



**PROPIEDADES MICROESTRUCTURALES Y DE FORMACIÓN DE PASTA DE PELLETS EXTRUDIDOS ELABORADOS A PARTIR DE ALMIDÓN DE MAÍZ ENRIQUECIDOS CON MCP Y CONCENTRADO PROTEÍNICÓ DE LECHE**

**PASTE AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF EXTRUDED STARCH PELLETS ENRICHED WITH QPM AND MILK PROTEIN CONCENTRATE**

V. Limón-Valenzuela<sup>1</sup>, E. Aguilar-Palazuelos<sup>1\*</sup>, J. de J. Zazueta-Morales<sup>1</sup>, F. Martínez-Bustos<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Maestría en Ciencia y Tecnología de Alimentos, Universidad Autónoma de Sinaloa, Apdo. Postal 1354, Culiacán, Sin., C. P. 80000, México.

<sup>2</sup>Ciencia de Materiales, CINVESTAV Querétaro, Apdo. Postal 1-798, Querétaro, Qro., C.P. 76230, México

Recibido 23 de agosto de 2016; Aceptado 7 de diciembre de 2016

**Resumen** El objetivo del presente trabajo fue estudiar el efecto de la adición de concentrado proteínico de leche (CPL) (0-10%) y del contenido de humedad (CH) (20-30%) en la mezcla (80% almidón de maíz- AM y 20% maíz de calidad proteínica- MCP), sobre diferentes características microestructurales y de formación de pasta de un producto botana 3G, empleando la tecnología de extrusión. El proceso de extrusión se llevó a cabo en un extrusor de tornillo simple, a una temperatura de 140°C, y una velocidad del tornillo constante a 80 rpm. Características reológicas [viscosidad a 92°C ( $V_{92}$ ), perfiles de viscosidad] y microestructurales [difracción de rayos X, calorimetría diferencial de barrido (CDB), microscopía electrónica de barrido (MEB)] fueron evaluadas como efecto del procesamiento. Se encontró que la  $V_{92}$  fue estimada adecuadamente por el modelo de segundo orden propuesto ( $p < 0.05$ ). Los valores de los parámetros de viscosidad disminuyeron con el incremento del contenido de CPL y se incrementaron al incrementar el CH. Incremento en el contenido de CPL (0 a 10%) causaron una disminución en la cristalinidad (LSD,  $\alpha=0.05$ ). Adiciones de 5-10% de CPL, presentaron una disminución en la entalpía de transición, mientras que el CH no provocó cambios significativos (LSD,  $\alpha=0.05$ ) en los tratamientos analizados. Pudiendo decir que aun cuando se obtuvieron productos degradados tuvieron buenas características que pudiesen tener aceptación por parte del consumidor.

**Palabras clave:** extrusión, botanas de tercera generación, microestructura, almidón de maíz, MCP, concentrado proteínico de leche.

**Abstract**

The objective was study the effect of addition milk protein concentrate (MPC) (0-10%) and moisture content (MC) (20-30%) in the blend (80% corn starch, CS and 20% Quality Protein Maize, QPM) on different microstructural characteristics and past formation from a snack food 3G, using extrusion technology. The extrusion process was carried out in simple screw extruder, temperature and screw speed were 140 °C and 80 rpm, respectively. Rheological [viscosity profiles, viscosity to 92°C] and microstructural [X-ray diffraction, differential scanning calorimetry, scanning electron microscopy] characteristics were evaluated as processing effect.  $V_{92}$  was adequately estimated by the proposed second order model ( $p < 0.05$ ). Viscosity parameters values increase with MPC content and were increased when MC increasing. Increased MPC from 0 to 10% the crystallinity showed a tendency to diminish (LSD,  $\alpha=0.05$ ). Respect to transition enthalpies, the MPC content was less evident effect, being observed a diminution in the enthalpy of transition when increasing the content of MPC from 5% to 10%. Upon carrying out the analysis for the MC, it was not found any statistical difference on the values of enthalpy of transition for the treatments analyzed (LSD,  $\alpha=0.05$ ). It can be said that even when degraded products were obtained they had good characteristics that could be accepted by the consumer.

**Keywords:** extrusion, snacks of third generation, microstructure, starch of corn, QPM, concentrated protein of milk.

\* Autor para la correspondencia. E-mail: eaguil@uas.edu.mx

## 1 Introducción

En general, las botanas no son consideradas como alimento básico debido a su bajo aporte nutricional, lo que les ha originado una imagen de “comida chatarra”, es decir, más perjudiciales que apropiadas en una dieta balanceada. Sin embargo, según De la Rosa (2013) la industria de las botanas en México para el año 2014 debería haber empezado con la reformulación de productos haciéndolos más saludables, sobre todo los alimentos que se expenden dentro de los planteles educativos a nivel básico, esto de acuerdo a lo indicado por la Secretaría de Salud y la Secretaría de Educación Pública (DOF 2010). Aunque hay reportes que indican que el consumo de botanas en México se ha incrementado, generando grandes ganancias al sector industrial (INEGI 2016), hoy día, los principales consumidores de alimentos botana incluyen a la población de todas las edades (niños, jóvenes y adultos) y clases sociales. Haciendo que el consumo de este tipo de productos sea ya una costumbre arraigada en la población, y aunque las botanas más populares siguen siendo las papas fritas y frituras a base de tortilla (Maga 2000; Pallares-Gómez 2014; INEGI 2016), existen otro tipo de botanas como los torcidos o chicharrón de harina, que han adquirido preferencia en los consumidores (Navarro y col., 2016). Estos alimentos botana, antes mencionados se elaboran principalmente por la tecnología de extrusión, la cual es una de las tecnologías más utilizadas en este sector.

La tecnología de procesamiento por extrusión presenta amplias ventajas técnicas, de costos, calidad y versatilidad sobre otros procesos usados en la industria de alimentos. Ello ha hecho que el proceso de extrusión haya adquirido una gran demanda en el procesamiento de alimentos, principalmente en la elaboración de cereales para desayuno, comidas instantáneas, alimentos infantiles, pastas alimenticias, alimentación animal y alimentos botana de diversos tipos. Uno de los productos elaborados a partir de extrusión, que ha incrementado su preferencia, tanto por los consumidores como por los productores, son los alimentos botana de tercera generación, conocidos también como productos intermediarios, “pellets” o comprimidos; ello debido a que son relativamente baratos y fáciles de preparar en el hogar. Estos productos también presentan una gran estabilidad al almacenamiento y una alta densidad aparente facilitando con ello su manejo (Sunderland 1996).

Existen diversos trabajos en la literatura científica que se han enfocado a la elaboración de pellets

con valor nutrimental (Delgado-Nieblas y col., 2015; Camacho-Hernández y col., 2014; Navarro-Cortez y col., 2014; Aguilar-Palazuelos 2012; Delgado-Nieblas 2012; Rocha-Guzman y col., 2012; Bastos-Cardoso y col., 2006), encontrando que es posible elaborar pellets reformulados o enriquecidos con diversas materias primas que podrían aportar un beneficio extra a la salud del consumidor; sin embargo, existen diversos estudios sobre los factores que afectan la elaboración de pellets por extrusión (Kraus y col., 2014; Kraus y col., 2013; van der Sman y Broeze 2013; Moraru y Kokini 2003; Boischot 2003; Ernoult y col., 2002; Lee y col., 2000; Ascheri y col., 2000) donde se ha encontrado que cualquier cambio en las condiciones de proceso y/o formulación puede influir en las propiedades fisicoquímicas y estructurales de botanas y por ende en la aceptación del producto final.

Debido a lo anterior ha surgido la necesidad de evaluar el efecto de materias primas utilizadas para enriquecer botanas sobre los cambios estructurales, con el propósito de poder obtener un producto con mayor aceptación final. Entre ellos se encuentra el trabajo de Navarro-Cortez y col. (2014) quienes realizaron una validación de las mejores condiciones encontradas para elaborar botanas de tercera generación a partir de maíz azul entero y almidón de maíz, analizando sus características fisicoquímicas y microestructurales, encontrando que las pruebas demostraron que los productos obtenidos se presentaban parcialmente degradados lo cual es deseable en botanas de tercera generación, tal y como lo indicó Aguilar-Palazuelos y col. (2012) quienes estudiaron el efecto de la temperatura y el contenido de humedad en una mezcla de almidón de papa, maíz de calidad proteínica y pasta de soya en la elaboración de una botana de tercera generación y expandida por microondas, obteniendo una botana con características similares a las disponibles en el mercado.

Por otro lado, un ingrediente que puede ser utilizado para incrementar el aporte nutrimental de pellets es el Concentrado Proteínico de Leche (CPL), ya que la leche presenta una amplia gama de nutrientes, y que en los concentrados existe una cantidad importante de proteínas (Alais 2003; Santos 2003), por lo que es importante generar información científica sobre la elaboración de botanas de tercera generación en cuya formulación se incluya al CPL. Debido a todo lo anterior se consideró importante estudiar la elaboración de un alimento botana de tercera generación que incluyera el efecto del concentrado proteínico de leche sobre las características microestructurales, sabiendo que

el contenido de proteína afecta la elaboración de las botanas (Kim y Maga 1987; Ennis y Mulvihill 2000). En los alimentos botana están presentes macromoléculas (principalmente almidón, proteínas etc), las cuales sufren cambios importantes durante el procesamiento, por lo que es importante conocer y tener información de éstos, los cuales se pueden determinar directa e indirectamente. Existen técnicas como la difracción de rayos X, calorimetría diferencial de barrido y reología, las cuales podrían ayudar a determinar los cambios en la microestructura de las macromoléculas. Por lo que el objetivo de la presente investigación fue estudiar el proceso de extrusión en la elaboración de un alimento botana de tercera generación (pellets), a partir de mezclas de maíz de calidad proteínica (MCP), almidón de maíz (AM) y concentrado proteínico de leche (CPL) a diferentes contenidos de humedad (CH) de las mezclas sobre características microestructurales y de formación de pasta.

## 2 Materiales y métodos

### 2.1 Materias primas

Para la realización de este estudio se utilizó almidón de maíz (Cremena, IMSA S.A. de C.V., Guadalajara, Jalisco, México), concentrado proteínico de leche (Food Specialities de México S.A. de C.V. México) y maíz de calidad proteínica (MCP), obtenido del campo experimental de INIFAP (CIAB), de Celaya, Gto.

### 2.2 Métodos experimentales

#### 2.2.1. Preparación de la materia prima

El maíz de calidad proteínica se sometió a una separación parcial del germen para disminuir el contenido de grasa en el grano. Para tal fin, se utilizó un descascarillador continuo (CICATA-IPN, México), a velocidad de tornillo (800 rpm) y tiempo de residencia (1 min) de la semilla, constantes. La separación del germen, pericarpio y finos se realizó en un equipo hidroneumático (CICATA-IPN, México, DF., México) (San Martín-Martínez y col. 2003). El material obtenido fue sometido a una molienda fina en un molino de martillos (Pulvex, modelo 200, México), usando una malla de orificios de 0.5 mm de diámetro. La harina obtenida (420  $\mu\text{m}$ ) de MCP fue mezclada con almidón de maíz en una relación 20:80. Esta mezcla se enriqueció utilizando concentrado

proteínico de leche en concentraciones que variaron de 0 a 10 %.

#### 2.2.2. Proceso de extrusión

Las harinas para cada tratamiento fueron acondicionadas con contenidos de humedad (CH) entre 20 y 30 % de acuerdo a un diseño experimental previamente establecido (Tabla 1). Las mezclas fueron procesadas utilizando un extrusor de tornillo simple (CINVESTAV-IPN, Querétaro), con un tornillo de una relación de compresión de 3:1, con una matriz de salida 20 mm x 1.0 mm x 100 mm, a un flujo constante de 40.0 g/min y velocidad del tornillo constante a 80 rpm y un tiempo de residencia de 20 s dentro del extrusor. Con temperatura constante en las zonas de calentamiento a 75, 140 y 83 °C, en la zona de alimentación, mezclado/cocción y matriz de salida, respectivamente, durante todos los tratamientos. El material extrudido (“pellets” de aproximadamente 2 cm de largo) fue deshidratado a 50 °C por 16 h hasta un contenido de humedad entre 9-13 %.

#### 2.2.3. Expansión de pellets usando horno de microondas.

Los “pellets” fueron acomodados en una bolsa (15 X 15 cm) de papel encerado y posteriormente expandidos usando un horno de microondas convencional marca Sharp®, mod. R-501CW (Mahwah, NJ, EUA), potencia de 1,000 Watts y 2,450 Hz de acuerdo a lo reportado por Aguilar-Palazuelos y col. (2006).

Tabla 1. Diseño experimental del estudio de extrusión para dos factores.

Tratamiento	CPL (%)	CH (%)	$V_{92}$
1	2.5	22.5	21.54±0.29
2	7.5	22.5	20.16±1.88
3	2.5	27.5	36.75±0.41
4	7.5	27.5	27.541±1.00
5	0	25	31.5±0.23
6	10	25	26.08±0.00
7	5	20	18.66±0.59
8	5	30	30.91±0.59
9	5	25	28.54±0.06
10	5	25	27.87±0.06
11	5	25	25.83±0.71
12	5	25	27.62±1.82
13	5	25	27.5±2.00

CPL = Concentrado Proteínico de Leche; CH = Contenido de Humedad;  $V_{92}$  = Viscosidad a 92°C.

## 2.3 Métodos analíticos

### 2.3.1. Características microestructurales

#### 2.3.1.1. Perfiles de viscosidad

Los perfiles de viscosidad se realizaron por triplicado y se determinaron utilizando un equipo “Rapid Visco-Analyzer” (RVA), modelo 3C (Newport Scientific PTY Ltd., Sydney, Australia), siguiendo las especificaciones del manual de operación y las sugerencias de Martínez-Flores (1997) y Zazueta-Morales y col. (2001). De los perfiles de viscosidad RVA se determinó la viscosidad a 92 °C ( $V_{92}$ ) (a temperatura máxima) y se reporta en RVU's (de sus siglas en inglés Relative Viscosity Units-unidades relativas de viscosidad).

#### 2.3.1.2. Análisis de rayos X

Esta determinación se realizó por triplicado con las muestras molidas a un tamaño de partícula menor a malla 60 (250  $\mu\text{m}$ ), con un contenido de humedad de entre 9 y 13 %. Las muestras fueron empacadas en un porta-muestras de vidrio con una profundidad de 0.5 mm y montadas en un difractómetro de Rayos-X Rigaku (Modelo Ultima D/Max-2100, Rigaku Denki Co. Ltd, Japón) y de acuerdo con los procedimientos y observaciones descritos por Martínez-Flores (1997) y Zazueta-Morales (2003). La cristalinidad fue calculada de acuerdo al método Hermen, descrito por Nara y col. (1978) y Gómez y col. (1989).

El porcentaje de cristalinidad se calculó de acuerdo a la expresión:

$$\% \text{ Cristalinidad} = \frac{\text{Área de los picos}}{\text{Área total}} \quad (1)$$

#### 2.3.1.3. Calorimetría diferencial de barrido

Los análisis de calorimetría diferencial de barrido (CDB) se realizaron por duplicado en las muestras extrudidas. Los materiales extrudidos fueron molidos a un tamaño de partícula menor a malla 60 (250  $\mu\text{m}$ ). Se utilizó un calorímetro (Mettler-Toledo 821, Huddersfield, England) y se siguieron las recomendaciones de Ordorica-Falomir (1988) y Zazueta-Morales (2003). Las cápsulas fueron calentadas de 40 a 100 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min, la cámara de calentamiento se ventiló con Argón (Ar) a un flujo de 75 mL/min. Se determinaron la entalpía, temperatura inicial (onset), temperatura pico (máxima) y la

temperatura final (endset), mediante el software STARE Thermal Analyzer.

#### 2.3.1.4. Microscopía electrónica de barrido

Los análisis de microscopía electrónica de barrido (MEB) se realizaron en las materias primas, en el pellet extrudido de las mejores condiciones de extrusión y en pellet expandido por microondas, de acuerdo al procedimiento descrito por Cárabez-Trejo y col. (1989) y Zazueta-Morales (2003). Se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental (Philips®, model XL30 ESEM, Eindhoven, Holland), empleando un detector de electrones secundarios y bombardeo de electrones a 15 kV, colocando las muestras en alto vacío. Se observaron las morfologías y tamaño de partícula de las diferentes materias primas, así como de los productos extrudidos sin expandir y expandido de las mejores condiciones de procesamiento.

### 2.3.2. Análisis de datos

Los datos experimentales de viscosidad fueron de al menos tres replicas y los datos se analizaron mediante la Metodología de Superficie de Respuesta, la cual fue aplicada usando el paquete estadístico software Desing-Expert (Stat-Ease 2003) versión 6.0.10. Se empleó un polinomio de segundo orden (Ecuación 2) para predecir el comportamiento experimental:

$$y_i = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{11}X_{12} + b_{22}X_{22} + b_{12}X_1X_2 \quad (2)$$

Donde:

$y_i$  = respuesta genérica

$b_{1...12}$  = coeficientes de regresión.

$X_1$  = Humedad de alimentación

$X_2$  = Temperatura de cocción.

Al resto de las respuestas se le realizó un análisis de varianza y un estudio de comparación de medias mediante la prueba de Fisher (LSD,  $\alpha=0.05$ ). Todos los tratamientos se hicieron con al menos dos replicas, y análisis se llevó a cabo mediante el paquete estadístico STATISTICA (StatSoft 1995).

## 3 Resultados y discusión

### 3.1 Estudio de extrusión

#### 3.1.1. Viscosidad a 92 °C

El análisis estadístico de la viscosidad a 92 °C ( $V_{92}$ ) (Tabla 2) mostró un modelo de regresión significativo,

Tabla 2. Análisis de varianza del modelo cuadrático y coeficientes de regresión del modelo y nivel de significancia para los parámetros de Viscosidad a 92°C.

	$V_{92}$
Intercepto	-114.149
Lineales	
CPL	6.60011*
CH	8.56791*
Cuadráticos	
CPL	N.S.
CH	-0.10864
Interacción	
CPL-CH	-0.3132*
$R^2$ Ajustada	0.83
p de F	7.33
C.V.	0.0019
Falta de ajuste	0.037

CV = Coeficiente de variación.  $V_{92}$  = Viscosidad a 92°C. CPL = Concentrado Proteínico de Leche CH = Contenido de Humedad \*  $p \leq 0.05$  \*\*  $p \leq 0.1$  N.S. No significativo

con una  $R^2$  ajustada =0.83, CV =7.33, y una probabilidad de f del modelo de < 0.001, aunque presento falta de ajuste (0.037). El análisis estadístico (mostró que el CPL presento efecto significativo ( $p$  de  $f < 0.001$ ) solo en su término lineal, mientras que el contenido de humedad presento efecto significativo en todos sus términos, así como la interacción de las dos variables. El modelo obtenido se muestra a continuación (Ecuación 3):

$$V_{92} = -114.14862 + 6.6 * CPL + 8.56791 * CH - 0.10864 * CH^2 - 0.3132 * CPL * CH \quad (3)$$

El efecto del procesamiento se puede ver en la Fig. 1, observando que la  $V_{92}$ , se incrementó con el aumento en el CH, variando la  $V_{92}$  de 18.66 a 36.75 RVU's. La viscosidad tiende a disminuir ligeramente cuando se incrementa el contenido de CPL y notoriamente decrece con la disminución del CH. Resultados similares han sido reportados por Carvalho y col. (2002), durante la evaluación de los parámetros de extrusión en las propiedades físicas de pellets elaborados a partir de harinas de trigo, arroz y plátano. Estos autores encontraron que los perfiles de viscosidad fueron fuertemente influenciados por el contenido de humedad de las mezclas a extrudir, incrementando cada uno de los valores al incrementar el contenido de humedad.

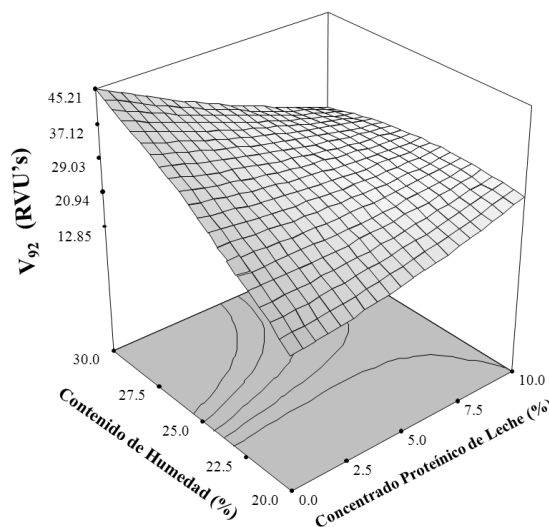


Fig. 1. Efecto del concentrado proteínico de leche y contenido de humedad sobre la viscosidad a 92°C ( $V_{92}$ ) de productos extrudidos y expandidos por microondas.

Esto ocurre, de acuerdo con estos autores, debido a que por efecto de la temperatura la masa se vuelve plástica y menos viscosa, permitiendo así que los gránulos de almidón se vuelvan más susceptibles a la acción de corte. De esta forma se tienen una mayor acción térmica y mecánica, resultando en una mayor degradación del almidón y consecuentemente obteniéndose menores valores de viscosidad. En este sentido, Ascheri y col. (1995) reporta que dentro de los componentes de la materia prima en la elaboración de botanas, el almidón es posiblemente el compuesto más directamente relacionado con la viscosidad que presentan las botanas de tercera generación.

### 3.1.2. Comportamiento de los perfiles de viscosidad

Los perfiles de viscosidad RVA de las botanas 3G producidas por extrusión, como efecto del CPL y del CH, se muestran en la Fig. 2. Se puede observar que un incremento en el contenido de CPL resultó en una disminución en los valores de los perfiles de viscosidad, los cuales son similares a los reportados por Becker y col. (2001) para grits de maíz extrudidos. Por otro lado, un incremento en el CH, en el intervalo estudiado, mostró un comportamiento inverso, resultando en un aumento en los valores de los perfiles de viscosidad. Efectos similares han sido reportados por Gómez y Aguilera (1984) donde mostraron con almidón de maíz extrudido bajo diferentes contenidos de humedad se alcanzaron

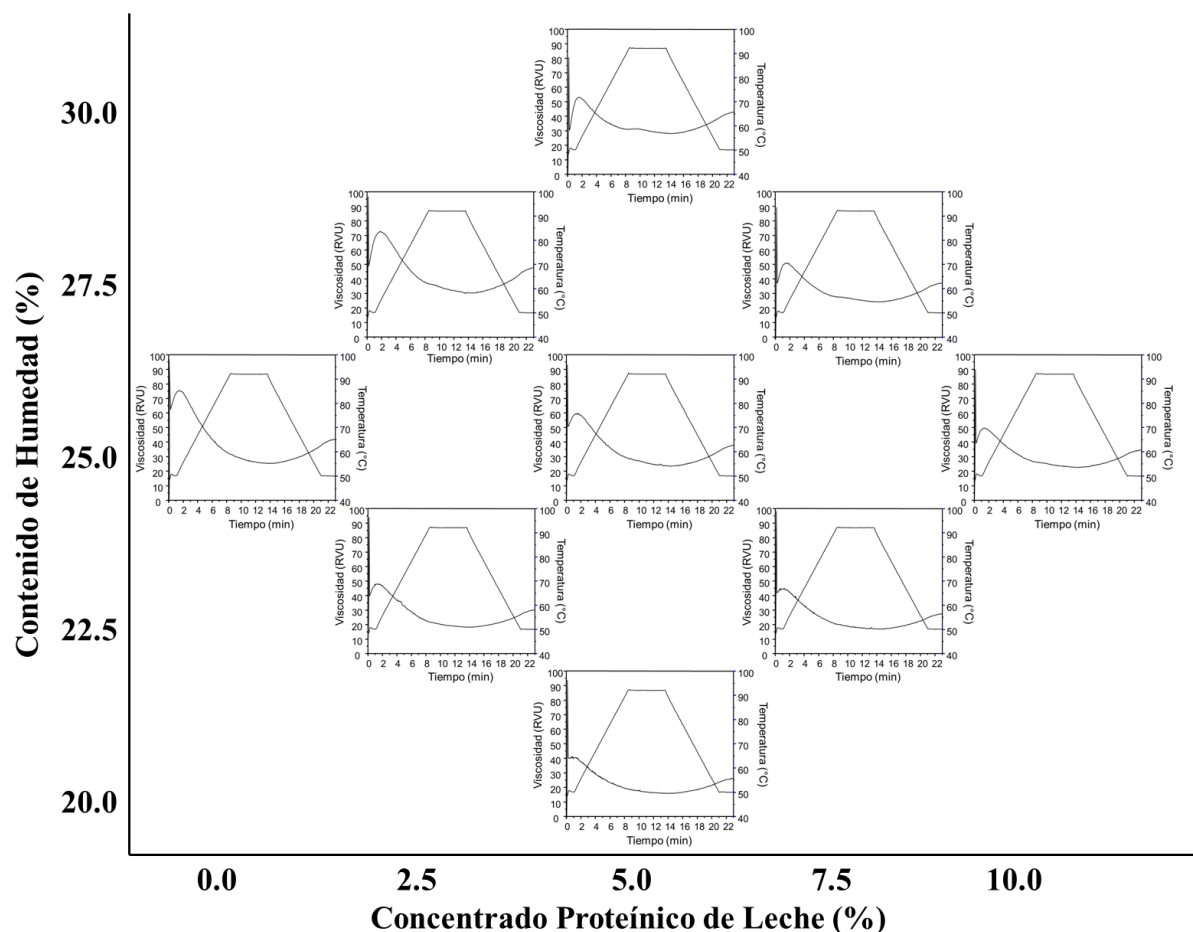


Fig. 2. Perfiles de viscosidad RVA de productos extrudidos 3G, como efecto del CPL y el CH.

valores máximos de gelatinización con CH de alrededor de 28-29 %. Asimismo, bajos contenidos de humedad (< a 20 %) y alto cizallamiento, propiciaron un aumento en la formación de dextrinas. En esas condiciones se encontraron valores bajos de viscosidad debido al tratamiento térmico empleado que destruye la estructura cristalina del almidón. Esta degradación del almidón (dextrinización) fue reportada por Gómez y Aguilera (1983) utilizando grits de maíz como material de estudio.

### 3.1.3. Análisis de rayos X

En la figura 3 se pueden observar los difractogramas de rayos X realizados en las muestras procesadas por extrusión, como efecto del concentrado proteínico de leche (A) (0-10 % de CPL; CH=25 %) y del contenido de humedad (B) (20-30 % CH; CPL= 5 %). Es posible ver que las muestras extrudidas presentaron

estructuras tipo V (Becker y col. 2001; Singh y col. 1998; Bhatnagar y Hanna 1994), consistentes con el complejo almidón-lípido y más específicamente amilosa-lípido provocado por el procesamiento de extrusión. De acuerdo con Singh et al. (1998) puede corresponder a una estructura tipo Eh, la cual es una variante meta-estable de la estructura Vh. Las estructuras Vh resultan cuando los almidones son extrudidos en presencia de lípidos o emulsificantes (Bhatnagar y Hanna 1994). Estructuras similares fueron reportadas por Singh y col. (1998) para almidón extrudido en presencia de lípidos. La estructura cristalina de los almidones, puede ser destruida parcial o totalmente por el procesamiento de extrusión, obedecido principalmente por la relación amilosa-amilopectina así como de las condiciones de extrusión tales como: contenido de humedad, temperatura y esfuerzo de corte (Tovar-Jimenez y col. 2016; McPherson y col. 2000).

Tabla 3. Valores de Entalpía, Temperatura Inicial (onset), temperatura pico (peak) y la temperatura final (endset).

		Cristalinidad relativa	T inicial (onset)	T Maxima (peak)	T Final (enset)	Entalpía J/g (endo)
CPL	0%	34.06±1.34	46.7	56.7	67.7	1.78±0.275
	5%	33.71±0.95	45.2	51.3	71.8	2.0 ±0.056
	10%	30.58±1.12	53.7	59.6	63.9	0.33±0.176
CH	20%	35.42±0.74	47.7	58.5	69.9	0.88±0.353
	25%	33.71±0.67	45.2	51.3	71.8	2.0±0.056
	30%	32.38±0.61	46.9	55.6	64.8	1.28±0.296
Materias Primas	AM	44.93±0.08	67.6	72.0	77.0	12.13±0.657
	MCP	42.08±2.61	64.2	70.7	79.3	8.76±1.65
	CPL	66.65±1.55	62.3	67.4	75.0	8.005±0.558

CPL=Concentrado Proteínico de Leche; CH=Contenido de Humedad; AM=Almidón de Maíz; MCP=Maíz de Calidad Proteínica; T=Temperatura

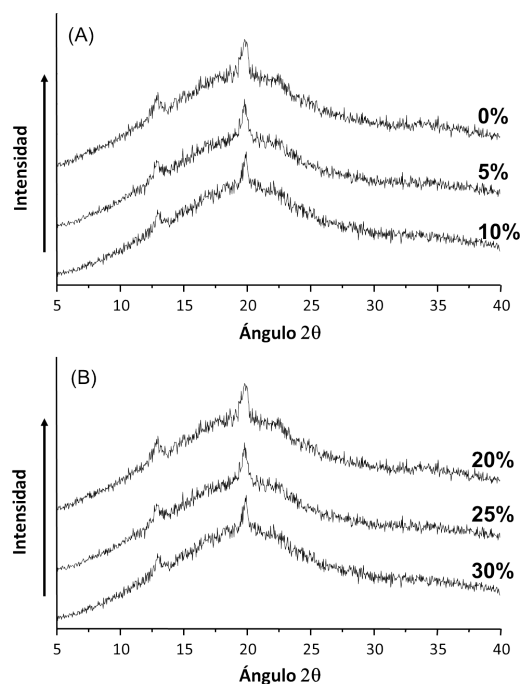


Fig. 3. Patrón de difracción de rayos X de las muestras extrudidas como efecto de: (A) CPL (CH= 25%) y (B) CH (CPL= 5%).

De los difractogramas se determinó la cristalinidad relativa (CR) (Tabla 3). En la Figura 3A se muestra el comportamiento de la CR como efecto del CPL, se puede observar que no hubo cambio al aumentar el contenido de CPL de 0 % (CR=34.05) a 5 % (CR=33.7) pero si una disminución en la CR con el aumento de CPL de 5 a 10 % (LSD,  $\alpha=0.05$ ). Asimismo en la Figura 3B, se puede observar el comportamiento de la CR con respecto al CH, se

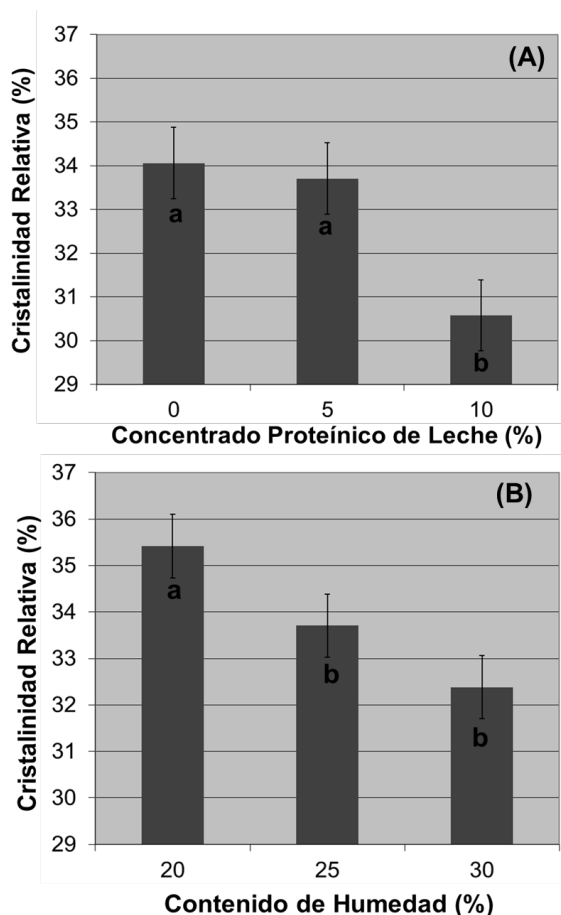


Fig. 4. Cristalinidad relativa de las muestras extrudidas, como efecto de la variación del contenido de CPL (A) (a un CH= 25%) y del CH (B) (a CPL= 5%) (LSD,  $\alpha=0.05$ ).

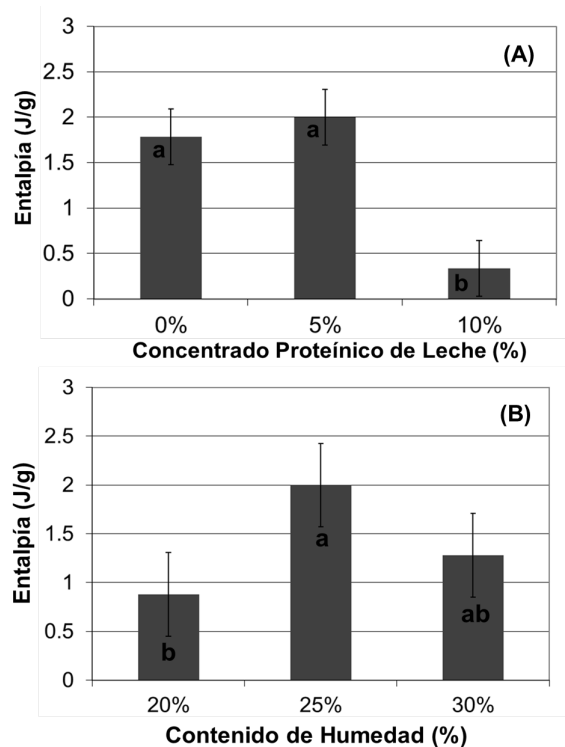


Fig. 5. Entalpias de transición de los productos extrudidos como efecto del concentrado proteínico de leche (A; CH=25 %) y del contenido de humedad (B; CPL=5 %).

observa una tendencia a disminuir, sin embargo, al hacer el análisis de comparación de medias se encontró que no hay diferencia significativa estadística al aumentar el CH de 25 % (CR= 33.7) a 30 % (CR=32.38) (LSD,  $\alpha=0.05$ ). El comportamiento de la CR respecto al CH no corresponde al reportado por algunos autores, quienes han encontrado que menores contenidos de humedad incrementa la severidad del procesamiento, lo que provoca una mayor degradación del almidón y, por ende, una pérdida de cristalinidad (Aguilar-Palazuelos y col., 2006; Bhattacharya y Hanna, 1987). McPherson y col. (2000) indicaron que el almidón de maíz extrudido a 30 % de CH y alto cizallamiento a 60 °C exhibió cristalinidad reducida. A temperaturas de extrusión de 80 y de 100 °C, el almidón fue gelatinizado lo cual fue indicado por la ausencia de regiones cristalinas. El proceso de extrusión destruye parcial o totalmente la estructura cristalina de los almidones, dependiendo de la proporción del amilosa-amilopectina y de las condiciones de extrusión, tales como temperatura de extrusión, contenido de humedad y grado de compresión, entre otros (Navarro-Cortez y col. 2014;

McPherson y col. 2000).

### 3.1.4. Calorimetría diferencial de barrido (CDB)

Las Figuras 5 (A, B) muestran las entalpías de transición de las muestras extrudidas como efecto del CPL (a CH= 25 %) y del contenido de humedad (a CPL=5 %). Por los valores tan bajos ( $\Delta H$  0.33 y 2 J/g) se puede determinar que el procesamiento de extrusión produjo materiales degradados, estos valores de entalpia comparados con las entalpías de las materias primas ( $\Delta H$  entre 8.0 y 12.13 J/g), lo corroboran (Tabla 3). El análisis de comparación de medias (LSD,  $\alpha=0.05$ ) de las entalpías presentadas por dichos materiales procesados por extrusión, mostró que no hay diferencia significativa estadística al incrementar el CPL de 0 % a 5 %, mientras que existe una disminución en la entalpia de gelatinización al incrementar el contenido de CPL de 5 % a 10 % (LSD,  $\alpha=0.05$ ). Respecto al efecto del CH que los valores de entalpia de transición de los tratamientos con CH de 20 % ( $\Delta H$  0.88 J/g) y 25 % ( $\Delta H$  1.28 J/g) solamente presentaron diferencia significativa entre ellos. El comportamiento de los valores de entalpia de transición no alcanzan a explicar el efecto del proceso, sin embargo, con los resultados obtenidos se puede inferir que a bajo CH existe daño en los gránulos de almidón y que a humedades intermedias hay un efecto protector por la humedad, pero al aumentar un poco más estando más agua disponible hay un aumento de la gelatinización, provocando más daño en los gránulos de almidón. Lai y Kokini (1991) reportaron que la humedad actúa como plastificante durante la extrusión de almidones y baja el grado de degradación de cizallamiento y las características térmicas se desplazan a temperaturas menores. McPherson y col. (2000) reportaron un comportamiento similar en almidón de maíz nativo extrudido con contenidos de 30 o del 40 % y bajo, medio y alto cizallamiento a 60, 80 y 100 °C. Chinnaswamy y col. (1989) y Chinnaswamy y Hanna (1990) reportaron que el almidón nativo una vez extrudido no presentaba endotermas de gelatinización, coincidiendo con Navarro-Cortez y col. (2014) quienes obtuvieron pellets extrudidos de una mezcla de maíz azul y almidón nativo de maíz (temperatura de cocción de 123 °C y 24 % de contenido de humedad) productos que no exhibían indicios de gelatinización.

Los valores de las diferentes temperaturas (temperatura inicial, temperatura máxima y temperatura final) (Tabla 3) obtenidos de los termogramas en el presente trabajo muestran que



estas fueron más bajas en los productos obtenidos tanto en la mezcla como en las materias primas por separado. Haciendo evidente un desplazamiento de la temperatura de gelatinización en todos los productos obtenidos, lo cual coincide con McPherson y col. (2000) quienes reportaron una disminución en la temperatura de gelatinización.

### 3.1.4. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

En la Figura 6A se observan la microfotografía electrónica de barrido de las materias primas utilizadas en el estudio de extrusión. Se pueden observar los gránulos del almidón comercial, los gránulos de almidón del MCP y las partículas de CPL, es posible ver los tamaños (entre 5-25  $\mu\text{m}$ ) y formas (circulares, ovaladas y tetraédricas), siendo los gránulos de MCP similares a los reportados por Gibbon y col. (2003). Los tamaños de las partículas que forman parte del CPL, varían desde 5  $\mu\text{m}$  hasta 75  $\mu\text{m}$ , similar a lo

reportado por Eckles y col. (1951). La Figura 6B muestra la microfotografía del pellet obtenido en de las mejores condiciones de procesamiento (4 % CPL y 23 % CH), sin expandir, observándose un material almidonoso fundido y degradado. Asimismo, se puede observar que los fragmentos molidos presentan, tanto en la superficie como en la parte interna, estriados, lo cual puede deberse al material que se encuentra en etapa de condensación y formación del pellets, antes de salir del dado (o boquilla), y la superficie interna del dado. La masa licuada tiende a enfriarse al evaporarse el agua y, al alcanzar cierta temperatura de enfriamiento, el material adquiere la forma física definitiva, quedando la huella del paso de vapor o de la fricción entre el material y el equipo (Zazueta-Morales 2003). El proceso de extrusión es capaz de romper enlaces covalentes en biopolímeros y la intensa disrupción estructural y mezclado facilita reacciones que, en otros procesos, están limitadas (Asp y Björck 1989).

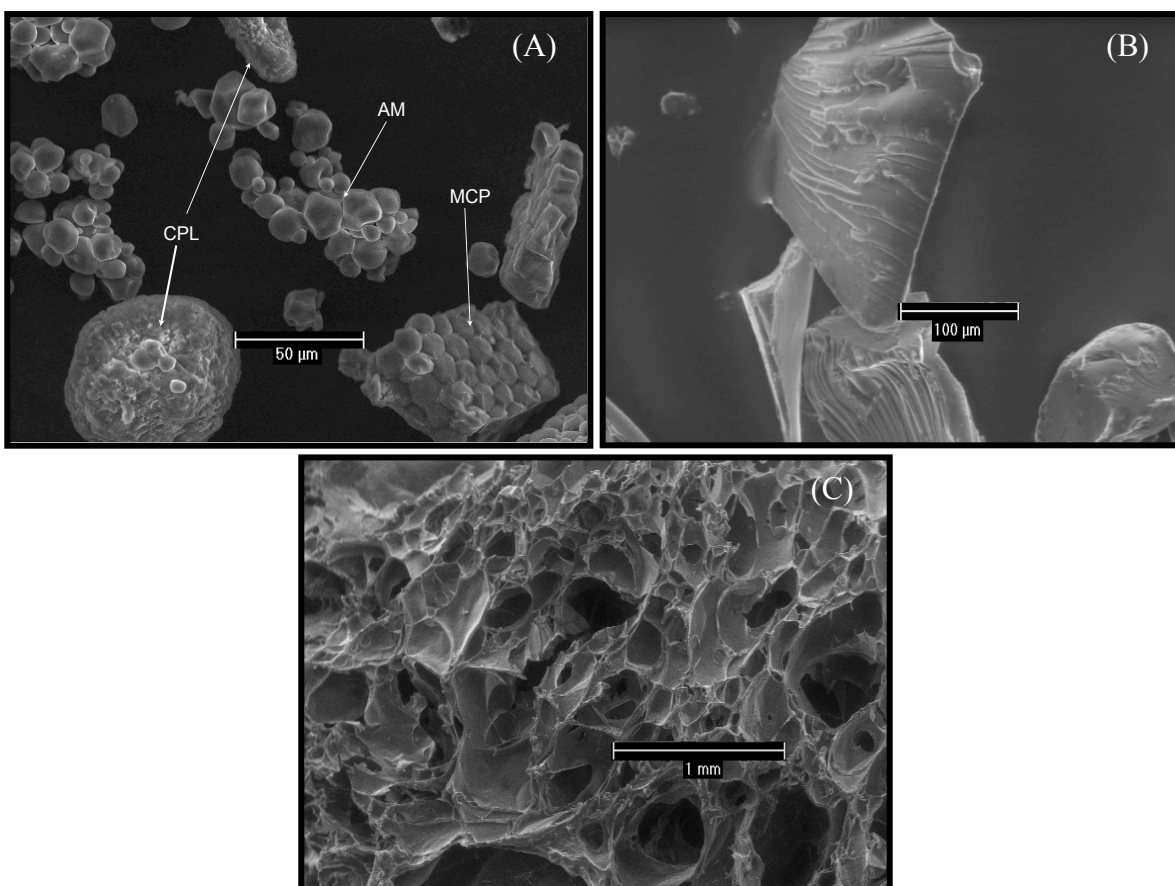


Fig. 6. Microfotografías de la mezcla sin procesar (A), pellet molido sin expandir (B) y pellet ya expandido por microondas (C).

La Figura 6C muestra una microfotografía ampliada de un corte del producto expandido por microondas, obtenido en el área óptima de procesamiento. En dicha figura se puede observar la estructura porosa del material expandido, con celdas aire de tamaño uniforme distribuidas en toda el área de observación, con paredes muy delgadas, acompañadas de un pequeño número de celdas de mayor tamaño. Esta estructura es muy similar a la reportada por Lee y col. (2000), con celdas de aire de tamaño uniforme, para productos de tercera generación expandidos por microondas y a la estructura reportada para “palomitas” de maíz y sorgo expandido (Parker y col. 1999; Suhendro y col. 1998; Moraru y Kokini 2003); aunque estos últimos poseían celdas de aire más pequeñas y también mucho más grandes.

Esta forma fue causada por una liberación repentina de presión generada por el vapor de agua que se encontraba en el interior del pellet. Esto puede ser similar a la ruptura del pericarpio en las palomitas de maíz (Hoseney y col. 1983). A diferencia de Chinnaswamy y col. (1989), Suhendro y col. (1998) y Zazueta-Morales (2003) quienes reportan que el volumen o tamaño de las celdas de gas varía en el interior del producto, en el presente trabajo se encontró un tamaño de celdas de gas relativamente uniformes, sin una tendencia clara, con diámetros que van desde los 60-500  $\mu\text{m}$ , con un pequeño número de celdas grandes y similar a lo reportado por Aguilar-Palazuelos (2004) para una botana de 3G diferencia a lo encontrado por Zazueta-Morales (2003) quién reporta una textura rugosa de las paredes internas de celdas de aire de productos de maíz azul directamente expandidos por extrusión. Esta diferencia puede ser atribuida a los métodos de expansión utilizados en ambos trabajos fueron diferentes.

## Conclusiones

La variación de CPL y CH provocó que las botanas elaboradas por el proceso de extrusión y expandidas por microondas presentaran cambios en características de formación de pasta y microestructurales, mostrando valores de  $V_{92}$  (18.66-36.75 RVU's) incrementando los valores a bajos contenidos de CPL y bajo CH, evidenciando que existe material aun sin degradar. Lo anterior fue corroborado por los análisis de CR y Entalpía de gelatinización encontrando valores que variaron entre 30.58-35.52 de CR y entre 0.32-2.0 J/g de Entalpía, indicativo de una degradación parcial, y dando como resultado, en los análisis de MEB, una

estructura porosa del material expandido, con celdas de tamaño uniforme, paredes muy delgadas, lo que lo puede hacer atractivo para consumir.

## Agradecimientos

Los autores agradecen todas las facilidades y asistencia técnica de CINVESTAV-IPN (Querétaro) y le dan las gracias al Dr. Ricardo E. Preciado Ortiz (CIAB-INIFAP, Celaya) por la donación de las muestras del MCP.

## Referencias

- Aguilar-Palazuelos, E., Martínez-Bustos, F. y Zazueta-Morales, J. J. (2006). High quality protein extruded pellets expanded by microwave oven. *Cereal Chemistry* 83, 363-369.
- Aguilar-Palazuelos, E., Zazueta-Morales, J. J., Harumi, E. H. y Martínez-Bustos, F. (2012). Optimization of extrusion process for production of nutritious pellets. *Ciència et Tecnologia Alimentarea* 32, 34-42.
- Aguilar-Palazuelos, E. (2004). Caracterización fisicoquímica y microestructural de botanas de tercera generación elaboradas por extrusión [Tesis de maestría] Culiacán Sin.: Universidad Autónoma de Sinaloa 165p. Disponible en: Maestría en Ciencia y Tecnología de alimentos. Sinaloa, México.
- Alais C. 2003. Ciencia de la leche: principios de técnica lechera. 14 reimpression. Cd. de México: Editorial CECSA. 15-17, 31-33p. Ascheri, R. J. L., Ciacco, C. F., Riaz, M. N. y Lusas, E. W. (1995). Efecto de la formulación sobre la expansión y viscosidad de “snacks” (pellets) producidos por extrusión termoplástica. *Acta Alimentaria* 12, 111-118.
- Asp, N. G. y Björck, I. (1989). Nutritional properties of extruded foods. En: *Extrusion cooking*. (Mercier, C., Linko, P. y Harper, J. M. eds) Minnesota.
- Bastos-Cardoso, I., Zazueta-Morales, J. J., Martínez-Bustos, F. y Kil-Chang, Y. (2006). Elaboration and characterization of extruded pellets of whole potato (*Solanum tuberosum* L.) flour expanded by microwave oven. *Cereal Chemistry* 84, 137-144.

- Becker, A., Hill, S. E. y Mitchell, J. R. (2001). Relevance of amylose-lipid complexes to the behaviour of thermally processed starches. *Starch/Stärke* 53, 21-130.
- Bhatnagar, S. y Hanna, M. A. (1994). Amylose-lipid complex formation during single-screw extrusion of various corn starches. *Cereal Chemistry* 71 582-587.
- Bhattacharya, M. y Hanna, M. A. (1987). Textural properties of extrusion cooked corn starch. *Lebensm. Wiss. Technology* 20, 195-201.
- Camacho-Hernández, I. L., Zazueta-Morales, J. J., Gallegos-Infante, J. A., Aguilar-Palazuelos, E., Rocha-Guzmán, N. E., Navarro-Cortez, R. O., Jacobo-Valenzuela, N. y Gómez-Aldapa, C. A. (2014). Effect of extrusion conditions on physicochemical characteristics and anthocyanin content of blue corn third-generation snacks. *CyTA - Journal of Food* 12, 320-330.
- Cárabez-Trejo, A., Paredes-López, O. y Reyes-Moreno, C. (1989). Microstructure of Cotyledon Cells from Hard-to-Cook Common Beans. *Starch/Stärke* 43, 335-339
- Carvalho, R. V., Ascheri, J. L. R. y Cal-Vidal, J. (2002). Efeito dos parâmetros de extrusão nas propriedades físicas de pellets (3G) de misturas de farinhas de trigo, arroz e banana. *Ciência Agrotecnia Lavras* 26, 1006-1018.
- Chinnaswamy, R. y Battacharya, K. R. (1983). Studies on expanded rice: Optimum processing conditions. *Journal of Food Science* 48, 1604-1608.
- Chinnaswamy, R., Hanna, M. A. y Zobel, H. F. (1989). Microstructural, physicochemical, and macromolecular changes in extrusion-cooked and retrograded corn starch. *Cereal Foods World* 34, 415-422.
- Chinnaswamy, R. y Hanna, M. A. (1990). Macromolecular and functional properties of native and extrusion-cooked corn starch. *Cereal Chemistry* 67, 490-499.
- De la Rosa, G. (2013). Botanas subirán 10% de precio en 2014. Disponible en: <http://www.cnnexpansion.com>, Acceso 15 de Marzo de 2016.
- Delgado-Nieblas, C., Aguilar-Palazuelos, E., Gallegos-Infante, A., Rocha-Guzmán, N., Zazueta-Morales, J. y Caro-Corrales, J. (2012). Characterization and optimization of extrusion cooking for the manufacture of third-generation snacks with winter squash (*Cucurbita moschata* D.) *Flour Cereal Chemistry* 89, 65-72.
- Delgado-Nieblas, C.I., Zazueta-Morales, J. J., Gallegos-Infante, J.A., Aguilar-Palazuelos, E., Camacho-Hernández, I. L., Ordorica-Falomir, C. A., Pires de Melo, M. y Carrillo-López A. (2015). Elaboration of functional snack foods using raw materials rich in carotenoids and dietary fiber: effects of extrusion processing. *CyTA - Journal of Food* 13, 69-79.
- Della Valle, G., Koslowski, A., Colonna, P. y Tayeb, J. (1989). Starch transformation estimated by the energy balance on a twin screw extruder. *Lebensm. Wiss. Und- Technologie* 22, 279-286.
- DOF** Diario Oficial de la Federación. 2010. ACUERDO mediante el cual se establecen los lineamientos generales para el expendio o distribución de alimentos y bebidas en los establecimientos de consumo escolar de los planteles de educación básica. SA-SEP. Disponible en: <http://www.dof.gob.mx>. Acceso 11 de Noviembre de 2016.
- Eckles; C. H., Coms, W. B. y Macy, H. (1951). *Milk and Milk Products*, 4th Ed. 2nd Impression, New York: McGraw Hill Book Company Inc. 21-23, 49-67p. New York, USA.
- Ennis, M.P. y Mulvihill, D.M. 2000. Milk proteins En: Phillips GO, Williams PA, editors. *Handbook of Hydrocolloids*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited and CRC press.p.189-217.
- Ernoul, V., Moraru, C. I. y Kokini, J. L. (2002). Influence of fat on expansion glassy amylopectin extrudates by microwave heating. *Cereal Chemistry* 79, 265-273.
- Gibbon, B. C., Wang, W. y Larkins, B. A. (2003). Altered starch structure is associated with endosperm modification in quality protein maize. *PNAS* 100, 15329-15334.
- Gómez, M. H. y Aguilera, J. M. (1984). A physicochemical model for extrusion corn starch. *Journal of Food Science* 49, 40-43.

- Gómez, M. H. y Aguilera, J. M. (1983). Changes in the starch fraction during extrusion-cooking of corn. *Journal of Food Science* 48, 378-381.
- Gomez, M. H., McDonough, C. M., Rooney, L. W. y Waniska, R. D. (1989). Changes in corn and sorghum during nixtamalization and tortilla baking. *Journal of Food Science* 54, 330-336.
- Hoseney, R. C., Zeleznak, K. y Abdelrahman, A. (1983). Mechanism of popcorn popping. *Journal of Cereal Science* 1, 43-52.
- INEGI** Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática. (2016). Banco de Información Económica. Disponible en: <http://www.inegi.gob.mx/inegi/default.asp>. Acceso 01 de Febrero de 2016.
- Kim, C.H. y Maga, J.A. 1987. Properties of extruded whey protein concentrate and cereal flour blends. *Lebensm.-Wiss u.-Technol.* 20:311-318.
- Kraus, S., Schuchmann, H. P. y Gauke, V. (2014). Factors influencing the microwave-induced expansion of starch-based extruded pellets under vacuum. *Journal of Food Process Engineering* 37, 264-272.
- Kraus, S., Sólyom, K., Schuchmann, H. P. y Gaukel, V. (2013). Drying kinetics and expansion of non-predried extruded starch-based pellets during microwave vacuum processing. *Journal of Food Process Engineering* 36, 763-773.
- Lai, L. S. y Kokini, J. L. (1991). Physicochemical changes and rheological properties of starch during extrusion (Review). *Biotechnology Progress* 7, 251-266.
- Lee, E. Y., Lim, K. I. I., Lim, J. K. y Lim, S. T. (2000). Effects of gelatinization and moisture content of extruded starch pellets on morphology and physical properties of microwave-expanded products. *Cereal Chemistry* 77, 769-773.
- Martínez-Flores, H. E. (1997). Estudios bioquímicos y nutricionales en tortilla de maíz elaboradas por un proceso de extrusión. [Tesis de doctorado] Cd. de México, Méx.: Centro de investigación y de estudios avanzados del Instituto Politécnico Nacional. Disponible en: Departamento de biotecnología y Bioingeniería. Cd de México, México.
- McPherson, A. E., Bailey, T. B. y Jane, J. (2000). Extrusion of cross-linked hydroxypropylated corn starches I. Pasting properties. *Cereal Chemistry* 77, 320-325.
- Mercier, C., Charbonniere, R., Gallant, D. y Guilbot, A. (1979). Structural modifications of various starches by extrusion cooking with a twin-screw french extruder. En: Blanshard JMV, Mitchell JR, editores. *Polysaccharides in Food*. Butterworths, London. p. 53-170.
- Moraru, C. I. y Kokini, J. L. (2003). Nucleation and expansion during extrusion and microwave heating of cereal foods. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 2, 120-138.
- Nara, S., Mori, A. y Komiya, T. (1978). Study on relative crystallinity of moist potato starch. *Die Starke* 30, 111.
- Navarro-Cortez, R.O., Aguilar-Palazuelos, E., Zazueta-Morales, J.J., Castro-Rosas, J., Hernández-Ávila, J., Gómez-Aldapa, C.A., Aguirre-Tostado F.S. (2014). Microstructure of an extruded third-generation snack made from a whole blue corn and corn starch mixture. *International Journal of Food Processing Technology* 1, 10-17.
- Navarro-Cortez, R.O., Hernández-Santos, A., Gómez-Aldapa, C.A, Castro-Rosas, J., Herman-Lara, E. Martínez-Sánchez, C.E., Juárez-Barrientos, J.M., Antonio-Cisneros C.M., Rodríguez-Miranda J. (2016). Development of extruded ready-to-eat snacks using pumpkin seed (*Cucurbita pepo*) and nixtamalized maize (*Zea mays*) flour blends. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* 15, 409-422.
- Ordorica-Falomir, C. A. (1988). Obtención de los aislados proteínicos por micelización y precipitación isoeléctrica a partir de pastas de cártamo [Tesis de Doctorado]. Doctorado en Ciencias en Biotecnología en plantas, CINVESTAV-Irapuato, México.
- Pallares-Gómez, M. A. (2014). Calculan impacto del IEPS en botanas. Disponible en: <http://www.eluniversal.com.mx/>. Acceso 15 de Marzo de 2016.
- Parker, M. L., Grant, M., Rigby, N. M., Belton, P. S. y Taylor, J. R. N. (1999). Effects of popping on endosperm cell walls of sorghum and maize. *Journal of Cereal Science* 30, 209-216.

- Rathod, R. P y Annapure, U. S. (2016). Effect of extrusion process on antinutritional factors and protein and starch digestibility of lentil splits. *LWT - Food Science and Technology* 66, 114-123
- Rocha-Guzman, N. E., Gallegos-Infante, J. A., Delgado-Nieblas, C. I., Zazueta-Morales, J. J., Gonzalez-Laredo, R. F., Cervantes-Cardoza, V., Martinez-Bustos, F. y Aguilar-Palazuelos, E. (2012). Effect of extrusion cooking on the antioxidant activity of extruded half product snacks made of yellow corn and pumpkin flours. *International Journal of Food Engineering* 8, art22.
- San Martín-Martínez, E., Jaime-Fonseca, M. R., Martínez-Bustos, F., and Martínez-Montes, J. L. (2003). Selective nixtamalization of fractions of maize grain (*Zea mays* L.) and their use in the preparation of instant tortilla flours analyzed using response surface methodology. *Cereal Chemistry* 80, 13-19.
- Santos, M.A. (2003). *Leche y sus Derivados*. 5a reimpresión Cd de México: Editorial Trillas. 27-101p.
- Singh, N., Cairns, P., Morris, V. J. y Smith, A. C. (1998). Physical properties of extruded wheat starch-additive mixtures. *Cereal Chemistry* 75, 325-330
- Stat-Ease. (2003). Desing-expert versión 6.0.10. Stat-Ease, Inc. 2021 East Hennepin venue, Suite 480, Minneapolis, MN 55413, USA.
- StatSoft, Inc. (1995). STATISTICA for Windows [Computer program manual]. Tulsa, OK: StatSoft, Inc., 2325 East 13th Street, Tulsa, OK 74104, USA.
- Suhendro, E. L., McDonough, C. M., Rooney, L. W., Waniska, R. D. y Yetneberk, S. (1998). Effects of processing conditions and sorghum cultivar on alkaline-processed snacks. *Cereal Chemistry* 75, 187-193.
- Tovar-Jímenez, X., Aguilar-Palazuelos, E., Gómez-Aldapa C. A. y Caro-Corrales, J. J. (2016). Microstructure of a third generation snack manufactured by extrusion from potato starch and orange vesicle flour. *Journal of Food Process Technology* 7, 563.
- Van der Sman, R. G. M. y Broeze, J. (2013). Structuring of indirectly expanded snacks base on potato ingredients: A review. *Journal of Food Engineering* 114, 413-425.
- Zazueta-Morales, J. J., Martínez-Bustos, F., Jacobo-Valenzuela, N., Ordorica-Falomir, C. y Paredes-López, O. (2001). Effect of the addition of calcium hydroxide on characteristics of extruded products from blue maize (*Zea maiz* L.) using response surface methodology. *Journal of Science Food Agriculture* 81, 1379-1386.
- Zazueta-Morales, J. J. (2003). Extrusión de maíz (*Zea mays* L.) azul: efecto del hidróxido de calcio sobre las propiedades fisicoquímicas y funcionales. [Tesis de doctorado] Santiago de Querétaro, Qro.: Universidad Autónoma de Querétaro 169p. Disponible en: Programa de postgrado en alimentos del centro de la república. Santiago de Qro. Querétaro.
- Zazueta-Morales J, Martinez-Bustos F, Jacobo-Valenzuela N, Ordorica-Falomir C, Paredes-Lopez O. (2002). Effects of calcium hydroxide and screw speed on physicochemical characteristics of extruded blue maize. *Journal of Food Science* 67, 3350-3358.