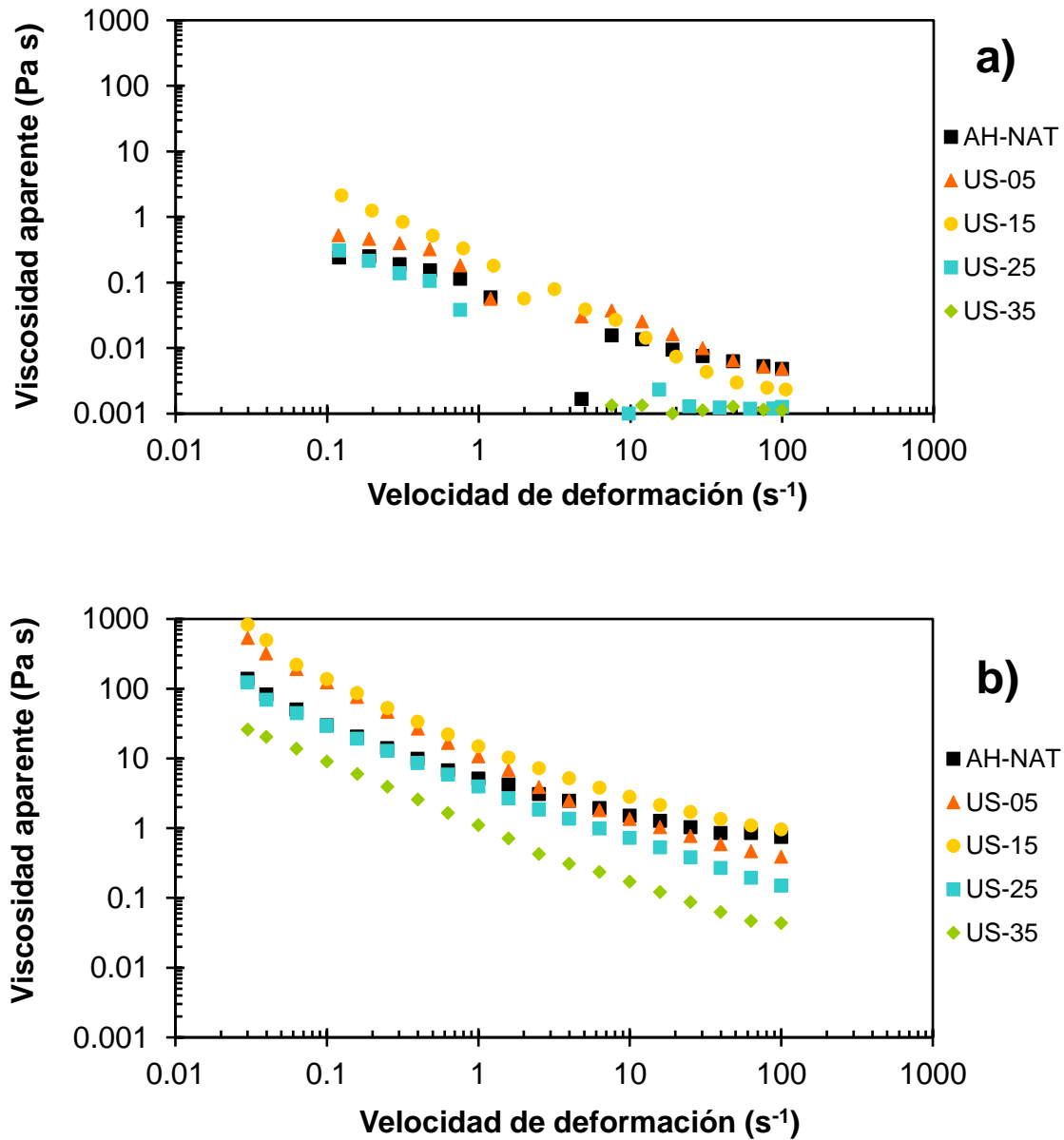


Figura 11. Curva de flujo a 25°C (a) y 90°C (b) de almidón nativo de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) y modificados por ultrasonido.

Se puede observar que a tiempos cortos de ultrasonido (US-15) no se mostraron diferencias significativas de viscosidad en comparación al almidón nativo (Figura 11a). Esto es debido a que los gránulos de almidón no fueron afectados significativamente, ya que la proteína se encuentra adherida en la superficie de la estructura granular. Este comportamiento puede ser corroborado con la temperatura de gelatinización y el patrón de difracción de rayos X, ya que no presentan cambios significativos a tiempos cortos de ultrasonido. Sin embargo, a tiempos prolongados del tratamiento (US-25 y US-35) se puede observar una disminución de la viscosidad

a valores altos de esfuerzo de corte. Estos resultados indican que, a tiempos altos de ultrasonido, la temperatura generada afectó principalmente la proteína adherida a los gránulos de almidón, pero también afecta ligeramente la estructura del almidón. Esto coincide con lo observado en el patrón de difracción de rayos X, ya que los picos muestran una ligera disminución en su intensidad a tiempos prolongados (US-35); así como en la entalpía de gelatinización en comparación a su contraparte nativa. Sin embargo, a una temperatura de 90°C se observa un comportamiento en la curva de flujo muy diferente. A tiempos cortos de ultrasonido se puede observar una viscosidad mayor en comparación al almidón nativo a valores cortos de esfuerzo de corte ($0.01-1.0 \text{ s}^{-1}$), no siendo así a tiempos largos de ultrasonido (US-35) donde los valores de viscosidad fueron menores en comparación a su contraparte nativa. Estos resultados indican que durante la etapa de calentamiento el grado de hinchamiento de los gránulos de almidón es más limitado debido a una pérdida de la proteína adherida y a un daño parcial de los gránulos de almidón, mostrando así un comportamiento refluidizante a concentraciones altas de almidón (Eliasson y Gudmundsson, 1996; Páramo-Calderón *et al.*, 2023).

En la Figura 12 se muestra el comportamiento durante la temperatura de enfriamiento (25°C) tras haber sido sometido al calentamiento, el cual ha mostrado un comportamiento similar. Las características estructurales de los componentes del almidón se consideran un factor clave a considerar. En este sentido, la amilosa posee un papel importante ya que durante la etapa de enfriamiento sufre cambios estructurales lo cual conduce a la formación de un sistema más rígido debido al reordenamiento de las cadenas (Páramo-Calderón *et al.*, 2023). En esta etapa de enfriamiento, las cadenas de amilosa no sufren una retrogradación significativa, ya que el proceso de gelatinización fue parcialmente inhibido. Esto puede ser corroborado con los análisis térmicos donde se puede observar que la temperatura de gelatinización no cambió significativamente durante los diferentes tiempos de ultrasonido, ya que la proteína protegió los gránulos de almidón durante la gelatinización.

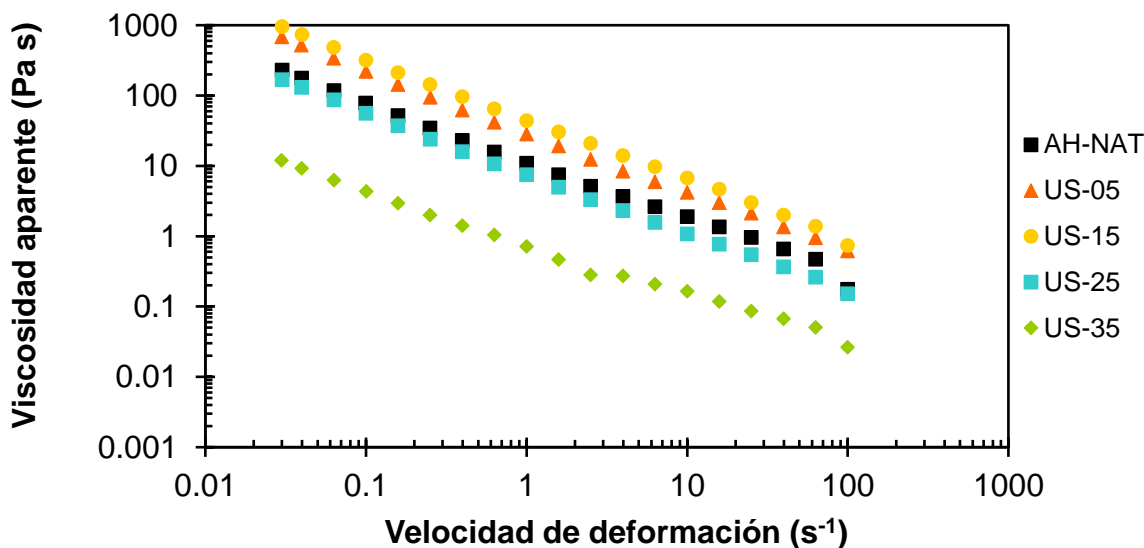


Figura 12. Curva de enfriamiento de almidón nativo de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) y modificados por ultrasonido.

8.6 Perfil de viscoelasticidad

El barrido de amplitud de deformación se presenta en la etapa de calentamiento (Figura 13) y enfriamiento (25°C) (Figura 14) usando una dispersión de sólidos al 10% (p/v). En la etapa de calentamiento a 90 °C, los almidones mostraron un comportamiento lineal, exceptuando la muestra US-35, lo cual indica que dichas muestras no sufrieron deformación en el gel. A su vez esto sugiere que el módulo G' (módulo de almacenamiento) y el módulo G'' (módulo de pérdida) no tienen dependencia a la deformación aplicada. En todos los casos, los valores de G' fueron mayores que G'' , denotando un carácter elástico. Algunos autores como Doubler y Choplin (1989) sugieren que el contenido de amilosa está relacionado con los cambios en el módulo G' , ya que reportaron valores altos de G' en almidones con alto contenido de amilosa. Así mismo, Aparicio-Saguilán *et al.* (2006) indica que el tamaño de los gránulos de almidón afecta los valores de G' ya que durante la gelatinización todos los gránulos se encuentran hinchados, lo cual conlleva a un sistema más rígido. Rangel-Cortes (2018) reporta que el almidón de semilla de hule es menos resistente al calor y deformación mecánica, lo que lo hace más susceptible a perder viscosidad ante la deformación ejercida.

Las muestras de los minutos 5, 15 y 25 permanecieron en un comportamiento lineal hasta el 0.4 % de deformación pues a partir de ese punto comenzaron a mostrar una disminución. Por otro lado, la muestra US-35 es la que se presenta por debajo del resto de muestras, siendo la única que no tiene un comportamiento lineal. Esto indica que la estructura de amilopectina fue

ligeramente afectada, provocando cambios significativos en las propiedades viscoelásticas (Páramo-Calderón, 2023).

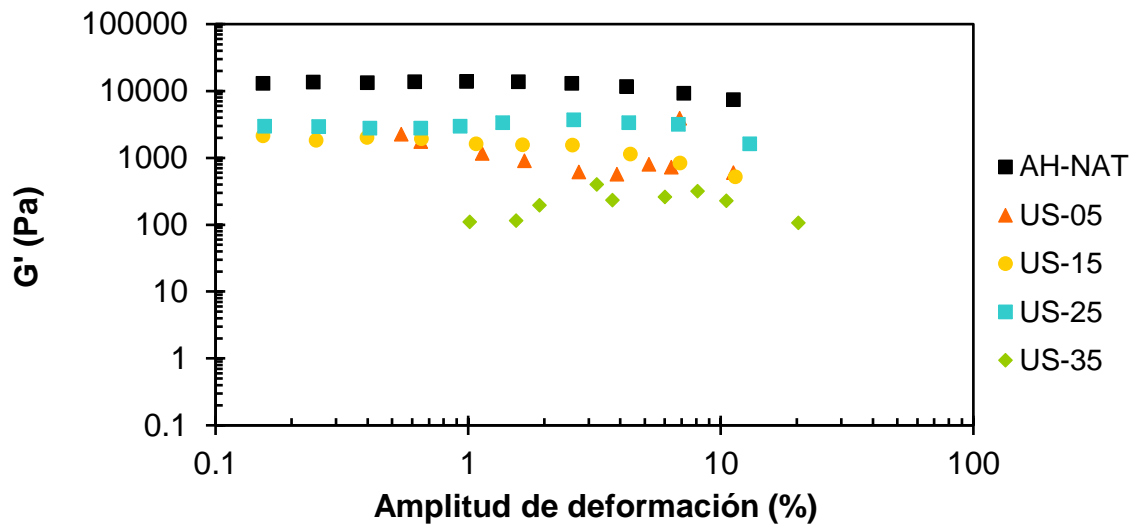


Figura 13. Barrido de amplitud en etapa de calentamiento (90°C).

En la etapa de enfriamiento (Figura 14) el comportamiento fue lineal para todas las muestras, y aunque los valores de G' y G'' fueron menores a los de la etapa de calentamiento, sigue notándose la predominancia del carácter elástico en los almidones. Los valores han permanecido por debajo del almidón nativo, esto por los cambios estructurales de la amilopectina ocasionados por el proceso de ultrasonido, formando una red menos estable lo que lleva a un bajo resultado de G' (Páramo-Calderón *et al.*, 2023).

Un comportamiento lineal en las gráficas de amplitud permite determinar a qué porcentaje de deformación se podría trabajar en los barridos de frecuencia, por lo que se utilizó el 2% de deformación para realizar los barridos de frecuencia.

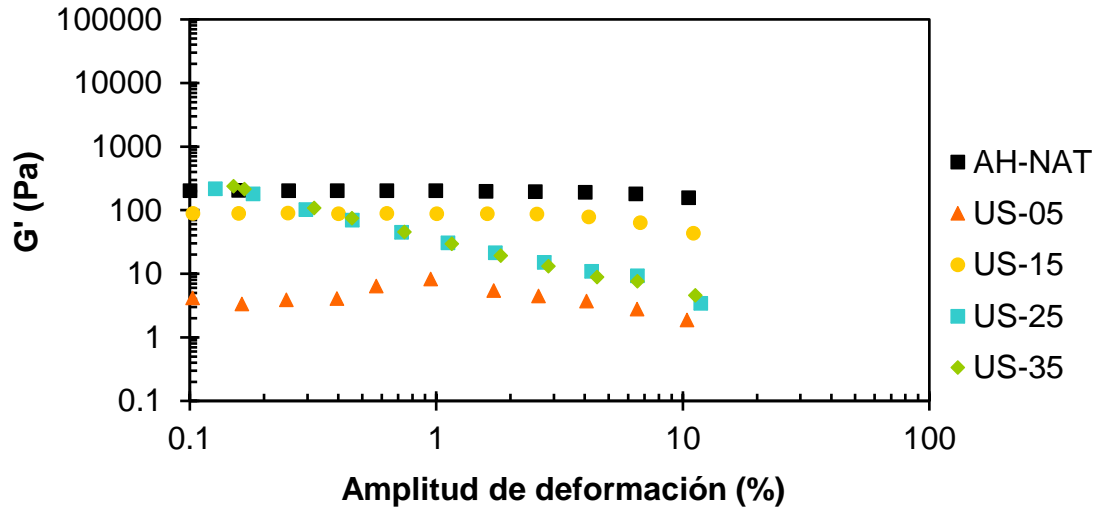


Figura 14. Barrido de amplitud en etapa de enfriamiento (25°C).

En la Figura 15 se muestra el barrido de frecuencia de la etapa de calentamiento donde el comportamiento ha sido lineal en todas las muestras, con poca dependencia a la frecuencia. El almidón nativo presentó valores de G' por arriba de G'' , lo que indica un carácter elástico. En cambio, a diferencia de los barridos de amplitud, los almidones modificados muestran que el módulo de pérdida (G'') está ligeramente por encima del módulo de almacenamiento (G'), teniendo así un carácter viscoso. Otra diferencia notable entre el almidón nativo y los modificados es que estos últimos a valores bajos de frecuencia (0.1 a 1.0 Hz) estaban por debajo del almidón nativo y con el aumento de la frecuencia, los módulos G' y G'' aumentaron, mientras que en el caso del almidón nativo disminuyeron. Carmona-García *et al.* (2016) asegura que una disminución en el módulo G' , al ser sometido durante más tiempo a la modificación por ultrasonido sugiere que las cadenas ramificadas de amilopectina fueron afectadas por la energía de sonicación. Y como consecuencia, las cadenas lineales fueron liberadas durante el proceso de gelatinización siendo incapaces así de formar una consolidada red compacta.

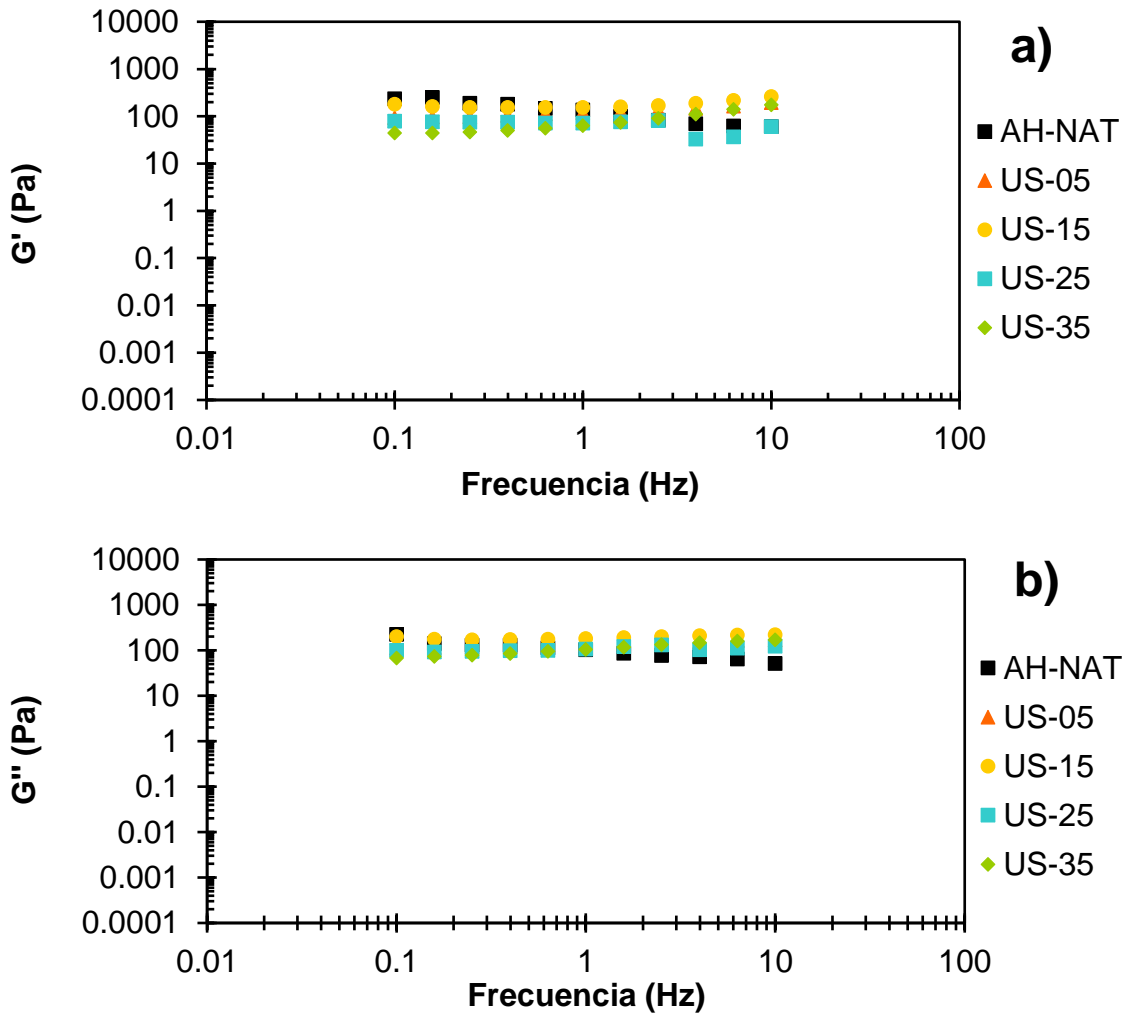


Figura 15. Barrido de frecuencia en etapa de calentamiento (90°C).

En la etapa de enfriamiento (Figura 16), donde nuevamente predominó el carácter elástico, a excepción del almidón de 15 minutos de tratamiento, el cual presentó un valor ligeramente por encima del módulo de pérdida al módulo de almacenamiento ($G' < G''$). Además, se puede observar que el comportamiento ha sido distinto a la etapa de calentamiento, ya que los almidones poseen más variación en los valores de G' y G'' mientras que en la temperatura de 90°C presentaron comportamientos más ordenados y muy similares entre sí. El resultado obtenido coincide con lo reportado por Rangel-Cortez (2018), quien también menciona una predominancia en el comportamiento viscoso.

Los almidones modificados que poseen la característica de ser elásticos se encuentran por debajo del almidón nativo, siendo el almidón de 35 minutos el que posee los valores más bajos al resto. En cuanto al almidón que presentó un comportamiento viscoso (US-15), se encuentra por

encima del almidón nativo. Las propiedades reológicas son influenciadas por diversos factores, como se mencionó con anterioridad, pues además del tamaño del gránulo también interfieren las características estructurales, la relación amilosa-amilopectina (Aparicio-Saguilán *et al.*, 2006) y la presencia de otros componentes como lípidos, proteínas, minerales y azúcares (Ahmad *et al.*, 1999). Esto podría estar relacionado con la diferencia en el comportamiento del almidón modificado por 15 minutos, ya que, de acuerdo a la Tabla 9, este almidón fue el que presentó mayor contenido de lípidos a comparación de las otras muestras. Este comportamiento también puede ser influenciado por el alto contenido de proteínas presente en los gránulos de almidón. Algunos autores han reportado que un alto contenido de proteína afecta las propiedades reológicas de los almidones.

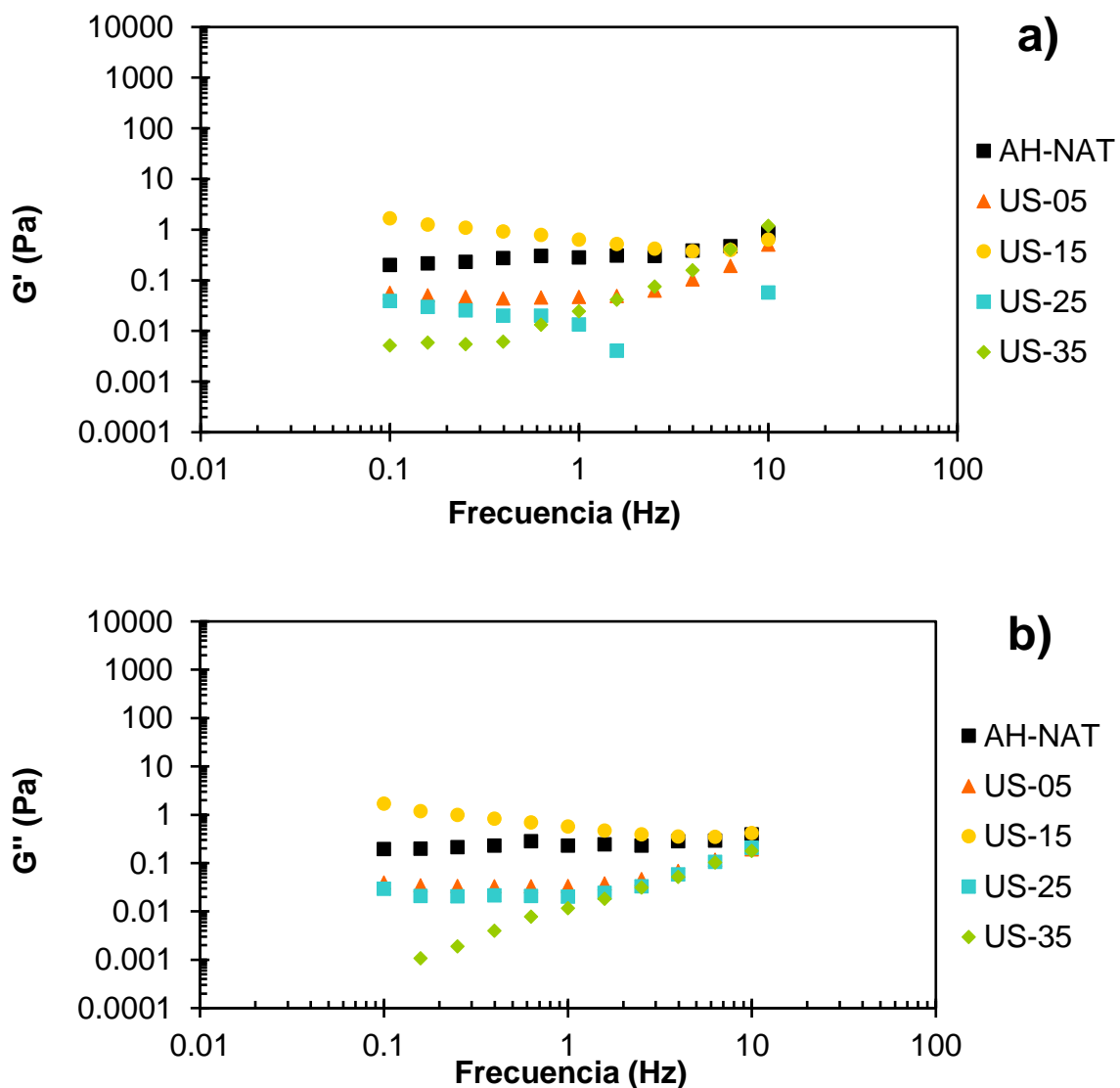


Figura 16. Barrido de frecuencia en etapa de enfriamiento (25°C).

8.7 Tan δ

La Tan δ es una medida adimensional en la que se compara la relación entre la cantidad de energía perdida durante un ensayo oscilatorio con la cantidad de energía almacenada durante este periodo, lo que indica si predomina la propiedad viscosa o elástica (Cruz *et al.*, 2016; Kyung y Yoo, 2014). Dicha relación en la etapa de calentamiento presentó poca dependencia a la frecuencia (0.1-10 Hz), tal y como se muestra en la Figura 17a. El almidón nativo se encuentra por debajo de los modificados, teniendo un valor por debajo de 1, lo que señala un comportamiento elástico, teniendo también en cuenta que en la frecuencia se obtuvo $G' > G''$. Esto de acuerdo a lo que Ferry (1980) y Agoda-Tandjawa *et al.* (2017) mencionan, que cuando la tangente delta es mayor a 1 en conjunto con un comportamiento $G'' > G'$ en los barridos de frecuencia, se habla de un componente viscoso. En los almidones modificados hubo un aumento en los valores de tan δ , lo cual conlleva un comportamiento viscoso al encontrarse por arriba de 1 a comparación del nativo. Esto coincide con el porcentaje de cristalinidad, el cual se relaciona con el contenido de amilopectina y a su vez con la viscosidad, en el que se obtuvieron valores por encima del 50%.

En la etapa de enfriamiento (Figura 17b) el comportamiento fue distinto al de calentamiento, pues en este caso todas las muestras presentaron características elásticas al estar por debajo de 1 en los valores de tan δ , además de lo que se demostró en los barridos de frecuencia a esta temperatura (25°C) donde predominó el módulo de almacenamiento. La diferencia entre el almidón nativo y los modificados no mostró cambios significativos, encontrándose en el mismo rango de valores con una ligera dependencia a la frecuencia. Esta característica elástica es proporcionada por el contenido de amilosa y varía de acuerdo a esta misma, a mayores cantidades de amilosa es mayor la propiedad elástica (Bello-Pérez y Paredes-López, 1994; Kyung y Yoo, 2014).

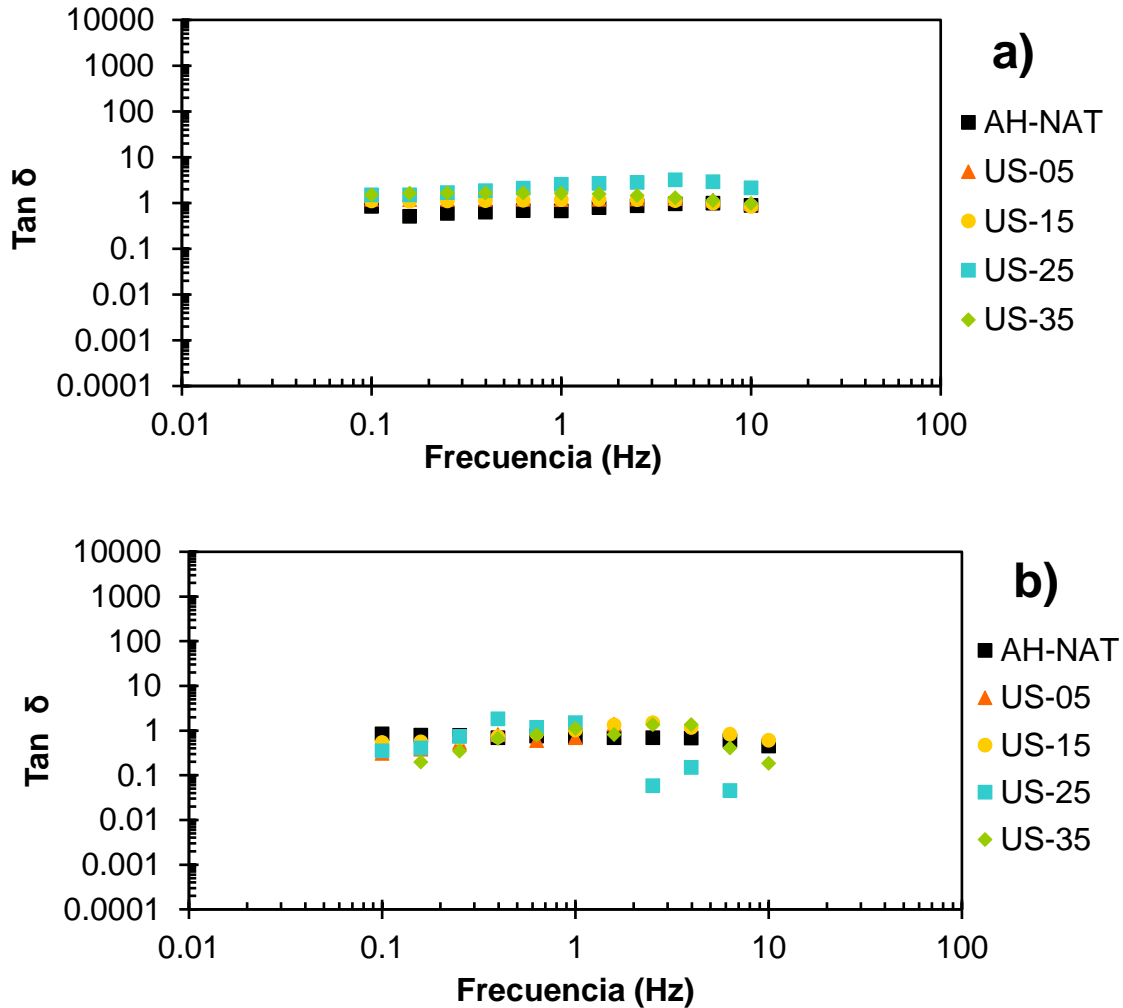


Figura 17. $\text{Tan } \delta$ en etapa de calentamiento a 90°C (a) y en etapa de enfriamiento a 25°C (b).

8.8 Viscosidad compleja

La viscosidad compleja (η^*) es la que describe la resistencia total de un material a la cizalla dinámica (Talens-Oliag, 2018). En la Figura 18 se presenta el comportamiento de los almidones en cuanto a la viscosidad compleja contra la frecuencia (0.1-10 Hz), donde se refleja un resultado característico de los fluidos no-newtonianos en ambas etapas, los cuales tienen una tendencia a disminuir al mismo tiempo que la frecuencia aumenta. El almidón en su estado nativo es el que refleja mayor viscosidad compleja a 0.1 Hz en la etapa de calentamiento (90°C), ligeramente por encima de los almidones modificados (Figura 18a). Este tipo de comportamiento es una respuesta típica ante esfuerzos de corte oscilatorios, una disminución en los valores de la viscosidad compleja es causada por una disminución en la interacción de las cadenas de la amilosa que se

encuentran en la matriz de los gránulos de almidón durante la etapa de calentamiento (Rangel-Cortez, 2018).

En la etapa de enfriamiento (retrogradación), en la Figura 18b, se observa una disminución en la viscosidad al aumentar el tiempo de modificación. En almidones con mayor contenido de amilopectina la reorganización después de la gelatinización puede tomar incluso días debido a que se trata de una estructura compleja debido a sus ramificaciones (Páramo-Calderón *et al.*, 2023). En el almidón de semilla de hule se presentaron altos valores de cristalinidad (56%) que indican un mayor contenido de amilopectina. Esto conlleva a una baja viscosidad en etapa de enfriamiento debido a los bajos contenidos de estructuras lineales de amilosa.

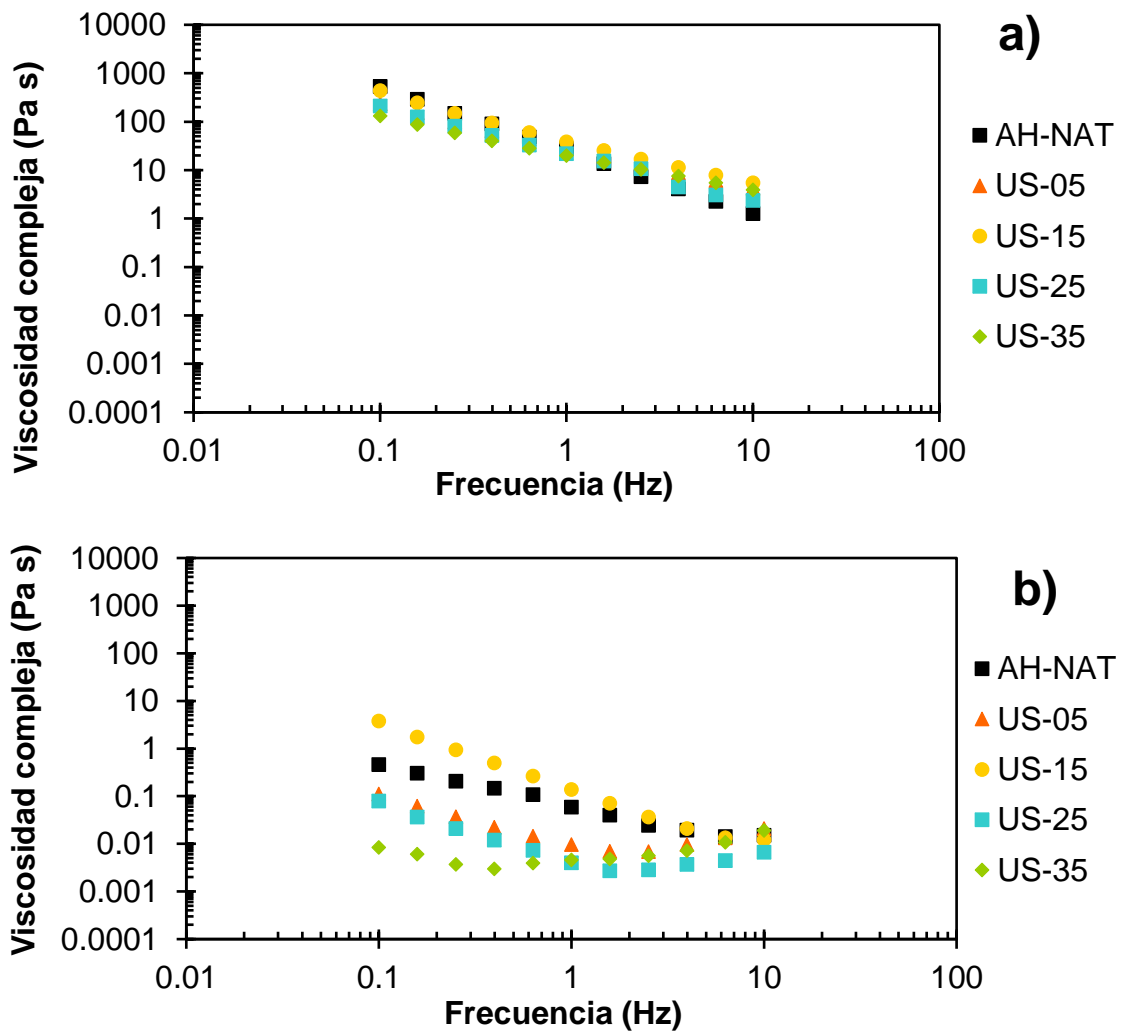


Figura 18. Viscosidad compleja en etapa de calentamiento a 90°C (a) y en etapa de enfriamiento a 25°C (b).

8.9 Temperatura y entalpía de gelatinización

En los intervalos de temperatura en los cuales los alimentos son sometidos a calor o son procesados, el almidón sufre cambios físicos y químicos. Las distintas transformaciones que ocurren son dependientes de la cantidad de agua presente, la temperatura y la razón de flujo calorífico que es suministrado durante todo el proceso (Rodríguez *et al.*, 2001). Donovan (1979) define al proceso de gelatinización como la pérdida del orden molecular que se manifiesta en el interior del gránulo de almidón. Dicha transformación va de la mano con cambios irreversibles en sus propiedades estructurales tales como la absorción de agua, hinchazón del grano, fusión de la zona cristalina, pérdida de la birrefringencia, aumento en la viscosidad y solubilidad del gránulo.

Las diferencias de la temperatura inicial (T_i) entre los almidones ha variado notándose un aumento conforme el tiempo de modificación incrementa, tal y como se muestra en la Tabla 11. Mientras que, en la temperatura de gelatinización (T_p) no se presentaron cambios significativos, encontrándose entre rangos de 68.16 a 69.13°C, siendo el almidón nativo el que presentó la temperatura más alta. Esto coincide con lo reportado por Carmona-García *et al.* (2016), quienes indican que la modificación por ultrasonido a distintos tiempos no genera cambios en la temperatura de gelatinización tras comparar almidones nativos de plátano y malanga con sus respectivos modificados a diferentes tiempos de sonicación (20 y 50 minutos). Asimismo, Zheng *et al.* (2013) sugieren que el ultrasonido es incapaz de destruir los grupos funcionales de las moléculas de almidón.

La temperatura de transición vítrea de los polvos, en este caso de almidones, se prefiere que sean por arriba de 25°C, la cual es considerada comúnmente como temperatura ambiente. Para que se lleve a cabo esta transición en los almidones, se requiere una temperatura entre 60-75°C y un porcentaje de agua mayor al 30% (Pineda-Gómez *et al.*, 2010). En el almidón de semilla de hule nativo y modificado presentan temperaturas dentro del rango mencionado, considerándolos así dentro de lo normal para almidones. Vázquez-León *et al.* (2022) reportaron valores de T_g a 81.24°C en almidón nativo de frijol negro e indican que un alto contenido de proteínas podría incrementar la temperatura de gelatinización al proporcionar un efecto protector, previniendo la entrada de agua a los gránulos de almidón (Pelissari *et al.*, 2012). Esto indicaría que el alto contenido de proteína en el almidón de hule tuvo un efecto en los resultados de gelatinización. En el termograma de la Figura 19 se presentó un pico a una temperatura aproximada de 41 °C, el cuál puede deberse a la presencia de lípidos, ya que al ser de cadena corta y de origen vegetal, poseen un punto de fusión bajo.

La entalpía de gelatinización muestra la cantidad de energía que se requiere para la disociación de las dobles hélices de amilopectina en la gelatinización. Como se muestra en la Figura 19 el pico de gelatinización no fue muy pronunciado, por lo que hace evidentes valores bajos en la entalpía de gelatinización. En la Tabla 11, los valores de entalpía reportados fueron bajos (0.002 a 0.049 J/g), denotando la energía necesaria para que ocurra el proceso de gelatinización. Las altas entalpías de gelatinización se deben a la presencia de cadenas largas de amilopectina en los gránulos, indicando un mayor arreglo de las dobles hélices (Espinosa-Solis y Bello-Pérez, 2009). En base a esto, se puede deducir que las cadenas de amilopectina presentes en el almidón de semilla de hule son cadenas cortas.

Tabla 11. Temperaturas y entalpía de gelatinización de almidón nativo de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) y sus modificados.

Muestra	Temperatura de inicio (°C)	Temperatura de gelatinización (°C)	Temperatura final (°C)	Entalpía (J/g)
AH-NATIVO	63.64 ± 0.17 ^c	69.13 ± 0.52 ^a	79.37 ± 0.98 ^a	0.016 ± 0.00 ^{bc}
US-05	63.93 ± 0.14 ^c	68.42 ± 0.15 ^a	78.06 ± 1.23 ^a	0.030 ± 4.57E-03 ^b
US-15	66.75 ± 0.06 ^b	68.70 ± 0.10 ^a	80.48 ± 0.04 ^a	0.049 ± 2.27E-04 ^a
US-25	66.38 ± 0.15 ^b	68.16 ± 0.11 ^a	79.59 ± 0.01 ^a	0.027 ± 1.62E-04 ^b
US-35	68.00 ± 0.01 ^a	68.99 ± 0.05 ^a	79.70 ± 0.02 ^a	0.002 ± 2.00E-05 ^c

Valores promedio de dos repeticiones ± error estándar. Diferentes letras en una misma columna indican diferencias significativas a un nivel de significancia del 5% ($\alpha=0.05$).

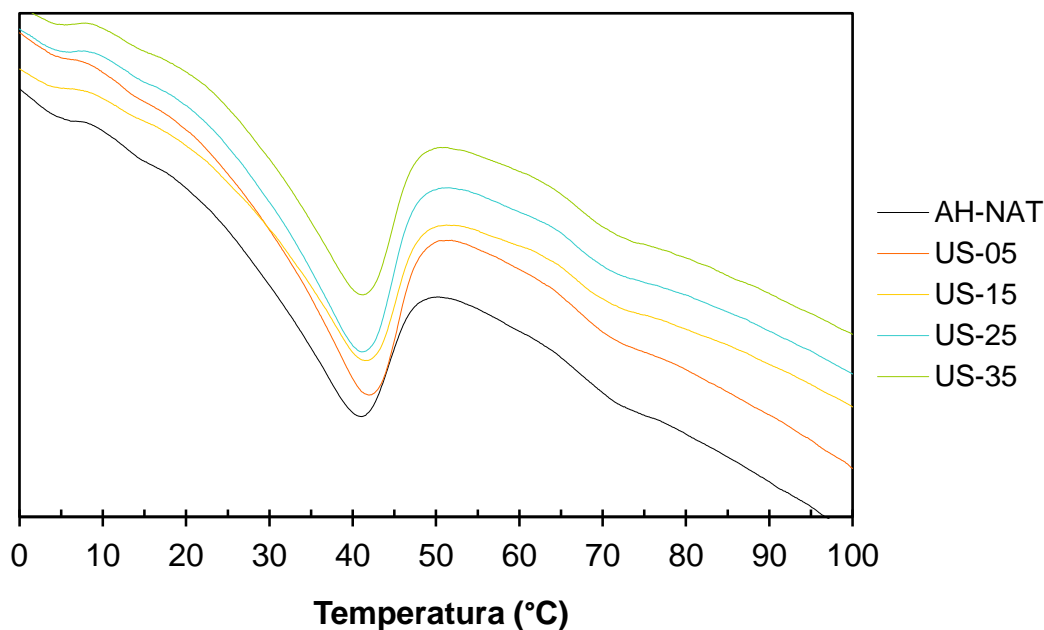


Figura 19. Termograma DSC de almidón nativo de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) y modificados.

8.10 Aplicación del almidón modificado como coadyuvante de secado por aspersión

Uno de los objetivos principales establecidos en el presente trabajo ha sido evaluar la aplicación del almidón modificado de semilla de hule como coadyuvante en el proceso de secado por aspersión. Es por ello que, tras evaluar y discutir las propiedades de los almidones analizados, se ha seleccionado la muestra de almidón que fue modificada por ultrasonido durante 35 minutos (US-35), ya que según lo reportado es el más apto para el proceso al cumplir con las especificaciones del secado por aspersión a escala nanométrica debido al tamaño de gránulo y la viscosidad en dispersión en agua.

8.10.1 Rendimiento del proceso

El rendimiento es un factor importante que dentro de la industria se traduce a mayores beneficios cuanto mayor sea el rendimiento de un proceso (Tontul *et al.*, 2017). El principal motivo que conlleva a un bajo rendimiento es el problema de pegajosidad de los compuestos alimenticios (Can Karaca *et al.*, 2016). El rendimiento obtenido en la prueba de secado ha sido de 2.18 %, un valor muy por debajo de lo que se considera un proceso exitoso (50 %), según Tontul *et al.* (2017), por lo que se considera no viable. Vázquez-León *et al.* (2022) ha sugerido que una presencia significativa de fracción proteica (~ 5-7% en relación al contenido de almidón) en la alimentación a base de almidón puede conducir a la floculación, lo cual dificulta el correcto funcionamiento de la boquilla del equipo y, a su vez, también afecta la estructura esférica de los agregados.

Uno de los principales requisitos del secador por aspersión a escala nano es una alimentación con tamaño de partícula igual o menor a 7 μm , lo cual, según la Figura 9 no se tiene una población significativa que cumpla con dicha característica. Como consecuencia, la alimentación hecha a base de almidón no pasó en su totalidad por la boquilla del secador. En cuanto a la viscosidad de la solución, en la Figura 11b se realizó la medición de viscosidad a 90 °C, ya que se trabajó con una temperatura de entrada de 80°C y de esta manera se pudo obtener un pronóstico del comportamiento que la dispersión presentaría a altas temperaturas, la cual indicó una viscosidad aparente cercana a los límites del secador por aspersión a escala nano (0.01 Pa s) a una concentración de 10% (p/v).

Arpagaus *et al.* (2017) menciona que durante el nano secado por aspersión las variaciones del rendimiento se pueden ver afectadas debido a la deposición de partículas alrededor de la tapa de aspersión y las paredes de la cámara de secado, el bloqueo de la boquilla o por la pérdida ante la recolección manual del polvo con una espátula de goma.

9. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se logró obtener un almidón de semilla de hule (*Hevea brasiliensis*) con una pureza de 49%, ya que no se aplicaron procesos adicionales para la reducción del contenido de lípidos y proteínas, los cuales fueron los componentes que se presentaron en mayor proporción. Los almidones modificados disminuyeron el porcentaje de pureza debido a que durante el proceso de sonicación se logró la liberación de una pequeña fracción de los compuestos. De acuerdo a los análisis realizados para la caracterización de los almidones hubo una evidente influencia en algunas de sus propiedades relacionados con la composición química de estos.

Tras realizar las modificaciones por ultrasonido a diferentes tiempos se observaron cambios de carácter morfológico, lo cual se demostró en la distribución de tamaño de partícula, donde en comparación al almidón nativo se obtuvieron partículas más grandes debido a la aglomeración tras la ruptura de las cadenas de almidón que dejaron enlaces libres para formar nuevos enlaces. No se lograron observar cambios en el patrón de difracción, ni en el % de cristalinidad significativos, debido a la barrera protectora que formaron los lípidos y proteínas presentes, lo que impidió que las ondas de sonicación alcanzaran a provocar un daño significativo en los gránulos de almidón.

En las pruebas de viscoelasticidad se obtuvieron geles con predominancia elástica (G'), además, se mostró que, a pesar de no presentar grandes cambios en los almidones modificados, el almidón de 35 minutos fue el que presentó menor viscosidad en una concentración de 10% (p/v) a 90°C, aunque estuvo cerca de 0.01 Pa s, el cual es la viscosidad máxima requerida para pasar por el secador por aspersión a escala nano. En la curva de flujo se evaluó el comportamiento de los almidones a 90°C, ya que el secador por aspersión se operó a 80°C. Después de evaluar las características de los almidones, se determinó que la muestra US-35 era la más apta para ser utilizada en la evaluación como coadyuvante en el secado por aspersión. Todos los almidones mostraron un comportamiento de flujo no newtoniano, de tipo reofluidizante.

Se realizó una prueba de encapsulación de ácido ascórbico por secado por aspersión en base a las condiciones establecidas y se obtuvo rendimiento de 2.18%, lo que lo califica como un proceso no viable. La cantidad de polvo recuperado tras el proceso no fue suficiente para realizar las pruebas correspondientes para evaluar la eficiencia de encapsulación, además que, debido al tamaño nanométrico de las cápsulas, estas absorbieron rápidamente humedad del ambiente por lo que no se obtuvo un producto en polvo. Ante estos resultados, el almidón de semilla de hule, a pesar de haber sido sometido a modificación, no fue suficiente para lograr un cambio significativo

en sus propiedades estructurales y fisicoquímicas que mejoren sus características para su empleo como material encapsulante por secado por aspersión en escala nanométrica.

10.PERSPECTIVAS

Ante los resultados obtenidos en el presente trabajo, se sugiere la utilización de otros disolventes capaces de arrastrar lípidos, tales como éter de petróleo o tolueno, esto con la finalidad de obtener un mayor grado de pureza y a su vez mejores resultados en los efectos de la modificación más allá de los cambios morfológicos que se obtuvieron.

El alto contenido de proteínas podría emplearse de manera positiva para favorecer su potencial como material encapsulante, ya que las proteínas contribuyen en la formación de aglomerados.

Una prueba de Microscopía Electrónica de Barrido podría proporcionar una mejor visión sobre el arreglo de lípidos y proteínas alrededor de los gránulos de almidón para así poder comprender el efecto que estos compuestos tienen sobre el polisacárido.

En las pruebas de viscoelasticidad, evaluar concentraciones menores al 10% (p/v) podría proporcionar mayor información sobre el comportamiento del almidón de semilla de hule a diferentes condiciones y, a su vez, poder determinar posibles aplicaciones en la industria.

Explorar diferentes condiciones en el proceso (tiempo de proceso o amplitud) de modificación por ultrasonido para evaluar diferentes y mejores resultados a los reportados en el escrito, como cambios en la estructura y propiedades fisicoquímicas.

En el proceso de secado por aspersion se recomienda buscar las condiciones que proporcionen mejores resultados en el rendimiento y eficiencia de la encapsulación, tales como la temperatura de entrada, flujo de alimentación o nivel de bombeo. En la recirculación de la muestra se podría utilizar un sistema de enfriamiento para mantener la muestra a 25 °C y así poder tener una viscosidad dentro de los límites requeridos por el secador.

11. BIBLIOGRAFÍA

AACCI. (2000). *Approved Methods of Analysis* (10th ed.). St. Paul, MN, USA: American Association of Cereal Chemists International.

Aguihe, P. C., Kehinde, A. S., Ospina-Rojas, C. I., Murakami, A. E. (2017). *Evaluation of Processing Methods of Rubber (Hevea brasiliensis) Seed Meal for Use as a Feed Ingredient for Broiler Chickens*. Journal of Poultry Research. 14 (1), 20-27.

Aguilar, C.C. (2007). *Optimización del proceso de modificación del almidón de maíz ceroso por extrusión y el uso de mezclas de almidones modificados con mucílago de nopal para la encapsulación de aceite esencial de naranja empleando el secado por aspersión*. Tesis de Licenciatura en Alimentos. Universidad Autónoma del estado de Hidalgo, Pachuca.

Alcázar-Alay, S. C.; Almeida-Meireles, M. A. (2015). *Physicochemical properties, modifications and applications of starches from different botanical sources*. Food Sci. Technol. 35(2). DOI: 10.1590/1678-457X.6749

Alfaro-Galarza, O., López-Villegas, E. O., Rivero-Pérez, 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.

Aparicio-Saguilán, A., Méndez-Montalvo, G., Solorza-Feria, J., Bello-Pérez, L. A. (2006). *Thermal and viscoelastic properties of starch gels from maize varieties*. Journal of the Science of Food and Agriculture. 86 (7), 1078-1086.

Aparicio-Saguilán, A.; Vázquez-León, L. A.; Martínez-Cigarroa, A. S.; Carpintero-Tepole, V.; Fernández-Barbero, G.; Acosta-Osorio, A. A.; Páramo-Calderón, D. E. (2024). *Characterization of starch from jinicuil (Inga jinicuil) seeds and its evaluation as wall material in spray drying*. Agronomy. 14, 272. DOI: 10.3390/agronomy14020272

Araneda, C., F. Valenzuela. (2009). *Microencapsulación de extractantes: una metodología alternativa de extracción de metales*. Revista Ciencia Ahora.

Argel-Urich, M. L. (2013). *Microencapsulación de aceite de chía (Salvia hispánica L.) utilizando almidones modificados de malanga (Colocasia esculenta schott) como material de pared mediante secado por aspersión*. Tesis de maestría. Universidad Veracruzana, Instituto de ciencias básicas.

Arpagaus, C., John, P., Collenberg, A., Rütli, D. (2017). *10 - Nanocapsules formation by nano spray drying*. In S. M. Jafari (Ed.). *Nanoencapsulation Technologies for the Food and Nutraceutical Industries*. 346-401.

Badui-Dergal, S. (2001). *Química de los alimentos*. Ed. Pearson Education. pp. 730.

Bae, E. K.; Lee, S. J. (2008). *Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin*. *J. Microencapsul.* 25 (8), 549-560. DOI: [10.1080/02652040802075682](https://doi.org/10.1080/02652040802075682).

Bello-Perez, L. A.; Paredes-Lopez, O. (1994). *Starch and amylopectin-rheological behavior of gels*. *Starch/Stärke*. 46 (11), 411-413.

Bionet-EAFRINET. (2018). *Keys and Fact Sheets. Hevea brasiliensis (Rubber tree)*. [Http://keys.lucidcentral.org/keys/v3/eafrinet/weeds/key/weeds/Media/Html/Hevea_brasiliensis_\(Rubbertree\).htm](http://keys.lucidcentral.org/keys/v3/eafrinet/weeds/key/weeds/Media/Html/Hevea_brasiliensis_(Rubbertree).htm).

Can Karaca, A.; Guzel, O.; Ak, M. M. (2016). *Effects of processing conditions and formulation on spray drying of sour cherry juice concentrate*. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 96, 449-455.

Cardona, F. (2019). *Actividad del agua en alimentos: concepto, medida y aplicaciones*. Departamento de Tecnología de Alimentos.

Carmona-García, R.; Bello-Pérez, L. A.; Aguirre-Cruz, A.; Aparicio-Saguilán, A.; Hernández-Torres, J.; Alvarez-Ramirez, J. (2016). *Effect of ultrasonic treatment on the morphological, physicochemical, functional, and rheological properties of starches with different granule size*. *Starch/Stärke*. 68, 1-8. DOI: [10.1002/star.201600019](https://doi.org/10.1002/star.201600019)

Chan, H. T., Bhat, R., Karim, A. A. (2010). *Effects of sodium dodecyl sulphate and sonication treatment on physicochemical properties of starch*. *Food chemistry*. 120, 703-709.

Cheetham, N. W., Tao, L. (1998). *Variation in crystalline type with amylose content in maize starch granules: an X-ray powder diffraction study*. *Carbohydrate polymers*. 36 (4), 277-284.

Chemat, F., Humma, Z. y Khan, M.K. (2011). *Applications of ultrasound in food technology: processing, preservation and extraction*. Ultrasonics Sonochemistry. 18: 813-835.

Claude, J., Ubbink, J. (2006). *Thermal degradation of carbohydrate polymers in amorphous states: A physical study including colorimetry*. Food Chemistry, 96 (3), 402-410.

Cruz, G.; Ribotta, P.; Ferrero, C.; Iturriaga, L. (2016). *Physicochemical and rheological characterization of Andean tuber starches: potato (*Solanum tuberosum* ssp. *Andigenum*), oca (*Oxalis tuberosa* Molina) and papalisa (*Ullucus tuberosus* Caldas)*. Starch/Stärke. 68 (11-12), 1084-1094).

Cui R.; Zhu F. (2021). *Ultrasound modified polysaccharides: A review of structure, physicochemical properties, biological activities and food applications*. Trends in Food Science & Technology. 107,491-508. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.11.018>.

Czechowska-Biskup, R., Rokita, B., Lotfy, S., Ulanski, P., y Rosiak, J.M. (2005). *Degradation of chitosan and starch by 360-kHz ultrasound*. Carbohydrate Polymers. 60, 175-184.

Dávalos, V. M. (2014). *Nanoencapsulación de Riboflavina en matrices poliméricas biodegradables empleando la técnica de secado por aspersion*. Instituto Politécnico Nacional, Centro de investigación en ciencia aplicada y tecnología unidad Legaria cicata. México D.F.

Debet, M.R.; Gidley, M.J. (2007). *Why do gelatinized starch granules not dissolve completely? Roles for amylose, protein, and lipid in granule "ghost" integrity*. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 55; 4752–4760. DOI: [10.1021/jf070004o](https://doi.org/10.1021/jf070004o).

Desai, K.G., Park, H.J. (2005). *Recent developments in microencapsulation of food ingredients*. Drying Technology. 23 (7) 1361-1394.

Donovan, J. W. (1979). *Phase transitions of the starch-water system*. Biopolymers. 18 (2), 263-275. DOI: [10.1002/bip.1979.360180204](https://doi.org/10.1002/bip.1979.360180204)

Doublier, J. L.; Choplin, L. (1989). *A rheological description of amylose gelation*. Carbohydrate Research. 193, 215-226. DOI: [10.1016/0008-6215\(89\)85120-1](https://doi.org/10.1016/0008-6215(89)85120-1)

Espinosa-Solis, J. J.; Bello-Pérez, L. A. (2009). *Physicochemical characteristics of starches from unripe fruits of mango and banana*. *Starch/Stärke*. 61 (5), 291-299. DOI: 10.1002/star.200800103

Favaro, C., Santana, A., Monterrey, E., Trinidad, M., Netto, F. (2010). *The use of spray drying technology to reduce bitter taste of casein hydrolysate*. *Food Hydrocolloids*. 24 (4), 336-340 DOI: [10.1016/j.foodhyd.2009.10.012](https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.10.012).

Flores-Gorosquera, E., García-Suárez, F. J., Flores-Huicochea, E., Núñez-Santiago, M. C., González-Soto, R. A., Bello-Pérez, L. A. (2004). *Rendimiento del proceso de extracción de almidón a partir de frutos de plátano (Musa paradisiaca). Estudio en planta piloto*. *Acta Científica Venezolana*. 55(1), 86-90.

Frascareli, E. C.; Silvaa, V. M.; Tonon, R. V.; Hubinger, M. D. (2012). *Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying*. *Food and Bioproducts Processing*. 90, 413-424. DOI: [10.1016/j.fbp.2011.12.002](https://doi.org/10.1016/j.fbp.2011.12.002).

Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M., & Dumoulin, E. (2006). *Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration*. *Journal of Food Engineering*. 75 (1), 27–35. DOI: [10.1016/j.jfoodeng.2005.03.047](https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.03.047)

Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. (2007). *Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview*. *Food Research International*. 40(9), 1107–1121. DOI: [10.1016/j.foodres.2007.07.004](https://doi.org/10.1016/j.foodres.2007.07.004)

González-Soto R, De la Vega, B., García-Suárez, F., Agama-Acebedo, E., Bello-Pérez L. (2011). *Preparation of spherical aggregates of taro starch granules*. *LWT - Food Science and Technology*. 40(3),2064 - 2069

Gutiérrez, T. J. (2018). *Processing Nano- and Microcapsules for Industrial Applications*. *Handbook of Nanomaterials for Industrial Applications*. 989–1011. DOI: [10.1016/b978-0-12-813351-4.00057-2](https://doi.org/10.1016/b978-0-12-813351-4.00057-2)

He, H., Hong, Y., Gu, Z., Liu, G., Cheng, L., & Li, Z. (2016). *Improved stability and controlled release of CLA with spray-dried microcapsules of OSA-modified starch and xanthan gum*. *Carbohydrate Polymers*, 147, 243–250.

Hoover, R., Ratnayake, W. S. (2002). *Starch characteristics of black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada*. Food Chemistry. 78 (4), 489-498.

Hoyos-Leyva, J. D., Bello-Pérez, L. A., Álvarez-Ramírez, J., García, H. S. (2018). *Microencapsulation using starch as wall material: A review*. Food Reviews International. 34 (2), 148-161.

Hoyos-Leyva, J. D., Chavez-Salazar, A., Castellanos-Galeano, F., Bello-Pérez, L. A., Álvarez-Ramírez, J. (2018). *Physical and chemical stability of L-ascorbic acid microencapsulated into taro starch spherical aggregates by spray drying*. Food Hydrocolloids. 83, 143-152.

Jain, R. A. (2000). *The manufacturing techniques of various drug loaded biodegradable poly(lactide-co-glycolide) (PLGA) devices*. Biomaterials. 21 (23), 2475–2490. DOI: [10.1016/s0142-9612\(00\)00115-0](https://doi.org/10.1016/s0142-9612(00)00115-0)

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, 91-100.

Jenkins, P. J.; Cameron, R. E.; Donald, A. M. (1993). *A universal feature in the structure of starch granules from different botanical sources*. Starch/Stärke. 45 (12), 417-420. DOI: 10.1002/star.19930451202

Jimenez, M.; García, H. S.; Beristain, C. I. (2004). *Spray-drying microencapsulation and oxidative stability of conjugated linoleic acid*. Eur. Food Res. Technol. 219, 588-592. DOI: [10.1007/s00217-004-0992-4](https://doi.org/10.1007/s00217-004-0992-4).

Kondō, A.; Van Valkenburg, J. W. (1979). *Microcapsule Processing and Technology*. Marcel Dekker, New York.

Kuakpetoon, D., Wang, Y. (2007). *Internal structure and physicochemical properties of corn starches as revealed by chemical surface gelatinization*. Carbohydrate Research. 342 (15), 2253-2263.

Kyung, J. S.; Yoo, B. (2014). *Rheological properties of azuki vean starch pastes in steady and dynamic shear*. Starch/Stärke. 66, 802-808.

Lajolo; Saura-Calixto, F.; Wittig Rovira, E.; Menezes, E. W. (2001). *Fibra dietética en Iberoamérica: tecnología y salud: obtención, caracterización, efecto fisiológico y aplicación en alimentos*. Livraria Varela.

Lima, F.; Andrade, C. 2010. *Effect of melt-processing and ultrasonic treatment on physical properties of high-amylose maize starch*. Ultrasonics Sonochemistry. 17, 637-641.

Loksuwan, J. (2007). *Characteristics of microencapsulated B-carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin*. Food Hydrocolloids, 21 (5–6), 928–935.

Muanchun, S.; Nunthanid, J.; Limmatvapirat, S.; Sriamornsak, P. (2012). *Effect of ultrasonic treatment on physical properties of tapioca starch*. Advanced Materials Research. 506, 294-297.

Martín Banderas, L. (2008). *Microencapsulación mediante la tecnología Flow Focusing para aplicaciones biotecnológicas y biomédicas*. Sevilla.

Martínez-Navarrete, N.; Camacho Vidal, M.; Martínez Lahuerta, J. (2008). *Los compuestos bioactivos de las frutas y sus efectos en la salud*. Actividad Dietética. 2 (2), 64-68.

Masters, K. (1991). *Spray Drying Handbook*. Longman Scientific and Technical.

Matiz Melo, G.; Fuentes López, K.; León Méndez, G. (2015). *Microencapsulación de aceite esencial de tomillo (Thymus vulgaris) en matrices poliméricas de almidón de ñame (Dioscorea rotundata) modificado*. Revista Colombiana de Ciencias Químico Farmacéuticas. 44 (2), 189-207. Tesis de licenciatura. Universidad Austral de Chile, Valdivia.

Melian-Subiabre, D. E. (2010). *Ensayo comparativo de dos metodologías de extracción de almidón de papa usando muestras de diez variedades nativas de chiloé y dos variedades comerciales*.

Mendes da Silva, C.; Lins, T.; Junior, S.; Pinto Junior, I. M. (2019). *Caracterização reológica de fluidos não newtonianos e sua aplicabilidade na indústria*. Cadernos de graduação. Centro Universitário Tiradentes.

Menezes, C.; Barin, J.; Chicoski, A.; Zepka, L.; Jacob-Lopes, E.; Fries, L.; Terra, N. (2013). *Microencapsulação de probióticos: avanços e perspectivas*. *Ciência Rural*, 43 (7), 1309–1316. DOI: [10.1590/s0103-84782013005000084](https://doi.org/10.1590/s0103-84782013005000084)

Mmereole, F. (2008). *The effects of replacing groundnut cake with rubber seed meal on the haematological and serological indices of broilers*. *International Journal of Poultry Science*. 7 (6), 622-624.

Montano-Aragón, A. (2013). *Modificación física del almidón de maíz a escala nanométrica para su uso en la Industria Alimentaria*. Tesis de Maestría. Universidad Veracruzana, Xalapa de Enríquez.

Murugesan, R.; Orsat, V. (2012). *Spray drying for the production of nutraceutical ingredients. A review*. *Food and Bioprocess Technology*.

Nedovic, V.; Kalusevic, A.; Manojlovic, V.; Levic, S.; Bugarski, B. (2011). *An overview of encapsulation technologies for food applications*. *Procedia Food Science*. 1, 1806–1815. DOI: [10.1016/j.profoo.2011.09.265](https://doi.org/10.1016/j.profoo.2011.09.265)

Noda, T.; Takahata, Y.; Sato, T.; Suda, I.; Morishita, T.; Ishiguro, K.; Yamakawa, O. (1998). *Relationships between chain length distribution of amylopectin and gelatinization properties within the same botanical origin for sweet potato and buckwheat*. *Carbohydrate Polymers*. 37 (2), 153-158.

Oluodo, L.; Huda, N.; Komilus, C. (2018). *Potential Utilization of Rubber Seed Meal as Feed and Food*. *International Journal of Engineering & Technology*, 7 (4.43), 64-71. DOI: [10.14419/ijet.v7i4.43.25821](https://doi.org/10.14419/ijet.v7i4.43.25821)

Onwurah, I.; Otitoju, O.; Njoku, O.; Okafor, F.; Obidiegwu, C. (2010). *Nutritional value of rubber seed flour for poultry feedstock, using adult insect *Tribolium castaneum* as a model*. *Archives os Applied Science Research*. 2 (5), 422-428

Palma-Rodríguez, H. M. (2012). *Caracterización de almidones de diferentes fuentes tratados con ácido para la encapsulación de vitamina C*. Tesis de doctorado. Instituto Politécnico Nacional, Centro de Desarrollo de Productos Bióticos.

Palma-Rodriguez, H. M.; Agama-Acevedo, E.; Gonzalez-Soto, R.; Vernon-Carter, E.; Alvarez-Ramirez, J.; Bello-Perez, L. A. (2013). *Ascorbic acid microencapsulation by spray-drying in*

native and acid-modified starches from different botanical sources. *Starch/Staerke*, 65 (7–8), 584–592.

Pan, D.; Jane, J. L. (2000). *Internal Structure of Normal Maize Starch Granules Revealed by Chemical Surface Gelatinization*. *Biomacromolecules*. 1 (1), 126–132. DOI: [10.1021/bm990016l](https://doi.org/10.1021/bm990016l)

Páramo-Calderón, D. E.; Vázquez-León, L. A.; Palma-Rodríguez, H. M.; Utrilla-Coello, R. G.; Vargas-Torres, A.; Meza-Nieto, M. A.; Romero-Cortes, T.; Aparicio-Saguilán, A. (2023). *Effect of high-energy mechanical milling on the physicochemical and rheological properties of chayotextle (Sechium edule Sw.) starch*. *Food Chemistry*. 427. DOI: 10.1016/j.foodchem.2023.136720

Paredes-López, O.; Bello-Pérez, L.; López, M. (1994). *Amylopectin: structural, gelatinization and retrogradation studies*. *Food chemistry*. 50 (4), 411-417.

Pelissari, F. M.; Andrade-Mahecha, M. M.; Sobral, P. J. d. A.; Menegalli, F. C. (2012). *Isolation and characterization of the flour and starch of plantain bananas (Musa paradisiaca)*. *Starch/Stärke*. 64 (5), 382-391. DOI: 10.1002/star.201100133

Pérez-Pacheco, E.; Moo-Huchin, V.; Estrada-León, R.; Ortiz-Fernández, A.; May-Hernández, L.; Ríos-Soberanis, C.; Betancur-Ancona, D. (2014). *Isolation and characterization of starch obtained from Brosimum alicastrum Swartz Seeds*. *Carbohydrate Polymers*. 101, 920-927.

Pineda-Gómez, P.; Coral, D.; Arciniégas, M.; Rivera, A. R.; García, M. R. (2010). *Papel del agua en la gelatinización del almidón de maíz: estudio por calorimetría diferencial de barrido*. *Ingeniería y Ciencia*. 6 (11), 129-141.

Ramírez Londoño, M. (2013) *Evaluación de variables de un proceso de micro-encapsulación para la estabilización de polifenoles* (Doctoral dissertation, Universidad Nacional de Colombia-Sede Manizales).

Rangel-Cortez, A. J. (2018). *Caracterización morfológica, fisicoquímica y estructural del almidón de semilla del árbol de hule (Hevea brasiliensis)*. Tesis de maestría. Universidad del Papaloapan.

Rendón, G.; Báez, J.; Alanis, M.; Regalado, A., Vernon, E. J. (2010). *Estabilidad oxidativa de aceite de linaza microencapsulado con multicapas de biopolímeros*. *AMIDIQ*. 2207-2212.

Ríos, E.A.; Ochoa Martínez, L.A.; Morales Castro, J. (2016). Efecto del tratamiento con ultrasonido sobre las propiedades funcionales y estructurales de almidón procedente de diversas fuentes: una revisión. *Biotecnia*, 18 (2), 16-23.

Robert, P.; García, P.; Reyes, N.; Chávez, J.; Santos, J. (2012). *Acetylated starch and inulin as encapsulating agents of gallic acid and their release behaviour in a hydrophilic system*. *Food Chemistry*, 134 (1), 1–8.

Rocha, G. A.; Fávaro-Trindade, C. S.; Grosso, C. R. F. (2012). *Microencapsulation of lycopene by spray drying: Characterization, stability and application of microcapsules*. *Food and Bioproducts Processing*, 90 (1), 37–42.

Rodríguez, P.; San Martín, M. E.; González de la Cruz, G. (2001). *Calorimetría diferencial de barrido y rayo-x del almidón obtenido por nixtamalización fraccionada*. *Superficies y Vacío*. 13, 61-65.

Rojas, O.; Briceño, M. I.; Avendaño, J. (2012). *Fundamentos de reología*. Módulo de enseñanza en fenómenos interfaciales. 3, 10-15.

Shahidi, F.; Han, X. Q. (1993). *Encapsulation of food ingredients*. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 33 (6), 501–547.

Sharma, B. B.; Saha, R. K.; Saha, H. (2014). *Effects of feeding detoxified rubber seed meal on growth performance and haematological indices of Labe o rohita (Hamilton) fingerlings*. *Animal Feed Science and Technology*. 193, 84-92.

Shekhar, K.; Madhu, M. N.; Pradeep, B.; David, B. (2010). *A review on microencapsulation*. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*. 5, 58-62.

Singh, N.; Singh. J.; Kaur, L.; Sodhi, N. S.; Gill, B. S. (2003). *Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources*. *Food Chemistry*. 81 (2), 219-231. DOI: 10.1016/S0308-8146(02)00416-8

Sujka, M.; Jamroz, J. (2013). *Ultrasound-treated starch: SEM and Tem imaging, and functional behavior*. *Food Hydrocolloids*. 31, 413-419.

Svensson, E.; Gudmundsson, M.; Eliasson, A. C. (1996). *Binding of sodium dodecylsulphate to starch polysaccharides quantified by surface tension measurements*. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces. 6 (4-5), 227-233. DOI: [10.1016/0927-7765\(95\)01260-5](https://doi.org/10.1016/0927-7765(95)01260-5)

Swinkels, J. (1985). *Sources of starch, its chemistry and physic*. Starch Conversion Technology. Marcel Dekker. New York.

Talens-Oliag, P. (2018). *Caracterización del comportamiento viscoelástico de un alimento mediante ensayo oscilatorio*. Tecnología de alimentos. Universitat Politècnica de València.

Thebaudin, J. Y.; Lefebvre, A. C.; Doublier, J. L. (1998). *Rheology of starch pastes from starches of different origins: Applications to starch-based sauces*. Lebensm-Wiss. U.-Technol. 31, 354-360. DOI: [10.1006/fstl.1998.0367](https://doi.org/10.1006/fstl.1998.0367)

Tontul, I.; Topuz, A. (2017). *Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties*. Trends in Food Science & Technology. 63, 91-102. DOI: [10.1016/j.tifs.2017.03.009](https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.03.009)

Vasisht, N. (2014). *Selection of Materials for Microencapsulation*. In Microencapsulation in the Food Industry (pp. 173–180). Elsevier Inc.

Vázquez-Léon, L. A.; Aparicio-Saguilán, A.; Martínez-Medinilla, R. M.; Utrilla-Coello, R. G.; Torruco-Uco, J. G.; Carpintero-Tepole, V.; Páramo-Calderón, D. E. (2022). *Physicochemical and morphological characterization of black bean (*Phaseolus vulgaris* L.) starch and potential application in nano-encapsulation by spray drying*. Journal of Food Measurement and Characterization. 16, 547-560. DOI: [10.1007/s11694-021-01181-5](https://doi.org/10.1007/s11694-021-01181-5)

Wang, L.Z.; White, P.L. (1994). *Functional properties of oat starches and relationships among functional and structural characteristics*. Cereal Chemistry.

Wang, L.Z.; White, P.L. (1994b). *Structure and properties of amylose, amylopectin and intermediate materials of oat starches*. Cereal Chemistry. 71, 263-268.

Wang, Y. F.; Ye, H.; Zhou, C. (2012). *Study on the spray-drying encapsulation of lutein in the porous starch and gelatin mixture*. Eur Food Res Technol, 234, 157–163.

Yañez, J.; Salazar J.; Chaires, L.; Jiménez, J.; Márquez, M.; Ramos, E. (2002). *Aplicaciones biotecnológicas de la microencapsulación*. Revista Avance y Perspectiva.

Zhao, J.; Whistler, R. L. (1994). *Spherical aggregates of starch granules as flavor carriers*. Food Technology. 48, 104-105.

Zheng, J.; Li, Q.; Hu, A.; Yang, L.; Lu, J.; Zhang, X.; Lin, Q. (2013). *Dual-frequency ultrasound effect on structure and properties of sweet potato starch*. Starch/Stärke. 65, 621-627.

Zhu, J.; Li, L.; Chen, L.; Li, X. (2012). *Study on supramolecular structural changes of ultrasonic treated potato starch granules*. Food Hydrocolloids. 29, 116-122.

Zinoviadou, K.G.; Galanakis, C.; Brnčić, M.; Grimi, N.; Boussetta, N.; Mota, M.J.; Saraiva, J.A.; Patras, A.; Tiwari, B.; Barba, F. (2015). *Fruit juice sonication: Implications on food safety and physicochemical and nutritional properties*. Food Research International. 77, 743-752.

Zuo, Y.; Hébraud, P.; Hemar, Y.; Ashokkumar, M. (2012). *Quantification of high-power ultrasound induced damage on potato starch granules using light microscopy*. Ultrasonics Sonochemistry. 19, 421-426.