

Revista Internacional Socio-Innova-Tec del Altiplano

Effect of annealing on the physicochemical and thermal properties of malanga (*Colocasia esculenta* L.) starch.

Efecto del annealing en las propiedades fisicoquímicas y térmicas del almidón de malanga (*Colocasia esculenta* L.)

Beatriz, MENDOZA-AVILA^{1*}, Areli Marlen, SALGADO-DELGADO², Ricardo Omar NAVARRO-CORTEZ¹, Heidi María, PALMA-RODRÍGUEZ¹.

¹Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Instituto de Ciencias Agropecuarias, Ciudad Universitaria Tulancingo, Av. Universidad Km 1, Tulancingo de Bravo, Hidalgo, México, C.P. 43600

²Tecnologico Nacional de México, Campus Zacatepec, Calzada Tecnológico No. 27, Zacatepec de Hidalgo, Morelos, México, C.P. 62780

Send date: 13/September/2022 Acceptance date: 6/October/2022

Abstract:

In this study, the effect of annealing on the physicochemical and thermal characteristics of malanga (*Colocasia esculenta* L.) starch was analyzed. Native malanga starch (control) was modified by hydrothermal treatment at two temperatures (67 and 70 °C). The values of moisture content and water activity were significantly higher ($p < 0.05$) in the native starch (AN), compared to the modified starches (AM), presenting values of $8.56 \pm 0.05\%$ and 0.41 ± 0.002 respectively. Regarding thermal properties, it was observed that there was a significant increase ($p < 0.05$) in the gelatinization temperature of AM as opposed to the control, while the gelatinization enthalpy (ΔH J/g) of AM decreases after modification. In conclusion, the modification changed the structure of the native starch improving the evaluated parameters, providing important information for its further application as an encapsulating material.

Keywords: Malanga starch, annealing, physicochemical characterization, gelatinization temperature, enthalpy.

Resumen:

En este estudio se analizó el efecto que tiene el annealing sobre las características fisicoquímicas y térmicas del almidón de malanga (*Colocasia esculenta* L.). El almidón nativo de malanga (control) fue modificado por tratamiento hidrotérmico a dos temperaturas (67 y 70 °C). Los valores del contenido de humedad y actividad de agua fueron significativamente mayores ($p < 0.05$) en el almidón nativo (AN), en comparación con los almidones modificados (AM), presentando valores de $8.56 \pm 0.05\%$ y 0.41 ± 0.002 respectivamente. En cuanto a las propiedades térmicas se observó que hubo un aumento significativo ($p < 0.05$) en la temperatura de gelatinización de AM a diferencia del control, mientras que la entalpía de gelatinización (ΔH J/g) de los AM disminuye después de la modificación. En conclusión, la modificación cambió la estructura del almidón nativo mejorando los parámetros

evaluados, proporcionando información importante para su posterior aplicación como material encapsulante.

Palabras clave: Almidón de malanga, annealing, caracterización fisicoquímica, temperatura de gelatinización, entalpía.

* Autor de correspondencia: Beatriz Mendoza Avila
E-mail: me50/495@uaeh.edu.mx

1. Introducción

El almidón es una partícula insoluble semicristalina, compuesta por dos fracciones distintas de polisacáridos: la amilosa y la amilopectina. Ambas están formadas por enlaces de glucosa α -1,4. La amilosa es lineal, mientras la amilopectina presenta ramificaciones debido a que posee del 4-5% de enlaces α -1,6 (Huang *et al.*, 2021). La malanga es un tubérculo que posee una gran cantidad de carbohidratos, siendo el almidón su principal componente, el cual representa del 70 al 80% (Singla *et al.*, 2020), el tamaño de sus gránulos varía entre 1 y 5 μ m, lo que permite un empaquetamiento compacto para la retención de compuestos bioactivos (Hoyos-Leyva *et al.*, 2018). El almidón nativo puede presentar limitantes para su aplicación en alimentos como son mayor retrogradación y sinéresis, inestabilidad a los cambios de temperatura, pH y fuerza de cizallamiento, por lo que se han buscado alternativas para mejorar estas propiedades (Punia, 2020; Zarski *et al.*, 2021). El annealing es una modificación física del almidón nativo, que consiste en la hidratación de los gránulos de almidón (>60% de agua), por un determinado lapso, sin llegar a la temperatura de gelatinización y conservando aún la estructura de los gránulos de almidón (Park y Kim, 2020). Por lo anterior el objetivo del trabajo fue evaluar el efecto de la modificación hidrotérmica en las propiedades fisicoquímicas y térmicas del almidón para su posible aplicación como material encapsulante.

2. Materiales y métodos

2.1. Materiales

El tubérculo de malanga (*Colocasia esculenta* L.), se obtuvo de la localidad de Actopan (19°23' y 19°44' de latitud norte y 96°20' y 96°48' longitud oeste, una altitud entre 1 y 1,000 m s.n.m.), en el estado de Veracruz.

2.2. Obtención del almidón de malanga

Para la obtención del almidón se empleó la metodología propuesta por Flores-Gorosquera *et al.*, (2004). Al tubérculo se le eliminó la cáscara con ayuda de un cuchillo, se cortó en trozos

pequeños y se molió en una licuadora tipo industrial (international, Mod.Li 12^a, México), durante 2 min a una velocidad baja y después se molió nuevamente en una licuadora doméstica a la máxima velocidad (Oster modelo bpst02-b, México). Se pasó por un tamiz No. de malla 200, y el retenido se volvió a moler y posteriormente se pasó por un tamiz No. de malla 325, haciendo lavados al retenido con agua destilada en la misma malla hasta que el agua del lavado fue clara. Posteriormente, se realizaron lavados con agua purificada al filtrado obtenido, dejando sedimentar en cada lavado y sustituyendo el sobrenadante por agua nueva, esta operación se repitió hasta obtener un sobrenadante transparente. El almidón fue secado en un horno de convección (Modelo shel-lab 1380fx, E.U.A.) a 40 °C por 24 h. Finalmente, el almidón obtenido se molió (molino hamilton beach modelo 80393, China) y pasó a través de un tamiz de malla No. 100 y se almacenó a temperatura ambiente hasta su utilización.

2.3. Modificación hidrotérmica del almidón

Para la modificación hidrotérmica del almidón se emplearon dos temperaturas, 67 (AM-67) y 70 °C (AM-70) en una proporción 1:9 (almidón: agua destilada). La mezcla se colocó a baño maría durante 48 h, transcurrido el tiempo fue secada a 40 °C en un horno convencional (Modelo shel-lab 1380fx, E.U.A.), molida, tamizada y almacenada en bolsas herméticas hasta su posterior análisis.

2.4. Caracterización fisicoquímica

2.4.1. Actividad de agua (a_w)

Se utilizó un medidor de actividad de agua (Aqua LAB V. 2.2, Modelo 3TE, Decagon Devices, Inc., E.U.A.), como primer paso se calibró el equipo con carbón activado ($a_w < 0.500$) y agua destilada ($a_w = 1.000 \pm 0.003$); posteriormente se pesó 1g de muestra y se introdujo a la cámara del equipo, la lectura se realizó por triplicado.

2.4.2. Contenido de humedad

El contenido de humedad se determinó utilizando una termobalanza (A&D Weighing, modelo MS-70, Japón). En charolas de aluminio se pesaron 5 g de las muestras de almidón y se realizó la lectura por triplicado.

2.5. Caracterización térmica

Las propiedades térmicas de los almidones se analizaron utilizando un calorímetro diferencial de barrido (TA Instruments, Modelo Q2000, New Castle, E.U.A.). Se evaluaron de acuerdo con el método propuesto por Paredes-López *et al.*, (1994). Se pesaron 2 mg de

muestra dentro de una charola de aluminio (tzero aluminium hermetic), posteriormente se le adicionaron 7 μ L de agua destilada. La charola fue sellada herméticamente y se dejó equilibrar por espacio de 30 min antes de realizar el análisis. Como referencia se utilizó una charola vacía. La muestra se sometió a calentamiento en un intervalo de temperatura de 30 a 130 °C y una velocidad de 10 °C/min. Cada muestra se realizó por triplicado. La temperatura de inicio (Ti), la temperatura de gelatinización o de pico (Tp), la temperatura final (Tf) y la diferencia de entalpía (ΔH) se obtuvieron del análisis realizado con el software TA Instruments versión 4.7.4.

2.6. Análisis estadístico

Se realizó un análisis de varianza ANOVA con un nivel de significación del 95% ($\alpha= 0.05$), para la comparación de medias se utilizó la prueba de Tukey al mismo nivel de significación, con el programa estadístico SPSS versión 21.

3. Resultados y discusión

3.1. Aislamiento del almidón de malanga

Durante el proceso de aislamiento del almidón se utilizó un método convencional, en donde el rendimiento que se obtuvo fue de un 20 % con relación a los kg iniciales de malanga. La malanga es un tubérculo rico en hidratos de carbono y contienen una cantidad importante de almidón el cual representa el 70 y 80% de la materia seca (Singla *et al.*, 2020). En un estudio realizado por Falade *et al.*, (2013) reportaron un rendimiento entre el 10.03 y 18.61% en malanga (*Colocasia esculenta*) y tannia (*Xanthosoma sagittifolium*), siendo estos porcentajes más bajos que los obtenidos en el presente estudio. Singla *et al.*, (2020) mencionan que utilizando un método de aislamiento convencional los porcentajes de rendimiento que se pueden obtener están entre el 7 al 16%. De igual manera existen otros métodos de aislamiento como por ejemplo el enzimático, en dónde el rendimiento aumenta entre un 14 y un 18%. Estos valores van a depender de la fuente botánica, la variedad, etapa de cosecha, factor genético, tamaño granular y método de aislamiento.

El método convencional para la obtención del almidón se basa en la insolubilidad de los gránulos de almidón en agua, por lo que se utilizan métodos de separación en medios acuosos, asimismo durante la molienda se libera la mayor parte del almidón (Liu, 2005).

En una investigación se llevó a cabo el aislamiento del almidón de malanga mediante el método enzimático utilizando celulasa de *Aspergillus niger* y xilanasas de *Thermomyces lanuginosus*, obteniendo un rendimiento del 17.22%, también se observó que hubo cambios ligeros en las propiedades del almidón, como mayor hinchamiento, menor solubilidad y

viscosidad (Sit *et al.*, 2015). A pesar de los beneficios que pueda tener el método enzimático, es importante considerar los cambios que se mencionan, ya que esto puede interferir en resultados posteriores a la modificación física por el annealing, así como también mencionar que sería un proceso que implica un mayor costo.

3.2. Caracterización fisicoquímica

3.2.1. Contenido de humedad y actividad de agua

En la tabla 1 se muestran los valores del porcentaje de humedad que presentaron el almidón nativo (AN) así como los almidones modificados (AM-67 Y AM-70) los cuales se encontraron entre 8.18 % y 8.56 %. Wang *et al.*, (2018) reportaron porcentajes de humedad entre el 10.37 y 11.38 % en almidones aislados de frijoles, malanga, ñame chino, arrurruz, mandioca, raíz de helecho, semilla de loto y castaña de agua. En otro estudio encontraron porcentajes de humedad en almidón aislado de malanga y maíz de 15.65 % y 14.36% respectivamente (Espinosa-Solis *et al.*, 2021). En ambas investigaciones mencionadas anteriormente se observa que los porcentajes de humedad fueron más altos que los del presente estudio. El contenido de humedad puede variar según la fuente botánica, el tejido vegetal utilizado, el método de extracción y las condiciones de almacenamiento (Espinosa-Solis *et al.*, 2021). De acuerdo con la Norma Mexicana (NMX-F-382-1986) Alimentos-almidón o fécula de maíz, el porcentaje máximo de humedad debe ser del 13%, por lo que el almidón nativo y modificado se encuentran dentro del porcentaje deseable.

De igual manera en la tabla 1 se puede ver el contenido de a_w , en donde los resultados encontrados estuvieron entre 0.36 y 0.41. Galicia-Domínguez *et al.*, (2022) encontró valores de 0.43 para el AN de malanga. Los alimentos a base de almidón se deben almacenar a un nivel de $a_w < 0.65$ (Abdullah *et al.*, 2000). Un bajo contenido de humedad y a_w previene el desarrollo de microorganismos que degradan el almidón, permitiendo prolongar su vida útil y almacenamiento (Tsfaye *et al.*, 2018).

Por otra parte, se puede notar que el porcentaje de humedad y la a_w en el AN fue significativamente mayor ($p < 0.05$) en comparación con los modificados. Este mismo comportamiento fue reportado en almidón de kithul (*Caryota urens*) modificado por annealing, en donde el AN presentó un porcentaje de 10.73% y el almidón modificado 9.72 % (Sudheesh *et al.*, 2020), esto podría ser debido a los cambios en la estructura granular del almidón durante la modificación, provocando que el agua libre se perdiera más fácilmente (Liu *et al.*, 2015).

Tabla 1. Actividad de agua y porcentaje de humedad del almidón nativo y almidón modificado por annealing

Muestra	Actividad de agua (a_w)	Humedad (%)
AN	0.41±0.002 ^c	8.56±0.05 ^b
AM-67	0.38±0.006 ^b	8.25±0.02 ^a
AM-70	0.36±0.004 ^a	8.18±0.14 ^a

^{a-c} Letras diferentes indican diferencia significativa ($p < 0.05$) entre el almidón nativo (AN) y modificado mediante annealing a 67 y 70 °C (AM-67 y AM-70, respectivamente).

3.3. Caracterización térmica

3.3.1. Temperatura de entalpía y gelatinización

Los resultados de las propiedades térmicas de los almidones nativo y modificados por annealing se muestran en la tabla 2, en donde se puede observar que hubo un incremento significativo ($p < 0.05$) en la temperatura de gelatinización en los AM con respecto al AN. También se pueden observar diferencias significativas en la entalpía de gelatinización (ΔH) siendo menor en los AM en contraste con el AN. Este mismo comportamiento fue observado en una investigación con almidón de papa modificado por annealing con agua activada por plasma, en la cual la temperatura de gelatinización aumentó aproximadamente de 62 °C a 67 °C, atribuyéndolo a una mejor interacción entre la amilosa y amilosa o amilopectina (reordenamiento de las cadenas), inhibiendo así el poder de hinchamiento de los gránulos, lo que retrasó la gelatinización, de igual manera hubo una disminución en la ΔH , de 12.27 a 7.31 J/g, mencionando que probablemente puede ser por una disociación en las dobles hélices inestables en algunos gránulos del almidón (Yan *et al.*, 2022). Wang *et al.*, (2017) investigaron las modificaciones del almidón de papa, ñame y trigo a temperaturas de 30, 40 y 50°C, en donde se vio que la temperatura de gelatinización de los 3 almidones aumentó en el tratamiento a 50°C, pero tuvo poco efecto sobre la entalpía. El aumento de las temperaturas de gelatinización y la viscosidad se relacionaron a un mayor ordenamiento de las cadenas del almidón en las regiones amorfas.

Tabla 2. Propiedades térmicas por el método de calorimetría diferencial de barrido de los almidones nativo y modificados por annealing

Muestra	To (°C)	Tp (°C)	Tc (°C)	ΔH (J/g)
AN	73.06±0.19 ^a	77.76±0.05 ^a	83.72±0.71 ^a	11.49±1.51 ^b
AM-67	78.76±0.45 ^b	82.57±0.16 ^b	86.85±0.23 ^b	6.35±1.06 ^a
AM-70	79.93±0.80 ^b	83.86±0.09 ^c	88.58±0.43 ^c	6.29±0.76 ^a

^{a-b} Letras diferentes indican diferencia significativa ($p < 0.05$) entre el almidón nativo (AN) y modificado mediante annealing a 67 y 70 °C (AM-67 y AM-70, respectivamente)

4. Conclusión

La modificación física del almidón por el annealing presentó cambios en el contenido de humedad y a_w , en comparación con el control, confiriendo propiedades deseables para el almacenamiento y vida útil. Así mismo, la modificación impacta en las propiedades térmicas del almidón, mejorando la interacción entre las dobles hélices de la amilopectina, obteniendo como resultado un aumento en la temperatura de gelatinización y por consiguiente se podría utilizar como material encapsulante, previniendo una ruptura anticipada de los gránulos del almidón al someterse al calor. Sin embargo, es importante evaluar otros parámetros que indiquen cual es la mejor modificación para la encapsulación de algún compuesto.

5. Referencias

- Abdullah, N., Nawawi, A. and Othman, I. (2000). Fungal spoilage of starch-based foods in relation to its water activity (a_w). *Journal of Stored Products Research*, 36(1), 47-54. [https://doi.org/10.1016/S0022-474X\(99\)00026-0](https://doi.org/10.1016/S0022-474X(99)00026-0)
- Espinosa-Solis, V., Zamudio-Flores, P. B., Espino-Díaz, M., Vela-Gutiérrez, G., Rendón-Villalobos, J. R., Hernández-González, M., Hernández-Centeno, F., López-De la Peña, H.Y., Salgado-Delgado, R. and Ortega-Ortega, A. (2021). Physicochemical characterization of resistant starch type-iii (Rs3) obtained by autoclaving malanga (*xanthosoma sagittifolium*) flour and corn starch. *Molecules*, 26(13), 4006. <https://doi.org/10.3390/molecules26134006>
- Falade, K. O. and Okafor, C. A. (2013). Physicochemical properties of five cocoyam (*Colocasia esculenta* and *Xanthosoma sagittifolium*) starches. *Food Hydrocolloids*, 30(1), 173-181. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.05.006>
- Flores-Gorosquera, E., García-Suárez, F. J., Flores-Huicochea, E., Núñez-Santiago, M. C., González-Soto, R. A. and Bello-Pérez, L. A. (2004). Rendimiento del proceso de extracción de almidón a partir de frutos de plátano (*Musa paradisiaca*). Estudio en planta piloto. *Acta Científica Venezolana*, 55(1), 86-90.
- Galicia-Domínguez, R.S., Galicia-Domínguez, J.A., Ortiz-González, S., Aguirre-Espíndola, G.G. and Aldeco-Pérez, M. (2022). Effect of Crosslinking of Taro Starch. *International Journal of Plant Research*, 12 (1), 1-7. [10.5923/j.plant.20221201.01](https://doi.org/10.5923/j.plant.20221201.01)
- Hoyos-Leyva, J., Bello-Pérez, L. A., Agama-Acevedo, E. and Álvarez-Ramírez, J. (2018). Potential of taro starch spherical aggregates as wall material for spray drying microencapsulation: Functional, physical and thermal properties. *International journal of biological macromolecules*, 120, 237-244. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.08.093>
- Huang, L., Tan, H., Zhang, C., Li, Q. and Liu, Q. (2021). Starch biosynthesis in cereal endosperms: An updated review over the last decade. *Plant communications*, 2(5), 100237. <https://doi.org/10.1016/j.xplc.2021.100237>.

- Liu, H., Guo, X., Li, W., Wang, X., Peng, Q. and Wang, M. (2015). Changes in physicochemical properties and in vitro digestibility of common buckwheat starch by heat-moisture treatment and annealing. *Carbohydrate polymers*, 132, 237-244. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.06.071>
- Liu, Q. (2005). Understanding starches and their role in foods. In: *Food carbohydrates: Chemistry, physical properties and applications*, (S. W. Cuied, eds), Pp. 309-355. CRC Press, Boca Raton, FL.
- Norma mexicana. (1986). Norma Mexicana NMX-F-382-1986. Alimentos - almidón o fécula de maíz. https://caisatech.net/uploads/XXI_2_MXD_C10_NMX-F-382-1986_R0_14JUL1986.pdf
- Paredes-López, O., Bello-Pérez, L. A. and López, M. G. 1994. Amylopectin: Structural gelatinization and retrogradation studies. *Food chemistry*, 50: 411-418. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(94\)90215-1](https://doi.org/10.1016/0308-8146(94)90215-1)
- Park, S. and Kim, Y. R. (2020). Clean label starch: production, physicochemical characteristics, and industrial applications. *Food science and biotechnology*, 30(1), 1-17. <https://doi.org/10.1007/s10068-020-00834-3>
- Punia, S. (2020). Barley starch modifications: Physical, chemical and enzymatic-A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 144, 578-585. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.12.088>
- Singla, D., Singh, A., Dhull, S. B., Kumar, P., Malik, T. and Kumar, P. (2020). Taro starch: Isolation, morphology, modification and novel applications concern-A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 163, 1283-1290. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.093>
- Sit, N., Deka, S. C. and Misra, S. (2015). Optimization of starch isolation from taro using combination of enzymes and comparison of properties of starches isolated by enzymatic and conventional methods. *Journal of food science and technology*, 52(7), 4324-4332. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1462-z>
- Sudheesh, C., Sunooj, K. V., Navaf, M., Bhasha, S. A., George, J., Mounir, S., Kumar, S. and Sajeevkumar, V. A. (2020). Hydrothermal modifications of nonconventional kithul (*Caryota urens*) starch: physico-chemical, rheological properties and in vitro digestibility. *Journal of food science and technology*, 57(8), 2916-2925. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04323-7>
- Tesfaye, T., Gibril, M., Sithole, B., Ramjugernath, D., Chavan, R., Chunilall, V. and Gounden, N. (2018). Valorisation of avocado seeds: extraction and characterisation of starch for textile applications. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 20(9), 2135-2154. <https://doi.org/10.1007/s10098-018-1597-0>
- Wang, X., Reddy, C. K., and Xu, B. (2018). A systematic comparative study on morphological, crystallinity, pasting, thermal and functional characteristics of starches

- resources utilized in China. *Food chemistry*, 259, 81-88.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.03.121>
- Wang, S., Wang, J., Wang, S. and Wang, S. (2017). Annealing improves paste viscosity and stability of starch. *Food Hydrocolloids*, 62, 203-211.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.08.006>
- Yan, Y., Peng, B., Niu, B., Ji, X., He, Y. and Shi, M. (2022). Understanding the Structure, Thermal, Pasting, and Rheological Properties of Potato and Pea Starches Affected by Annealing Using Plasma-Activated Water. *Frontiers in Nutrition*, 9:842662.
<https://doi.org/10.3389/fnut.2022.842662>
- Zarski, A., Bajer, K. and Kapuśniak, J. (2021). Review of the most important methods of improving the processing properties of starch toward non-food applications. *Polymers*, 13(5), 832. <https://doi.org/10.3390/polym13050832>