



# UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

**Programa institucional de maestría en ciencias Biológicas**

**Área temática: Biotecnología alimentaria**

**Facultad de Químico Farmacobiología**

## **T e s i s**

“Desarrollo de una película a partir de almidón acetilado de camote morado como potencial alternativa en el desarrollo de biopelículas para recubrimiento de alimentos”

**Que presenta:**

Q.F.B. Rafael Contreras Chávez

Como requisito parcial para obtener el grado de:

**MAESTRO EN CIENCIAS BIOLÓGICAS**

**Directora de tesis:** Dra. Ma. Guadalupe Garnica Romo

**Co-director de tesis:** Dr. Héctor Eduardo Martínez Flores

**Miembros del comité tutorial:**

Dra. Nelly Flores Ramírez

Dr. Pedro Antonio García Saucedo

Dr. Carlos Alberto Rodrigues Anjos

Morelia, Michoacán, abril 2021



## Agradecimientos

Principalmente a mis asesores la **Dra. Ma. Guadalupe** y al **Dr. Héctor** por confiar en mi desde el primer día, grandes profesores, amigos e inspiración de vida.

**A mi familia** por cuidarme, protegerme y enseñarme tanto, todo lo que soy es gracias a ustedes, no pude haber crecido en mejor familia.

A mi comité de Tesis: **la Dra. Nelly Flores, el Dr. Pedro Antonio y al Dr. Carlos A. Rodrigues** por compartir su conocimiento y experiencia.

Al **CONACYT** por proporcionarme la beca y los medios para realizar este proyecto.

Al **CINVESTAV** unidad Querétaro por su invaluable apoyo brindado.

A mis **compañeros de maestría y del LIDA**, por ser mi familia científica.

A mis amigos **Iván Rendón, Rosa Michel y Nefertari Sagrero** por todos los momentos que hemos pasamos juntos, valoro su amistad como uno de los mas grandes tesoros

Al **Dr. Juan de Dios Figueroa y al Dr. Alfonso Topete** por compartir su conocimiento, razonamiento, tiempo y experiencia.

## Índice

<b>1. Introducción</b> .....	<b>3</b>
1.1 Generalidades de las biopelículas.....	3
1.2 Películas de polisacáridos .....	4
1.3 Fuentes de almidón .....	4
1.4 El camote como fuente alternativa de almidón .....	5
1.5 Almidón .....	7
1.6 Estructura química del almidón.....	8
1.6.1 Amilosa .....	8
1.6.2 Amilopectina .....	9
1.7 Fenómenos hidrotérmicos del almidón.....	10
1.7.1 Gelatinización .....	11
1.7.2 Retrogradación .....	12
1.8 Almidones modificados .....	12
<b>2. Planteamiento del problema</b> .....	<b>14</b>
<b>3. Hipótesis</b> .....	<b>15</b>
<b>4. Objetivos</b> .....	<b>16</b>
4.1 General .....	16
4.2 Específicos .....	16
<b>5. Materiales y metodología</b> .....	<b>17</b>
5.1 Diseño del experimento.....	17
5.2 Extracción y caracterización de almidón de <i>Ipomoea batatas</i> .....	17
5.2.1 Materias primas .....	17
5.2.2 Aislamiento y purificación del almidón.....	17
5.3 Caracterización del almidón de <i>Ipomoea batatas</i> .....	18
5.3.1 Determinación químico proximal .....	18
5.3.2 Determinación del contenido de amilosa .....	18
5.3.3 Determinación de la temperatura de gelatinización .....	18

5.3.4	Determinación del perfil de viscosidad .....	19
5.3.5	Determinación del índice de absorción de agua, índice de solubilidad en agua y poder de hinchamiento .....	19
5.3.6	Determinación del Porcentaje de sinéresis en refrigeración y congelación.....	20
5.3.7	Determinación del índice de blancura .....	20
5.3.8	Determinación de la claridad de las pastas.....	20
5.3.9	Determinación morfológica por microscopía electrónica de barrido (SEM).....	21
5.3.10	Determinación cristalográfica por difracción de rayos X.....	21
5.3.11	Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR).....	21
5.3.12	Análisis estadístico .....	21
5.4	Modificación química por acetilación y caracterización de almidón de camote morado .....	21
5.4.1	Modificación química del almidón por acetilación .....	21
5.4.2	Grupos acetilo y grado de sustitución .....	22
5.4.3	Análisis estadístico .....	22
5.5	Desarrollo de biopelículas a partir de almidón acetilado de camote morado.....	23
5.5.1	Preparación de biopelículas .....	23
5.5.2	Caracterización de biopelículas.....	24
5.5.2.1	Espesor .....	24
5.5.2.2	Luminosidad y Opacidad .....	24
5.5.2.3	Determinación de la Solubilidad y el grado de Hinchamiento de la película.....	25
5.5.2.4	Permeabilidad al vapor de agua .....	25
5.5.2.5	Análisis de las propiedades físicas y mecánicas de las películas .....	26
5.5.3	Diseño experimental y análisis estadístico.....	27
<b>6.</b>	<b>Resultados y discusiones .....</b>	<b>29</b>
6.1	Extracción y caracterización de almidón de <i>Ipomoea batatas</i> .....	29
6.2	Modificación química por acetilación y caracterización de almidón de camote morado.....	44
6.3	Desarrollo de biopelículas a partir de almidón acetilado de camote morado.....	53
6.3.1	Optimización simultánea de Elongación y permeabilidad al vapor de agua.....	59
6.3.2	Efecto de las variables del proceso.....	62
6.3.2.1	Efecto de la concentración de glicerol .....	62
6.3.2.2	Efecto de la concentración de CMC .....	63
6.3.2.3	Efecto de la concentración de ácido esteárico .....	64

<b>7. Conclusiones .....</b>	<b>66</b>
<b>8. Bibliografía .....</b>	<b>67</b>

### Índice de tablas

<b>Tabla 1.</b> Taxonomía del camote .....	6
<b>Tabla 2.</b> Composición química del camote .....	7
<b>Tabla 3.</b> Factores y niveles experimentales.....	28
<b>Tabla 4.</b> Caracterización química proximal del almidón .....	31
<b>Tabla 5.</b> Caracterización de las propiedades fisicoquímicas, ópticas y funcionales de almidones nativos.....	32
<b>Tabla 6.</b> Tipo de enlaces obtenidos de la espectroscopía FTIR de almidón de tres variedades de camote y sus números de onda.....	40
<b>Tabla 7.</b> Porcentaje de acetilación y grado de sustitución .....	45
<b>Tabla 8.</b> Caracterización de las propiedades fisicoquímicas, ópticas y funcionales de almidones nativos.....	48
<b>Tabla 9.</b> Resultados del diseño experimental para la elaboración de las películas .....	54
<b>Tabla 10.</b> Modelos polinomiales de segundo orden .....	55
<b>Tabla 11.</b> Análisis de la varianza para los factores analizados.....	56
<b>Tabla 12.</b> Metas y niveles de los factores óptimos .....	58
<b>Tabla 13.</b> Coeficientes de correlación .....	58
<b>Tabla 14.</b> Optimización simultánea .....	59
<b>Tabla 15.</b> Caracterización final de la película optimizada .....	62

## Índice de figuras

<b>Figura 1.</b> Tubérculos de camote ( <i>Ipomoea batatas</i> ) obtenidos del municipio de Charo en Michoacán .....	6
<b>Figura 2.</b> Estructura y composición del gránulo de almidón .....	10
<b>Figura 3.</b> Vaciado en placa de la solución formadora de película .....	24
<b>Figura 4.</b> Diseño de contenedor para prueba de permeabilidad al vapor de agua .....	26
<b>Figura 5.</b> Microfotografías de los gránulos de los almidones de tres variedades de camote .....	33
<b>Figura 6.</b> Comparación del porcentaje de transmitancia por variedad de camote .....	34
<b>Figura 7.</b> Viscoamilograma de almidón de las tres muestras de camote .....	37
<b>Figura 8.</b> Termograma DSC de almidones de tres variedades de camote que describe el comportamiento de las muestras frente a temperatura. ....	37
<b>Figura 9.</b> Espectroscopia de infrarrojo de tres variedades de almidón de camote .....	40
<b>Figura 10.</b> Difracción de rayos-X de almidones de tres variedades de camote .....	42
<b>Figura 11.</b> Almidón de camote morado acetilado al 10%.....	45
<b>Figura 12.</b> Almidón de camote morado acetilado al 15%.....	45
<b>Figura 13.</b> Comparación del porcentaje de transmitancia almidones nativos contra modificados.....	49
<b>Figura 14.</b> Comparación entre los viscoamilogramas del almidón de camote morado nativo y acetilado.....	49
<b>Figura 15.</b> Termograma DSC que describe el comportamiento de las muestras frente a temperatura .....	50

<b>Figura 16.</b> Espectroscopia de infrarrojo de almidón modificado y acetilado de camote morado.....	51
<b>Figura 17.</b> Películas elaboradas con almidón acetilado de camote morado .....	55
<b>Figura 18.</b> Diagrama de superficie de respuesta para optimización simultánea.....	60
<b>Figura 19.</b> Gráficos de superficie de respuesta.....	65

## Resumen

El objetivo de esta investigación se centra en el desarrollo de una biopelícula a partir de una fuente alternativa de almidón modificado. Se realizó la extracción de almidón de tres variedades de camote; el blanco, morado y zanahorio (*Ipomoea batatas*) obtenidas del municipio de Charo en el estado de Michoacán, México y se estudiaron las propiedades fisicoquímicas, funcionales y de composición química proximal. El almidón extraído de camote morado presentó características que lo hacen un material recomendable para la modificación química por acetilación para mejorar algunas propiedades fisicoquímicas de la película elaborada a base del almidón. La incorporación de grupos acetilo se realizó a dos concentraciones de anhídrido acético (10 y 15%), en donde la muestra acetilada al 10 % presentó propiedades diferentes al almidón nativo que convierten a este material en una matriz polimérica interesante para el desarrollo de biopelículas. A partir del almidón acetilado de camote morado se elaboraron biopelículas incorporando carboximetilcelulosa, glicerol y ácido esteárico como materiales complementarios. Finalmente, se obtuvo una biopelícula ecológica que puede ser considerada para recubrimiento de alimentos debido a que presentó una baja permeabilidad al vapor de agua (0.0055 g/msMPa), alto porcentaje de elongación (91%) y baja solubilidad (23%), lo que permite además incorporar compuestos como antioxidantes, refuerzos y sensores con resultados favorables que reflejen una perspectiva positiva en el uso de fuentes alternativas de almidón.

Palabras clave: almidón, biopelículas, recubrimiento, alimentos, caracterización.



## Abstract

The objective of this research is to focus on the development of a biofilm from an alternative source of modified starch. The starch extraction of three varieties of sweet potato; white, purple and carrot (*Ipomoea batatas*) obtained from the municipality of Charo in the state of Michoacán, Mexico, was carried out and the physicochemical, functional and proximal chemical composition properties were studied. The starch extracted from purple sweet potato presented characteristics that make it a recommendable material for chemical modification by acetylation to improve some physicochemical properties of the film made from starch. The incorporation of acetyl groups was carried out at two concentrations of acetic anhydride (10 and 15%), where the sample acetylated at 10% presented different properties to native starch than in the form of this material in a polymeric matrix interesting for the development of biofilms. Biofilms were made from acetylated purple sweet potato starch incorporating carboxymethylcellulose, glycerol and stearic acid as complementary materials. Finally, an ecological biofilm was obtained that can be considered for food coating due to it presented a low permeability to water vapor (0.0055 gr / msMPa), high elongation percentage (91%) and low solubility (23%), which that allows incorporating compounds such as antioxidants, reinforcements and sensors with favorable results that reflect a positive perspective in the use of alternative sources of starch.

## 1. Introducción

### 1.1 Generalidades de las biopelículas

Las películas biodegradables son utilizadas como una alternativa para el desarrollo de recubrimientos para alimentos y en la actualidad se utilizan como envases auxiliares para mejorar la eficiencia de los materiales comunes, debido a que aún no están diseñadas para reemplazar a los polímeros sintéticos. La aplicación en la que serán utilizadas dependerán de sus propiedades mecánicas y de barrera que están en función de su microestructura y composición (López, 2011).

Las formulaciones para elaborar películas por lo general incluyen un componente capaz de formar una matriz cohesiva y continua. Entre los materiales básicos utilizados para el desarrollo de las mismas se encuentran (Enríquez *et al.*, 2012):

- I) Materiales de relleno y refuerzo (celulosas, gomas, polímeros derivados de plantas y de animales, proteínas, lípidos, etc.): su función es dar consistencia o volumen a la mezcla, biodegradabilidad, elasticidad, rigidez, resistencia y otros (Ulusoy *et al.*, 2018).
- II) Plastificantes (agua, glicerol, sorbitol, manitol, sacarosa, propilenglicol y polietilenglicol): los cuales mejoran la flexibilidad del material mediante la reducción de las fuerzas intermoleculares. Los requerimientos básicos para un plastificante en un sistema polimérico son la compatibilidad con el polímero formador de la matriz y su permanencia dentro de la estructura resultante. Al adicionarse a la formulación, los plastificantes se asocian fisicoquímicamente con el polímero, reduciendo la cohesión de la estructura, interfieren en la asociación de las cadenas poliméricas, y facilitan su deslizamiento, por lo que aumentan la flexibilidad de las películas (Lazaridou & Biliaderis, 2002; Mali *et al.*, 2002)
- III) Agentes acoplantes (grupos epóxicos y grupos de ácidos anhídridos): su función es servir como mediador de fases entre el almidón (cuando es utilizado como base de la biopelícula) y algún copolímero.
- IV) Aditivos: estabilizantes contra rayos ultravioleta (UV), sustancias inflamables, fungicidas, herbicidas, antioxidantes, fertilizantes y estabilizantes.

- V) Agentes desestructurantes (Urea): se agregan exclusivamente al almidón (cuando es utilizado como base de la biopelícula) con el fin de “desbaratar” su estructura, mejorar su procesabilidad y su unión con otros polímeros.

### **1.2 Películas de polisacáridos**

Los polisacáridos son polímeros cuyos monómeros constituyentes son monosacáridos, unidos mediante enlaces glucosídicos, y cumplen principalmente funciones estructurales y de reserva energética (López, 2011). Uno de los más conocidos y mayormente estudiados es el almidón, considerado como el segundo componente más abundante en la naturaleza después de la celulosa, tiene aplicaciones diversas en la industria alimentaria, farmacéutica, textil y papelera. Entre las aplicaciones destacadas del almidón se encuentran: la fabricación de empaques biodegradables (mono y multicapa), empaques activos, películas comestibles y recubrimientos comestibles sobre frutas, carnes, pescados y otros alimentos, como también en el procesado de alimentos para la obtención de estabilizantes y gelificantes (Charro-Espinoza, 2015).

En el desarrollo de películas, el almidón ha tomado una creciente atención debido a su naturaleza totalmente biodegradable, bajo costo y buena capacidad formadora de películas ( Lee & Yoo, 2011; Maran *et al.*, 2013; Santiago, 2015; Mohd Marsin *et al.*, 2016; Moreira *et al.*, 2016; Thakur *et al.*, 2017; Indrianti *et al.*, 2018; Issa *et al.*, 2018; Li *et al.*, 2018; Dash *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2020); Sin embargo, la principal desventaja que limita el desarrollo de estos materiales es la naturaleza hidrofílica del almidón, ya que muchas de sus propiedades dependen de su capacidad para interactuar con ambientes húmedos (Shogren *et al.*, 1993). Así, una alternativa para reducir estos inconvenientes es el uso de almidones modificados que otorguen propiedades para superar dichas limitantes (Lafargue *et al.*, 2007).

### **1.3 Fuentes de almidón**

Los almidones comunmente comercializados se obtienen de las semillas de cereales como: maíz (*Zea mays*), trigo (*Triticum spp.*), arroz (*Oryza sativa*) y de algunas raíces y tubérculos, especialmente de papa (*Solanum tuberosum*), camote (*Ipomoea batatas*) y mandioca (*Manihot esculenta*). De la producción anual total de almidón,

aproximadamente el 67 % corresponde a los cereales y el 33 % a raíces y tubérculos (Burrell, 2003). El cultivo de tubérculos se encuentra sobradamente distribuido, cuatro son las especies que proporcionan casi un 99% de la producción mundial: papa (46%), mandioca (28%), batata (18%) y ñame (*Dioscorea spp.*, 6%) (Guízar *et al.*, 2008). El proceso de extracción de almidón de tubérculos es muy sencillo y consta de las siguientes etapas: lavado, pelado, rallado, filtración, decantación y secado (López, 2011).

#### **1.4 El camote como fuente alternativa de almidón**

*Ipomoea batatas* o camote como se denomina en México (Fig. 1) es también nombrado como batata, boniato o moniato en los países de habla castellana, en países occidentales se designa como: batata doce (portugués), patate douce (frances), patata dolce (italiano), batate (alemán), y sweet potato (inglés). Es una planta dicotiledónea con taxonomía descrita en la Tabla 1, originaria de: México, América central y las Antillas (Folquer, 1978; Linares *et al.*, 2008). Puede ser cosechada en períodos de cultivo de duración variados por lo que se considera que no tiene una madurez definida. Presenta partes comestibles, raíces, tallos y hojas, con composición química variable (Tabla 2), las cuales son atribuidas a las condiciones previas de cultivo, condiciones de extracción y métodos analíticos aplicados (Anastácio & Carvalho, 2013). La raíz del camote según lo reportado por Wang *et al.* (2016) y Zhu & Wang (2014) se encuentra constituida por una gran variedad de nutrientes: vitaminas, minerales, fibras (pectina y celulosa), azúcares (sacarosa, fructosa, sucrosa, maltosa y glucosa), proteínas (esporamina A y B), lípidos (ácidos grasos linoleico, oleico, esteárico y palmitoleico), almidón (50-80%) y antioxidantes (antocianinas, carotenoides y ácido clorogénico)

Los principales países productores de camote se encuentran en México y en sudamérica (Brasil, Argentina, Perú, Uruguay, Paraguay) (FAO, 2012). En México, los estados con mayor producción son Michoacán y Guanajuato, se siembran en su mayoría las variedades con pulpa blanca, amarilla, naranja, rojiza o púrpura (Linares *et al.*, 2008). Por consiguiente, el cultivo de camote a nivel nacional es muy valioso, gracias a las posibilidades que tiene como materia prima; la raíz de camote, se ha incorporado principalmente para la producción de almidón, harina y una variedad de productos procesados, como dulces, productos de pastelería, industria de embutidos, entre otros

(Flórez *et al.*, 2016), convirtiéndolo en la principal opción para sustituir las harinas y almidones como los de papa y yuca.

**Tabla 1.** *Taxonomía del camote*

<b>Familia</b>	<i>Convolvulaceae</i>
<b>Género</b>	<i>Ipomoea</i>
<b>Sección</b>	<i>Eriospermum</i>
<b>Especie</b>	<i>Ipomoea batatas</i> L. <i>Lam</i> variedad blanca, amarilla y morada

(Linares *et al.* 2008)



**Figura 1.** Tubérculos de camote (*Ipomoea batatas*) obtenidos del municipio de Charo en Michoacán. A la izquierda se muestra camote zanahorio (amarillo) y a la derecha camote blanco.

**Tabla 2.** *Composicion química del camote*

<b>Parte de la planta</b>	<b>Raíz</b>	<b>Hoja</b>	<b>Tallo</b>	<b>Vástago</b>
Humedad (g/100 g)	69.9-70.9	69.9-84	88.9-94.4	79.2-83.7
Ceniza (g/100 g)	1.1-1.4	1.5-1.9	0.9-1.7	0.8-1.3
Proteína cruda (g/100 g)	1.3-2.1	3.2-3.8	0.5-0.7	0.9-1.4
Grasa cruda (g/100 g)	0.2-0.3	0.3-1.0	0.1-0.3	0.5-0.6
Carbohidratos (g/100 g)	21.9-25.1	0.9-2.0	0.9-4.5	3.2-6.7
	Azúcares	Azúcares	Azúcares	Azúcares
Fibra dietética (g/100 g)	7.6-11.8	5.9-6.9	2.4-4.6	10.4-11.3

(Wang *et al.*, 2016)

### 1.5 Almidón

El almidón es un carbohidrato complejo (polisacárido) considerado reserva energética de los vegetales, sus fuentes principales son las raíces, tubérculos, frutos y semillas. Es el producto final de la fijación fotosintética del CO<sub>2</sub>. En los tejidos vegetales se encuentra en cantidades discretas y semicristalinas llamadas gránulos (López, 2011).

Esta formado por cadenas de *D – glucosa* como unidad básica, unidas mediante enlaces glucosídicos, que constituyen a dos polisacaridos I) una molécula lineal de amilosa (20-30%) y II) amilopectina, una molécula ramificada (70-80%) (Zhou *et al.*, 2015). Cuando estas dos moléculas se unen en agregados semicristalinos (Fig. 2 b y c) se forman los llamados gránulos (Fig. 2 a) que adquieren un tamaño y forma determinada por el sistema biosintético de las plantas y por las condiciones físicas impuestas por el entorno del tejido (Tester *et al.*, 2004). La relación amilosa-amilopectina y su organización física dentro de la estructura granular, le confieren a los almidones propiedades fisicoquímicas y funcionales características (Chávez-Murillo, 2008). Además, los gránulos también contienen trazas de otros constituyentes como lípidos polares, nitrógeno y fósforo, en forma de fosfolípidos, que, en muchas ocasiones, juegan un rol importante en las propiedades funcionales del almidón.

Dentro del gránulo de almidón las cadenas de amilopectina conforman la región cristalina, mientras que la región amorfa se constituye por puntos ramificados de amilopectina y amilosa (Fig. 2 b y c).

El tamaño de los gránulos varía entre  $1 - 100\mu m$  y presenta formas que pueden ser regulares (esféricas ovoides o angulares) o irregulares de acuerdo a su origen botánico (Tester *et al.*, 2004).

En los gránulos de almidón las estructuras semicristalinas se dividen en tres tipos de poliformismo denominados tipo A, B y C. El poliformismo tipo A se ha encontrado para los almidones en raíces y cereales, tiene una celda unitaria monoclinica y contiene de 4 a 8 moléculas de agua; el poliformismo tipo B, generalmente es encontrado en almidones de tubérculos y raíces, tiene una celda unitaria hexagonal con 36 moléculas de agua, y el poliformismo tipo C, es una combinación de los poliformismo A y B y es característico de almidones de leguminosas, semillas y algunos tubérculos (Buléon *et al.*, 1998). Los gránulos de almidón obtenidos de camote tienen formas: redondas, poligonales, ovaladas o semiovaladas; los gránulos son polimorfos de tipo A, o tipo C (mezcla de A y B) y varían en su diámetro desde  $(2 - 45\mu m)$  (Zhou *et al.*, 2015).

## **1.6 Estructura química del almidón**

### **1.6.1 Amilosa**

López (2011) define la amilosa como un polímero esencialmente lineal formado por moléculas de glucosa unidas por enlaces aproximadamente en un  $99\% \alpha - D - (1 - 4)$  (Fig. 2 g), aunque se considera como un polímero lineal, existe una pequeña proporción de ramificaciones por enlace  $\alpha - D - (1 - 6)$  (Fig. 2 f). Las moléculas de amilosa forman estructuras helicoidales (Fig. 2 d y e) capaces de interactuar con otras moléculas como ácidos grasos o hidrocarburos, a estos complejos se le denominan compuestos de inclusión. El peso molecular de amilosa ronda los  $1 \times 10^5 - 1 \times 10^6$  Da, con un promedio de 500 a 6000 unidades de *D - glucosa* (Buléon *et al.*, 1998; Mua & Jackson, 1997).

La amilosa no es soluble en agua, sin embargo, puede formar micelas hidratadas debido a su capacidad para enlazar moléculas vecinas por puentes de hidrógeno y generar una estructura helicoidal que es capaz de desarrollar un color azul por la formación de un complejo con el yodo (Knutson & Grove, 1994), así mismo puede formar complejos con alcoholes o ácidos orgánicos y puede asociarse consigo misma.

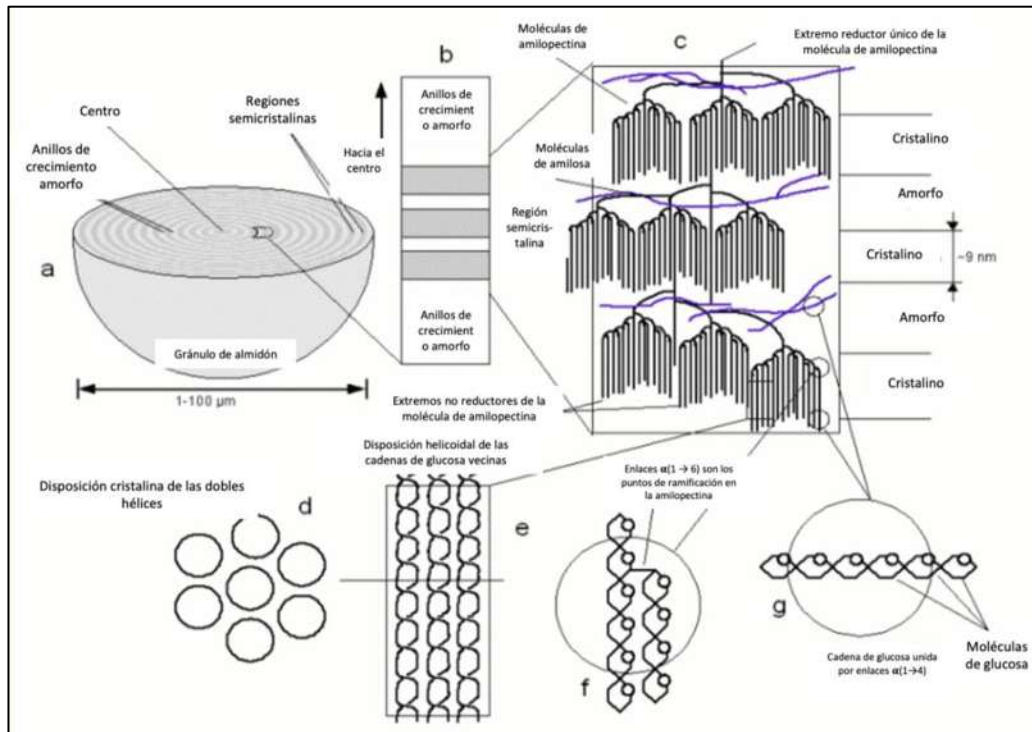
En el camote los contenidos de este polisacárido varían entre  $15.3 - 28.8 \%$  (Mwanga *et al.*, 2017).

### 1.6.2 Amilopectina

La amilopectina es una molécula más grande y ramificada que la molécula de amilosa, tiene un peso molecular aproximadamente de  $1 \times 10^7$ - $1 \times 10^9$  Da, sus unidades principales son *D* – *glucosa* unidas en un 95 % por enlaces  $\alpha$  – *D* – (1 – 4) (Fig. 2 g), presenta ramificaciones localizadas cada 15 a 25 unidades lineales de glucosa y estas cadenas laterales se unen a la cadena central por enlaces  $\alpha$  – *D* – (1 – 6) (Fig. 2 f) (Tester *et al.*, 2004).

En el almidón la estructura y proporción de amilopectina contribuyen en las propiedades funcionales (Bello *et al.*, 2002). Sus soluciones presentan baja tendencia a la retrogradación, envejecimiento y no tiende a formar geles, aunque la concentración de las mismas sea muy elevada. Hernández-Pérez *et al.* (2019) describió un modelo estructural de la amilopectina denominado “clusters” o racimos, en el cual presenta un patrón molecular compuesto por regiones amorfas o cristalinas. La naturaleza semicristalina del gránulo de almidón es generalmente atribuida a la amilopectina, debido a que sus dobles hélices que forman sus cadenas ramificadas están organizadas dentro de la región cristalina del gránulo (Fig. 2 c), en esta región los átomos (carbono e hidrógeno) se encuentran en posiciones fijas y ordenadas presentando una estructura periódica característica, denominada celda unitaria.





**Figura 2.** Estructura y composición del gránulo de almidón. A) descripción del gránulo de almidón y disposición entre anillos de crecimiento amorfo y regiones semicristalinas, B) disposición alternada entre anillos de crecimiento amorfo y regiones semicristalinas, C) distribución de las moléculas de amilosa y amilopectina, D) disposición cristalina de las dobles hélices de amilopectina, E) disposición helicoidal de las cadenas de glucosa formando cadenas ramificadas de la amilopectina, F) visualización del enlace  $\alpha$ -D-(1-4) entre moléculas de glucosa. G) visualización del enlace  $\alpha$ -D-(1-4) entre moléculas de glucosa. La imagen fue obtenida de Hopkinson (2010).

### 1.7 Fenómenos hidrotérmicos del almidón

Cuando se colocan gránulos de almidón nativo en agua comienzan a hidratarse e incrementan su volumen. De acuerdo con las condiciones de temperatura, agitación, humedad y pH del sistema, se presentan fenómenos hidrotérmicos que modifican las características microestructurales del gránulo, estos fenómenos son denominados como gelatinización (pérdida de complejos con la amilosa) y retrogradación.

### 1.7.1 Gelatinización

Una de las transiciones con mayor relevancia es la gelatinización. Este fenómeno relacionado con el colapso del orden molecular dentro del gránulo tiene gran impacto en el procesamiento, calidad y estabilidad de los productos a base de almidón, debido a que ocasiona cambios irreversibles en algunas propiedades del almidón como: en el hinchamiento granular, la pérdida de la cristalinidad (disociación de las cadenas de amilosa y amilopectina), la pérdida de la orientación molecular, el desarrollo de la viscosidad y la solubilización que sufren los polímeros de almidón (Hernández-Pérez, 2019).

Los gránulos de almidón son insolubles en agua fría, pero cuando son calentados en presencia de agua, ocurre la gelatinización. Los cambios estructurales dependen de factores intrínsecos (tipo de almidón, tamaño de los gránulos, etc.) y por factores extrínsecos (velocidad de calentamiento, contenido de humedad, daño mecánico en los gránulos, etc). El fenómeno se produce dentro de un amplio intervalo de temperaturas y se pierde tanto el orden de corto alcance (a nivel molecular) como de largo alcance (cristalinidad) (Parker & Ring, 2001). Biliaderis (1991a) ha postulado los tres principales procesos que ocurren y que resultan en los denominados fenómenos metaestables (gelatinización, gelación y retrogradación):

- a) Se presenta la difusión del agua dentro del gránulo; cuando el almidón da comienzo a absorber agua, los puentes de hidrógeno de la región amorfa se rompen permitiendo que el agua se asocie con los grupos hidroxilos libres.
- b) Ocurre la fusión de la región amorfa, la cual se caracteriza por una transición hélice-enrollamiento al azar que se facilita por la hidratación, las cadenas de amilosa se difunden en medio acuoso y tienen una mayor movilización molecular dentro del gránulo. Para este punto aún las propiedades ópticas del gránulo no se pierden y el hinchamiento es reversible (Tester & Debon, 2000).
- c) Finalmente cuando el calentamiento es continuo ocurre la desintegración de las zonas cristalinas. A partir de este punto el hinchamiento se vuelve irreversible debido a la disociación de las dobles hélices propias de la región cristalina (amilpectina) hasta que finalmente pierden su estructura (Lai & Kokini, 1991). La

amilosa fuera del gránulo forma una malla tridimensional y produce un gel (Biliaderis, 1991b).

### **1.7.2 Retrogradación**

El término retrogradación describe los cambios ocurridos cuando las moléculas de almidón gelatinizado empiezan a reorganizarse, formando una o más estructuras ordenadas, por lo que puede ser considerado como el fenómeno opuesto a la gelatinización. Badui (2006) lo define como la insolubilización y la precipitación espontánea principalmente de las moléculas de amilosa, debido a que sus cadenas lineales se orientan paralelamente y accionan entre sí por puentes de hidrógeno a través de sus múltiples hidroxilos.

El fenómeno de la retrogradación se describe en dos etapas (Biliaderis, 1991a):

- a) La gelación de las cadenas de amilosa que son exudadas del gránulo durante la gelatinización
- b) La recristalización de la amilopectina

Se ha observado que la retrogradación de geles de almidón a corto plazo, se atribuye a la gelación y cristalización de la fracción de amilosa y los cambios que ocurren a largo plazo durante el almacenamiento de geles de almidón, a la fracción de amilopectina (Jacobs & Delcour, 1998; Tovar, 2008). El proceso de retrogradación viene acompañado por un incremento gradual en la rigidez y la separación de fases entre el polisacárido y el solvente (sinéresis). La tendencia a la retrogradación depende del peso molecular y del tipo de almidón y se ve favorecida con temperaturas bajas, pH neutro y con la presencia de sustancias tenso activas (Hernández-Pérez, 2019).

### **1.8 Almidones modificados**

Los almidones son utilizados en la industria de alimentos como agentes espesantes o estabilizantes que proveen a los productos propiedades tales como la textura y apariencia (Saartrat *et al.*, 2005). Sin embargo, los almidones nativos pueden no ser adecuados para el desarrollo de determinados productos. Una opción para mejorar las propiedades y ampliar el uso de este carbohidrato consiste en la modificación del almidón

mediante métodos químicos o físicos. López (2011) reporta que los métodos físicos utilizan calor y humedad (pregelatinización); mientras que los métodos químicos involucran la introducción de grupos funcionales dentro de las moléculas constituyentes del almidón mediante reacciones de derivatización (eterificación, esterificación, entrecruzamiento o grafting) o reacciones de descomposición (hidrólisis ácida o enzimática y oxidación).

Una de las modificaciones químicas más comunes para estabilizar el almidón es la acetilación (Khalili, Long, Jun, & Shi, 2011; Lee & Yoo, 2009; Mu & Zhang, 2019; Prieto-Méndez et al., 2010; Vargas, Martínez, & Velezmoro, 2016), el producto resultante es clasificado como alto, medio y bajo grado de sustitución. La acetilación del almidón es una modificación química por esterificación, en la cual se sustituyen grupos OH por grupos acetilo en las unidades de glucosa. Esta reacción es de tipo de sustitución nucleofílica en un carbono insaturado del anhídrido acético, en donde el almidón es acetilado con anhídrido acético y con una base como catalizador (Prieto-Méndez *et al.*, 2010). Los grupos hidroxilo presentes en la glucosa del almidón presenta diferente reactividad. La reacción se lleva a cabo con más facilidad en el primer hidroxilo en el carbono 6 (es más reactivo) que en los carbonos 2 y 3. De los hidroxilos secundarios, el OH del carbono dos es más reactivo que el OH del carbono 3 (Xu *et al.*, 2004). Esta modificación interfiere en la reasociación de las moléculas de amilosa y amilopectina en suspensiones de almidón gelatinizado, evitando el fenómeno de sinéresis, disminuye la temperatura de gelatinización, modifica el poder de hinchamiento, la solubilidad (Anchundia, 2019), resistencias al esfuerzo de corte y la descomposición (Kaur, Singh, & Singh, 2004). Lo cual indica que los almidones acetilados se dispersan con mayor facilidad que los nativos. Las propiedades fisicoquímicas del almidón acetilado son proporcionales al grado de sustitución de los grupos acetilo. En investigaciones recientes, se han utilizado únicamente almidones de camote sin modificar como materiales de empaque biodegradables en alimentos y aplicaciones farmacéuticas e industriales (Acosta Domínguez, 2011; Alberto *et al.*, 2017; Anchundia Lucas, 2019; Dash *et al.*, 2019; Enríquez *et al.*, 2013; Ishak *et al.*, 2015; Issa *et al.*, 2018).

## 2. Planteamiento del problema

Los materiales que se utilizan en el empaqueo de alimentos no son biodegradables y generan un problema ambiental por la acumulación de residuos difíciles de eliminar.

Con el fin de desarrollar materiales biodegradables hechos de componentes naturales se han investigado distintos biopolímeros, cuya aplicación es limitada debido a que sus propiedades mecánicas y de barrera son limitadas. Entre estos compuestos se encuentra el almidón, uno de los polímeros naturales utilizados para desarrollar materiales de recubrimiento dado que es un material de bajo costo, biodegradable y renovable. Sin embargo, las aplicaciones de este polímero han sido limitadas debido a dos principales motivos: a) características como: baja propiedad de barrera contra el agua, pobres propiedades mecánicas y la fragilidad de sus películas. b) que las principales fuentes de obtención de almidón a nivel mundial se centran en alimentos importantes como: la papa, tapioca y maíz. Las cuales a pesar de ser buenas presentan el inconveniente de competir entre la extracción de almidón y satisfacer las necesidades alimentarias. Por lo que, una alternativa para reducir estos inconvenientes es encontrar nuevas fuentes de almidón económicas, abundantes, de fácil acceso y que presenten características que permitan desarrollar películas: estables, resistentes a la humedad, que posibiliten y mejoren la calidad de los alimentos, logren estabilidad y alarguen la vida de anaquel; buscando así, tanto el beneficio social, económico y ambiental.

### **3. Hipótesis**

Utilizar almidón modificado de camote como matriz polimérica en la elaboración de biopelículas permitirá obtener biopelículas con propiedades mejoradas con potenciales aplicaciones en recubrimientos de alimentos.

## 4. Objetivos

### 4.1 General

Desarrollar una biopelícula a partir de almidón acetilado de camote morado como fuente alterna a los almidones convencionales.

### 4.2 Específicos

- Obtener almidón nativo de tres variedades de camote (*Ipomoea batatas*) blanco, morado y zanahorio.
- Caracterizar las propiedades fisicoquímicas y funcionales de las tres variedades de camote.
- Identificar el almidón nativo con propiedades potenciales para la modificación química y la elaboración de biopelículas.
- Acetilar el almidón nativo utilizando anhídrido acético como método de modificación química.
- Caracterizar las propiedades fisicoquímicas y funcionales del almidón modificado.
- Optimizar de las variables de respuesta (Solubilidad, hinchamiento, opacidad, luminosidad, fuerza de tensión, elongación, permeabilidad al vapor de agua y actividad de agua) a través del diseño de superficie de respuesta utilizando como factores 3 concentraciones de ácido esteárico, glicerol y carboximetilcelulosa.
- Obtener y caracterizar las biopelículas de almidón acetilado finales.

## 5. Materiales y metodología

### 5.1 Diseño del experimento

El diseño experimental fue realizado en tres etapas:

- Caracterización de tres tipos de almidón provenientes de las variedades de camote: blanco, morado y zanahorio
- Modificación química por acetilación y caracterización del almidón de camote morado
- Desarrollo de biopelículas a partir de almidón acetilado de camote morado, carboximetilcelulosa, glicerol y ácido esteárico

### 5.2 Extracción y caracterización de almidón de *Ipomoea batatas*

#### 5.2.1 Materias primas

Los tubérculos para la obtención de almidón fueron obtenidos con productores del municipio de Charo en Michoacán. Se procesaron tres variedades llamadas coloquialmente como camote blanco, morado y zanahorio.

#### 5.2.2 Aislamiento y purificación del almidón

El almidón nativo de camote se aisló de acuerdo con el método informado por Jayakody *et al.* (2005) con algunas modificaciones tomadas de Ojeda (2008). Brevemente se explica: Se pesaron 100 g de muestra de tubérculos previamente pelados y picados, luego se remojaron en 500 ml de solución de metabisulfito de potasio ( $K_2O_5S_2$ ) (50 mg / l) por 1h. Los trozos pequeños se trituraron dos veces utilizando una licuadora casera en disolvente a razón 1:1. El homogeneizado se filtró al vacío sobre una tela de manta y se añadieron 300 ml de agua destilada para lavar. El filtrado se remojó durante 24 h, y el posterior precipitado se lavó tres veces en 500 ml de solución acuosa de hidróxido de sodio (NaOH) al 0.02% (para solubilizar proteínas) hasta que la solución se volvió clara. El precipitado de almidón se neutralizó con una solución de ácido clorhídrico (HCl) 2 N seguido de una filtración, se vertieron las fases acuosas y el precipitado final se filtró y lavó con 500 ml de agua destilada. Finalmente, el almidón precipitado se secó en un



horno a 50 ° C durante 24 h, se trituró en polvo y se pasó a través de un tamiz de malla 100.

### **5.3 Caracterización del almidón de *Ipomoea batatas***

#### **5.3.1 Determinación químico proximal**

Se determinó a las muestras de almidón: humedad por el método 934.01 de la AOAC, proteína con el método Kjeldahl descrito en la AOAC 2001.11, grasa y cenizas de acuerdo con las normas técnicas generales de métodos físicos y químicos para análisis de alimentos de México.

#### **5.3.2 Determinación del contenido de amilosa**

El contenido de amilosa en las muestras se examinó mediante el método de Morrison & Laignelet (1983) modificado en Jan *et al.* (2016). Una muestra de almidón de 70 mg se mezcló con 10 ml de solución de urea y DMSO (dimetilsulfóxido) en una proporción de 1:9 y se calentó durante 10 min a 100 °C con agitación continua. La muestra se incubó a 100 °C durante 1 h y luego se enfrió a temperatura ambiente. Posteriormente, 0.5 ml de la solución incubada se mezclaron con 25 ml de agua destilada y 1 ml de solución de yodo (I) y yoduro de potasio (KI). También se preparó una muestra blanco con todos los reactivos a excepción del almidón y se tomó la absorbancia a 635 nm de ambas soluciones. El porcentaje de amilosa se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Amilosa} = (28.414 \times \text{Valor azul}) - 6.218$$

Donde el valor azul es la absorbancia a 635 nm de almidón y solución de *I2/KI*

#### **5.3.3 Determinación de la temperatura de gelatinización**

La temperatura de gelatinización se determinó mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC), con una rampa de temperatura de 30 a 100 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. Se pesó sobre un crisol de aluminio de 40  $\mu$ L de capacidad, 4 mg de almidón (base seca) y se agregó agua destilada hasta obtener una suspensión con 60 % de humedad. Los crisoles fueron sellados herméticamente y mantenidos a

temperatura ambiente durante una hora. La temperatura inicial ( $T_i$ ), temperatura pico ( $T_p$ ), temperatura final ( $T_f$ ), la entalpía de gelatinización ( $\Delta H$ ) se obtuvieron del termograma resultante.

### 5.3.4 Determinación del perfil de viscosidad

Se utilizó el instrumento visco-analyzer RVA 4500 para preparar las muestras y obtener su perfil de viscosidad aparente en función de la temperatura y el tiempo. Los almidones de camote se introdujeron al equipo calibrado al 24 % de humedad. La etapa de calentamiento se inició a 25 °C y se llevó a 93 °C (ebullición), se mantuvo durante 7 min a esta temperatura; y se enfrió a 50 °C durante 1 min. La velocidad de calentamiento-enfriamiento fue de 2.5 °C/ $min$  y la velocidad de rotación del recipiente fue de 160 rpm.

### 5.3.5 Determinación del índice de absorción de agua, índice de solubilidad en agua y poder de hinchamiento

El índice de absorción de agua (IAA), índice de solubilidad en agua (ISA) y el poder de hinchamiento (PH), se determinaron de acuerdo a la técnica descrita por Anderson *et al.* (1970). En primer lugar, se pesaron tubos cónicos para centrifuga Falcon de 50 ml a los que se adicionó 1.25 g de almidón con 30 ml de agua destilada a 60 °C y se incubaron en baño con agitación durante 30 min. Posteriormente, se centrifugaron a 4000 rpm, por 30 min. El sobrenadante se decantó, se midió su volumen y se tomaron 10 ml de filtrado para secarlos a 70 °C por 12 h. Finalmente se pesaron los tubos de centrifuga con el gel y se cuantificó el peso del sobrenadante seco. El IAA, ISA y PH, se determinaron de acuerdo con las siguientes ecuaciones.

- Índice de absorción de agua (IAA) = 
$$\frac{\text{Peso del gel (gr)}}{\text{Peso muestra (gr)}}$$

- Índice de solubilidad en agua (ISA) = 
$$\frac{\text{Peso seco del sobrenadante (gr)}}{\text{Peso muestra (gr)}} \times 100$$

- Poder de hinchamiento (PH) = 
$$\frac{\text{Peso del gel (gr)}}{\text{Peso muestra (gr)} - \text{Peso seco sobrenadante (gr)}}$$

### **5.3.6 Determinación del Porcentaje de sinéresis en refrigeración y congelación**

Se determinó por medio del método descrito por Eliasson & Ryang (1992). Se prepararon suspensiones al 9 % de almidón, las cuales fueron calentadas a 92 °C por 30 min y se dejaron enfriar. Las muestras se almacenaron a una temperatura de 4 °C para refrigeración y a -10 °C para congelación por cuatro días para medir el porcentaje de pérdida de agua. La sinéresis fue evaluada procediendo a descongelar o atemperar las muestras para centrifugarlas durante 20 min a 3,000 rpm. Finalmente se pesó la cantidad de agua separada, la cual se reportó como porcentaje de sinéresis por ciclo (día).

### **5.3.7 Determinación del índice de blancura**

Se uso un medidor de color BYK-Gardner GmbH para evaluar las coordenadas de color L\*, a\* y b\* a través de la prueba CIELAB 10°/D65. El índice de blancura (IB) se calculó con la siguiente ecuación:

$$IB = 100 - \sqrt{(100 - L)^2 + a^2 + b^2}$$

### **5.3.8 Determinación de la claridad de las pastas**

Se utilizó la metodología de Bello *et al.* (2002). Se prepararon suspensiones con 0.2 g de almidón y 5 ml de agua desionizada, seguidamente las suspensiones se calentaron en un baño de agua a 95 °C por 30 min con agitación. Luego, los tubos se enfriaron hasta 25 °C y los geles se transfirieron a una celda de 1 cm para determinar el porcentaje de transmitancia a 650 nm. Las muestras se almacenaron a 4 °C y se midió el porcentaje de transmitancia a 0, 24, 48 y 72 h. Las pastas de almidones que presentaron valores de transmitancia menores a 40% se consideraron como opacas o turbias y las pastas de almidones con porcentajes de transmitancia mayores de 40% se consideraron como claras o transparentes.

### **5.3.9 Determinación morfológica por microscopía electrónica de barrido (SEM)**

La morfología de los almidones fue examinada por microscopía electrónica de barrido (SEM) por medio del microscopio JEOL JXA - 8530F.

### **5.3.10 Determinación cristalográfica por difracción de rayos X**

La estructura cristalina de las muestras obtenidas después del proceso de secado se analizó por medio de difracción de rayos-X, se realizaron en un difractómetro de rayos X RIGAKU modelo: D<sub>max</sub>2100.

### **5.3.11 Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)**

Para determinación de los enlaces existentes en los almidones, se utilizó un equipo FTIR (Vertex 70) utilizando una longitud de onda 400–4000 cm<sup>-1</sup>.

### **5.3.12 Análisis estadístico**

Los resultados se informan como los valores medios y las desviaciones estándar de al menos mediciones duplicadas. Los análisis de varianza (ANOVA) ( $p < 0.05$ ) y comparación de medias de Tukey se realizaron utilizando el Programa de software estadístico JMP<sup>6</sup>

## **5.4 Modificación química por acetilación y caracterización de almidón de camote morado**

### **5.4.1 Modificación química del almidón por acetilación**

La modificación química se basó en el método reportado por Vargas *et al.* (2016) con algunas modificaciones. Se utilizó anhídrido acético como agente de reacción y se emplearon niveles de 10 y 15 % con respecto a la cantidad de almidón. Se pesaron 20 g de almidón nativo, 3.5 g de sulfato de sodio (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y se disolvieron en 40 ml de agua destilada a temperatura ambiente, posteriormente se ajustó a pH 8-8.4 con una solución de hidróxido de sodio (NaOH) 50 % (p/p). Luego, se adicionó el anhídrido acético (2 g para el nivel al 10 % y 3 g para el 15 %) tratando de mantener el pH (8-8.4) durante 5 h

a 25 °C. Terminada la reacción se ajustó a pH 7 con ácido clorhídrico (HCl) 1 M y se realizaron cuatro lavados sucesivos con agua destilada utilizando la centrifuga a 2000 rpm por 15 min para retirar el agua de lavado. Se secó durante 16 horas a 50 °C en estufa, el almidón modificado se molió y se tamizó en una malla N° 100.

Se repitieron todas las pruebas de caracterización realizadas en el almidón nativo para evidenciar los cambios estructurales en la molécula del almidón.

#### 5.4.2 Grupos acetilo y grado de sustitución

Se determinó mediante la metodología de titulación inversa reportada en el informe del comité mixto FAO-OMS de expertos sobre aditivos alimentarios (JECFA) (2001) descrita en Vargas *et al.* (2016). Se pesó 1 g de almidón (base seca) modificado y se vertió en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Se agregaron 50 ml de agua destilada, 3 gotas de fenolftaleína y se neutralizó con hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N hasta que dio un color ligeramente rosado. Después se adicionaron 25 ml de NaOH 0.45 N y se agitó vigorosamente la suspensión con un agitador magnético durante 30 min. Transcurrido el tiempo, las muestras saponificadas se titularon con ácido clorhídrico (HCl) 0.2 N usando fenolftaleína como indicador. Se preparó también un blanco utilizando almidón nativo.

El porcentaje de acetilo representa el por ciento en peso de grupos acetil en el almidón en base seca y se calculó de la siguiente manera:

$$\%Acetil = \frac{(ml\ blanco) - (ml\ muestra) \times N\ del\ HCl \times 0.043}{peso\ total\ de\ la\ muestra\ b.\ s.\ (gr)} \times 100$$

El grado de sustitución es definido como el número promedio de sitios por unidad de glucosa que posee un grupo sustituyente y se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$\%Grado\ de\ sustitución\ (GS) = \frac{162 \times \%Acetil}{4300 - (42 \times \%Acetil)}$$

#### 5.4.3 Análisis estadístico

Los resultados se informan como los valores medios y las desviaciones estándar de al menos mediciones duplicadas. Los análisis de varianza (ANOVA) ( $p < 0.05$ ) y

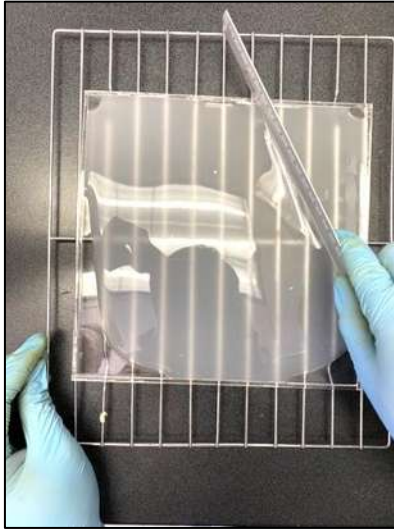
comparación de medias de Tukey se realizaron utilizando el Programa de software estadístico JMP<sup>6</sup>

## **5.5 Desarrollo de biopelículas a partir de almidón acetilado de camote morado**

### **5.5.1 Preparación de biopelículas**

Para la elaboración de las películas se realizaron tres procedimientos:

- a) Se procedió a calentar 75 ml agua desionizada en un vaso de precipitados hasta alcanzar 70 °C y se añadió el ácido esteárico (AE), una vez fundido el ácido graso se sometió a sonicación por 5 min a 40% de amplitud para generar una emulsión. Posteriormente se volvió a colocar en agitación y calentamiento, se añadieron 5 gr de almidón acetilado de camote morado y una vez alcanzados  $85 \pm 3$  °C se mantuvo por 20 min.
- b) Se colocaron 75 ml de agua desionizada en un vaso de precipitados sobre una parrilla de calentamiento y agitación (800 rpm) hasta los 70 °C, una vez alcanzada la temperatura se colocó carboximetilcelulosa (CMC) y se mantuvo bajo esas condiciones hasta disolverse. Finalmente, se procedió a sonicar en un baño ultrasónico por 5 min para eliminar burbujas.
- c) Una vez listas las dos soluciones anteriores se procedió a mezclarlas en un vaso de precipitados sobre una parrilla con agitación (800 rpm) y calentamiento (70 °C) por 10 min, posteriormente se añadió la cantidad correspondiente de glicerol y se mantuvo por 5 min más, finalmente se filtró en gasa. La solución formadora de película se vertió en placas de acrílico de 20x20x0.3 cm (Fig. 3), las placas se colocaron en un agitador oscilatorio por 20 min para homogenizar el gel y se secaron en una estufa con circulación de aire por 24 h a 35 °C. Las películas obtenidas fueron desprendidas y caracterizadas.



**Figura 3.** Vaciado en placa de la solución formadora de película y enrasado para nivelar la cantidad de gel, antes de colocarse en el agitador oscilatorio.

## **5.5.2 Caracterización de biopelículas**

### **5.5.2.1 Espesor**

El espesor de la película se obtuvo utilizando un micrómetro (FTVOGUE) con un rango de 0 a 12.7 mm con una precisión de 0.001 mm. El valor final representó el promedio de 6 mediciones aleatorias de la película de biopolímero.

### **5.5.2.2 Luminosidad y Opacidad**

La luminosidad se determinó promediando cuatro mediciones, dos en el centro y las otras dos en los bordes usando un colorímetro. Las películas se colocaron en una pizarra definida como estándar y se utilizaron las escalas CIE-Lab para medir la luminosidad de las películas.

La opacidad de las películas se calculó dividiendo el valor de absorbancia a 600 nm por el espesor de la película (mm). Cada muestra de película se cortó en una pieza rectangular (3x1 cm) y se colocó directamente en una celda de espectrofotómetro, y las mediciones se realizaron con aire como referencia. Todas las determinaciones se realizaron por triplicado y la opacidad se calculó según la siguiente ecuación:

$$\text{Opacidad}(A_{600}mm^{-1}) = \frac{A_{600}}{d}$$

### 5.5.2.3 Determinación de la Solubilidad y el grado de Hinchamiento de la película

La solubilidad en agua (WS) se definió como la proporción de materia seca soluble de la película que se disuelve después de la inmersión en agua destilada. Se prepararon muestras por triplicado cortando fragmentos de 2 cm<sup>2</sup>, los cuales fueron secados en un horno de aire caliente a 105 ± 1 °C durante 24 h para obtener el peso inicial de la película. Posteriormente, las muestras se sumergieron en un recipiente que contenía 50 ml de agua destilada y se mantuvieron en agitación lenta y constante a 90 rpm en un agitador orbital a 25 °C durante 24 h. A continuación, se sacaron los trozos restantes de películas y se secaron a 105 ± 1 °C hasta que se obtuvo un peso constante (peso seco final).

El porcentaje de la solubilidad total de las películas se calculó usando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Solubilidad} = \frac{w_i - w_f}{w_i} \times 100$$

donde,  $w_i$  y  $w_f$  representan el peso seco inicial y final.

El hinchamiento de las películas se cuantificó colocando trozos de 2 cm<sup>2</sup> a peso constante ( $W_1$ ) en recipientes con 50 ml de agua destilada durante 24 h a 25 °C. A continuación, las películas se secaron superficialmente con papeles de filtro, y luego se pesó la película húmeda ( $W_2$ ). El grado de hinchamiento se calculó usando la siguiente ecuación

$$\text{Grado de hinchamiento (\%)} = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100$$

### 5.5.2.4 Permeabilidad al vapor de agua

La permeabilidad al vapor de agua de las muestras de películas se determinó de acuerdo con el método oficial ASTM D885–02 con algunas modificaciones. Se cubrieron



con las películas frascos cilíndricos de plástico con un diámetro interno de 25.4 mm que contenían 5g de cloruro cálcico (Fig. 4).

Los recipientes de ensayo se colocaron en un desecador a una temperatura de 25 °C y una humedad relativa del  $55 \pm 3$  %. Los cambios en el peso de los contenedores se cuantificaron hasta las 24 h. El gráfico de regresión lineal de pérdida de peso frente al tiempo determinó la pendiente. La tasa de transmisión de vapor de agua (*WVTR*) se definió como la pendiente (g/h) dividida por el área de transferencia ( $m^2$ ). El *WVP* ( $\frac{g}{m \cdot s \cdot MPa}$ ) se calculó como se muestra en la siguiente ecuación:

$$WVP = \frac{WVPRT - tm}{\Delta p} \times 100$$

Donde *WVTR* es la tasa de transmisión de vapor de agua ( $\frac{g}{m^2 \cdot s}$ ) a través de la película, *tm* es el espesor medio de la película y  $\Delta p$  es la diferencia de presión de vapor de agua parcial (MPa) a través de los dos lados de la película.



**Figura 4.** Diseño de contenedor para prueba de permeabilidad al vapor de agua. Frasco estilo pomadera con perforación en tapa de 25.4 mm

#### **5.5.2.5 Análisis de las propiedades físicas y mecánicas de las películas**

Se utilizó el analizador de textura para determinar la resistencia a la tracción, el alargamiento a la rotura y la fuerza máxima siguiendo el método estándar ASTM D 882-02. Se cortaron tiras de películas de 10 mm de ancho y 50 mm de longitud y la distancia de agarre inicial fue de 30 mm y la velocidad de la cruceta fue de 0.50 mm/seg. Se

probaron al menos seis réplicas de cada película. La resistencia a la tracción se calculó dividiendo la fuerza máxima de rotura de la película por el área de la sección transversal de la película. La elongación en la ruptura se determinó dividiendo la diferencia de la distancia final recorrida hasta la ruptura y la distancia inicial de separación por la distancia inicial de separación multiplicada por 100.

$$TS = \frac{Fm}{A} \times 100$$

Dónde; TS.- resistencia a la tracción (MPa);  $Fm$ .- fuerza máxima en el momento de la rotura (N);  $A$  .- área de la sección transversal de la película ( $m^2$ ).

$$\%Elongación = \frac{(do - df)}{do} \times 100$$

Dónde;  $E$ .- elongación (%);  $do$  .- distancia inicial de separación entre garras (cm);  $df$  .- distancia a la ruptura (separación entre las garras en el momento de la ruptura) (cm).

### 5.5.3 Diseño experimental y análisis estadístico

Se utilizó el software Statgraphics Centurion XVI para elaborar una superficie de respuesta con diseño experimental central *compuesto + puntos* estrella para optimizar la combinación de factores que afectan la formación de películas.

El diseño *central compuesto + puntos estrella* generó 18 corridas experimentales (Tabla 3), con cuatro repeticiones en el punto central, y utilizó factores de proceso para evaluar el efecto de las variables independientes (concentración glicerol: 0.3, 0.35 y 0.40 g/g almidón; carboximetilcelulosa: 0.5, 0.75 y 1 g/5g almidón; ácido esteárico 0.025, 0.05, 0.075 g/5g almidón) sobre las variables de respuesta (Solubilidad, hinchamiento, opacidad, luminosidad, fuerza de tensión, elongación, permeabilidad al vapor de agua y actividad de agua). La ecuación polinomial de segundo grado generada por el diseño fue la siguiente:

$$Y = \beta_0 + \beta_1A + \beta_2B + \beta_3C + \beta_{12}AB + \beta_{13}AC + \beta_{23}BC + \beta_{11}A^2 + \beta_{22}B^2 + \beta_{33}C^2$$

Donde  $Y$  es la respuesta predecida;  $\beta_0$  es una constante;  $\beta_1, \beta_2$  y  $\beta_3$  son los coeficientes lineales;  $\beta_{12}, \beta_{13}$  y  $\beta_{23}$  son los coeficientes de interacción entre los tres factores bajo investigación;  $\beta_{11}, \beta_{22}$  y  $\beta_{33}$  son los coeficientes cuadráticos; y  $A, B$  y  $C$  son los códigos de proceso para el glicerol, carboximetilcelulosa y ácido esteárico, respectivamente. Se realizó un análisis de varianza (ANOVA) de la regresión a un nivel de significancia de  $\alpha = 0.05$  para verificar la validez del modelo.

**Tabla 3.** Factores y niveles experimentales

Experimento	Factores		
	Glicerol g/g ACMA*	Carboximetilcelulosa g/5g ACMA*	Ácido esteárico g/5g ACMA*
1	0.35	0.75	0.05
2	0.35	1.1704	0.05
3	0.4	0.5	0.025
4	0.35	0.75	0.05
5	0.35	0.75	0.05
6	0.35	0.3295	0.05
7	0.35	0.75	0.05
8	0.35	0.75	0.0079
9	0.3	0.5	0.075
10	0.4	1	0.025
11	0.4	0.5	0.075
12	0.3	0.5	0.025
13	0.3	1	0.025
14	0.4340	0.75	0.05
15	0.35	0.75	0.0920
16	0.2659	0.75	0.05
17	0.3	1	0.075
18	0.4	1	0.075

\*ACMA= almidón de camote morado acetilado al 10%.

## 6. Resultados y discusiones

### 6.1 Extracción y caracterización de almidón de *Ipomoea batatas*

Los porcentajes de extracción de almidón obtenidos de las tres variedades de camote (blanco, morado y zanahorio) se muestran en la Tabla 4. Se logró obtener una cantidad significativamente diferente ( $p < 0.05$ ) entre las muestras, de la variedad blanca se extrajo 18.7 %, de la morada 16 % y de la zanahorio 7.3 %. Los valores de extracción en promedio coinciden con lo presentado por Moorthy (2002) quien reportó porcentajes del 13 %. Las variaciones en el rendimiento dependen de la materia seca, del contenido de almidón del tubérculo y del estado de madurez (Zárate *et al.*, 2014); sin embargo, durante el desarrollo del experimento se trabajó con muestras obtenidas de la misma región y con igual estado de madurez, por lo que, las variaciones entre las muestras se atribuyeron al contenido y estabilidad del almidón en el tubérculo.

La composición química proximal del almidón se muestra en la Tabla 4. La humedad en el almidón presentó diferencia significativa ( $p < 0.05$ ) entre muestras (Morado 6%, zanahorio 5 % y blanco 4 %) pero con porcentajes suficientemente bajos para mantener estable las muestras. El contenido de cenizas para los tres almidones no presentó diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) por lo que se consideró como un factor que no interfiere en la investigación. Los contenidos de grasa observados en la Tabla 4 mostraron valores significativamente superiores para el almidón de camote zanahorio (1.14%) en comparación con el almidón de camote morado (0.69 %) y blanco (0.69 %), ambos con resultados idénticos. Estos resultados se relacionan con el índice de blancura (IB) (Tabla 4), el almidón de camote blanco presentó valores superiores (93 %), significativamente diferentes ( $p < 0.05$ ) a los presentados en almidones de camote morado (78.2%) y zanahorio (89%). La disminución en el IB se debe a pigmentos residuales presentes en el almidón, este comportamiento también fue observado por López (2017) quien observó cambios en los parámetros de color obtenidos en almidones de camote y otros tubérculos. Una de las características del almidón obtenido es el proceso de purificación por el que fue sometido, el tratamiento con NaOH 0.02% solubilizo las proteínas de las muestras resultando en contenidos proteícos en el almidón no cuantificables por el método Kjeldahl. Los valores encontrados en la composición

químico proximal fueron similares a los reportados por Hernández-Medina *et al.* (2008) quienes obtuvieron 0.22 % en proteína, 0.31 % en grasa y 0.26 % para cenizas en muestras de camote.

Respecto a los contenidos de amilosa presentados en la Tabla 4, se reportaron diferencias significativas entre las muestras ( $p < 0.05$ ). El almidón de camote blanco mostró 24.45 %, el de zanahorio 25.33 % y el de morado 21.73 %. Estos resultados concuerdan con lo reportado en el estudio de Morrison & Laignelet (1983) quienes reportaron valores de 26 % en muestras de almidón de papa y con Hernández-Pérez (2019) quien reportó valores inferiores de amilosa en almidón de camote morado (15%). Enríquez *et al.* (2013) reportan que almidones con mayor contenido de amilosa presentan mayor estabilidad estructural debido a que existe atracción de las cadenas poliméricas dada la alta estabilidad de los enlaces  $\alpha - D - (1 - 4)$ , lo cual se ve reflejado en el aumento de la cantidad de energía para provocar desorganización estructural. Sin embargo, altos porcentajes de amilosa facilitan la retrogradación del almidón y aumentan los valores de viscosidad.

La morfología de los gránulos de almidón se muestra en las microfotografías de la Fig. 5 y la Tabla 4 muestra sus respectivos tamaños promedio. Las tres variedades de camote presentaron un tamaño similar, sin embargo, los gránulos del camote morado (Fig. 5 c y d) y zanahorio (Fig. 5 e y f) presentaron un tamaño de 13.6  $\mu\text{m}$  y 12.94  $\mu\text{m}$  que fueron significativamente diferentes ( $p < 0.05$ ) a los gránulos de camote blanco (Fig. 5 a y b) con 11.1  $\mu\text{m}$ . Las tres variedades de camote presentaron gránulos con formas esféricas, ovaladas y algunos poligonales (tipo almeja) con superficies lisas, planas y sin grietas evidentes. Estos resultados concuerdan con Hernández *et al.* (2008) quienes reportaron valores promedio de diámetro de 12.41  $\mu\text{m}$  para gránulos de camote con forma esférica similares a los encontrados y dentro del intervalo de 2-72  $\mu\text{m}$  para gránulos de camote presentado por Moorthy (2002).

**Tabla 4. Caracterización química proximal del almidón**

Especie	%Rendimiento de extracción	Tamaño de gránulos ( $\mu\text{m}$ )	%Amilosa	%Humedad	%Ceniza	%Extracto etéreo	%Proteína	IB
<b>Morado</b>	16.05 $\pm$ 0.21 <sup>B</sup>	13.64 $\pm$ 2.83 <sup>A</sup>	21.73 $\pm$ 0.05 <sup>C</sup>	6.0 $\pm$ 0.16 <sup>A</sup>	0.042 $\pm$ 0 <sup>A</sup>	0.69 $\pm$ 0.15 <sup>B</sup>	Nc*	78.2 $\pm$ 1.8 <sup>C</sup>
<b>Blanco</b>	18.79 $\pm$ 0.22 <sup>A</sup>	11.12 $\pm$ 2.93 <sup>B</sup>	24.45 $\pm$ 0.10 <sup>B</sup>	4.34 $\pm$ 0.12 <sup>C</sup>	0.043 $\pm$ 0 <sup>A</sup>	0.69 $\pm$ 0.05 <sup>B</sup>	Nc*	93 $\pm$ 0.6 <sup>A</sup>
<b>Zanahorio</b>	7.35 $\pm$ 0.22 <sup>C</sup>	12.94 $\pm$ 2.41 <sup>A</sup>	25.33 $\pm$ 0.36 <sup>A</sup>	5.20B $\pm$ 0.02 <sup>B</sup>	0.056 $\pm$ 0.01 <sup>A</sup>	1.14 $\pm$ 0.02 <sup>A</sup>	Nc*	89.1 $\pm$ 0.6 <sup>B</sup>

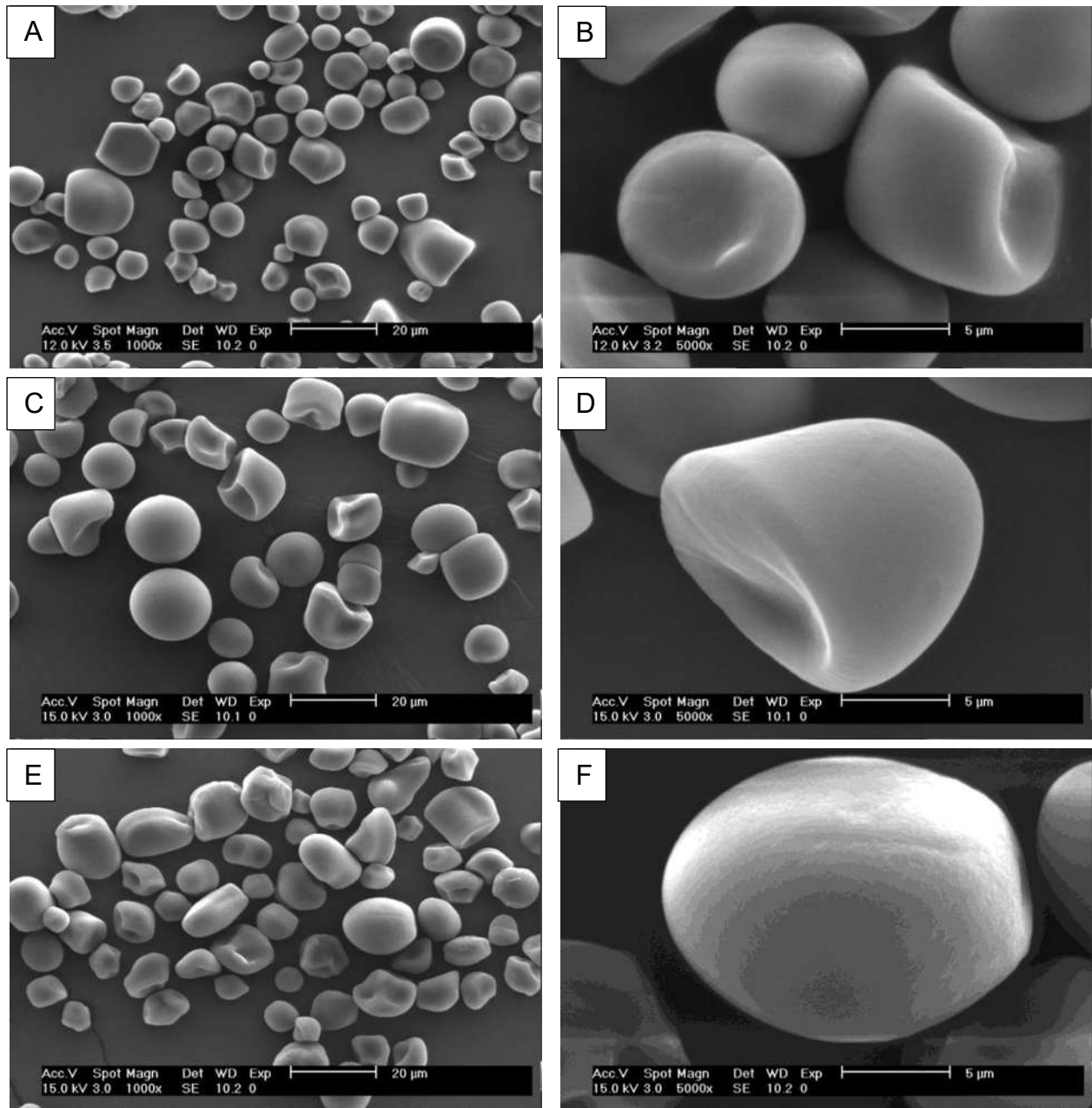
Análisis de composición químico proximal a tres muestras de almidón obtenidas de tres variedades de camote del municipio de Charo en Michoacán. Las medias no conectadas por la misma letra, en la misma columna, son significativamente diferentes (Tukey  $p < 0.05$ ). Resultados obtenidos de 3 repeticiones. Nc\*= No cuantificable. IB= índice de blancura.

La claridad indica el grado de transparencia de las pastas y está directamente relacionada con el estado de dispersión de los solutos y con la tendencia a la retrogradación de los almidones. La capacidad de estas pastas para transmitir la luz cuando son sometidas al paso de un haz radiante mide su claridad. En dicha evaluación se determinó que de acuerdo con los parámetros establecidos de transmitancia menores al 40 % en todas las lecturas, estos almidones son considerados como formadores de geles o pastas opacos o turbios. Los valores de transmitancia (% T) obtenidos en las muestras de almidón de camote presentaron un comportamiento similar. En las primeras 24 h existió diferencia significativa ( $p < 0.05$ ), pero a partir de los siguientes valores para las 48 y 72 h el gel de almidón no presentó diferencia (Tabla 5 y Fig. 6), lo cual puede ser atribuido a diferencias en las zonas funcionales producidas por las moléculas de amilopectina que reflejan o dispersan una cantidad significativa de luz, factores de hinchamiento de almidón y a la presencia de fragmentos de gránulos de almidón (Perera *et al.*, 1999; Velásquez-Barreto *et al.*, 2018).

**Tabla 5.** Caracterización de las propiedades fisicoquímicas, ópticas y funcionales de almidones nativos

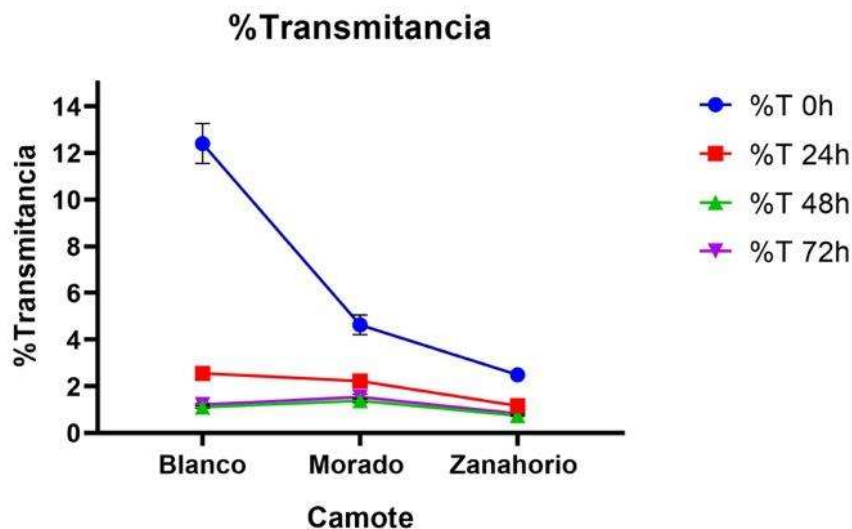
Análisis	Fuente de almidón		
	Camote Blanco	Camote Morado	Camote Zanahorio
<b>Claridad*</b>			
%T 0 h	12.40±0.85 <sup>A</sup>	4.63±0.42 <sup>A</sup>	2.48±0.11 <sup>A</sup>
%T 24 h	2.55±0.22 <sup>B</sup>	2.21±0.26 <sup>B</sup>	1.16±0.02 <sup>B</sup>
%T 48 h	1.10±0.04 <sup>C</sup>	1.38±0.07 <sup>C</sup>	0.74±0.03 <sup>C</sup>
%T 72 h	1.20±0.05 <sup>C</sup>	1.53±0.11 <sup>C</sup>	0.82±0.03 <sup>C</sup>
<b>Sinéresis*</b>			
<b>Refrigeración</b>			
% 24 h	2.23±0.30 <sup>B</sup>	2.19±0.06 <sup>B</sup>	2.88±0.21 <sup>A</sup>
% 48 h	2.49±0.30 <sup>AB</sup>	2.43±0.35 <sup>B</sup>	3.16±0.11 <sup>A</sup>
% 72 h	3.00±0.26 <sup>A</sup>	2.59±0.64 <sup>A</sup>	3.27±0.004 <sup>A</sup>
% 96 h	4.73±0.21 <sup>A</sup>	2.87±0.66 <sup>B</sup>	4.01±0.01 <sup>A</sup>
<b>Congelación</b>			
% 24 h	1.43±0.13 <sup>B</sup>	2.28±0.14 <sup>A</sup>	2.52±0.05 <sup>A</sup>
% 48 h	2.16±0.18 <sup>B</sup>	4.21±0.81 <sup>B</sup>	17.17±1.45 <sup>A</sup>
% 72 h	2.16±0.18 <sup>B</sup>	4.21±0.81 <sup>B</sup>	22.57±1.77 <sup>A</sup>
% 96 h	2.16±0.18 <sup>B</sup>	4.32±0.99 <sup>B</sup>	23.41±1.39 <sup>A</sup>
<b>Viscosidad (cP)*</b>			
Pico	4071 <sup>A</sup>	3364 <sup>B</sup>	4023 <sup>A</sup>
En ruptura	1933 <sup>B</sup>	2011 <sup>B</sup>	2359 <sup>A</sup>
Final	2929 <sup>C</sup>	3793 <sup>B</sup>	4021 <sup>A</sup>
<b>DSC*</b>			
To °C	62.86±0.79 <sup>A</sup>	59.69±0.01 <sup>B</sup>	63.82±0.14 <sup>A</sup>
Tp °C	67.72±0.58 <sup>A</sup>	63.99±0.25 <sup>B</sup>	68.23±0.09 <sup>A</sup>
Tf °C	73.36±0.14 <sup>A</sup>	70.00±0.67 <sup>B</sup>	74.66±0.02 <sup>A</sup>
ΔH (Jg <sup>-1</sup> )	15.15±0.31 <sup>A</sup>	13.64±0.02 <sup>B</sup>	15.38±0.43 <sup>A</sup>
<b>Pruebas de solubilidad*</b>			
IAA	10.36±1.02 <sup>A</sup>	4.16±0.14 <sup>C</sup>	8.28±0.09 <sup>B</sup>
ISA	2.11±0.04 <sup>A</sup>	0.40±0.01 <sup>C</sup>	1.14±0.02 <sup>B</sup>
PH	10.59±1.04 <sup>A</sup>	4.63±0.14 <sup>C</sup>	8.37±0.09 <sup>B</sup>

Caracterización de las principales propiedades analizadas a tres muestras de almidón camote obtenidas del municipio de Charo en Michoacán. Las medias no conectadas por la misma letra, en la misma \*columna o +fila, son significativamente diferentes. (Tukey p<0.05). Resultados obtenidos de 3 repeticiones. IAA (Índice de absorción en agua), ISA (Índice de solubilidad en agua), PH (Poder de hinchamiento).



**Figura 5.** Microfotografías de los gránulos de los almidones de tres variedades de camote: camote blanco imagen A y B, camote morado imagen C y D, y camote zanahorio imagen E y F. Las tres variedades de camote presentaron gránulos con formas esféricas, ovaladas y algunos poligonales (tipo almeja) con superficies lisas, planas y sin grietas evidentes





**Figura 6.** Comparación del porcentaje de transmitancia por variedad de camote. Las lecturas de medición fueron evaluadas durante 4 días y se observó una disminución en la claridad de las muestras.

El viscoamilograma del almidón obtenido de las tres variedades de camote se presenta en la Fig. 7 (a) y los valores de los principales picos de viscosidad (pico, en ruptura y final) se muestra en la Tabla 5. El estudio de la viscosidad frente a temperatura permite conocer el comportamiento de las pastas de almidón en el proceso de gelatinización y retrogradación.

La viscosidad pico se obtiene durante la formación de las pastas cuando hay una mayoría de gránulos hinchados intactos y cuando aún no ocurre la alineación de los polímeros solubilizados dentro del campo de corte del instrumento, en este caso el almidón de camote morado presentó las viscosidades pico más bajas con 3364 cP (Fig.7 b) comparado con el almidón de camote blanco y zanahorio quienes presentaron viscosidades similares, dicho comportamiento puede estar influenciado por una mayor tendencia a absorber agua en el proceso de calentamiento lo que los lleva a ocupar un mayor volumen y otorgar una mayor viscosidad (Nadia *et al.*, 2014).

En la viscosidad en ruptura (etapa de retención) los gránulos empiezan a romperse, continua la solubilización de los polímeros y se presenta el alineamiento molecular. En este punto se registra una caída en la viscosidad. Los valores de viscosidad del almidón de camote presentaron este comportamiento, el cual es característico del rompimiento de la estructura granular del almidón (Hernández-medina *et al.*, 2008), observándose que

para los almidones de camote zanahorio y blanco hay un decaimiento mayor (1664 y 2138 cP, respectivamente) comparado con 1353 cP presentado por el almidón de camote morado. Lo que indica que los dos almidones anteriores no son resistentes al estrés mecánico y térmico, y por ende presentan menor estabilidad, que puede estar asociada a la presencia de una estructura intergranular más débil, lo que origina que sean más frágiles y susceptibles a la ruptura por fuerzas térmicas y mecánicas (Jiménez-Villalba, *et al.*, 2019).

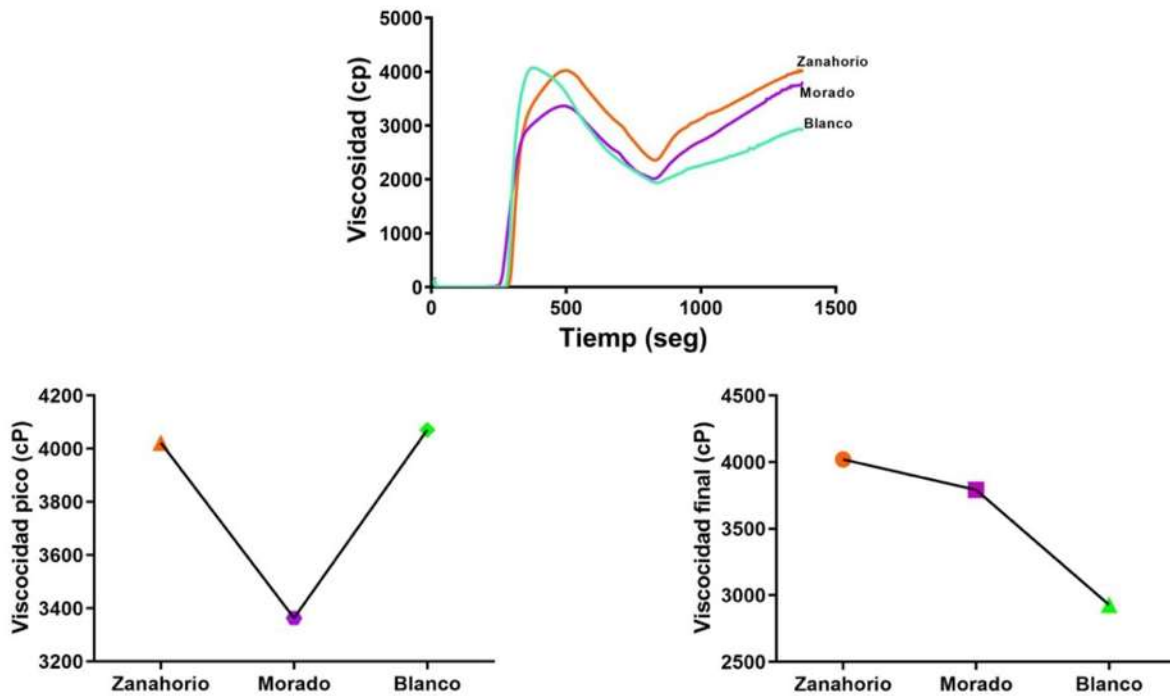
El pico en final (fase de enfriamiento) (Fig. 7 c) la amilosa y la amilopectina solubilizadas empieza a reasociarse, registrándose otro aumento en la viscosidad. Se observó dicha reasociación en las moléculas disueltas durante el calentamiento. En el almidón de camote blanco existe una reasociación menor en comparación de los otros dos almidones, el de camote morado incrementa su viscosidad y el de camote zanahorio casi iguala su parámetro inicial. Dicho comportamiento es debido a la producción de cadenas cortas durante este reordenamiento (Han & Hamaker, 2001) lo que ocasiona cambios en la viscosidades. La viscosidad final se asocia con el fenómeno de retrogradación y se relaciona al contenido de amilosa. El almidón con alto contenido de amilosa (almidones de camote blanco y zanahorio) se describen generalmente como de alta tendencia a la retrogradación; en contraste, el almidón con menor contenido de amilosa presenta un comportamiento opuesto (almidón de camote morado). Por lo cual las diferencias en los valores de retrogradación de los almidones evaluados se deben posiblemente a la presencia de la amilosa, la baja capacidad de retrogradación de la amilopectina y a una mayor asociación intermolecular entre la amilosa y la amilopectina (Hoover & Ratnayake, 2002).

Todos los sistemas de almidón-agua mostraron la transición endotérmica DSC típica entre 59 y 75 °C (Tabla 5), con temperaturas de gelatinización bien definidas;  $T_0$ : temperatura de inicio,  $T_p$ : temperatura máxima,  $T_f$ : temperatura de conclusión, y  $\Delta H$ : entalpía de gelatinización, obtenidas a partir del termograma DSC descrito en la Fig. 8.

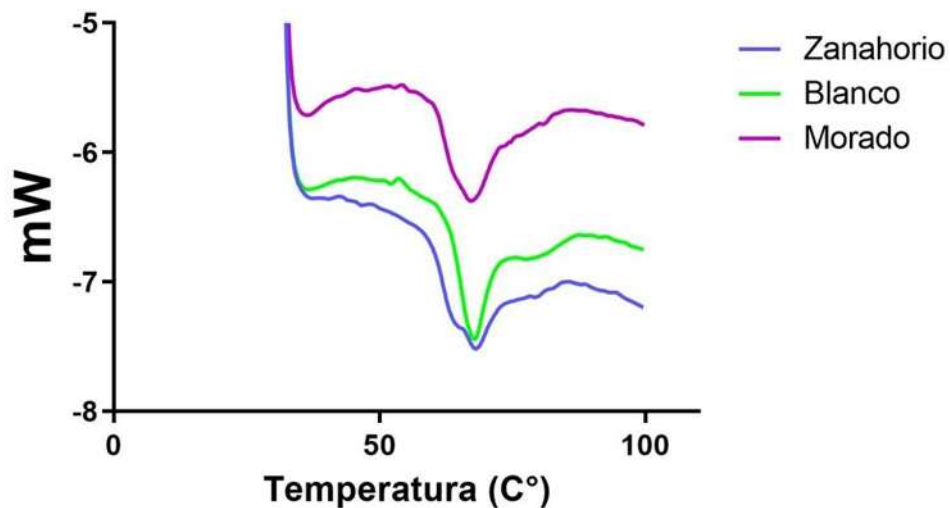
La temperatura de gelatinización ( $T_p$ ) no mostró diferencia significativa entre el almidón nativo de los camotes zanahorio y blanco, pero sí ( $p < 0.05$ ) entre estos últimos y el almidón de camote morado (Tabla 5). La transición endotérmica de los gránulos de almidón se propuso previamente para representar tanto la absorción de agua como el

comportamiento de hinchamiento de los gránulos de almidón. El almidón de camote morado mostró el menor diferencial de entalpía de gelatinización ( $\Delta H$ ) que fue significativamente diferente ( $p < 0.05$ ) a los presentados por los almidones de camote zanahorio y blanco quienes exhibieron valores mayores y similares, probablemente por la estructura más enredada y contenido de amilosa y amilopectina, lo que resulta en un requerimiento mayor energía para su desorganización estructural.

Los resultados expuestos por los almidones para viscosidad y las transiciones endotérmicas DSC están relacionados y demuestran la fragilidad de los gránulos de almidón en el proceso de absorción de agua frente a una temperatura definida. El almidón de camote morado presentó mayor estabilidad estructural con una menor tendencia a la retrogradación esto ocasiona que las temperaturas del proceso de gelatinización mostradas en DSC sean inferiores a las presentadas por los otros almidones, esta diferencia puede atribuirse a que la temperatura de gelatinización de los almidones puede variar por efectos a la composición y estructura molecular que posee cada gránulo. Se ha informado que entre más amilosa posea un almidón (Tabla 4), éste requerirá de una mayor temperatura para dar inicio al proceso de gelatinización y retrogradación, debido al comportamiento hidrofóbico del polisacárido que dificulta el ingreso de agua al gránulo (Beleia *et al.*, 2006; Jiménez-Villalba *et al.*, 2019), siendo consistente con los resultados de amilosa observados en la Tabla 4.



**Figura 7.** Viscoamiliograma de almidón de las tres muestras de camote. A) Descripción del comportamiento viscoso frente a temperatura en tres muestras de almidón. B) Comparación de la viscosidad pico en cP de almidón de tres variedades de camote C) Comparación de la viscosidad final en cP de almidón de tres variedades de camote.



**Figura 8.** Termograma DSC de almidones de tres variedades de camote que describe el comportamiento de las muestras frente a temperatura.

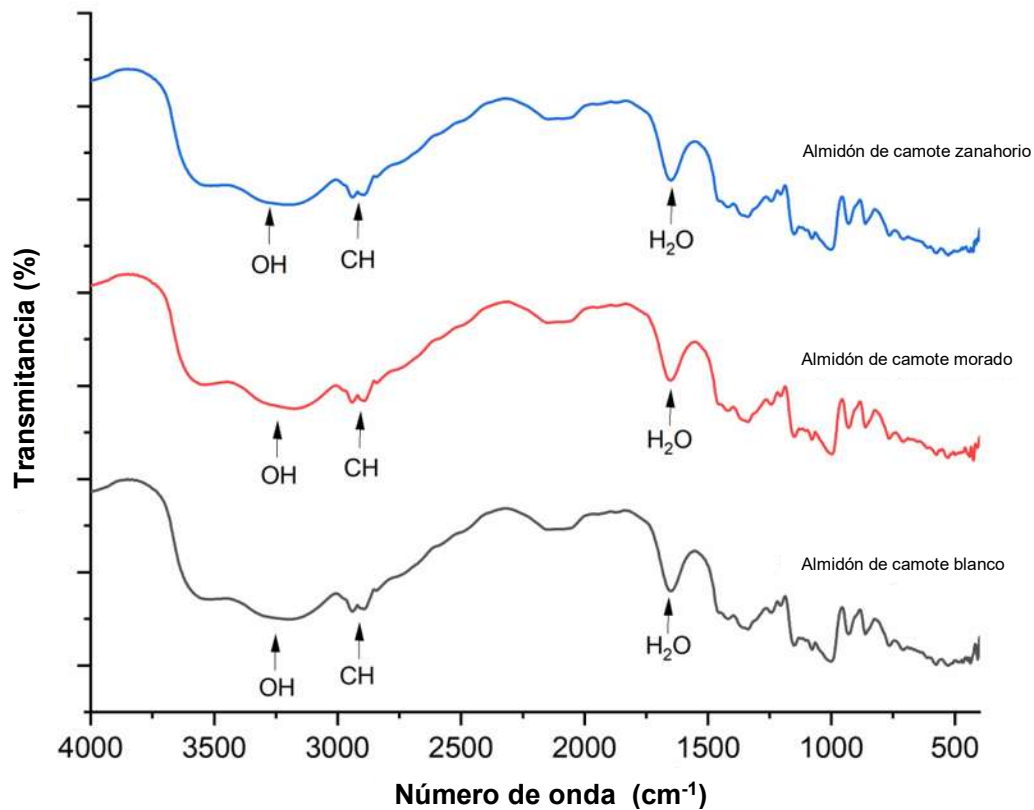
La evaluación de la estabilidad a la refrigeración y congelación consiste en verificar la expulsión del agua (sinéresis) contenida en los geles como consecuencia de la reorganización de las moléculas del almidón (Ancona *et al.*, 2001). Referente al porcentaje de pérdida de peso de agua presentado en la Tabla 5 como sinéresis en refrigeración se puede observar que el almidón más estable significativamente hasta las 96 h de medición es el obtenido de camote morado. En el proceso de congelación (Tabla 5) se observa que a las 96 h el almidón de camote morado presentó un aumento de pérdida de agua, el cual, no es significativo ( $p < 0.05$ ) comparado contra el del camote blanco; sin embargo, el obtenido con camote zanahorio presenta un porcentaje de pérdida significativo ( $p < 0.05$ ) frente a los otros dos (23 % de pérdida). Estas diferencias podrían estar relacionadas con su capacidad para absorber y retener agua. Soni & Gharia (1990) mencionan que cuando los almidones se someten a sucesivos ciclos de congelación, su estructura se ve afectada, ya que hay una redistribución y dilución de las pastas de almidón por el crecimiento y disolución de los cristales de hielo. Este comportamiento se dio en el almidón de camote zanahorio y blanco al final del ciclo, por haber presentado una baja estabilidad a los procesos de refrigeración y congelación, ocasionando la pérdida del agua atrapada en el gel.

Las pruebas de solubilidad IAA (Índice de absorción en agua), ISA (Índice de solubilidad en agua) y PH (Poder de hinchamiento) muestra una marcada diferencia significativa ( $p < 0.05$ ) en todos los casos respecto al almidón de camote morado contra a las otras variedades; se puede observar que este almidón de camote morado presenta una solubilidad menor; lo cual, puede estar relacionado directamente con el menor contenido de amilosa, la sinéresis y su comportamiento viscoso. Así mismo, pueden relacionarse con el contenido de amilopectina, ya que a mayor contenido de amilopectina se incrementa el poder de hinchamiento de los almidones y se producen geles más elásticos (Zhou *et al.*, 1998).

Las principales bandas de transmisión de los almidones de camote de variedad zanahorio, blanco y morado se observaron en la Fig. 9 y Tabla 6. El comportamiento registrado fue similar en los tres almidones en las señales de transmitancia en el rango de  $400-4000\text{ cm}^{-1}$ , donde se presenta una banda ancha y fuerte entre  $3000-3500\text{ cm}^{-1}$  que corresponden a alargamientos de los grupos OH de los grupos hidroxilo libres

enlazados intra e intermolecularmente presentes en las unidades de anhidroglucosa de la amilosa y la amilopectina (Guo *et al.*, 2014). Números de onda entre 2850-3000  $\text{cm}^{-1}$ , se asocian a la tensión CH de la unidad de anhidro glucosa de las moléculas de almidón (Xu *et al.*, 2004), indicando la presencia de grupos metilenos ( $\text{CH}_2$ ) (Enríquez *et al.*, 2013), los cambios de intensidad en este rango pueden atribuirse a las variaciones en la cantidad de amilosa y amilopectina presentes en los almidones (Andrade *et al.*, 2012). Se observaron otras bandas de transmisión características entre 1640  $\text{cm}^{-1}$  y 1650  $\text{cm}^{-1}$ , correspondientes al agua estrechamente ligada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) en las moléculas del almidón, y entre 1158  $\text{cm}^{-1}$  y 990  $\text{cm}^{-1}$ , que se atribuyeron a la extensión del enlace CO (Khalili *et al.*, 2011). Las bandas cercanas a 990  $\text{cm}^{-1}$  se asocian al enlace CO de COC, y alrededor de 1081 y 1158  $\text{cm}^{-1}$  se atribuyen principalmente al anillo anhidroglucosa CO tramo de COH en almidón (Guo *et al.*, 2014). Por su parte, en 1158 y 1081  $\text{cm}^{-1}$  se encuentran asociadas a las estructuras ordenadas del almidón, mientras que en 990  $\text{cm}^{-1}$  está asociada estructuras amorfas del almidón (Khatoon *et al.*, 2009; Sevenou *et al.*, 2002).

El comportamiento observado en los espectros FT-IR evaluados (Fig. 9) coinciden con la identificación molecular de almidones nativos, expuesta por Salcedo *et al.* (2017), en la cual, se analizan los picos más relevantes, en una franja comprendida entre 3900 y 1087 $\text{cm}^{-1}$ , indicando la presencia de grupos OH, CH y CO; a su vez, mantuvo similitud con almidones nativos de yuca y ñame, donde se muestran rangos de número de onda entre 500 y 4000 $\text{cm}^{-1}$  y bandas características en 3000-3900 $\text{cm}^{-1}$  y 1087 $\text{cm}^{-1}$  (Jiménez-Villalba *et al.*, 2019).



**Figura 9.** Espectroscopia de infrarrojo de tres variedades de almidón de camote. Descripción de los principales grupos funcionales presentes en la molécula de almidón (OH, CH y CO) en el rango de 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  correspondiente al infrarrojo medio en el espectro electromagnético.

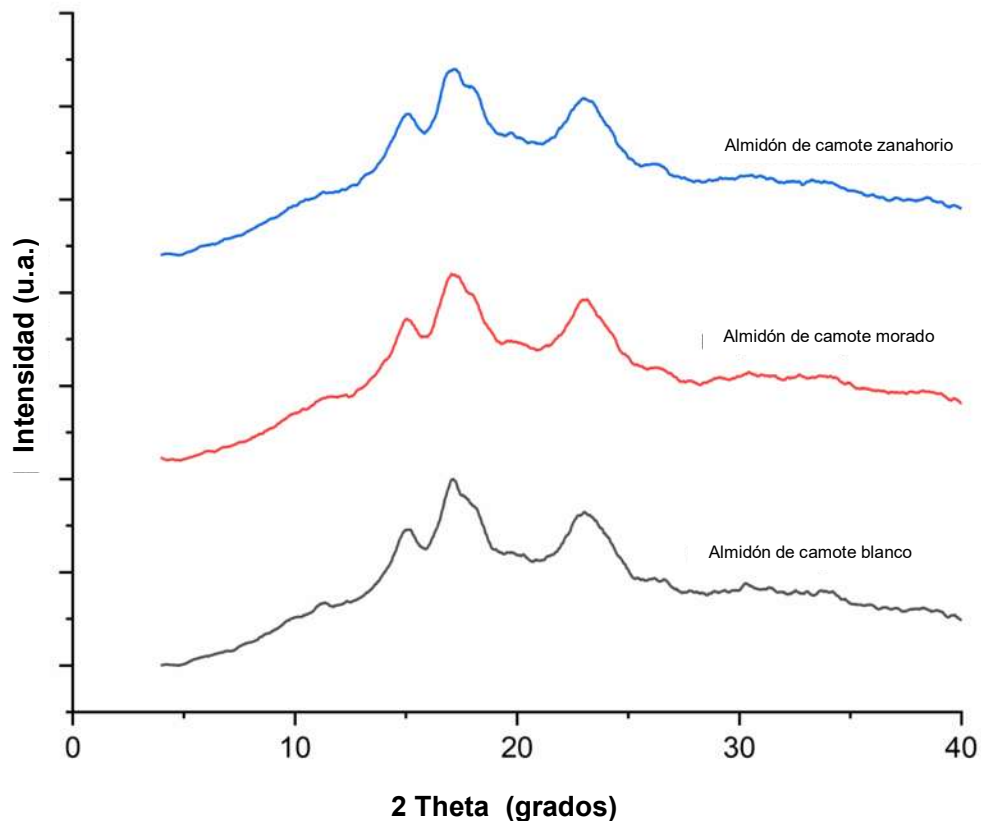
**Tabla 6.** Tipo de enlaces obtenidos de la espectroscopia FTIR de almidón de tres variedades de camote y sus números de onda

Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Tipo de enlace
3385 - 3423 $\text{cm}^{-1}$	Alargamiento O-H
2850 - 3000 $\text{cm}^{-1}$	Alargamiento C-H
1639 - 1645 $\text{cm}^{-1}$	Flexión O-H (agua)
1158 $\text{cm}^{-1}$ y 990 $\text{cm}^{-1}$	Alargamiento C-O

Principales tipos de enlace correspondientes a muestras de almidón nativo de camote.

El patrón de difracción de rayos-X (DRX) correspondiente a los almidones nativos se muestra en la Fig. 10. La parte amorfa del gránulo del almidón está formada esencialmente por la amilosa, mientras que la región cristalina por cúmulos paralelos de cadenas cortas en la amilopectina, la que asimismo, presentan regiones amorfas y regiones altamente cristalinas (Rodríguez *et al.*, 2001). Los difractogramas presentaron señales alrededor de  $11.1^\circ$ ,  $14.4^\circ$ ,  $17.2^\circ$ ,  $19.5^\circ$ ,  $22.2^\circ$ , y  $24^\circ$  para el ángulo  $2\theta$ , que corresponden a los índices de Miller de los planos cristalinos (111), (140), (131), (103), (113), (132) y (142) respectivamente, estos planos cristalinos se asocian principalmente a una celda unitaria hexagonal debida al empaquetamiento de doble hélice hidratada de la amilopectina (Prado *et al.*, 2013; Singh *et al.*, 2006). Por lo que se les asignó un patrón del tipo "C" (Mezcla de patrones A y B). Lo cual coincide con lo descrito Hernández-Pérez (2019) quien reportó el patrón tipo C para almidón de camote. En la literatura no hay homogeneidad respecto a la asignación de patrones de difracción de rayos X para almidones provenientes de raíces y tubérculos no tradicionales como taro, cará, batata y kudzu (Geng *et al.*, 2007; Huang, 2009). Se observó que el almidón de camote morado mostró una cristalinidad (%) mayor (37.39%) que los otros almidones (blanco 34.66% y zanahorio 35.85%). Estos resultados están relacionados con los contenidos de amilosa de la Tabla 4, el almidón de camote morado presentó valores inferiores de amilosa ( $p < 0.05$ ) comparados con los almidones blanco y zanahorio quienes presentaron valores superiores, la diferencia en estos valores se ve reflejada en el grado de cristalinidad de la muestra. Estos porcentajes de cristalinidad son similares a los reportados por Hernández-Pérez (2019) con valores entre 31-35% en muestras de almidones de camote.





**Figura 10.** Difracción de rayos-X de almidones de tres variedades de camote. La imagen correspondiente muestra las principales señales alrededor de  $11.1^\circ$ ,  $14.4^\circ$ ,  $17.2^\circ$ ,  $19.5^\circ$ ,  $22.2^\circ$ , y  $24^\circ$  para el ángulo  $2\theta$ , que corresponden a los planos (111), (140), (131), (103), (113), (132) y (142).

De acuerdo con Bertolini (2009) la principal diferencia entre los almidones se encuentra en su contenido de amilosa y amilopectina y en la forma en la que estos polisacáridos se relacionan entre sí formando el gránulo de almidón. Las principales características que hacen del almidón un material interesante para la elaboración de películas y posteriores modificaciones químicas son dependientes de dichas diferencias, debido a que determinan las propiedades fisicoquímicas, funcionales y reológicas del almidón. La muestra de almidón de camote morado presentó contenidos superiores de amilopectina y que de acuerdo con García *et al.* (2007) la semicristalinidad y la degradación térmica de las películas de almidón están en función del contenido de la misma. Así mismo, presentó mayor estabilidad a la retrogradación y a la pérdida de agua

en refrigeración y congelación. Además de la disminución en los valores de solubilidad y viscosidad. Este comportamiento fue similar al encontrado en el estudio de Enríquez *et al.* (2013) quienes analizaron las propiedades fisicoquímicas de tres variedades de almidón de yuca (*Manihot sculenta Crantz*) para la elaboración de empaques biodegradables, sin embargo, los resultados presentados por el almidón de camote morado fueron mejores.

## 6.2 Modificación química por acetilación y caracterización de almidón de camote morado

Posterior a los resultados obtenidos, se selecciono el almidón de camote morado y se proceso mediante una modificación química sustituyendo parcialmente los grupos hidróxilo (OH) por acetilos.

La Tabla 7 muestra los resultados obtenidos del proceso de acetilación en donde se pudo observar que el incremento en el porcentaje de anhídrido acético en la reacción aumenta el porcentaje de grupos acetilo y el grado de sustitución (GS), que equivale al número promedio de grupos  $-OH$  que se reemplazaron por grupos  $CH_3 - C = O$  en la molécula de almidón de camote. Los resultados obtenidos en la muestra de almidón de camote morado acetilado con el 15% de anhídrido acético (1.40 % en grupos acetilo y 0.05 en grado de sustitución) son similares a los descritos por Anchundia (2019) quien describe 1.58 % de porcentaje de acetilación y 0.058 para grado de sustitución en muestras de almidón de camote blanco, los cuales entran dentro de la clasificación de bajo grado de sustitución.

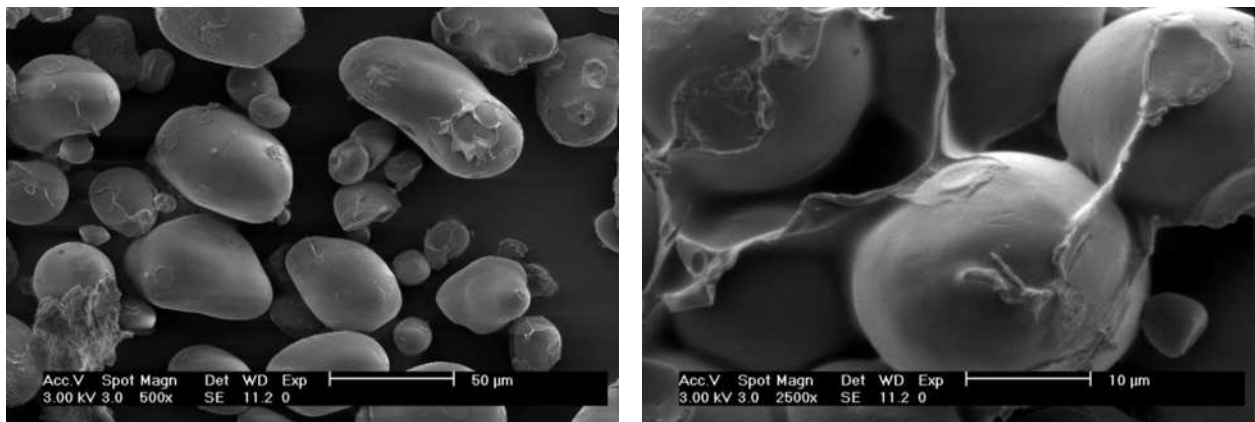
El bajo GS encontrado en las muestras de ambos almidones modificados (al 10% y 15%), permite afirmar que serían aptos para su empleo en la industria de alimentos, pues cumplen con los requisitos establecidos por el JECFA (2001) (Informe del comité mixto FAO-OMS de expertos sobre aditivos alimentarios), FDA (Administración de Drogas y Alimentos) y FAO (2007) (Organización de las Naciones Unidas para la alimentación y la agricultura), cuyos valores no deben exceder el 2.5 % y 0.08 % para el grado de acetilación y grado de sustitución, respectivamente (Vargas *et al.*, 2016). Un grado de sustitución bajo es indicativo de la preservación de la estructura del gránulo durante el proceso de modificación lo que permite obtener derivados propósitos farmacéuticos y alimenticios (López, 2011).

Las micrografías obtenidas demostraron que la morfología del gránulo se afectó por el proceso de acetilación. Cuando se incrementó al 10% de anhídrido acético, la superficie del almidón de camote presentó un ligero cambio superficial (Fig. 11); sin embargo, el almidón acetilado al 15% (Fig. 12) mostró algunas fracturas y restos de gránulos.

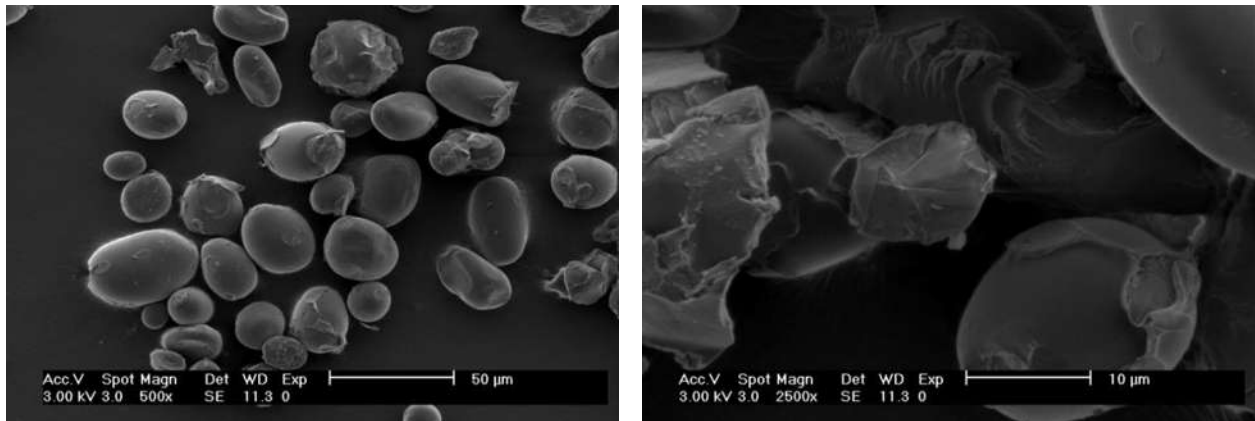
**Tabla 7. Porcentaje de acetilación y grado de sustitución**

Muestra	Grupos acetilo	Grado de sustitución
<b>Morado</b>		
Morado Aac10%	0.50±0.08 <sup>B</sup>	0.01±0.003 <sup>B</sup>
Morado Aac15%	1.40±0.03 <sup>A</sup>	0.05±0.001 <sup>A</sup>

Resultados obtenidos del proceso de acetilación en dos niveles del almidón de camote morado con clasificación de bajo grado de sustitución. Las medias no conectadas por la misma letra, en la misma columna, son significativamente diferentes (Tukey  $p < 0.05$ ). Resultados obtenidos de 3 repeticiones.



**Figura 11.** Almidón de camote morado acetilado al 10%. Las imágenes muestran el daño parcial a la superficie del gránulo de almidón ocasionado por el tratamiento químico con anhídrido acético.



**Figura 12.** Almidón de camote morado acetilado al 15%. Las imágenes muestran el daño a la superficie del gránulo de almidón ocasionado por el tratamiento químico con anhídrido acético

La claridad de las pastas es un parámetro que brinda información sobre la facilidad con la que los geles de almidón permiten el paso de la luz. Los resultados obtenidos (Fig.13 y Tabla 8) mostraron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ), los valores presentados a las 72 h para las dos muestras de almidón modificado (2.5 y 2.4 % T para el 10 % y 15 % de acetilación respectivamente) fueron superiores a las presentadas en horas inferiores y a la muestra de almidón nativo. Dicha tendencia podría atribuirse a que la asociación de las ramificaciones externas de la amilopectina, responsable de la turbiedad y sinéresis de las dispersiones acuosas de almidón, se encuentra limitada por los nuevos grupos funcionales incorporados en la acetilación (Betancur, Chel, Guerrero, Camelo, & Ortiz, 2001).

La pérdida de peso observada en el proceso de sinéresis de la Tabla 8 mostró un comportamiento característico en la modificación de almidones. Al someter almidones modificados a refrigeración se observó que la acetilación al 10% produjo muestras con menores pérdidas de agua ( $p < 0.05$ ) 0.41% luego de 96 h inclusive frente a almidones nativos (2.82 %); sin embargo, la acetilación al 15% provocó un aumento en la pérdida de agua (6.2 %), este comportamiento se debe probablemente a que concentraciones bajas de grupos acetilo en la molécula de agua estabilizan la estructura y dificultan la salida de agua, al incrementar el grado de sustitución la estabilidad del gránulo se ve disminuida por lo que el agua tiende a escapar con mayor facilidad.

El proceso de congelación provocó en los almidones modificados pérdidas de agua significativamente diferentes ( $p < 0.05$ ) comparadas con almidones nativos, la acetilación al 10% y 15% liberó cantidades de agua cercanas al 30 % que comparadas a los almidones nativos (4%) representan una cantidad importante de pérdida.

Los perfiles de viscosidad para el almidón nativo y los acetilados de camote morado se muestran en la Tabla 8 y Fig. 14. Se presentaron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras. El gel almidón nativo mostró valores de viscosidad superiores en todos los picos (3364 cP para viscosidad máxima, 2011 cP en ruptura y 3793 cP en el punto final) comparados con los obtenidos en las muestras acetiladas. Además, se observó que al aumentar el grado de sustitución los valores de viscosidad disminuyeron, lo cual puede ser explicado por la introducción de grupos acetilo, que ocasionan un cambio estructural en la molécula. Esta disminución en los valores de viscosidad está

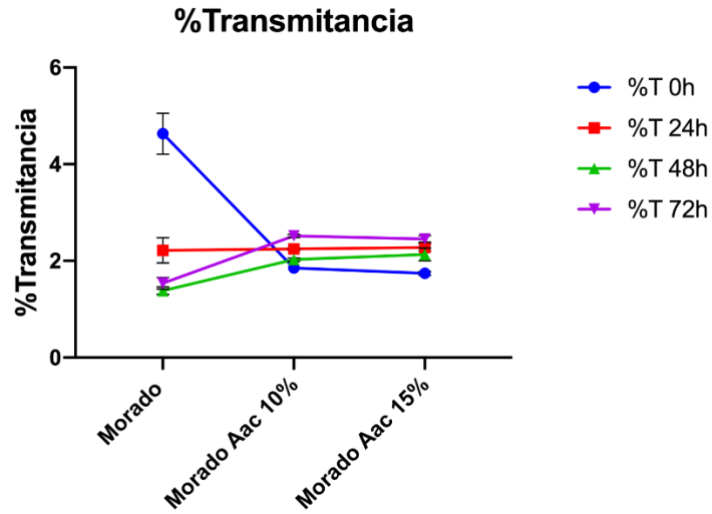
relacionada con una tendencia menor a la retrogradación. La disminución del pico máximo de viscosidad del almidón luego de la modificación es el resultado de un efecto en los gránulos de almidón durante el proceso de modificación, donde ocurre un debilitamiento de los enlaces inter e intramoleculares (como los puentes de hidrógeno), reorganización estructural de la mayoría del componente amorfo y parte de la región cristalina, lo que sucede particularmente bajo un medio alcalino, tal como ocurrió también en el proceso de modificación reportado por Lawal (2011).

Las temperaturas iniciales, pico y finales del proceso de gelatinización obtenidas en la calorimetría diferencia de barrido son presentados en la Tabla 8 y Fig. 15. Los valores mostrados exhibieron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ). El almidón nativo y acetilado al 15 % de camote expusieron valores superiores en las temperaturas descritas comparado con el almidón acetilado al 10%, este comportamiento según lo reportado en Anchundia (2019) son debidas a la fragilidad granular, al incorporar grupos acetilo en los posibles sitios de sustitución de las unidades de anhidroglucosa, ya que se amplían los espacios entre las cadenas aumentando el volumen libre entre estas, influyendo en la reducción de las temperaturas descritas en el termograma. En cuanto al valor de la entalpía de gelatinización se pudo observar una disminución en los almidones modificados, esto se atribuyó a que durante la modificación el gránulo sufre daño estructural, lo que provocó una disminución en la entalpía de gelatinización (López, 2017). Sin embargo, aunque el diferencial de temperatura ( $\Delta H$ ) se vio disminuido no presentó diferencia significativa ( $p < 0.05$ ). Prieto-Méndez *et al.* (2010) encontraron efectos similares en el almidón tratado con anhídrido acético, aumentó su GS y disminuyeron las temperaturas de los almidones modificados entre 6.4-12.9 °C con respecto a las temperaturas de los almidones nativos. Estas características también fueron reportadas en otros almidones acetilados como en los obtenidos de arroz y avena (Mirmoghtadaie *et al.*, 2009). Asimismo Singh *et al.* (2004) informaron que estos comportamientos luego de la modificación son debidos a la disminución de cristales dentro de gránulo debido a que parte de los mismos resultan dañados durante el proceso químico.

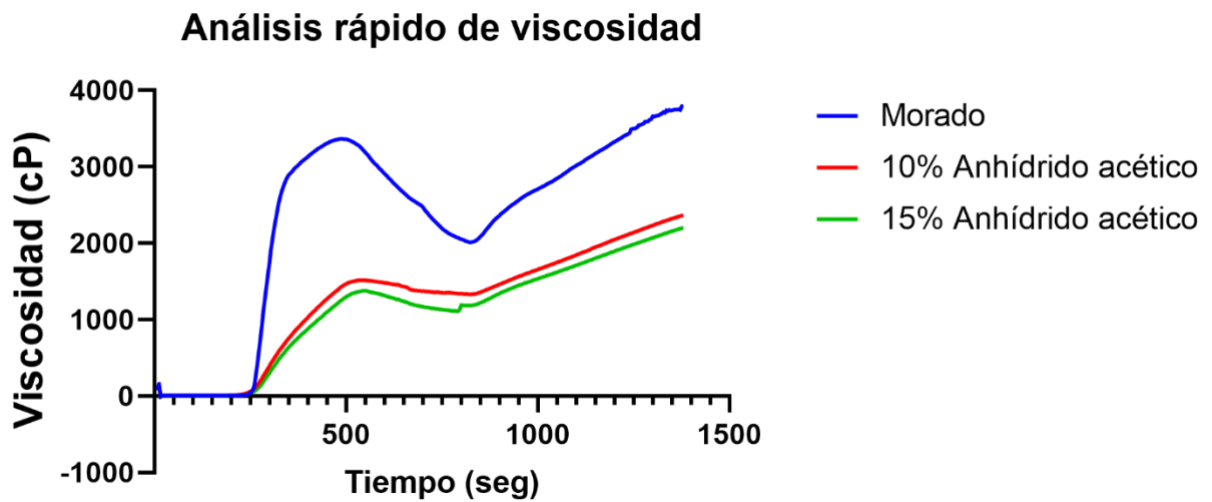
**Tabla 8.** Caracterización de las propiedades fisicoquímicas, ópticas y funcionales de almidones nativos

Análisis	Fuente de almidón		
	Morado	Morado Aac10%	Morado Aac15%
<b>Claridad*</b>			
%T 0 h	4.63±0.42 <sup>A</sup>	1.85±0.0 <sup>D</sup>	1.74±0.03 <sup>C</sup>
%T 24 h	2.21±0.26 <sup>B</sup>	2.24±0.02 <sup>B</sup>	2.27±0.07 <sup>AB</sup>
%T 48 h	1.38±0.07 <sup>C</sup>	2.02±0.03 <sup>C</sup>	2.13±0.13 <sup>B</sup>
%T 72 h	1.53±0.11 <sup>C</sup>	2.51±0.03 <sup>A</sup>	2.45±0.06 <sup>A</sup>
<b>Sinéresis<sup>+</sup></b>			
<b>Refrigeración</b>			
% 24 h	2.19±0.06 <sup>B</sup>	0.07±0.12 <sup>C</sup>	4.58±0.93 <sup>A</sup>
% 48 h	2.43±0.35 <sup>B</sup>	0.07±0.12 <sup>C</sup>	5.08±0.70 <sup>A</sup>
% 72 h	2.59±0.64 <sup>B</sup>	0.08±0.15 <sup>C</sup>	6.25±1.44 <sup>A</sup>
% 96 h	2.82±0.66 <sup>B</sup>	0.41±0.50 <sup>B</sup>	6.25±1.44 <sup>A</sup>
<b>Congelación</b>			
% 24 h	2.28±0.14 <sup>C</sup>	36.68±0.96 <sup>A</sup>	27.28±4.77 <sup>B</sup>
% 48 h	4.21±0.81 <sup>C</sup>	36.68±0.96 <sup>A</sup>	27.55±4.33 <sup>B</sup>
% 72 h	4.21±0.81 <sup>C</sup>	36.76±1.06 <sup>A</sup>	28.02±3.83 <sup>B</sup>
% 96 h	4.32±0.99 <sup>C</sup>	36.76±1.06 <sup>A</sup>	28.27±3.93 <sup>B</sup>
<b>Viscosidad (cP)<sup>+</sup></b>			
Pico	3364 <sup>A</sup>	1515 <sup>B</sup>	1376.5 <sup>A</sup>
En ruptura	2011 <sup>B</sup>	1332.5 <sup>B</sup>	1109.5 <sup>A</sup>
Final	3793 <sup>C</sup>	2362 <sup>B</sup>	2197 <sup>A</sup>
<b>DSC<sup>+</sup></b>			
To °C	59.69±0.01 <sup>A</sup>	55.82±0.28 <sup>C</sup>	57.20±0.07 <sup>B</sup>
Tp °C	63.99±0.25 <sup>A</sup>	62.08±0.36 <sup>B</sup>	63.91±0.12 <sup>A</sup>
Tf °C	70.00±0.67 <sup>B</sup>	70.61±0.36 <sup>B</sup>	73.50±0.17 <sup>A</sup>
ΔH (Jg <sup>-1</sup> )	13.64±0.02 <sup>A</sup>	12.75±0.41 <sup>A</sup>	12.68±0.42 <sup>A</sup>
<b>Pruebas de solubilidad<sup>+</sup></b>			
IAA	4.61±0.14 <sup>A</sup>	3.83±0.33 <sup>A</sup>	4.53±0.42 <sup>A</sup>
ISA	0.40±0.01 <sup>B</sup>	1±0.11 <sup>A</sup>	1.13±0.12 <sup>A</sup>
PH	4.63±0.14 <sup>A</sup>	3.87±0.34 <sup>A</sup>	4.30±0.65 <sup>A</sup>

Caracterización de las principales propiedades analizadas a muestras de almidón nativo y modificado (acetilado al 10 % y 15 %) de camote obtenidas del municipio de Charo en Michoacán. Las medias no conectadas por la misma letra, en la misma \*columna o +fila, son significativamente diferentes. (Tukey p<0.05). Resultados obtenidos de 3 repeticiones. IAA (Índice de absorción en agua) , ISA (Índice de solubilidad en agua), PH (Poder de hinchamiento).

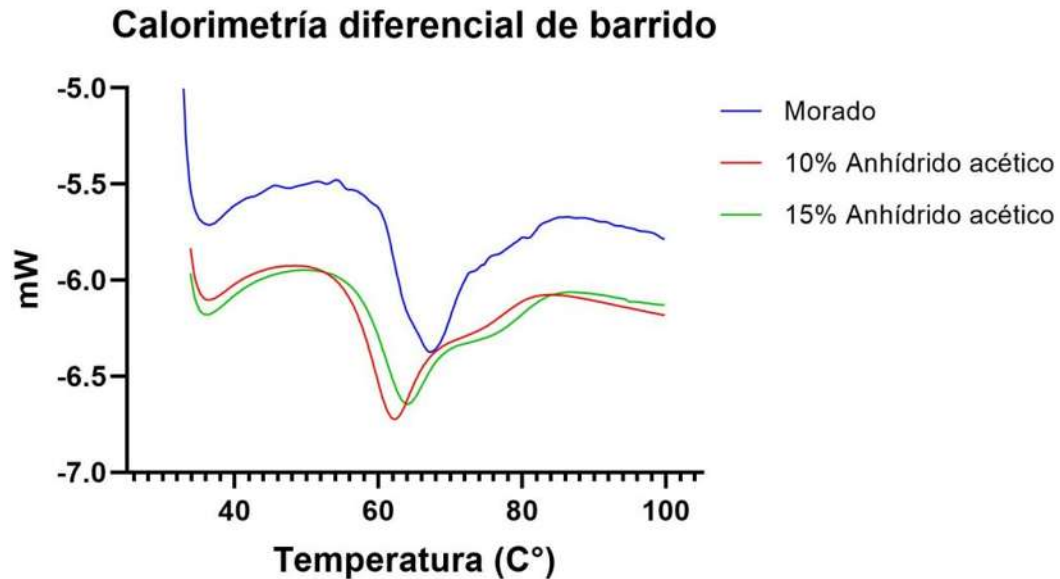


**Figura 13.** Comparación del porcentaje de transmitancia almidones nativos contra modificados. Las lecturas de medición fueron evaluadas durante 4 días y se observó una disminución en la claridad de las muestras.



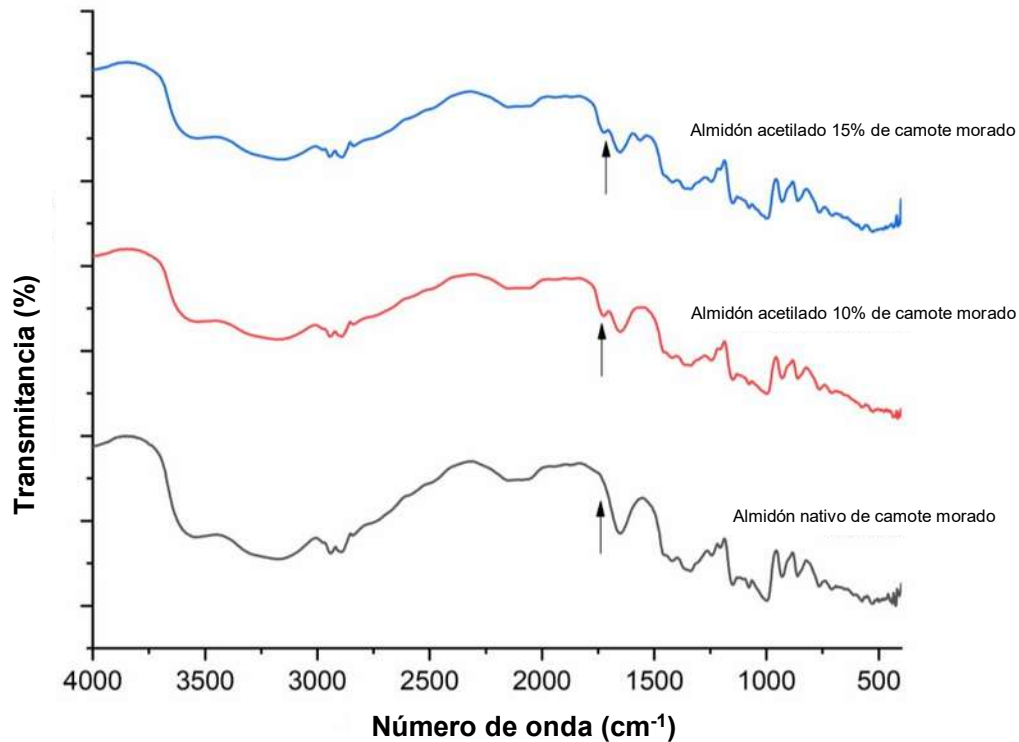
**Figura 14.** Comparación entre los viscoamilogramas del almidón de camote morado nativo y acetilado. El comportamiento viscoso de las muestras acetiladas sufrió una abrupta disminución en comparación de la muestra nativa.





**Figura 15.** Termograma DSC que describe el comportamiento de las muestras frente a temperatura de almidón de camote morado acetilado y nativo.

Los espectros de infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR) de los almidones de camote nativos y acetilados se describen en la Fig.16. Después de la acetilación con anhídrido acético, aparecieron nuevas bandas de transmisión acordes con Khalili *et al.* (2011) en 1750, 1435, 1373 y 1240  $\text{cm}^{-1}$ , asignados al carbonilo C=O, a la vibración de deformación de antisimetría  $\text{CH}_3$ , a la vibración de simetría  $\text{CH}_3$  y a la vibración de estiramiento del carbonilo, respectivamente. Estas nuevas bandas de transmisión sugieren que los grupos éster carbonilo se formaron durante el proceso de esterificación en el almidón. La intensidad, el área y la altura de estos picos dependen en gran medida del grado de sustitución. Con el aumento de la DS, las intensidades de los picos, el área y la altura, a aproximadamente 3450, 1080, 1018  $\text{cm}^{-1}$ , en particular las relacionadas con la vibración O–H, se debilitaron gradualmente, lo que indica que los grupos hidroxilo han participado perfectamente en la reacción. Por el contrario, los parámetros que implican bandas asociadas con el éster carboxílico (C=O) en 1750 y 1435  $\text{cm}^{-1}$ , y las bandas relacionadas con el metilo del grupo acetilo, en 1240 y 1373  $\text{cm}^{-1}$ , mostraron un aumento.



**Figura 16.** Espectroscopia de infrarrojo de almidón modificado y acetilado de camote morado

A pesar de existir diversas fuentes de almidón, sigue siendo necesario modificar los almidones con el objetivo de generar efectos positivos sobre las películas como el aumento de la elongación y la resistencia al momento de ruptura, mayor flexibilidad y disminución de la permeabilidad al vapor de agua tal como lo reporta Jansson & Järnström (2005). Particularmente el almidón acetilado de camote morado al 10 % mostró características interesantes en comparación con el almidón nativo. Presentó 4 °C menos en la temperatura de gelatinización ( $T_g$ ) y el pico de viscosidad máxima es menor (1515 cP) con respecto al nativo (3364 cP), por lo que se dispersan más fácilmente que los nativos. La acetilación también incrementó la claridad (2.51 % en almidón modificado y 1.53 en nativo), la estabilidad de los geles en refrigeración (0.41 % en almidón modificado y 2.82 % en nativo), redujó la tendencia a la retrogradación y disminuyó el poder de hinchamiento (3.87 en almidón modificado y 4.63 en nativo). Este comportamiento fue reportado por Prieto-Méndez *et al.* (2010) para muestras de almidón de almidón de cebada, Vargas *et al.* (2016) en muestras de almidón de millo (*Pennisetum glaucum*), y por Bolade & Oni (2015) en muestras de camote y ñame. Por lo que el

almidón de camote morado acetilado al 10 % presentó características interesantes para ser utilizado en la elaboración de películas, con la ventaja de ser económico y un producto con potencial nacional.

### **6.3 Desarrollo de biopelículas a partir de almidón acetilado de camote morado**

Finalmente se utilizó almidón acetilado de camote morado al 10 % como matriz polimérica. Además se añadió carboximetilcelulosa, ácido estéarico y glicerol como materiales complementarios, a partir de los cuales se logró determinar las condiciones óptimas para la elaboración de biopelículas utilizando un diseño de composición central con puntos estrella que consistió en 18 experimentos. Los valores de solubilidad, hinchamiento, opacidad, luminosidad, fuerza de tensión, elongación, permeabilidad al vapor de agua y actividad de agua se consideraron como variables de respuesta, y las variables independientes fueron las concentraciones de glicerol (0.3, 0.35 y 0.40 g/g almidón), carboximetilcelulosa (0.5, 0.75 y 1 g/5g almidón) y ácido esteárico (0.025, 0.05, 0.075 g/5g almidón).

Los resultados obtenidos del estudio de composición central de la Tabla 9 son el promedio de replicaciones por triplicado. Se observó que todas las películas obtenidas con estos materiales fueron lisas, claras y transparentes (Fig.15)

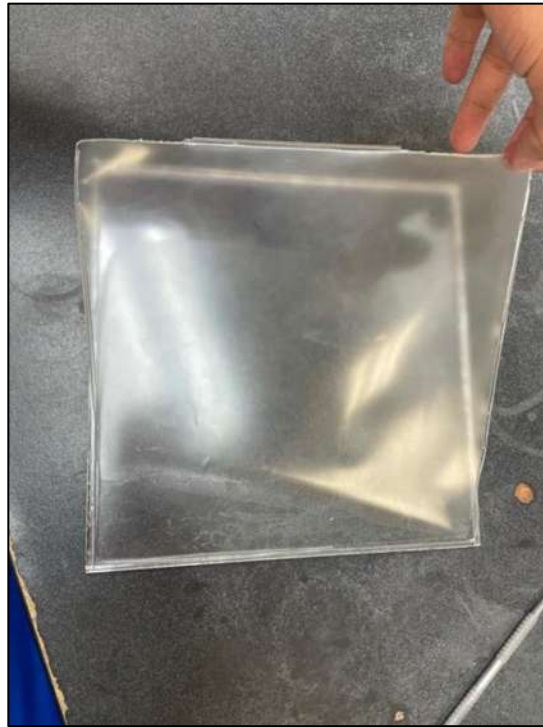
El espesor es uno de los principales factores que afectan la estructura de la película en relación a la cinética de secado, permeabilidad al vapor de agua (*WVP*) y opacidad (Maran *et al.*, 2013); por lo anterior, las películas se mantuvieron durante toda la experimentación en un rango de grosor de  $0.10 \pm 0.1 \text{ mm}$  para evitar variaciones experimentales.

Los modelos polinomiales de segundo orden de la Tabla 10 muestran los coeficientes de regresión y la influencia de las variables sobre las características físicas y mecánicas de las biopelículas elaboradas y la Tabla 11 muestra el análisis de varianza de los factores analizados.

**Tabla 9.** Resultados del diseño experimental para la elaboración de las películas

Experimento	Glicerol gr/gr ACMA	CMC gr/5gr ACMA	AE gr/5gr ACMA	Solubilidad* %	Hinchamiento* %	Opacidad*	L*	TS MPa*	Elongación* %	WVP* gr/msMPa	AW*
1	0.35	0.75	0.05	26.576	915.879	1.8128	6.8	0.69	61.838	0.0095	0.27
2	0.35	1.170	0.05	28.147	784.887	2.0122	5.58	0.66	59.4	0.0075	0.36
3	0.4	0.5	0.025	25.263	928.692	3.6521	15.98	1.58	95.419	0.0085	0.35
4	0.35	0.75	0.05	27.211	925.066	1.7196	14.63	0.59	67.904	0.0103	0.29
5	0.35	0.75	0.05	28.480	957.335	1.8780	4.05	0.50	56.581	0.0118	0.29
6	0.35	0.329	0.05	26.787	901.854	4.5381	11.06	0.12	93.438	0.0142	0.40
7	0.35	0.75	0.05	26.174	914.956	1.8128	20.72	0.80	65.628	0.0074	0.29
8	0.35	0.75	0.008	34.109	1609.045	2.1099	9.98	0.65	113.01	0.0074	0.39
9	0.3	0.5	0.075	24.225	853.025	0.7376	21.57	0.76	58.857	0.0062	0.29
10	0.4	1	0.025	27.453	750.485	1.7259	4.66	0.80	86.895	0.0098	0.33
11	0.4	0.5	0.075	49.912	874.158	5.8018	24.47	0.46	88.123	0.0075	0.40
12	0.3	0.5	0.025	26.330	763.298	1.2557	5.15	0.85	65.504	0.0090	0.41
13	0.3	1	0.025	27.194	1152.591	2.5228	2.85	0.48	66.819	0.0070	0.32
14	0.434	0.75	0.05	30.314	1230.086	3.6421	10.67	0.28	74.019	0.0089	0.33
15	0.35	0.75	0.092	23.585	1065.107	2.4536	21.34	0.43	37.009	0.0105	0.30
16	0.265	0.75	0.05	31.419	438.683	2.3888	6.82	0.63	13.885	0.0076	0.34
17	0.3	1	0.075	23.495	410.562	2.5000	14.71	0.69	35.742	0.0072	0.33
18	0.4	1	0.075	25.614	711.548	4.8086	20.61	0.51	68.542	0.0054	0.26

Tabla con resultados de los 18 experimentos correspondientes a la optimización en las concentraciones de variables para la formulación de películas. ACMA= almidón de camote morado acetilado al 10%; CMC= carboximetilcelulosa; AE= ácido esteárico, L= Luminosidad; TS= resistencia a la tracción; WVP= permeabilidad al vapor de agua; AW= actividad de agua; MPa= Megapascales \*Los datos son obtenidos del promedio de tres repeticiones



**Figura 17.** Películas elaboradas con almidón acetilado de camote morado

**Tabla 10.** Modelos polinomiales de segundo orden

	Coeficientes estimados de regresión							
	Solubilidad	Hinchamiento	Opacidad	L	TS	%Elongación	WVP	Aw
<b>Constante</b>	51.3545	-3862.58	17.5159	-40.7346	5.0390	-213.513	-0.00133	1.2863
<b>A:Glicerol</b>	-281.414	23105.7	-85.0022	208.028	-27.8347	1851.34	-0.0615	-3.5495
<b>B:CMC</b>	99.6938	3430.96	5.95089	20.7875	0.9325	-116.271	0.0230	-0.4146
<b>C:AE</b>	-663.522	-28234.9	-233.403	-31.2617	18.6052	-1320.54	0.2614	-6.6141
<b>AA</b>	488.526	-30954.7	167.113	-146.894	30.0114	-2217.46	0.2877	5.5966
<b>BB</b>	0.310904	-1187.36	8.15341	-8.28922	-1.4968	94.9598	0.0049	0.4595
<b>CC</b>	811.996	160545	253.407	3322.26	-123.952	8701.36	0.4620	28.138
<b>AB</b>	-222.413	-2876.47	-59.4897	-60.2333	5.7969	-63.0476	-0.0904	-1.0666
<b>AC</b>	2861.48	55883.1	577.344	-383.0	-10.976	1207.62	-0.8492	7.9333
<b>BC</b>	-561.636	-16323.2	28.5676	57.9333	-1.7092	-709.714	-0.0096	0.36

Coeficientes estimados para el calculo de predicción de acuerdo a la ecuación de segundo orden descrita por el modelo. CMC= carboximetilcelulosa; AE= ácido esteárico, L= Luminosidad; TS= resistencia a la tracción; WVP= permeabilidad al vapor de agua; AW= actividad de agua

**Tabla 11. Análisis de la varianza para los factores analizados**

Fuente	Valor-P							
	Solubilidad	Hinchamiento	Opacidad	L	TS	%Elongación	WVP	Aw
A:Glicerol	0,2593	0,1278	<b>0,0043</b>	0,2263	0,0618	<b>0,0009</b>	<b>0,0065</b>	0,8587
B:CMC	0,3695	0,4988	0,1787	0,1536	0,0537	<b>0,0323</b>	0,3286	0,0682
C:AE	0,9741	0,0816	0,0974	<b>0,0097</b>	0,7072	<b>0,0017</b>	0,8463	0,0843
AA	0,4605	0,2572	0,0862	0,8264	0,3309	0,1166	0,1260	0,1967
AB	0,1981	0,6641	<b>0,0243</b>	0,7213	0,4496	0,8473	0,0652	0,3170
AC	0,1086	0,4067	<b>0,0276</b>	0,8201	0,8841	0,7132	0,0799	0,4502
BB	0,9905	0,2757	<b>0,0441</b>	0,7573	0,2329	0,0964	0,4841	<b>0,0202</b>
BC	0,1143	0,2367	0,5249	0,8633	0,9096	0,2955	0,9126	0,8616
CC	0,7556	0,1524	0,4796	0,2358	0,3164	0,1227	0,5123	0,1147
R <sup>2</sup>	58,7871%	67,503%	<b>84,765</b>	<b>69,2021</b>	65,5406	<b>89,3982</b>	<b>76,5918</b>	<b>71,7557</b>
R <sup>2</sup> (ajustada por g.l.)	12,4226%	30,9439%	<b>67,6255</b>	<b>34,5544</b>	26,7738	<b>77,4711</b>	<b>50,2575</b>	<b>39,9809</b>
Estadístico	1,88707	1,46377	1,73457	1,86027	2,04249	1,56686	1,20947	2,54015
Durbin-Watson	(P=0,490)	(P=0,165)	(P=0,359)	(P=0,4672)	(P=0,624)	(P=0,230)	(P=0,056)	(P=0,924)

CMC= carboximetilcelulosa; AE= ácido esteárico, L= Luminosidad; TS= resistencia a la tracción; WVP= permeabilidad al vapor de agua; AW= actividad de agua

En la elaboración de biopelículas, el análisis de la varianza (ANOVA) (Tabla 11) indicó que los términos lineales de las concentraciones de glicerol (A), carboximetilcelulosa (CMC) (B) y ácido esteárico (AE) (C) tuvieron efecto significativos ( $p \leq 0.05$ ) en el porcentaje de elongación. El valor de coeficiente de determinación ( $R^2$ ) fue 0.89 y del  $R^2$  ajustado fue de 0.77, lo que indica que existe una buena alineación entre los valores observados y predichos en la ecuación cuadrática. El gráfico de superficie de respuesta tridimensional (Fig. 19 A), indica que hay un aumento del porcentaje de elongación de las películas al incrementar el contenido de glicerol y al disminuir la concentración de CMC, así mismo se observó que al aumentar la concentración de ácido esteárico la elongación disminuyó. La metodología desarrollada para optimizar la superficie de respuesta llevó a la ubicación del punto estacionario, que representa el punto máximo. Según este análisis, los valores de factores considerados en los que se presenta el mayor porcentaje de elongación fueron los siguientes: glicerol 0.43 gr/gr almidón, CMC 0.45 gr/5gr almidón y ácido esteárico 0.007 gr/5gr almidón condujeron a una elongación de 118% (Tabla 12).

Respecto a la opacidad el análisis de la varianza de la Tabla 11 permitió observar que el término lineal de la concentración del glicerol (A), los términos de las interacciones glicerol-CMC (AB), glicerol-AE (AC) y el término cuadrático de la CMC (BB) tuvieron un efecto significativo ( $p \leq 0.05$ ). El valor de coeficiente de determinación ( $R^2$ ) fue 0.84 y del  $R^2$  ajustado fue de 0.67. El diagrama de superficie de respuesta tridimensional de la Fig.

19 B, muestra que las concentraciones altas de glicerol y ácido esteárico pero bajas de CMC generan biopelículas con mayores valores de opacidad. El software utilizado indicó que el punto estacionario, que corresponde al valor mínimo de opacidad de 0 se alcanza con las siguientes cantidades: glicerol 0.26 g/g almidón, CMC 0.49 g/5g y ácido esteárico 0.09 g/5g almidón (Tabla 12).

En el análisis de la varianza de la permeabilidad al vapor de agua de la Tabla 11 se encontró que la concentración de glicerol (término lineal A) es significativo ( $p \leq 0.05$ ). El modelo de regresión presentó un valor moderado de correlación ( $R^2$ ) 0.76 y el  $R^2$  ajustado de 0.50. Las concentraciones altas de glicerol y bajas de CMC generan biopelículas con mayores valores de permeabilidad al vapor de agua lo cual se puede observar en el diagrama de superficie de respuesta tridimensional de la Fig. 19 C. Las condiciones óptimas que minimizan la permeabilidad al vapor de agua fueron: glicerol 0.26 g/g almidón, CMC 0.33 g/5g y ácido esteárico 0.007g/5g almidón. Estas condiciones de proceso fueron necesarias para alcanzar el punto estacionario o mínimo de permeabilidad el cual corresponde a un valor de 0.0031gr/msMPa (Tabla 12).

El ANOVA de las variables de respuesta correspondientes a la actividad de agua, luminosidad, hinchamiento, fuerza de tensión y solubilidad indicó que ninguna de las concentraciones de variables tuvo efectos significativos ( $p \leq 0.05$ ) a excepción del término cuadrático de la concentración de CMC (BB) en la actividad de agua y el término lineal de la concentración de ácido esteárico (C) en la luminosidad. Los valores del coeficiente de determinación ( $R^2$ ) fueron de 71.75, 69.20, 67.50, 65.54, 58.78% y del  $R^2$  ajustado fueron de 39.98, 34.55, 30.94, 26.77, 12.47%, respectivamente, lo que indica que la probabilidad de que exista una buena alineación entre los valores observados y predichos en la ecuación cuadrática son menores. Los valores óptimos y las metas a alcanzar con la optimización se observan en la Tabla 12. Sin embargo, se observaron tendencias en los factores analizados (Fig. 19 D-H). El aumento en la concentración de glicerol aumentó la luminosidad, hinchamiento y la solubilidad de las películas y disminuyó la fuerza de tensión. La CMC a concentraciones altas aumento la fuerza de tensión y diluyó la luminosidad, hinchamiento y solubilidad. El ácido esteárico disminuyó la actividad de agua y el hinchamiento, pero aumentó la luminosidad.



**Tabla 12. Metas y niveles de los factores óptimos**

Factores	Niveles de los factores óptimos							
	Solubilidad	Hinchamiento	Opacidad	L	TS	%Elongación	WVP	Aw
<b>Glicerol</b>	0,28629	0,26591	0,26697	0,41149	0,26591	0,43409	0,26591	0,3524
<b>CMC</b>	1,17045	1,17045	0,49313	0,32955	0,79347	0,45785	0,33401	0,8356
<b>AE</b>	0,09204	0,08135	0,09204	0,09196	0,05779	0,00795	0,00795	0,0624
<b>Meta</b>	Minimizar	Minimizar	Minimizar	Maximizar	Maximizar	Maximizar	Minimizar	Minimizar
<b>Valor óptimo</b>	14,1165	6,73352	-0,03369	30,2618	1,19442	118,06	0,0031	0,2809

Metas y valores óptimos a alcanzar para cada respuesta de acuerdo al modelo descrito. CMC= carboximetilcelulosa; AE= ácido esteárico, L= Luminosidad; TS= resistencia a la tracción; WVP= permeabilidad al vapor de agua; AW= actividad de agua

La Tabla 13 muestra los coeficientes de correlación (R) entre las variables de respuesta analizadas. Se encontró una moderada correlación entre el porcentaje de elongación y el hinchamiento de la película y entre el porcentaje de elongación y la fuerza de tensión, lo cual indica que la facilidad con la que una película tiende a estirar depende en cierta medida de la cantidad de agua presente en ella. Se observó también un comportamiento inverso entre la elongación y la fuerza de tensión, estos hallazgos coincidieron con el estudio de Tongdeesoontorn *et al.* (2011) quienes evaluaron estos factores en películas a base de yuca encontrando también dicha correlación.

**Tabla 13. Coeficientes de correlación**

	Solubilidad	Hinchamiento	Opacidad	L	TS	%Elongación	WVP	AW
<b>Solubilidad</b>	1							
<b>Hinchamiento</b>	0.182	1						
<b>Opacidad</b>	0.528	0.003	1					
<b>L</b>	0.173	-0.043	0.390	1				
<b>TS</b>	0.017	-0.459	-0.3150	-0.313	1			
<b>%Elongación</b>	0.317	0.620	0.320	0.038	-0.678	1		
<b>WVP</b>	0.181	0.132	0.457	0.24	-0.316	0.270	1	
<b>AW</b>	0.480	0.109	0.289	-0.156	-0.197	0.403	0.132	1

Coeficientes de correlación para las variables de respuesta, la elongación y el hinchamiento mostraron una moderada correlación positiva. Elongación y fuerza de tensión mostraron una moderada correlación negativa. L= Luminosidad; TS= resistencia a la tracción; WVP= permeabilidad al vapor de agua; AW= actividad de agua

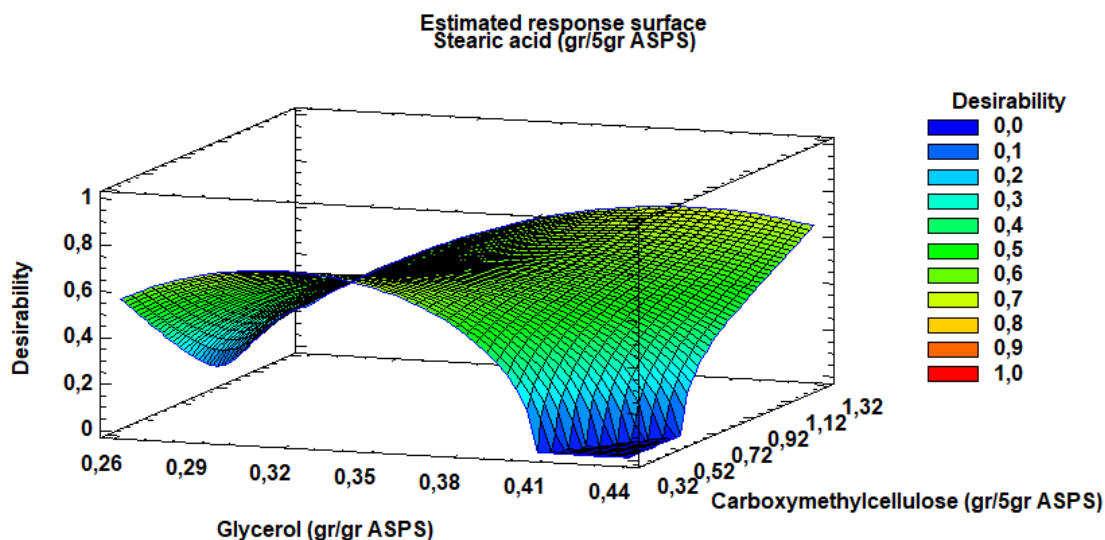
### 6.3.1 Optimización simultánea de Elongación y permeabilidad al vapor de agua

Luego de analizar el modelo de superficie de respuesta se observó una buena correlación para la predicción en los factores de opacidad, elongación y permeabilidad al vapor de agua, sin embargo, los valores de opacidad obtenidos en los extremos no afectaron la apariencia de las películas, por lo cual se probó la función de deseabilidad en MSR (metodología de superficie de respuesta) para demostrar simultáneamente que las mejores respuestas (Elongación y permeabilidad) se vieron afectadas por la combinación de los parámetros experimentales, lo que condujo a la adquisición de las condiciones óptimas basadas en los criterios establecidos de niveles mínimos y máximos de las variables de respuesta seleccionadas. En la Fig. 18, la superficie de respuesta tridimensional implica que a concentraciones de glicerol y CMC cercanas al límite superior generan un valor de deseabilidad general de 0.92. A partir de los gráficos de superficie de respuesta y los datos, se logró determinar una optimización simultánea utilizando una concentración de glicerol 0.30 g/g almidón, CMC 0.32 g/5g almidón y ácido esteárico 0.007g/5g almidón. Este modelo de deseabilidad predijo respuestas de 99.62% de elongación y 0.00542 g/msMPa (Tabla 14) de permeabilidad al vapor de agua. Además, los valores óptimos predichos para las variables de respuesta se compararon con los valores predichos por la optimización simultánea.

**Tabla 14.** Optimización simultánea

Variable de respuesta	Valor óptimo predicho	Valor predicho de la optimización simultánea	Valor de la optimización experimental*	Porcentaje de diferencia
<b>Elongación (%)</b>	118,06	99.6201	91.846 ± 2.908	7.80
<b>WVP (gr/msMPa)</b>	0,0031	0.00542	0.005 ± 0.0008	1.81

Valores predichos en la optimización individual y optimización simultánea. Así como los valores obtenidos experimentalmente de dos variables de respuesta. \*Los datos son obtenidos del promedio de tres repeticiones



**Figura 18.** Diagrama de superficie de respuesta para optimización simultánea. El efecto de la concentración del glicerol (g/g almidón acetilado de camote) y la carboximetilcelulosa (g/5g almidón acetilado de camote) para una concentración de 0.05 g/5g almidón.

Para la validación de los resultados predichos por la optimización simultánea, los experimentos de verificación se realizaron por triplicado, con lo cual se obtuvo  $91.846 \pm 2.9$  % de elongación y  $0.005 \pm 0.0008$  g/msMPa (Tabla 14). La buena correlación entre estos resultados confirmó que el modelo era adecuado para reflejar la optimización simultánea esperada, ya que la diferencia entre los valores predichos y experimentales fue menor al 7.80% para elongación y 1.81% para WVP (Tabla 14). Los resultados se relacionaron con los datos obtenidos del análisis de optimización utilizando funciones de deseabilidad, lo que indica que el diseño central *compuesto + puntos* estrella con la función de deseabilidad para las dos respuestas seleccionadas puede optimizar eficazmente los parámetros de caracterización. Finalmente en la Tabla 15 se muestra la caracterización completa de la película optimizada, donde se pudo observar que la modificación por acetilación y la incorporación de carboximetilcelulosa, ácido esteárico y glicerol producen películas con mayor porcentaje de alargamiento que las películas obtenidas únicamente con otras fuentes de almidón como el de papa con 57.4% (González-Soto *et al.*, 2019) y superiores a las presentadas con almidón de camote y glicerol con 11.24% (Ballesteros-Mártinez *et al.*, 2020). Este aumento de elongación se debe a que la modificación del almidón permite el enmascaramiento de algunos de los grupos OH de la glucosa con grupos acetilo, aumentado así la flexibilidad entre las

cadena de polisacáridos. Se observó también un aumento en la fuerza de tensión, atribuible a la formación de interacciones intermoleculares entre los grupos hidroxilos aun presentes en el almidón y el grupo carboxilo de la CMC, que, durante el procesamiento y secado de las películas, los enlaces de hidrógeno originales podrían ser reemplazados por nuevos enlaces de hidrógenos formados entre los grupos hidroxilo en las moléculas de almidón y los grupos hidroxilo y carboxilo en la CMC. Esta interacción intermolecular entre el almidón y la CMC da como resultado en una estructura molecular más compacta, por lo que se incrementa la resistencia a la tracción (Tongdeesoontorn *et al.*, 2011).

Se ha reportado la optimización por medio de la superficie de respuesta de biopelículas enfocadas en recubrimientos para alimentos de diversas fuentes de almidón; sin embargo, es poca la literatura encontrada hasta la fecha que evalué las propiedades obtenidas con almidón acetilado de camote morado. Indrianti *et al.* (2018) elaboraron películas comestibles preparadas a partir de almidón de camote nativo (SPS) o almidón de camote modificado mediante tratamiento de calor-humedad (HMT), los resultados obtenidos en este estudio fueron mayores en los valores de porcentajes elongación, similares en la fuerza de tensión y permeabilidad al vapor de agua, y menores en la solubilidad. Mohd *et al.* (2016) utilizaron el diseño central compuesto de 2 factores con un factorial de 10, así como 2 puntos centrales en donde utilizaron almidón camote morado adicionado de glicerol como plastificante y kappa carragenina como agente gelificante. Thakur *et al.* (2017) reportaron la optimización de una biopelícula elaborada a partir de almidón de guisantes y quitosano. Hema Prabha & Ranganathan (2018) utilizaron almidón de tapioca con glicerol y ácido acético en el desarrollo de una película de polímero biodegradable y aplicaron el diseño Box–Behnken con cuatro factores en tres niveles para estudiar los efectos individuales e interactivos de la composición de la película y la propiedad de barrera de la película revelada. Monteiro *et al.* (2017) aplicaron el diseño estadístico de los experimentos combinado con técnicas de regresión para optimizar las condiciones de mejora de las propiedades mecánicas de las películas de almidón. Dichos estudios concluyen en sus resultados en que la incorporación de materiales adicionales incorporados en las matrices poliméricas y la fuente de almidón mejoran las propiedades de físicas, mecánicas y ópticas de las biopelículas. Estos datos básicos sobre la influencia de las variables en las propiedades de las películas a base

de almidón son importantes para evaluar la aplicabilidad de las películas en las industrias alimentaria y farmacéutica. Por lo anterior se considera que esta formulación exhibió la capacidad de obtener una baja permeabilidad al vapor de agua (0.0055 g/msMPa), porcentaje alto de elongación y baja solubilidad, lo que permite que la película pueda ser considerada para el recubrimiento de alimentos.

**Tabla 15.** Caracterización final de la película optimizada

<b>Factor</b>	<b>Valor*</b>
<b>Solubilidad (%)</b>	23.843 ±1.49
<b>Hinchamiento (%)</b>	607.689±5.43
<b>Opacidad</b>	1.516±0.06
<b>Luminosidad</b>	7.253±0.75
<b>TS (MPa)</b>	20.8±0.14
<b>Elongación (%)</b>	91.8464±2.90
<b>WVP (gr/msMPa)</b>	0.0055±0.00
<b>AW</b>	0.35±0.02

Caracterización final de la película con optimización simultánea. \*Los datos son obtenidos del promedio de tres repeticiones. TS= resistencia a la tracción; WVP= permeabilidad al vapor de agua; AW= actividad de agua.

### 6.3.2 Efecto de las variables del proceso

#### 6.3.2.1 Efecto de la concentración de glicerol

El efecto del glicerol sobre la matriz polimérica está ampliamente estudiado (Basiak *et al.*, 2018; Ilmiah & Pangan, 2018) otorgando elasticidad a las películas, pero también una mayor capacidad de absorción de agua. El aumento de glicerol en la solución formadora de película provoca una tendencia al aumento de la solubilidad, hinchamiento, opacidad, luminosidad y permeabilidad al vapor de agua; sin embargo, se encontraron valores menores de fuerza de tensión. El aumento en la solubilidad y del hinchamiento de las películas se debe al efecto del glicerol quien podría interactuar con el agua e interrumpir la red por enlaces de hidrógeno, reduciendo la cohesión de la matriz de almidón y aumentando su solubilidad en agua. Los valores más altos de solubilidad en agua pueden ser el resultado de una interacción más débil entre los componentes de la red (Prakash Maran *et al.*, 2013) facilitando el movimiento del agua. La fuerza de tensión

(TS) aumenta con la disminución de la concentración de plastificante. Este fenómeno puede explicarse por el papel del glicerol disminuyendo el fuerte enlace de hidrógeno intramolecular entre la matriz polimérica. La eficacia del glicerol para la reducción de TS se debe a la naturaleza hidrófila del compuesto que retiene más moléculas de H<sub>2</sub>O y produce un efecto plastificante más intenso, esta disposición aumenta la diferencia espacial entre las cadenas de polímero y disminuye la TS (Thakur et al., 2017).

El aumento de la WVP por efecto del glicerol en las películas se debe a la reducción de los enlaces intermoleculares entre las cadenas de polímero (Prakash Maran *et al.*, 2013).

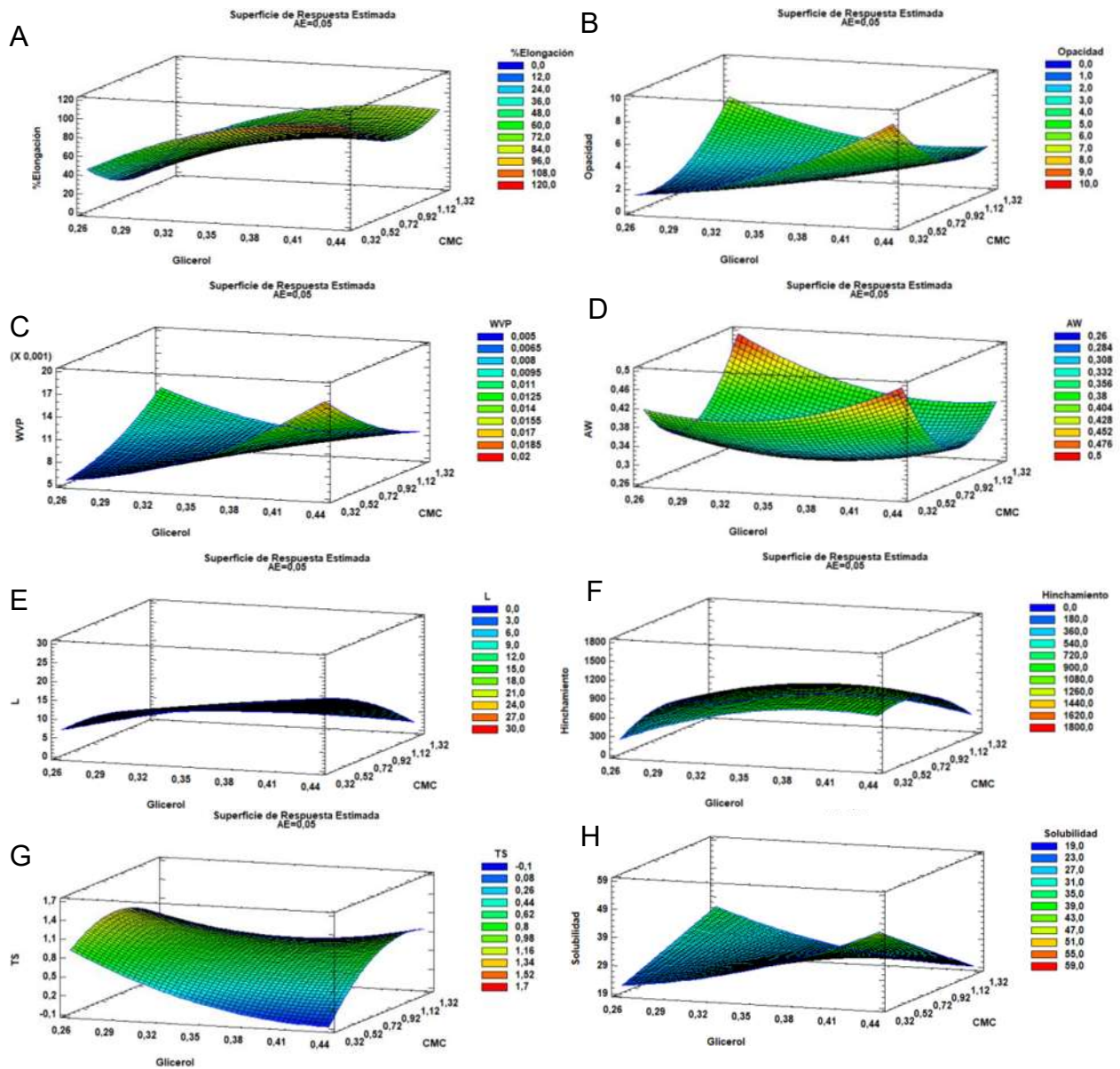
### **6.3.2.2 Efecto de la concentración de CMC**

La carboximetilcelulosa, es un heteropolisacárido soluble en agua de alto peso molecular que se utiliza con la finalidad mejorar la textura de las películas, controlar la humedad y la movilidad del agua (Ghanbarzadeh *et al.*, 2010; Tongdeesoontorn *et al.*, 2011). El aumento en la cantidad de carboximetilcelulosa en la película ocasiona una tendencia a la disminución en la solubilidad, hinchamiento, opacidad, luminosidad, elongación, permeabilidad de vapor de agua y actividad de agua, pero un aumento en la fuerza de tensión. El aumento de la resistencia a la tracción, probablemente se atribuya a la formación de interacciones intermoleculares entre el grupo hidroxilo del almidón y el grupo carboxilo de la CMC (Yue et al., 2008). Durante el procesamiento y secado de las películas compuestas, los enlaces de hidrógeno originales formados entre las moléculas de almidón podrían ser reemplazados por nuevos enlaces de hidrógeno formados entre los grupos hidroxilo en las moléculas de almidón y los grupos hidroxilo y carboxilo en la CMC (Almasi *et al.*, 2010). La interacción intermolecular entre el almidón y la CMC dio como resultado una estructura molecular más compacta de la mezcla de almidón y CMC, por lo que se incrementó la resistencia a la tracción. La disminución de la solubilidad en la película puede indicar que se produjo una interacción intermolecular entre el almidón y la CMC en las películas. El grupo hidroxilo y el grupo carboxilo de la CMC pueden formar enlaces de hidrógeno fuertes (Almasi *et al.*, 2010; Ghanbarzadeh *et al.*, 2010) y enlaces éster (Yue *et al.*, 2008), respectivamente, con los grupos hidroxilo del almidón, mejorando así las interacciones entre moléculas y la cohesión de la matriz del

biopolímero. La reducción del WVP con el aumento del contenido de CMC da como resultado una mejora de las propiedades funcionales de estas películas, considerando las características hidrofílicas de la matriz. La disminución del WVP por incorporación de biopolímero secundario podría atribuirse al carácter altamente cristalino e hidrófobo de la fibra de celulosa en comparación con el polímero de almidón. La adición de CMC podría introducir un camino abrupto para que pase la molécula de agua y bloquear la transmisión del vapor de agua (Ghanbarzadeh *et al.*, 2010).

### **6.3.2.3 Efecto de la concentración de ácido esteárico**

Los ácidos grasos, que se sabe que exhiben buenas propiedades hidrófobas, se han incorporado a la matriz de biopelículas para mejorar sus propiedades de barrera contra la humedad (Liu *et al.*, 2016). El incremento del ácido esteárico en la película disminuye el hinchamiento de la película, elongación, permeabilidad al vapor de agua y la actividad de agua, no obstante aumento la opacidad, luminosidad y la fuerza de tensión. La disminución de los factores antes mencionados puede deberse a que el ácido graso puede haber cubierto la superficie granular del SPS y haber aumentado su hidrofobicidad, y esto influyó en la transferencia de agua a la matriz de la película. El ácido esteárico puede crear barreras efectivas al vapor de agua y proporcionar soporte estructural, restringiendo así la transferencia de vapor de agua a través de las películas a base de almidón (Liu *et al.*, 2016)



**Figura 19.** Gráficos de superficie de respuesta. A) porcentaje de elongación, B) opacidad, C) permeabilidad al vapor de agua, D) actividad de agua, E) Luminosidad, F) hinchamiento, G) fuerza de tensión, H) solubilidad.



## 7. Conclusiones

La muestra de almidón de camote morado presentó contenidos superiores de amilopectina, mayor estabilidad a la retrogradación y a la pérdida de agua en refrigeración y congelación. Además de la disminución en los valores de solubilidad y viscosidad. Factores que influyen en las propiedades mecánicas y térmicas de las películas desarrolladas con dicho material y que a demás fueron superiores a las presentes por otros almidones.

La acetilación de almidón de camote morado al 10 % presentó 4 °C menos en la temperatura de gelatinización ( $T_g$ ) y el pico de viscosidad máxima es menor (1515 cP) con respecto al nativo (3364 cP), por lo que se dispersan más fácilmente que los nativos. La acetilación también incrementó la claridad (2.51 % en almidón modificado y 1.53 en nativo), la estabilidad de los geles en refrigeración (0.41 % en almidón modificado y 2.82 % en nativo), redujó la tendencia a la retrogradación y disminuyó el poder de hinchamiento (3.87 en almidón modificado y 4.63 en nativo). Por lo que este almidón presentó características interesantes para ser utilizado en la elaboración de películas, con la ventaja de ser económico y un producto con potencial nacional. En esta investigación se adicionaron al almidón acetilado, carboximetilcelulosa, ácido estéarico y glicerol con el fin de determinar su influencia en las propiedades de las películas. Se obtuvo una formulación utilizando 0.30 g/g almidón, CMC 0.32 g/5g almidón y ácido esteárico 0.007g/5g almidón, que exhibió la capacidad de obtener una baja permeabilidad al vapor de agua (0.0055 gr/msMPa), porcentaje alto de elongación y baja solubilidad. Que permitirá que la película pueda ser considerada con resultados favorables que reflejen una perspectiva positiva en el desarrollo de películas elaboradas a partir de almidón de fuentes no convencionales que pueden ser utilizadas en el recubrimiento de alimentos.

## 8. Bibliografía

- Acosta Domínguez, L. (2011). *Películas comestibles nanoestructuradas de almidón de camote Ipomea batatas* (Universidad Veracruzana). Retrieved from <https://cdigital.uv.mx/bitstream/handle/123456789/46924/AcostaDominguezLaura.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Almasi, H., Ghanbarzadeh, B., & Entezami, A. A. (2010). Physicochemical properties of starch-CMC-nanoclay biodegradable films. *International Journal of Biological Macromolecules*, 46(1), 1–5. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2009.10.001>
- Anastácio, A., & Carvalho, I. S. (2013). Spotlight on PGI sweet potato from europe: Study of plant part, time and solvent effects on antioxidant activity. *Journal of Food Biochemistry*, 37(5), 628–637. <https://doi.org/10.1111/jfbc.12017>
- Anchundia Lucas, M. Á. (2019). Caracterización funcional de almidón acetilado de camote y su utilización en la formulación de pudines de frutas. *Sathiri*, 14(1), 160. <https://doi.org/10.32645/13906925.813>
- Ancona, D. A. B., Guerrero, L. A. C., Matos, R. I. C., & Ortiz, G. D. (2001). Physicochemical and functional characterization of baby lima bean (*Phaseolus lunatus*) starch. *Starch/Staerke*, 53(5), 219–226. [https://doi.org/10.1002/1521-379X\(200105\)53:5<219::AID-STAR219>3.0.CO;2-R](https://doi.org/10.1002/1521-379X(200105)53:5<219::AID-STAR219>3.0.CO;2-R)
- Anderson, R. A., Conway, H. F., & Peplinski, A. J. (1970). Gelatinization of Corn Grits by Roll Cooking, Extrusion Cooking and Steaming. *Starch - Stärke*, 22(4), 130–135. <https://doi.org/10.1002/star.19700220408>
- Andrade-Mahecha, M. M., Tapia-Blácido, D. R., & Menegalli, F. C. (2012). Physical-chemical, thermal, and functional properties of achira (*Canna indica* L.) flour and starch from different geographical origin. *Starch/Staerke*, 64(5), 348–358. <https://doi.org/10.1002/star.201100149>
- Badui, D. S. (2006). *Química de los Alimentos*. México: Pearson Educación.
- Ballesteros-Mártinez, L., Pérez-Cervera, C., & Andrade-Pizarro, R. (2020). Effect of glycerol and sorbitol concentrations on mechanical, optical, and barrier properties of sweet potato starch film. *NFS Journal*, 20(June), 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.nfs.2020.06.002>
- Basiak, E., Lenart, A., & Debeaufort, F. (2018). How glycerol and water contents affect

- the structural and functional properties of starch-based edible films. *Polymers*, 10(402). <https://doi.org/10.3390/polym10040412>
- Beleia, A., Butarelo, S. S., & Silva, R. S. F. (2006). Modeling of starch gelatinization during cooking of cassava (*Manihot esculenta* Crantz). *LWT - Food Science and Technology*, 39(4), 400–405. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2005.02.021>
- Bello, L. A., Contreras, S. M., Romero, R., Solorza, J., & Jiménez, A. (2002). Propiedades químicas y funcionales del almidón modificado de plátano *Musa paradisiaca* L. (Var. Macho). *Agrocencia*, 36(2), 169–180.
- Bertolini, A. (2009). *Starches, characterization, properties and applications* (1 ed). Amsterdam (Netherlands): CRC Press.
- Betancur, D., Chel, L. A., Guerrero, R., Camelo, G., & Ortiz, D. (2001). Physicochemical and functional characterization of baby lima bean (*Phaseolus lunatus*) starch. *Starch/Staerke*, 53(5), 219–226. [https://doi.org/10.1002/1521-379X\(200105\)53:5<219::AID-STAR219>3.0.CO;2-R](https://doi.org/10.1002/1521-379X(200105)53:5<219::AID-STAR219>3.0.CO;2-R)
- Biliaderis, C. G. (1991a). Non-equilibrium phase transitions of aqueous starches systems. In H. Levine & L. Slade (Eds.), *Water relationships in foods* (pp. 251–273). New York: Plenum Press.
- Biliaderis, C. G. (1991b). The structure and interactions of starch with food constituents. *Canadian Journal of Physiology and Pharmacology*, 69(1), 60–78. <https://doi.org/10.1139/y91-011>
- Bolade, M. K., & Oni, O. j. (2015). Influence of acetylation on the physicochemical properties of composited starches from sweet potato (*Ipomoea batatas* L.) and water yam (*Dioscorea alata* L.). *African Journal of Biotechnology*, 14(51), 3340–3349. <https://doi.org/10.5897/AJB2015.14881>
- Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: Structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 23(2), 85–112. [https://doi.org/10.1016/S0141-8130\(98\)00040-3](https://doi.org/10.1016/S0141-8130(98)00040-3)
- Burrell, M. M. (2003). Starch: The need for improved quality or quantity - An overview. *Journal of Experimental Botany*, 54(382), 451–456. <https://doi.org/10.1093/jxb/erg049>
- Charro-Espinoza, M. (2015). *Obtención de plástico biodegradable a partir de almidón de*

- patata* (Universidad Central del Ecuador). <https://doi.org/10.1145/3132847.3132886>
- Chávez-Murillo, C. (2008). *Caracterización morfológica, fisicoquímica y estructural de almidón de cebada modificado por oxidación*. Instituto Politécnico Nacional.
- Dash, K. K., Ali, N. A., Das, D., & Mohanta, D. (2019). Thorough evaluation of sweet potato starch and lemon-waste pectin based-edible films with nano-titania inclusions for food packaging applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 139, 449–458. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.07.193>
- Eliasson, A. C., & Ryang, H. K. (1992). Changes in rheological properties of hydroxipropyl potato starch paste during freeze–thaw treatments. *Journal Texture Studies*, 23, 279–295.
- Enríquez C., M., Velasco M., R., & Fernandez Q., A. (2013). Caracterización de almidones de yuca nativos y modificados para la elaboración de empaques biodegradables. *Biología En El Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 11, 21–30.
- Enríquez, M., Velasco, R., & Ortiz, V. (2012). Composición y procesamiento de películas biodegradables basadas en almidón. *Biología En El Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 10(1), 182–192. Retrieved from <http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v10n1/v10n1a21.pdf>
- FAO. (2012). Sweet potato (*Ipomoea batatas*) tubers.
- Flórez, D., Contreras, C., & Uribe, C. (2016). Perspectivas tecnológicas y comerciales para el cultivo de la batata en Colombia. In *Perspectivas tecnológicas y comerciales para el cultivo de la batata en Colombia*. <https://doi.org/10.21930/978-958-740-223-0>
- Folquer, F. (1978). *La batata (Camote)*. Buenos Aires: Hemisferio sur.
- García, N. L., Aranguren, M., Dufresne, A., & Goyanes, S. (2007). *Efecto de la concentración de amilopectina en la respuesta fisicomecánica de films de almidón*. San Nicolás: Congreso SAM/CONAMET.
- Geng, Z., Zongdao, C., & Yimin, W. (2007). Physicochemical properties of lotus (*Nelumbo nucifera* Gaertn.) and kudzu (*Pueraria hirsute* matsum.) starches. *International Journal of Food Science and Technology*, 42(12), 1449–1455. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2006.01363.x>

- Ghanbarzadeh, B., Almasi, H., & Entezami, A. A. (2010). Physical properties of edible modified starch/carboxymethyl cellulose films. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11(4), 697–702. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2010.06.001>
- González-Soto, R. A., Núñez-Santiago, M. C., & Bello-Pérez, L. A. (2019). Preparation and partial characterization of films made with dual-modified (acetylation and crosslinking) potato starch. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 99(6), 3134–3141. <https://doi.org/10.1002/jsfa.9528>
- Guízar, A., Luís, J., Soto, M., & García, I. (2008). Parcial caracterización de nuevos almidones obtenidos del tubérculo de camote del cerro (*Dioscorea spp.*). *Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, 9(1), 81–88.
- Guo, J., Liu, L., Lian, X., Li, L., & Wu, H. (2014). The properties of different cultivars of Jinhai sweet potato starches in China. *International Journal of Biological Macromolecules*, 67, 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.03.002>
- Han, X. Z., & Hamaker, B. R. (2001). Amylopectin fine structure and rice starch paste breakdown. *Journal of Cereal Science*, 34(3), 279–284. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2001.0374>
- Hernández-medina, M., Gabriel Torruco-uco, J., Chel-guerrero, L., & Betancur-ancona, D. (2008). Caracterización fisicoquímica de almidones de tubérculos cultivados en Yucatán, México. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 28(3), 718. Retrieved from <http://www.scielo.br/pdf/cta/v28n3/a31v28n3.pdf>
- Hernández-Pérez, A. (2019). *Cambio estructural del almidón como consecuencia del escaldado en camote (Ipomoea batatas) de diferentes variedades* (Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo). Retrieved from [http://s-salud.hidalgo.gob.mx/?page\\_id=2664](http://s-salud.hidalgo.gob.mx/?page_id=2664)
- 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. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00163-2](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00163-2)
- Hopkinson, I. (2010). Starch. Retrieved from Wordpress website: <http://www.ianhopkinson.org.uk/tag/starch/>
- Huang, C. C. (2009). Physicochemical, pasting and thermal properties of tuber starches as modified by guar gum and locust bean gum. *International Journal of Food Science*

- and Technology*, 44(1), 50–57. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2007.01634.x>
- Ilmiah, M., & Pangan, T. (2018). The effect of glycerol concentration on the characteristic edible film sweet potato starch (*Ipomoea batatas L.*). *Media Ilmiah Teknologi Pangan*, 5(1), 27–35.
- Indrianti, N., Pranoto, Y., & Abbas, A. (2018). Preparation and characterization of edible films made from modified sweet potato starch through heat moisture treatment. *Indonesian Journal of Chemistry*, 18(4), 679–687. <https://doi.org/10.22146/ijc.26740>
- Ishak, I., Muhamad, I. I., Marsin, A. M., & Iqbal, T. (2015). Development of purple sweet potato starch base biodegradable film. *Jurnal Teknologi*, 77(31), 75–78. <https://doi.org/10.11113/jt.v77.6914>
- Issa, A. T., Schimmel, K. A., Worku, M., Shahbazi, A., Ibrahim, S. A., & Tahergorabi, R. (2018). Sweet Potato Starch-Based Nanocomposites: Development, Characterization, and Biodegradability. *Starch/Staerke*, 70(7–8), 1–8. <https://doi.org/10.1002/star.201700273>
- Jacobs, H., & Delcour, J. A. (1998). Hydrothermal Modifications of Granular Starch , with Retention of the Granular Structure : A Review. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(8), 2985–2995.
- Jan, R., Saxena, D. C., & Singh, S. (2016). Pasting, thermal, morphological, rheological and structural characteristics of Chenopodium (*Chenopodium album*) starch. *LWT - Food Science and Technology*, 66, 267–274. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.10.040>
- Jansson, A., & Järnström, L. (2005). Barrier and mechanical properties of modified starches. *Cellulose*, 12(4), 423–433. <https://doi.org/10.1007/s10570-004-6092-6>
- Jayakody, L., Hoover, R., Liu, Q., & Weber, E. (2005). Studies on tuber and root starches. I. Structure and physicochemical properties of innala (*Solenostemon rotundifolius*) starches grown in Sri Lanka. *Food Research International*, 38(6), 615–629. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2004.11.015>
- Jiménez-Villalba, K., Arrieta-Banquet, L., Salcedo-Mendoza, J., & Contreras-Lozano, K. (2019). Caracterización de harinas y almidones de batatas (*Ipomoea batatas Lam.*), de la costa caribe colombiana. *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica*, 22(1), 1–11. <https://doi.org/10.31910/rudca.v22.n1.2019.1185>

- Kaur, L., Singh, N., & Singh, J. (2004). Factors influencing the properties of hydroxypropylated potato starches. *Carbohydrate Polymers*, *55*(2), 211–223. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2003.09.011>
- Khalili, C. I., Long, H., Jun, B., & Shi, J. (2011). Effects of acetic acid/acetic anhydride ratios on the properties of corn starch acetates. *Food Chemistry*, *126*(4), 1662–1669. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.12.050>
- Khatoun, S., Sreerama, Y. N., Raghavendra, D., Bhattacharya, S., & Bhat, K. K. (2009). Properties of enzyme modified corn, rice and tapioca starches. *Food Research International*, *42*(10), 1426–1433. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.025>
- Knutson, C., & Grove, M. (1994). Rapid method for estimation of amylose in maize starches. *Cereal Chemistry*, *71*(5), 469–471.
- Lafargue, D., Lourdin, D., & Doublier, J. L. (2007). Film-forming properties of a modified starch/k-carrageenan mixture in relation to its rheological behaviour. *Carbohydrate Polymers*, *70*(1), 101–111. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.03.019>
- Lai, L. S., & Kokini, J. L. (1991). Physicochemical Changes and Rheological Properties of Starch during Extrusion (A Review). *Biotechnology Progress*, *7*(3), 251–266. <https://doi.org/10.1021/bp00009a009>
- Lawal, O. S. (2011). Hydroxypropylation of pigeon pea (*Cajanus cajan*) starch: Preparation, functional characterizations and enzymatic digestibility. *LWT - Food Science and Technology*, *44*(3), 771–778. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.05.025>
- Lazaridou, A., & Biliaderis, C. G. (2002). Thermophysical properties of chitosan, chitosan-starch and chitosan-pullulan films near the glass transition. *Carbohydrate Polymers*, *48*(2), 179–190. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(01\)00261-2](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(01)00261-2)
- Lee, H. L., & Yoo, B. (2009). Dynamic rheological and thermal properties of acetylated sweet potato starch. *Starch/Staerke*, *61*(7), 407–413. <https://doi.org/10.1002/star.200800109>
- Lee, H. L., & Yoo, B. (2011). Effect of hydroxypropylation on physical and rheological properties of sweet potato starch. *LWT - Food Science and Technology*, *44*(3), 765–770. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.09.012>
- Li, J., Ye, F., Lei, L., & Zhao, G. (2018). Combined effects of octenylsuccination and oregano essential oil on sweet potato starch films with an emphasis on water

- resistance. *International Journal of Biological Macromolecules*, 115, 547–553.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.04.093>
- Li, Y., Shoemaker, C. F., Ma, J., Shen, X., & Zhong, F. (2008). Paste viscosity of rice starches of different amylose content and carboxymethylcellulose formed by dry heating and the physical properties of their films. *Food Chemistry*, 109(3), 616–623.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.01.023>
- Linares, E., Bye, R., Rosa-Martínez, D., & Pereda-Miranda, R. (2008). El Camote. *CONABIO. Biodiversitas*, 11–15.
- Liu, P., Sun, S., Hou, H., & Dong, H. (2016). Effects of fatty acids with different degree of unsaturation on properties of sweet potato starch-based films. *Food Hydrocolloids*, 61, 351–357. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.05.033>
- López, O. (2011). *Desarrollo, caracterización y aplicación de envases biodegradables a partir de almidón*. Universidad Nacional de La Plata.
- López, R. (2017). *Caracterización fisicoquímica de almidón procedente de camote (Ipomoea batatas), arracacha (Arracacia xanthorrhiza Bancroft) y oca (Oxalis tuberosa)*. Universidad Nacional de Trujillo.
- Mali, S., Grossmann, M. V. E., Garcia, M. A., Martino, M. N., & Zaritzky, N. E. (2002). Microstructural characterization of yam starch films. *Carbohydrate Polymers*, 50(4), 379–386. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(02\)00058-9](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(02)00058-9)
- Maran, J. P., Sivakumar, V., Sridhar, R., & Thirugnanasambandham, K. (2013). Development of model for barrier and optical properties of tapioca starch based edible films. *Carbohydrate Polymers*, 92(2), 1335–1347.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.09.069>
- Mirmoghtadaie, L., Kadivar, M., & Shahedi, M. (2009). Effects of cross-linking and acetylation on oat starch properties. *Food Chemistry*, 116(3), 709–713.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.03.019>
- Mohd Marsin, A., & Muhamad, I. I. (2016). Preparation and characterization of purple sweet potato starch-based edible film with optimized mixing temperature. *Journal of Advanced Research in Materials Science*, 16(1), 2289–7992.
- Monteiro, M., Oliveira, V., Santos, F., Barros, E., Silva, K., Silva, R., Henrique, J., Chibério, A. (2017). Optimization of factors to obtain cassava starch films with



- improved mechanical properties. *Journal of Physics: Conference Series*, 885(1).  
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/885/1/012001>
- Montes, A. I., Oropeza, R., Padrón, C., Araya, Y., Wexler, L., & Cubero, E. (2017). Revisión Películas biodegradables con propiedades bioactivas Biodegradable. *Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 8(1), 057-089.
- Moorthy, S. N. (2002). Physicochemical and functional properties of tropical tuber starches: A review. *Starch/Staerke*, Vol. 54, pp. 559–592.  
[https://doi.org/10.1002/1521-379X\(200212\)54:12<559::AID-STAR2222559>3.0.CO;2-F](https://doi.org/10.1002/1521-379X(200212)54:12<559::AID-STAR2222559>3.0.CO;2-F)
- Moreira, D., Gullón, B., Gullón, P., Gomes, A., & Tavaría, F. (2016). Bioactive packaging using antioxidant extracts for the prevention of microbial food-spoilage. *Food and Function*, 7(7), 3273–3282. <https://doi.org/10.1039/c6fo00553e>
- Morrison, W. R., & Laignelet, B. (1983). An improved colorimetric procedure for determining apparent and total amylose in cereal and other starches. *Journal of Cereal Science*, 1(1), 9–20. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(83\)80004-6](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(83)80004-6)
- Mu, T. H., & Zhang, M. (2019). Sweet potato starch. In *Sweet Potato: Chemistry, Processing and Nutrition*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813637-9.00003-X>
- Mua, J. P., & Jackson, D. S. (1997). Relationships between Functional Attributes and Molecular Structures of Amylose and Amylopectin Fractions from Corn Starch. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(10), 3848–3854.  
<https://doi.org/10.1021/jf9608783>
- Mwanga, R., Andrade, E., Carey, E., Low, J., Yencho, G., & Grüneberg, W. (2017). Sweetpotato (*Ipomoea batatas* L.). In *Genetic Improvement of Tropical Crops*.  
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-59819-2>
- Nadia, L., Wirakartakusumah, M. A., Andarwulan, N., Hari, E., Koaze, H., & Noda, T. (2014). Characterization of Physicochemical and Functional Properties of Starch from Five Yam (*Dioscorea alata*) Cultivars in Indonesia. *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, 5(6), 489–496.  
<https://doi.org/10.7763/ijcea.2014.v5.434>
- Ojeda Maechel, M. (2008). *Comparación de Algunas Propiedades Físicas y Composición Química del Almidón de Piñón (Araucaria araucana (Mol) K. Koch), Papa (Solanum*

- tuberosum* L. ssp. *tuberosum* Hawkes) y Maíz (*Zea mays* L.). Retrieved from <http://cybertesis.uach.cl/tesis/uach/2008/fao.39c/doc/fao.39c.pdf>
- Paramanantham, H., & Thottiam, R. (2018). Process optimization for evaluation of barrier properties of tapioca starch based biodegradable polymer film. *International Journal of Biological Macromolecules*, 120, 361–370. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.08.100>
- Parker, R., & Ring, S. G. (2001). Aspects of the physical chemistry of starch. *Journal of Cereal Science*, 34(1), 1–17. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2000.0402>
- Perera, C., & Hoover, R. (1999). Influence of hydroxypropylation on retrogradation properties of native, defatted and heat-moisture treated potato starches. *Food Chemistry*, 64(3), 361–375. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00130-7](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00130-7)
- Prado, O. H., Castañeda, J. C., & Ortiz, C. A. (2013). Caracterización estructural y térmica de almidones provenientes de diferentes variedades de papa. *Acta Agronomica*, 62(4), 289–295.
- Prakash Maran, J., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K., & Sridhar, R. (2013). Response surface modeling and analysis of barrier and optical properties of maize starch edible films. *International Journal of Biological Macromolecules*, 60, 412–421. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.06.029>
- Prieto-Méndez, J., Trejo-Cárdenas, C. L., Prieto-García, F., Méndez-Marzo, M. A., Bello-Pérez, L. A., & Román-Gutiérrez, A. D. (2010). Acetilación y caracterización del almidón de cebada. *Revista Latinoamericana de Recursos Naturales*, 6(1), 32–43. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Rodríguez, R., San Martín, M. E., & González de la Cruz, G. (2001). Calorimetría diferencial de barrido y rayos-x del almidón obtenido por nixtamalización fraccionada. *Superficies y Vacío*, (13), 61–65.
- Saartrat, S., Puttanlek, C., Rungsardthong, V., & Uttapap, D. (2005). Paste and gel properties of low-substituted acetylated canna starches. *Carbohydrate Polymers*, 61(2), 211–221. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2005.05.024>
- Salcedo Mendoza, J. G., Cervera Ricardo, M. A., & Restrepo Medina, C. A. (2017). Lintnerización de almidones nativos de yuca (*Manihot Esculenta* Crantz) y Ñame (*Dioscorea rotundata*). *Revista Vitae*, 2(2), 55–67.

[https://doi.org/10.17533/udea.vitae.v24n2\(2\)a07](https://doi.org/10.17533/udea.vitae.v24n2(2)a07)

- Santiago, M. (2015). *Elaboración y caracterización de películas biodegradables obtenidas con almidón nanoestructurado*. (Universidad Veracruzana). Retrieved from <https://cdigital.uv.mx/bitstream/handle/123456789/46809/SantiagoSantiagoMaricela.pdf?sequence=2&isAllowed=y>
- Sevenou, O., Hill, S. E., Farhat, I. A., & Mitchell, J. R. (2002). Organisation of the external region of the starch granule as determined by infrared spectroscopy. *International Journal of Biological Macromolecules*, 31(1–3), 79–85. [https://doi.org/10.1016/S0141-8130\(02\)00067-3](https://doi.org/10.1016/S0141-8130(02)00067-3)
- Shogren, R. L., Fanta, G. F., & Doane, W. M. (1993). Development of starch based plastics - a reexamination of selected polymer systems in historical perspective. *Starch - Stärke*, 45(8), 276–280. <https://doi.org/10.1002/star.19930450806>
- Singh, N., Chawla, D., & Singh, J. (2004). Influence of acetic anhydride on physicochemical, morphological and thermal properties of corn and potato starch. *Food Chemistry*, 86(4), 601–608. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.10.008>
- Singh, V., Ali, S. Z., Somashekar, R., & Mukherjee, P. S. (2006). Nature of crystallinity in native and acid modified starches. *International Journal of Food Properties*, 9(4), 845–854. <https://doi.org/10.1080/10942910600698922>
- Soni, P. L., & Gharia, M. M. (1990). Physicochemical Properties of Canna edulis Starch- Comparison with Maize Starch. *Starch-Starke*, 12, 460–464.
- Tester, R. F., & Debon, J. J. (2000). Annealing of starch — a review. *Biological Macromolecules*, 27, 1–12.
- Tester, R. F., Karkalas, J., & Qi, X. (2004). Starch - Composition, fine structure and architecture. *Journal of Cereal Science*, 39(2), 151–165. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2003.12.001>
- Thakur, R., Saberi, B., Pristijono, P., Stathopoulos, C. E., Golding, J. B., Scarlett, C. J., Bowyer, M., Vuong, Q. V. (2017). Use of response surface methodology (RSM) to optimize pea starch–chitosan novel edible film formulation. *Journal of Food Science and Technology*, 54(8), 2270–2278. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2664-y>
- Tongdeesoontorn, W., Mauer, L. J., Wongruong, S., Sriburi, P., & Rachtanapun, P.

- (2011). *Effect of carboxymethyl cellulose concentration on physical properties of biodegradable cassava starch-based films*. 1–8.
- Tovar, T. (2008). *Caracterización morfológica y térmica del almidón de Maíz (Zea mays L) obtenido por diferentes métodos de aislamiento*. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.
- Ulusoy, B., Yildirim, F., & Hecer, C. (2018). Edible Films and Coatings: A Good Idea From Past to Future Technology. *Journal of Food Technology Research*, 5(1), 28–33. <https://doi.org/10.18488/journal.58.2018.51.28.33>
- Vargas, G., Martínez, P., & Velezmore, C. (2016). Acetilación del almidón de millo (*Pennisetum glaucum*) y evaluación de su aplicación como posible excipiente. *Scientia Agropecuaria*, 7(3), 223–230. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2016.03.09>
- Velásquez-Barreto, F., & Velezmore, C. (2018). Rheological and viscoelastic properties of Andean tubers starches. *Scientia Agropecuaria*, 9(2), 189–197. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2018.02.03>
- Wang, S., Nie, S., & Zhu, F. (2016). Chemical constituents and health effects of sweet potato. *Food Research International*, 89, 90–116. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2016.08.032>
- Xu, Y., Miladinov, V., & Hanna, M. A. (2004). Synthesis and characterization of starch acetates with high substitution. *Cereal Chemistry*, 81(December), 735–740.
- Zárate, L., Ramírez, L. M., Otálora, N. A., Prieto, L., Garnica, A. M., Cerón, M. S., & Argüelles, J. H. (2014). Extracción y caracterización de almidón nativo de clones promisorios de papa criolla ( Grupo Phureja). *Revista Latinoamericana de La Papa*, 18(1), 1–24.
- Zhang, K., Huang, T. S., Yan, H., Hu, X., & Ren, T. (2020). Novel pH-sensitive films based on starch/polyvinyl alcohol and food anthocyanins as a visual indicator of shrimp deterioration. *International Journal of Biological Macromolecules*, 145, 768–776. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.12.159>
- Zhou, M., Robards, K., Glennie-Holmes, M., & Helliwell, S. (1998). Structure and pasting properties of oat starch. *Cereal Chemistry*, 75(3), 273–281. <https://doi.org/10.1094/CCHEM.1998.75.3.273>

- Zhou, Y., Zhao, D., Winkworth-Smith, C. G., Foster, T. J., Nirasawa, S., Tatsumi, E., & Cheng, Y. (2015). Effect of a small amount of sodium carbonate on konjac glucomannan-induced changes in wheat starch gel. *Carbohydrate Polymers*, 116, 182–188. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.02.087>
- Zhu, F., & Wang, S. (2014). Physicochemical properties, molecular structure, and uses of sweetpotato starch. *Trends in Food Science and Technology*, 36(2), 68–78. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.01.008>