



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**“EFECTO DEL USO DE NANOPARTÍCULAS DE  
CAL EN LAS PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS  
DE HARINA DE MAÍZ NIXTAMALIZADO”**

**TESIS INDIVIDUAL**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE**

**INGENIERO QUÍMICO EN ALIMENTOS**

**PRESENTA**

**ALDO ALAN CÁRDENAS ALVARADO**

**DIRIGIDA POR**

**Dra. MARCELA GAYTÁN MARTÍNEZ**

**SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2024.**

La presente obra está bajo la licencia:  
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.es>



CC BY-NC-ND 4.0 DEED

Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0 Internacional

### Usted es libre de:

**Compartir** — copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato

La licenciante no puede revocar estas libertades en tanto usted siga los términos de la licencia

### Bajo los siguientes términos:



**Atribución** — Usted debe dar [crédito de manera adecuada](#), brindar un enlace a la licencia, e [indicar si se han realizado cambios](#). Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que usted o su uso tienen el apoyo de la licenciante.



**NoComercial** — Usted no puede hacer uso del material con [propósitos comerciales](#).



**SinDerivadas** — Si [remezcla, transforma o crea a partir](#) del material, no podrá distribuir el material modificado.

**No hay restricciones adicionales** — No puede aplicar términos legales ni [medidas tecnológicas](#) que restrinjan legalmente a otras a hacer cualquier uso permitido por la licencia.

### Avisos:

No tiene que cumplir con la licencia para elementos del material en el dominio público o cuando su uso esté permitido por una [excepción o limitación](#) aplicable.

No se dan garantías. La licencia podría no darle todos los permisos que necesita para el uso que tenga previsto. Por ejemplo, otros derechos como [publicidad, privacidad, o derechos morales](#) pueden limitar la forma en que utilice el material.



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**“EFECTO DEL USO DE NANOPARTÍCULAS DE CAL EN  
LAS PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS DE HARINA DE  
MAÍZ NIXTAMALIZADO”**

**TESIS INDIVIDUAL**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE**

**INGENIERO QUÍMICO EN ALIMENTOS**

**PRESENTA**

**ALDO ALAN CÁRDENAS ALVARADO**

**DIRIGIDA POR**

**Dra. MARCELA GAYTÁN MARTÍNEZ**

**Dra. MARCELA GAYTÁN MARTÍNEZ**

**DIRECTORA**

---

**Dra. MA. ESTELA VÁZQUEZ BARRIOS**

**SINODAL**

---

**Dra. MA. GUADALUPE FLAVIA LOARCA PIÑA**

**SINODAL**

---

**M. en C. EDGAR ALEJANDRO ESQUIVEL**

**FAJARDO**

**SINODAL**

---

## **Agradecimientos**

Dedicado en memoria de Ma. Elena Ávila Mandujano, también conocida como “La leona”, mi abuela. En honor y con mucho amor a los 20 años (desde los 20 días de recién nacido) que me dedicó para forjarme y convertirme en el hombre que ahora soy. Gracias por criarme y llenarme de ilusiones, también por todos esos golpes de realidad. Aunque ya no estes, voy a cumplir aquello que te prometí.

Gracias a mis padres, Oscar y Ruth, por tolerarme y nunca decirme que no cuando requería cualquier cosa, ellos son los únicos que me han visto feliz de que todo salga bien pero también derrumbado y frente a la computadora por la frustración cuando las cosas no van bien. Gracias a mis tías las gordas y a mis tíos por apoyarme, por decirme que tengo el potencial, por prestarme el molino, por darme el maíz.

A la Dra. Marcela Gaytán Martínez por creer en mí y darme la confianza y la oportunidad de trabajar en su grupo de investigación teniendo tan poca experiencia, se ha convertido en un gran apoyo.

A mis sinodales, Dra. Estela, Dra. Flavia y al próximo Dr. Edgar, porque no pusieron en duda mis conocimientos, por la revisión de mi trabajo, y acompañamiento en la experimentación.

A la Dra. Sagrario Martínez Ramírez (IEM-CSIC, Madrid, España) por su explicación en temas de la síntesis de las nanopartículas de cal.

Al Dr. Eduardo Morales Sánchez, del Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada por abrirme las puertas de su laboratorio para medir en FT-IR, reómetro y SEM, y por hacerme cuestionar hasta lo más íntimo relacionado a mi proyecto.

Al Dr. Mario Enrique Rodríguez García del CFATA-UNAM, por abrirme las puertas de su laboratorio y darme la confianza de tener el potencial para hacer ciencia. Gracias por compartirme el gusto y el interés en hacer fisicoquímica de alimentos.

Al Dr. Juan de Dios Figueroa Cárdenas del CINVESTAV-IPN Unidad Querétaro por darme la oportunidad de usar el equipo Zetasizer y compartirme sus fundamentos en el estudio de la nixtamalización.

Al Dr. Cristian Felipe Ramírez Gutiérrez del Cuerpo Académico de Tecnologías de la Información Aplicada (UPQ), por abrirme las puertas de su laboratorio y apoyarme para medir en TGA, así como ser una inspiración de superarme académicamente.

Al Dr. Carlos Martin Cortés Romero por apoyarme en las bases fisicoquímicas y prestarme su laboratorio para la síntesis de nanopartículas de cal.

Al Dr. Ángel Ramon Flores Sosa y al Dr. Edmundo Mateo Mercado Silva del Laboratorio de Postcosecha (UAQ) por las facilidades para el uso del espacio para la síntesis de nanopartículas de cal y las mediciones del color en CIELAB, así de su amistad y apoyo en este viaje en la ciencia.

Al Dr. Ángel Humberto Cabrera Ramírez y la Dra. Elisa Domínguez Hernández, por su paciencia y amistad en el breve tiempo que estuve experimentando en su compañía. También por compartirme su conocimiento para entender la relevancia de la fisicoquímica detrás de la nixtamalización y del almidón.

Al Dr. Julio Armando de Lira Flores por hacerme creer que puedo escalar mis proyectos, por su explicación en reactores y por darme las bases para sentirme un verdadero ingeniero.

A mi tía Laura Martínez y a Oscar Mora por su amistad y su apoyo en situaciones difíciles. Igualmente, al Ingeniero Erik Chávez por apoyarme durante mi estancia y su amistad.

A la Dra. Claudia Elena Pérez García y Dra. Aimé Margarita Gutiérrez Peralta por su apoyo en la interpretación de mis datos y su amistad.

A la Ing. Edith Rocío Montalvo Sánchez por apoyarme desde el inicio, le agradezco por enseñarme como es la vida de un químico y que me dijera que tengo el potencial a pesar de mis malos hábitos.

A la Lic. Lourdes Morales Soto por su apoyo durante mis últimos años de la carrera, por creer en mí. Pasó de ser alguien que me quería regañar, a esa persona con la que podía acudir si existía algún problema. Gracias por hacerme ver que puedo ser grande y por entenderme como persona.

Finalmente quiero agradecer a mis chicas, Lucero Molina, Zara Gutiérrez, Ivana Razo, Karen Aguilar, América Mijangos, Marcela Gonzales y Elizabeth Gutiérrez, a mis amigos Oswaldo Hernández, Diego "Yuri" Sotomayor, Rafa Perea, Oswaldo Gonzales, Erick Soto y especialmente a Andrés Jacobo Lara por hacerme sentir que soy diferente y especial en este viaje. Por apoyarme en todos mis proyectos académicos y también en aquellos extracurriculares, con ustedes puedo brindar por el amor y por el dolor.

## ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL .....	i
ÍNDICE DE FIGURAS .....	iii
ÍNDICE DE CUADROS .....	v
RESUMEN.....	vi
INTRODUCCIÓN.....	1
I. ANTECEDENTES.....	2
I.1 Origen del maíz.....	2
I.2 Características del maíz.....	2
I.3 Proceso de nixtamalización.....	3
I.4 Cambios físicos y químicos durante la nixtamalización del maíz. ....	4
I.5 La cal en la nixtamalización .....	11
II. HIPÓTESIS.....	15
II. OBJETIVOS.....	16
III.1 Objetivo general .....	16
III.2 Objetivos particulares.....	16
IV. METODOLOGÍA.....	17
IV .1 Materia prima .....	17
IV .2 Caracterización física y química de los granos de maíz blanco.....	17
IV .3 Preparación de las nanopartículas de cal .....	18
IV .4 Caracterización de las nanopartículas de cal.....	18
IV .5 Nixtamalización de maíz con cal comercial y con nanopartículas de cal y obtención de harinas .....	18
IV .6 Caracterización de las harinas obtenidas por nixtamalización de maíz con cal y con nanopartículas de cal .....	19

IV .6.1 Determinación del contenido de calcio en las harinas.....	19
IV .6.2 Calorimetría diferencial de barrido.....	19
IV .6.3 Perfil de viscosidad.....	19
IV .6.4 Difracción de Rayos-X.....	20
IV .6.5 Espectroscopía de infrarrojo (FT-IR) .....	20
IV .6.6 Microscopia electrónica de barrido .....	20
IV .7 Diseño y análisis estadístico .....	20
V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	22
V .1 Caracterización física y química de los granos de maíz blanco.....	22
V .2 Caracterización de las nanopartículas de cal.....	23
V .2.1 Tamaño de partícula y composición.....	23
V .2.3 Espectroscopía de infrarrojo.....	26
V .2.3 Difracción de Rayos-X.....	27
V .3 Caracterización de las harinas de maíz nixtamalizado con cal y nanopartículas de cal .....	30
V .3.1 Determinación del contenido de calcio en las harinas.....	30
V .3.2 Calorimetría diferencial de barrido.....	31
V .3.3 Perfil de viscosidad.....	35
V .3.4 Difracción de Rayos-X .....	39
V .3.5 Espectroscopía de infrarrojo .....	41
V .3.6 Microscopia electrónica de barrido.....	42
VI. CONCLUSIONES.....	44
VII. BIBLIOGRAFÍA .....	45

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Página
1	Anatomía del maíz .....	3
2	Proceso de la nixtamalización y productos derivados.....	5
3	Perfil de viscosidad del maíz crudo, harina de maíz nixtamalizado, masa y tortilla de maíz nixtamalizado por el método tradicional .....	6
4	Interacción del almidón-hidróxido de calcio .....	7
5	Modelos de interacción calcio-zeína .....	7
6	Esquema de los diferentes niveles estructurales del gránulo de almidón .....	8
7	Difractogramas de Rayos-X en maíz crudo y de productos de maíz procesados con Nixtamalización Tradicional .....	9
8	Termogramas DSC de los almidones de maíz crudo, maíz nixtamalizado, harina nixtamalizada y tortillas .....	10
9	Micrografías SEM de granos de maíz cocidos con cal y sin cal a 90 °C durante 30, 40 y 90 min .....	11
10	Ciclo de la cal.....	12
11	Modelo del complejo de coordinación de calcio-sacarosa .....	14
12	Distribución de tamaño de partícula y potencial Zeta de cal comercial y nanopartículas de cal .....	24
13	Termograma TGA de cal comercial y nanopartículas de cal.....	25
14	Espectros de infrarrojo (FT-IR) de cal comercial y nanopartículas de cal .....	27
15	Difractogramas de Rayos-X de las muestras de cal comercial y nanopartículas de cal .....	28

16	Contenido de calcio en maíz crudo y harinas de maíz nixtamalizados con cal comercial y con nanopartículas de cal en función del tiempo de remojo .....	31
17	Termogramas DSC de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial y con nanopartículas de cal en función del tiempo de remojo.....	33
18	Perfil de viscosidad de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial en función del tiempo de remojo .....	35
19	Perfil de viscosidad de harinas de maíz nixtamalizado con nanopartículas de cal TMP1 en función del tiempo de remojo.....	36
20	Perfil de viscosidad de harinas de maíz nixtamalizado con nanopartículas de cal TMP2 en función del tiempo de remojo.....	36
21	Patrones de Rayos-X de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial y nanopartículas de cal en función del tiempo de remojo .....	40
22	Espectros de infrarrojo de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial y nanopartículas de cal en función del tiempo de remojo .....	42
23	Imágenes SEM de maíz nixtamalizado con cal comercial y con nanopartículas de cal a las 0 y 12 h de remojo .....	43

## ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro		Página
1	Composición proximal y características físicas del grano de maíz blanco .....	23
2	Composición química de la cal comercial y nanopartículas de cal.....	26
3	Posiciones de la banda infrarroja (FT-IR) de cal comercial y nanopartículas de cal .....	27
4	Indexación del patrón de Rayos-X de muestras de cal comercial y nanopartículas de cal.....	30
5	Propiedades térmicas de harinas de maíz nixtamalizado .....	34
6	Parámetros reológicos de las harinas de maíz nixtamalizado .....	38

## RESUMEN

El maíz (*Zea mays* L.) es el grano más importante de la dieta mexicana. Se consume en fresco o en derivados de la nixtamalización (procesamiento termo-alkalino). Con la nixtamalización, el grano de maíz sufre una serie de cambios físicos y químicos. Para nixtamalizar se usa tradicionalmente cal; esta es una mezcla de carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ), óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ) e hidróxido de calcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ). La cal aporta los iones hidroxilo responsables de hidrolizar el pericarpio, así como los cationes de calcio que forman complejos calcio-almidón y geles de calcio-proteína, aumentando la viscosidad y mejorando el contenido de calcio en los productos nixtamalizados. El tamaño de partícula de la cal es crucial en el proceso; a menor tamaño de partícula se promueve una mayor difusión de iones calcio hacia el medio y al grano, promoviendo un mayor contenido de calcio en el producto final. En el presente estudio, se evaluaron los efectos que tienen las nanopartículas de cal sobre las propiedades de harina de maíz nixtamalizado. Para ello, se obtuvieron nanopartículas de cal por la vía química ( $\text{CaCl}_2(\text{Sol. Sacarosa}) + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2 + 2\text{NaCl}$ ) a las cuales se les determinaron las propiedades fisicoquímicas (tamaño de partícula, TGA, XRD y FT-IR) y con estas nanopartículas de cal se nixtamalizó maíz blanco y se comparó su efecto en las harinas nixtamalizadas con cal comercial. Se obtuvo que con las nanopartículas se mejoró el perfil de viscosidad de las harinas y se logró la formación de complejos amilosa-lípido en menor tiempo de reposo en comparación a la nixtamalización con cal comercial.

## **INTRODUCCIÓN**

El maíz (*Zea mays* L.) es un grano básico para la gastronomía mexicana. Dentro del territorio nacional, se comercializa principalmente como un producto nixtamalizado o como un derivado de maíz nixtamalizado. Ejemplo de estos son las tortillas de maíz, el pozole, el atole, las harinas de maíz instantáneas, los tamales, las tostadas, los totopos o chips de maíz, entre otros.

La nixtamalización es un proceso termo-alcalino, pues se lleva a cabo un calentamiento (cocción) y en conjunto se usa una solución acuosa de hidróxido de calcio, comúnmente conocido como cal grado alimenticio. Durante este proceso, se modifican las propiedades fisicoquímicas de la harina de maíz, principalmente se reduce el grado de cristalinidad del almidón, aumenta la viscosidad y se alteran sus propiedades térmicas.

Tradicionalmente en la nixtamalización, se utiliza cal, que hidroliza el pericarpio, provocando que el grano se ablande para poder ser procesado; además, este proceso aporta calcio al producto final. La cal comercial es una mezcla de carbonato de calcio, hidróxido de calcio y óxido de calcio, no obstante, puede contener algunas impurezas debido a que se obtiene a partir de piedra caliza. La cal comercial es un polvo con un tamaño de partícula entre 4 y 20  $\mu\text{m}$ . Se ha reportado que, cuando se reduce el tamaño de partícula de la cal es posible obtener un mayor grado de difusión de calcio en el medio y migrar al interior del grano, resultando en harinas de mayor calidad nutricional. Es por esto que este trabajo planteó obtener y caracterizar nanopartículas de cal, mismas que se evaluaron para nixtamalizar granos de maíz y comparar los cambios en las propiedades fisicoquímicas cuando se nixtamaliza usando cal comercial. Los resultados mostraron el efecto del tamaño de partícula de la cal en la nixtamalización, ofreciendo un producto con una harina con un mayor contenido de calcio.

## I. ANTECEDENTES

### I.1 Origen del maíz

El maíz (*Zea mays* L.) es un grano originario de Mesoamérica, del cual México se considera como su centro de origen (Serna-Saldívar, 2021). Fue domesticado del Teocintle (*Zea mays ssp mexicana*) por culturas precolombinas hace más de 9000 años y desde entonces ha sido cultivado y utilizado como fuente de alimento (González-Segovia y col., 2019). El maíz se expandió por el continente americano y fue llevado a todo el mundo por los comerciantes y exploradores. Los principales países productores de este grano son Estados Unidos, China, Brasil y México (Ranum y col., 2014). Según el último reporte de la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO), el maíz tiene una producción de 1,400 millones de toneladas (FAO, 2024).

### I.2 Características del maíz

La planta de maíz puede llegar a medir hasta 2.5 m de altura, sus mazorcas suelen presentar una longitud de 13-14 cm y de 5.5 cm de diámetro, con 12-15 hileras de grano. El peso de la mazorca oscila entre 120-146 g, aunque estas medidas dependen del estado fisiológico, la genética y el manejo del cultivo (Jasso-Bobadilla y col., 2019).

El grano de maíz se compone fundamentalmente de 3 partes anatómicas, como se ilustra en la Figura 1. El pericarpio es la parte externa y se encarga de proteger el grano; el endospermo que a su vez subdivide en harinoso y vitreo; y el germen que es donde se almacena el material genético y los lípidos, que son componentes fundamentales durante la germinación (Hernández y col., 2023).

El pericarpio es una pared rígida de polisacáridos compuestos de arabinosa, xilosa, glucosa y galactosa, todos provenientes de la pared celular; además contiene otros componentes como ácido ferúlico y ácido *p*-cumárico (Chateigner-Boutin y col., 2016). El endospermo, por su parte, es un gran almacén de almidón que es usado por el germen para su desarrollo; además, tiene una capa externa llamada aleurona

que envuelve al endospermo, pero no forma parte del pericarpio; esta contiene minerales, lípidos, proteínas y en algunos casos antocianinas que se encargan de darle la coloración al maíz. El almidón está distribuido de forma libre (harinoso) y empaquetado por proteínas (vítreo) a medida que se acerca al germen. Este último es rico en lípidos, enzimas y contiene el material genético para la reproducción (Wu y col., 2022).

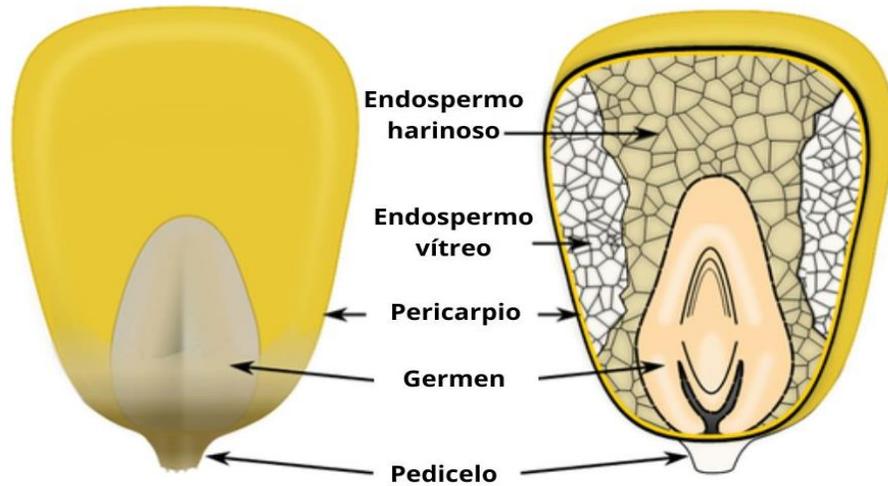


Figura 1. Anatomía del maíz (Extraído de Hernández y col., 2023).

### I.3 Proceso de nixtamalización

Dada la dureza natural del grano de maíz, desde épocas ancestrales se hace uso de la nixtamalización. La palabra se deriva del náhuatl *nixtli* = cenizas y *tamalli* = masa, el cual es un proceso que ablanda el grano, lo que facilita su procesamiento, aumenta la biodisponibilidad de aminoácidos y añade calcio al producto final, mejorado las propiedades nutricionales del grano de maíz (Palacios-Pola y col., 2022). El proceso tradicional de nixtamalización consiste en someter al grano a cocción en una solución con cal o cenizas, con una concentración 0.8-2% con respecto al peso del grano y posteriormente dejar en remojo toda una noche (8-12 h), obteniendo el nixtamal o grano cocido y el caldo de cocción o nejayote (Serna-Saldívar, 2021).

La nixtamalización es un proceso termo-alcalino cuya intención tecnológica es hidrolizar el pericarpio y gelatinizar parcialmente el endospermo de los granos y

cereales. Se emplea principalmente en maíz, no obstante, también se ha usado para trigo, soja, avena y sorgo. De la nixtamalización se deriva una gran cantidad de productos de maíz, como el pozole, las harinas, masas, tortillas, tostadas y tamales. El proceso general de la obtención de estos subproductos se presenta en la Figura 2. Para la preparación del nixtamal usualmente es utilizada una solución alcalina y se aplica un proceso de cocinado a alta temperatura ( $> 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) por 25-40 min (Santiago-Ramos y col., 2018). Estas condiciones generan cambios en la composición del grano y alteran sus propiedades funcionales.

#### I.4 Cambios físicos y químicos durante la nixtamalización del maíz

Todas las partes anatómicas del grano sufren algún cambio debido a la nixtamalización. Estos cambios son de vital importancia para degradar el pericarpio y permitir la difusión de agua y calcio al interior del grano (Gutiérrez-Cortez y col., 2022). La nixtamalización ocurre en dos etapas: en la primera etapa se gelatiniza parcialmente el almidón y se solubilizan otros componentes (pectinas y heteropolisacáridos); mientras que en la segunda etapa se hidrolizan los componentes del pericarpio (celulosa, hemicelulosa y lignina) por la acción de los agentes alcalinos que llevan el medio a valores de pH de hasta 12.4 y por el calentamiento (Santiago-Ramos y col., 2018). Los principales cambios fisicoquímicos ocurren en el almidón que se encuentra en el endospermo y representa la fracción mayoritaria del grano. Estos cambios se deben al proceso de gelatinización, el cual es un cambio irreversible de la estructura semi-cristalina del almidón; es decir, en las celdas amilosa-amilopectina empaquetadas en los gránulos de almidón. Estos cambios son transiciones de fase, y para que sucedan, se requiere de la aplicación de energía y de la presencia de agua (Gutiérrez-Cortez y col., 2022; Li, 2022). En la nixtamalización estos cambios pueden ser completos, parciales o incluso pueden no presentarse; todo depende de la cantidad de agua, de la temperatura y los tiempos de cocción, así como las condiciones remojo (Gutiérrez-Cortez y col., 2022). La nixtamalización provoca cambios, como el aumento de la viscosidad y modifica la estructura del almidón. Estos cambios son favorables pues producen masas firmes al actuar como un “pegamento”; sin embargo, el grado de gelatinización debe

mantenerse dentro de cierto margen para evitar una textura pegajosa (Bello-Pérez y col., 2002).

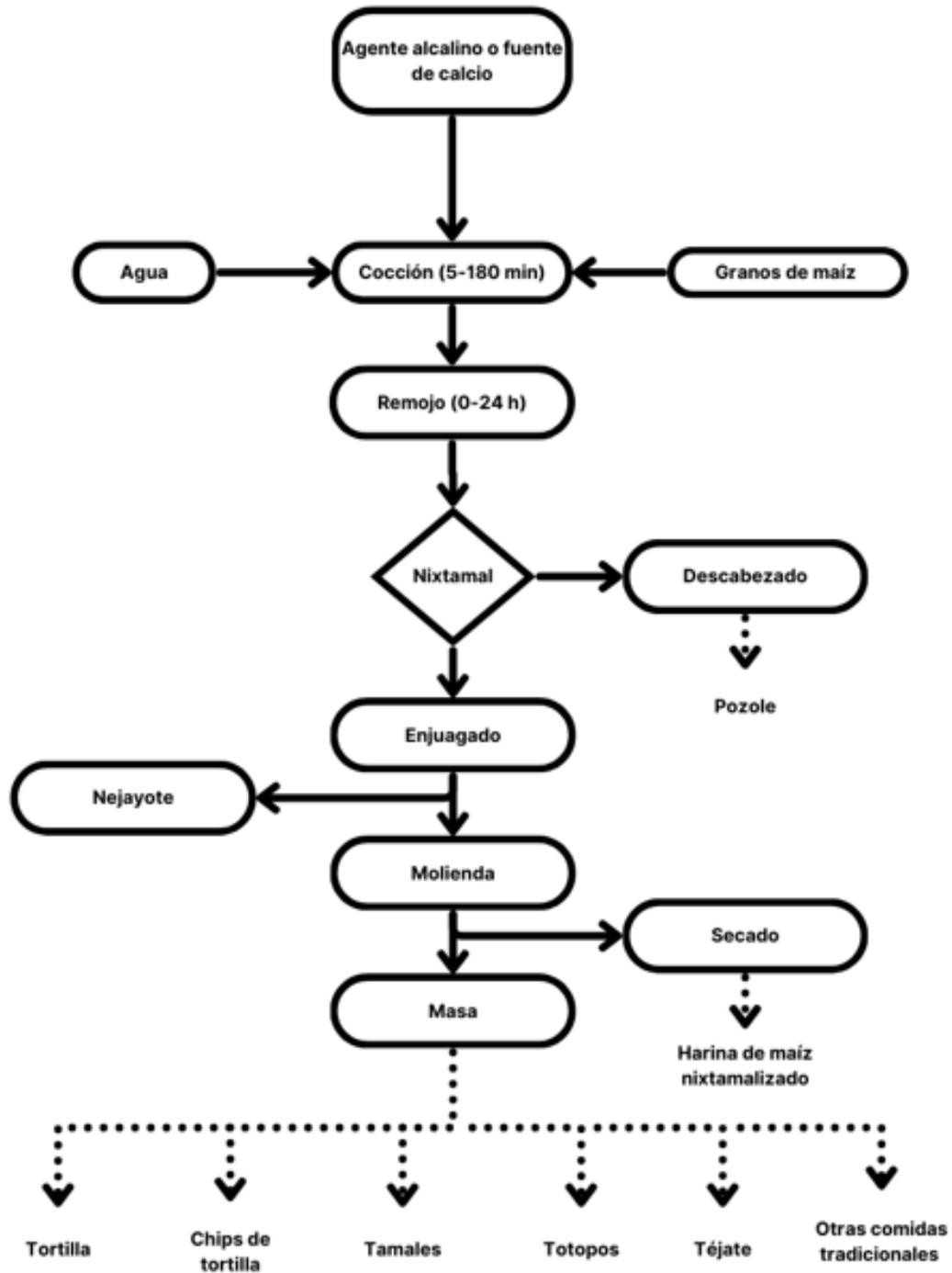


Figura 2. Proceso de la nixtamalización y productos derivados (Extraído de Santiago-Ramos y col., 2018).

La nixtamalización genera las condiciones para que las propiedades en el perfil de viscosidad de la harina resultante se modifiquen. Estas se conocen como propiedades de pasta o de “pegado”. Estas modificaciones se presentan al calentar el almidón por encima de su temperatura de gelatinización, lo que induce la absorción de agua y provoque que se hinchen y se dispersen los gránulos de almidón, aumentando la viscosidad, y que al enfriarse forma una pasta o gel por efecto de la retrogradación; por ello se monitorea la viscosidad con un perfil de calentamiento (Braşoveanu y Nemţanu, 2020). La nixtamalización aumenta la viscosidad (Figura 3), debido a la gelatinización del almidón durante la cocción y el remojo; además, se intensifica durante la molienda, es por esto que la masa y la harina tienen un comportamiento similar; mientras que en las tortillas sucede una ruptura de los gránulos de almidón por el sobrecalentamiento, disminuyendo la viscosidad (Enríquez-Castro y col., 2022).

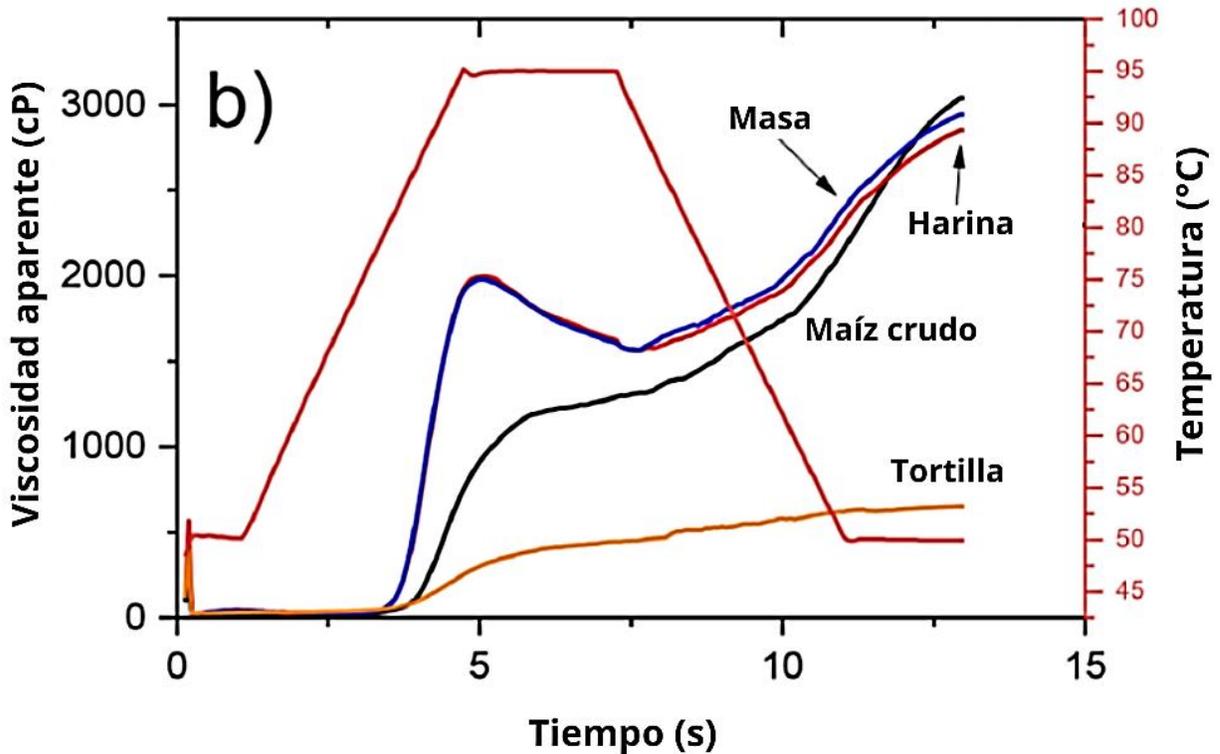


Figura 3. Perfil de viscosidad del maíz crudo, harina nixtamalizada de maíz, masa y tortilla de maíz nixtamalizado por el método tradicional (Extraído de Enríquez-Castro y col., 2022).

Además, con la nixtamalización el calcio promueve la formación de entrecruzamientos del almidón y otros polímeros del medio, lo que se ve reflejado en un aumento de la viscosidad (Contreras-Jiménez y col., 2017). Se ha visto que el hidróxido de calcio da paso a interacciones calcio-amilosa (Figura 4), es decir un puente de calcio (Rodríguez y col., 1996). Estos enlaces calcio-amilosa fortalecen los geles formados, aunque solo se dan en medio alcalino (Rincón-Aguirre y col., 2021).

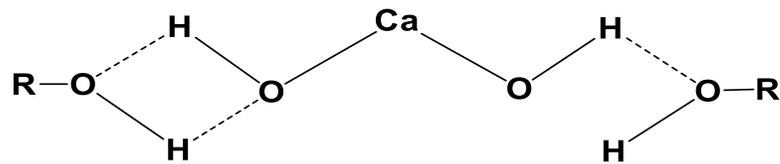


Figura 4. Interacción del almidón-hidróxido de calcio. (Líneas punteadas = Puentes de hidrógeno (Extraído de Rodríguez y col., 1996).

Se ha comprobado que el calcio tiene un papel importante en la formación de geles con las proteínas del maíz, principalmente zeínas. El calcio interacciona de diferentes formas (Figura 5) con las zeínas y estas interacciones conducen a una mayor viscosidad en los productos nixtamalizados (Gómez-Castro y col., 2019).

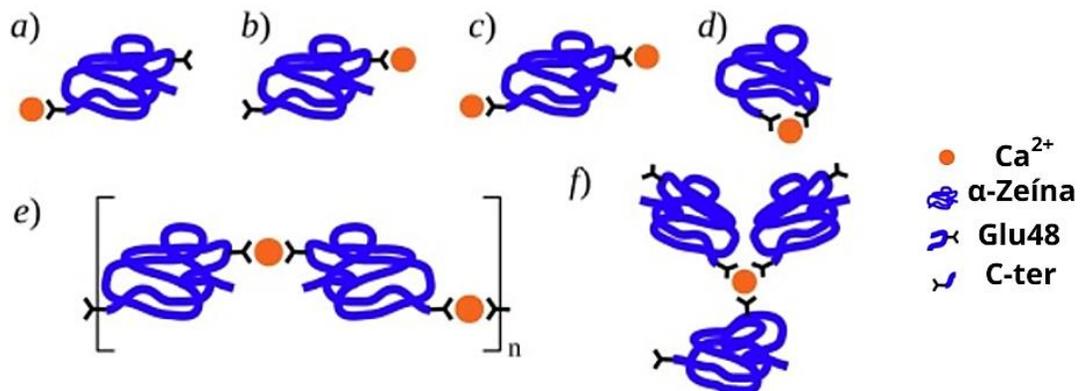


Figura 5. Modelos de interacción calcio-zeína. (a) Unión de Ca mediada por carboxilato terminal peptídico a la proteína  $\alpha$ -zeína. (b) Unión de Ca mediada por Glu48. (c) Dos iones Ca que ocupan ambos sitios de unión. (d) Unión intramolecular de Ca que involucra ambos sitios. (e) Unión intermolecular (oligomérica) de Ca. (f) Unión de calcio subestequiométrica (Extraído de Gómez-Castro y col., 2019).

Durante la nixtamalización se dan cambios en la estructura semi-cristalina del almidón (Vega-Rojas y col., 2017). El almidón es una micropartícula compuesta en su mayoría por carbohidratos (> 90%), y en menor grado proteínas, aminoácidos, lípidos y minerales. El gránulo se compone de regiones amorfas y cristalinas (Figura 6), que se encuentran organizadas en capas; estas capas se conforman de conglomerados o clústeres ramificados; las ramificaciones se deben a la amilopectina, que es un polímero de glucosa con enlaces  $\alpha$  (1,6) y amilosa, que es un polímero de glucosa de segmentos lineales con enlaces  $\alpha$  (1,4). Estos polímeros hacen cadenas C (centro reductor y columna de la estructura), cadenas B (ramificaciones de las cadenas C) y cadenas A (ramificaciones de las cadenas B y C, sin ramificaciones consecuentes) (Buléon y col., 1998).

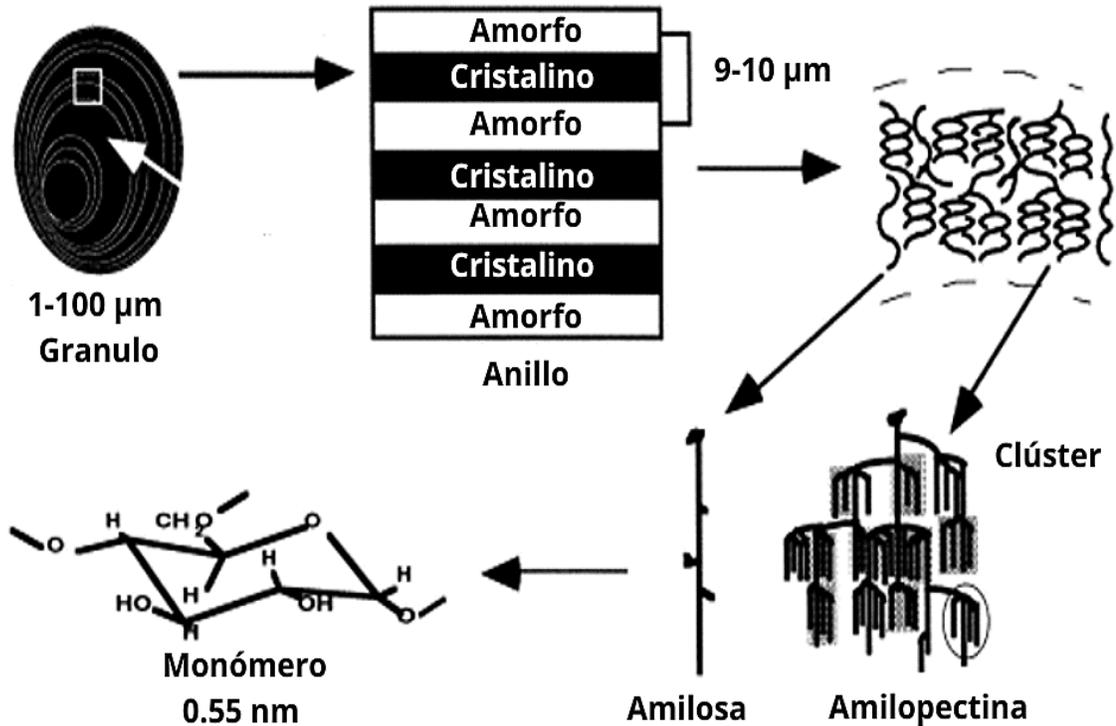


Figura 6. Esquema de los diferentes niveles estructurales del gránulo de almidón (Extraído de Buléon y col., 1998).

Estos cambios estructurales se ven reflejados en los difractogramas de Rayos-X (Figura 7). La nixtamalización disminuye la cristalinidad, debido a que la gelatinización solvata parcialmente las estructuras hexagonales u ortorrómbicas del almidón; en el caso del almidón de maíz es una estructura ortorrómbica. Estos cambios ocurren durante la cocción, el remojo y la molienda del grano (Enríquez-Castro y col., 2022).

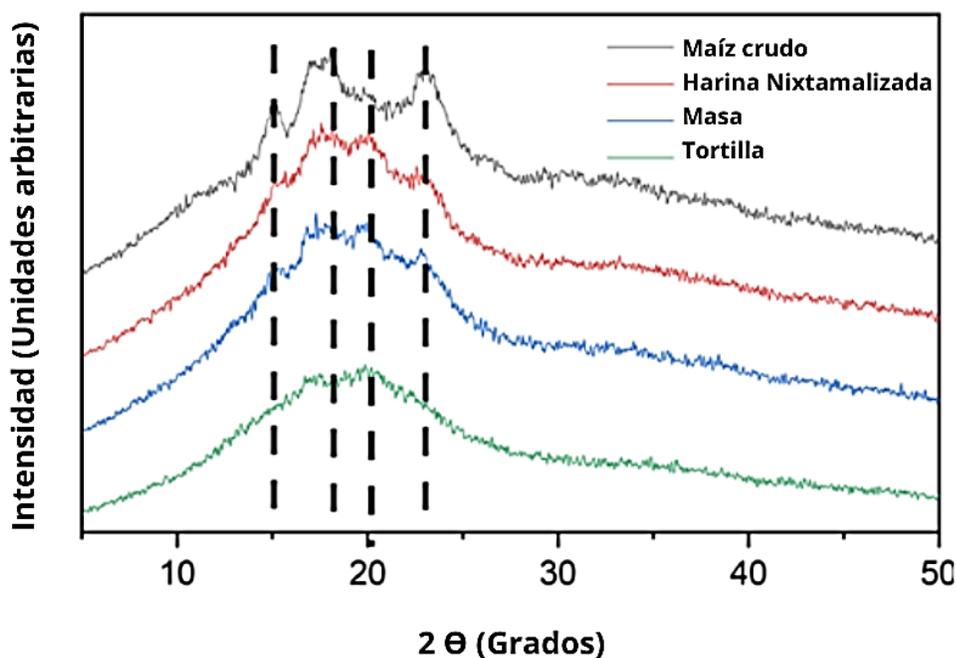


Figura 7. Difractogramas de Rayos-X en maíz crudo y de productos de maíz procesados con Nixtamalización Tradicional (Extraído de Enríquez-Castro y col., 2022).

La nixtamalización modifica las propiedades térmicas del maíz (Figura 8). Durante el proceso de nixtamalización, se da una disminución de la entalpía de gelatinización (Figura 8, Flecha 1). Estos cambios se ven intensificados con otros procesos como el secado y la molienda (harina nixtamalizada). En el caso de las tortillas, sucede una disociación de la amilopectina retrogradada (Figura 8, Flecha 2) (Santiago-Ramos y col., 2015). Durante la nixtamalización, otros componentes, como los lípidos, modifican las propiedades térmicas, pues se ha visto la generación de almidón

resistente tipo V, es decir, de complejos amilosa lípido durante la nixtamalización (Dorantes-Campuzano y col., 2022). El hidróxido de calcio reduce la cantidad de almidón resistente tipo V, debido a que saponifica los ácidos grasos, reduciendo la disponibilidad de estos para formar complejos amilosa-lípido (Santiago-Ramos y col., 2015).

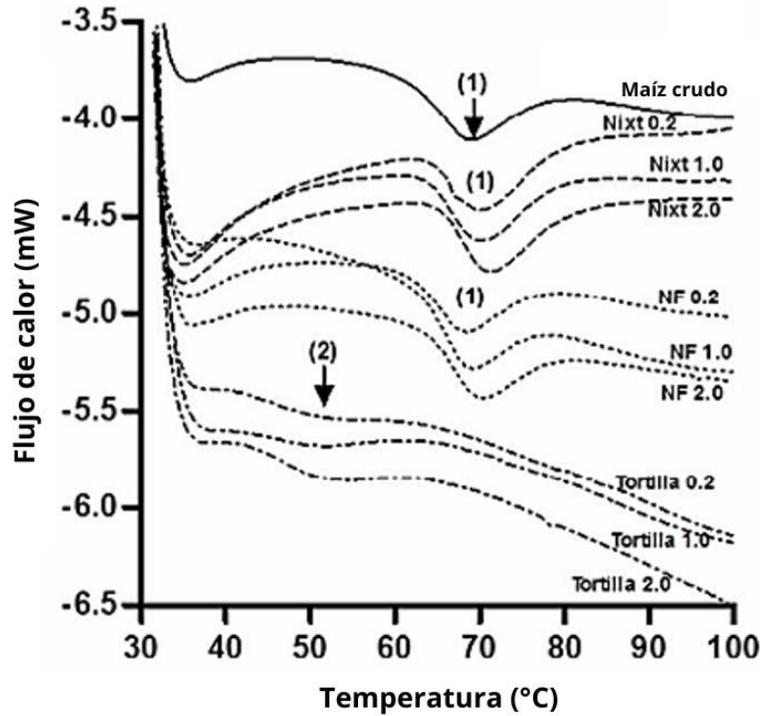


Figura 8. Termogramas DSC de los almidones de maíz crudo, maíz nixtamalizado (Nixt), harina nixtamalizada (NF) y tortillas. Proceso de nixtamalización con cal 0.2, 1.0 y 2.0% (Extraído de Santiago-Ramos y col., 2015).

La presencia de cal representa un mayor daño a la microestructura del almidón y a las proteínas, en comparación de cuando se da la cocción sin cal (Figura 9). Cuando se usa cal, la erosión en la superficie de los gránulos de almidón es evidente y se ve reflejado con el tiempo de cocción. Además, se ha visto que la adición de cal promueve las interacciones calcio-proteína y proteína-calcio-proteína. En ausencia de cal, se dan entrecruzamientos de los enlaces disulfuro entre proteínas (Guzmán y col., 2011).

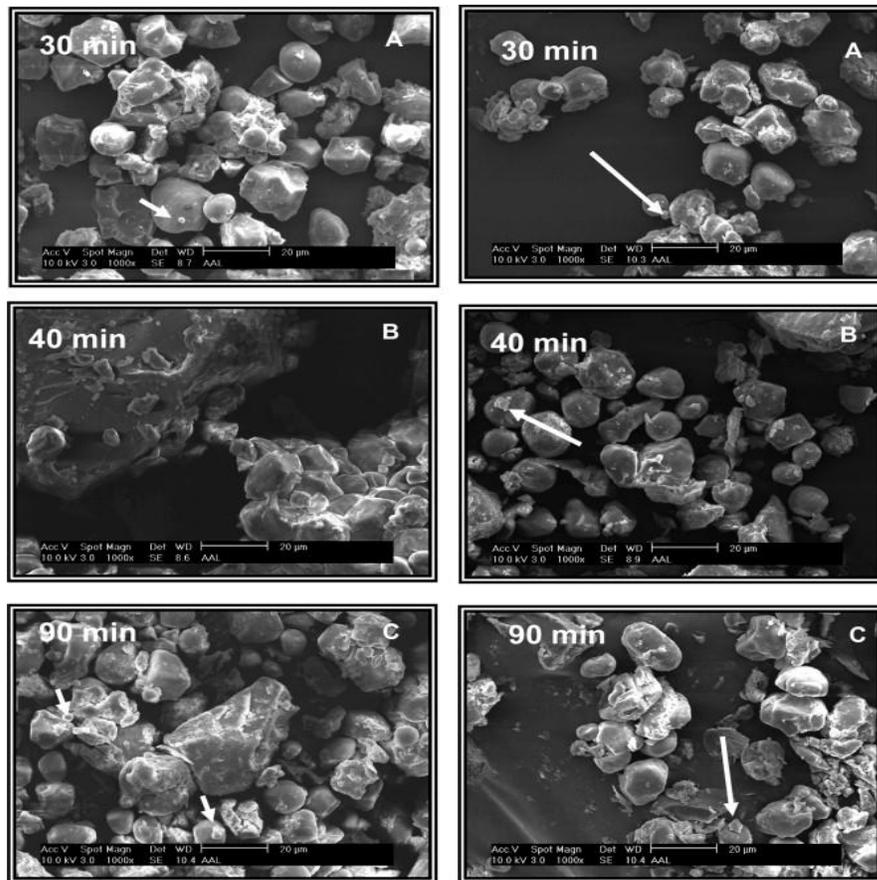


Figura 9. Micrografías SEM de granos de maíz cocidos con cal (izquierda) y sin cal (derecha) a 90 °C durante 30, 40 y 90 min. (Flechas = cuerpos proteicos (Extraído de Guzmán y col., 2011)).

### 1.5 La cal en la nixtamalización

La cal se obtiene de la incineración de la piedra caliza (carbonato de calcio  $\text{CaCO}_3$ ), liberando dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) y obteniendo óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ). Durante su obtención, la cal puede ser contaminada por los combustibles usados para su incineración o con el agua de hidratación (Galván-Ruiz y col., 2009). Estas transformaciones conforman el ciclo de la cal, según la Figura 10; aunque desgraciadamente el mal manejo de esta puede cambiar los productos o la mezcla de estos en la cal, por lo que se requiere evitar el contacto de la cal con las condiciones ambientales para evitar su transformación o contaminación (Gomez-Vazquez y col., 2024).

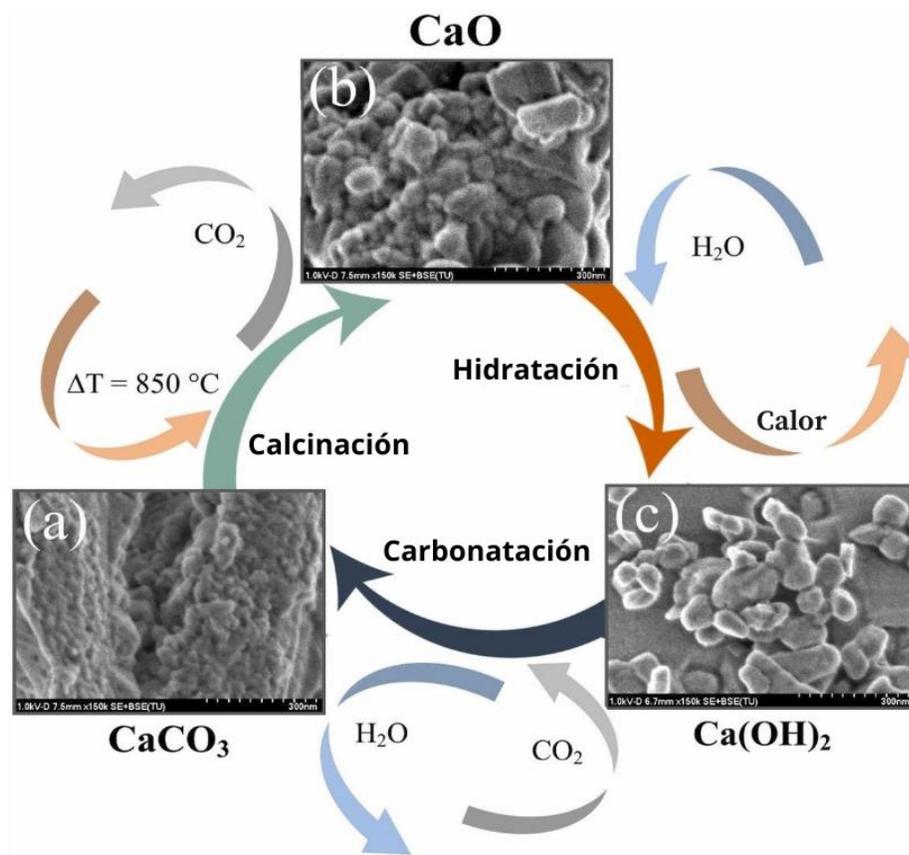


Figura 10. Ciclo de la cal (Extraído de Gomez-Vazquez y col., 2024).

La cal se usa en este proceso por su contenido de óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ), usualmente se refina para eliminar metales pesados, con el fin de que sea segura para su consumo. Para la nixtamalización se usan concentraciones de cal entre 0.8-2% con respecto al peso del grano (Serna-Saldívar, 2021). El tamaño de partícula de una cal comercial es de 4-20  $\mu\text{m}$ , aunque este valor depende del productor (Luso y Lourenço, 2016; Zhu y col., 2023).

En la literatura no se ha observado el efecto del tamaño de partícula en la nixtamalización. La reducción del tamaño de la cal aumenta la solubilidad de la misma, dando paso a una mayor difusión de iones calcio. En la remediación de suelos, una cal de menor tamaño (tamizada,  $<0.001\text{ mm}$ ), se lixivia más rápido, alcalinizando y aportando calcio al medio (Loide y col., 2014).

Una reducción de tamaño de la cal podría ser beneficioso para los productos nixtamalizados, pues teóricamente aumentaría la difusión del calcio al medio y al grano. En la nixtamalización, la difusión de los iones calcio son de suma importancia, ya que se relaciona con la cantidad de calcio presente en el grano nixtamalizado (pericarpio, endospermo y germen), en función del tiempo y temperatura (Fernández-Muñoz y col., 2006). En América Latina es muy importante, ya que existen regiones donde no se alcanza el aporte mínimo de calcio, lo que provoca problemas de salud ósea. Es aquí donde los productos nixtamalizados tienen un gran aporte nutricional, pues aumenta el contenido de calcio y su absorción aumenta 25 veces en comparación a productos sin nixtamalizar (Ramírez-Jiménez y col., 2023). Además, la cal tiene un rol en la inocuidad de los productos nixtamalizados, pues reducen la cantidad de aflatoxinas (Odukoya y col., 2021).

La obtención de nanopartículas de cal es una opción para obtener una cal de mayor pureza y de tamaño submicrométrico. Esta usualmente se obtiene por métodos como la vía solvo-térmica que requiere de calcio metálico y altas temperaturas ( $> 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), se obtiene cal con un tamaño de partícula de 180-300 nm (Ambrosi y col., 2001), con el uso de resinas de intercambio iónico se obtienen nanopartículas de cal con tamaño de 2-7.5 nm (Taglieri y col., 2017), con precursores como el nitrato de calcio se obtiene nanocal de 50-400 nm (Harish y col., 2022), o cloruro de calcio se obtiene nanocal de 20-50 nm (Chen y col., 2020). Todos los métodos mencionados tienen la desventaja de ser procesos tardados o que requieren de condiciones específicas. La vía de obtención de nanocal desarrollada por Martínez-Ramírez y col. (2018) es un método rápido que no requiere de un calentamiento y los reactivos son accesibles, pues únicamente se requiere de cloruro de calcio, hidróxido de calcio y sacarosa (azúcar). La reacción se lleva de la siguiente manera:



La sacarosa aumenta la solubilidad del cloruro de calcio acelerando la reacción. Con este método se obtienen nanopartículas de cal con diversos tamaños desde 6 hasta 142 nm y una alta formación de hidróxido de calcio (Martínez-Ramírez y col., 2018).

La sacarosa ayuda en la reacción formando complejos calcio-sacarosa, debido a que los cationes divalentes tienen una afinidad a los carbohidratos aniónicos, lo que aumenta la solubilidad de los compuestos de calcio (Pannetier y col., 1999; Pannetier y col., 2001).

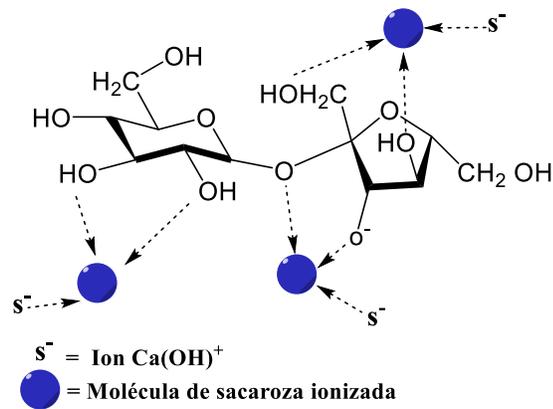


Figura 11. Modelo del complejo de coordinación de calcio-sacarosa (Extraído de Pannetier y col., 1999).

## **II. HIPÓTESIS**

Las nixtamalización de maíz con nanopartículas de cal mejoran las características fisicoquímicas de las harinas obtenidas, respecto con las obtenidas con cal comercial.

### III. OBJETIVOS

#### III.1 Objetivo general

Sintetizar nanopartículas de cal y comparar con la cal comercial su efecto en las propiedades fisicoquímicas de las harinas de maíz nixtamalizado.

#### III.2 Objetivos particulares

- Sintetizar y caracterizar las nanopartículas de cal por medio de la ruta química ( $\text{NaOH} + \text{CaCl}_2$  (disuelto en solución de sacarosa)) a temperatura ambiente.
- Caracterizar las propiedades físicas y químicas de los granos de maíz blanco.
- Evaluar y comparar las propiedades fisicoquímicas (estructurales, transiciones térmicas, perfil de viscosidad) de las harinas de maíz nixtamalizado con nanopartículas de cal y cal comercial.

## IV. METODOLOGÍA

### IV.1 Materia prima

Los granos de maíz blanco (*Zea mays* L.) se obtuvieron de un productor local ubicado en Querétaro, México (Latitud: 20.6348 / Longitud: -100.2047). Se seleccionaron manualmente y se almacenaron en contenedores herméticos bajo refrigeración (4 °C) para su conservación hasta su uso.

### IV.2 Caracterización física y química de los granos de maíz blanco

La evaluación física se realizó con los métodos descritos por el Centro Internacional de Mejoramiento de Maíz y Trigo (CIMMYT) (Palacios-Rojas, 2018). Se realizó la determinación del peso hectolítrico, dejando caer 1 kg de grano por un embudo de 4.5 cm de diámetro de boca a una distancia de 20 cm a un recipiente de 1 L hasta desbordar, posteriormente, se determinó el peso en relación con el volumen conocido. El índice de flotación fue cuantificado el porcentaje de granos flotantes en una solución de sacarosa (67 %, densidad a 25 °C de 1.25 kg L<sup>-1</sup>). El color del maíz se determinó usando un colorímetro (Minolta, CR-140) usando el método CIELAB (L = luminosidad, a = rojo-verde y b = amarillo-azul). El tamaño del grano (largo, ancho y grosor) se determinó de forma directa con ayuda de un Vernier (Uline, H-7352). Todas las mediciones se realizaron por triplicado.

El contenido de humedad de los granos se determinó por diferencia de peso, usando un horno (Thermo Scientific, Heratherm OMS 100) a una temperatura de 130 ± 1 °C por 1 h, usando el Método AACC 44-15.02, 2002. El contenido de proteína total se determinó mediante análisis de nitrógeno por el método Kjeldahl (N x 6.25) usando el Método AACC 46-16.01, 2002. La grasa bruta se determinó mediante la extracción con éter de petróleo usando el Método AACC 30-25.01, 2002. El contenido de cenizas se determinó por el Método AACC 08-01.01, 2002, incinerando y usando una mufla a 600 °C. La fibra se determinó como fibra dietética soluble, insoluble y total usando el Método AACC 32-07.01, 2002. Los carbohidratos totales se determinaron por diferencia de todas las determinaciones y el peso total (100-%Humedad-%Proteína-%Grasa-%Fibra dietética total-%Cenizas).

#### IV.3 Preparación de las nanopartículas de cal

Se usaron las metodologías descritas por Martínez-Ramírez y col. (2018) y por Lanzón y col. (2017). Se prepararon soluciones de cloruro de calcio 5 M usando soluciones previamente preparadas de sacarosa al 5% (TMP1) y 10% (TMP2) con agua descarbonatada ultrapura Milli-Q. Se preparó una solución de hidróxido de sodio 3 M y se mezcló con las soluciones de sacarosa-CaCl<sub>2</sub> (5:1) en un matraz Erlenmeyer de 500 mL con agitación magnética constante por 4 h para favorecer la formación de hidróxido de calcio. Posteriormente, se centrifugo a 13500 rpm por 10 min (Hermle Labortechnik, Z326K), realizando lavados 3 con agua desionizada para eliminar el exceso de NaOH y sacarosa. El precipitado resultante se secó en horno (Thermo Scientific, Heratherm OMS 100) a 60 °C por 12 h. El producto seco, se almacenó en contenedores herméticos.

#### IV.4 Caracterización de las nanopartículas de cal

El tamaño de partícula de y potencial Z la cal obtenida se determinó con ayuda de un analizador de tamaño de partícula (Malvern Instruments, Zetasizer Nano ZS) usando 10 mg de muestra en 1 mL de isopropanol, se dispersó la muestra en un baño de ultrasonido (Branson, M2800). El análisis se realizó en celdas desechables (Malvern Panalytical, Capillary Zeta Cell Cuvette), con un índice de refracción del medio de 1.3772. Así mismo para determinar la pureza se realizó un análisis termogravimétrico (TA Instruments, TGA 5500), colocando 10 mg de muestra en un crisol de platino y se calentó desde 25 °C hasta 900 °C a una velocidad de 5 °C por min. Se determinó el porcentaje de pérdida de masa (Gomez-Vazquez y col., 2024).

#### IV.5 Nixtamalización de maíz con cal comercial y con nanopartículas de cal y obtención de harinas

Se realizó una nixtamalización tradicional, siguiendo la metodología descrita por Méndez-Montealvo y col. (2008). Un kilo de grano de maíz blanco con 3 L de agua y 1 % (p/p) de cal tradicional o nanopartículas de cal, se nixtamalizó a temperatura de ebullición (94 °C) por 40 min en estufa de gas. Luego se retiró del fuego y se dejó en reposo por 12 h. Durante el tiempo de reposo se tomaron muestras a las 0, 3, 6, 9 y

12 h de reposo, las cuales fueron lavadas con agua para retirar el exceso de cal y molidas en un molino de discos manual (Surtek, MOGRA1). Luego se secaron en un horno deshidratador (Excalibur, 2900ECB) a 50 °C por 24 h, nuevamente se molieron en molino (KRUPS, F20342) y se tamizaron por la malla número 60 (tamaño de partícula < 250 µm).

#### IV.6 Caracterización de las harinas obtenidas por nixtamalización de maíz con cal y con nanopartículas de cal

##### IV.6.1 Determinación del contenido de calcio en las harinas

A  $25 \pm 0.05$  g de cada harina para determinar el contenido de calcio, usando el método de digestión ácida por microondas (método 14-2011 de la AOAC, 2011). La digestión se realizó con ácido nítrico concentrado, usando un digestor de microondas (Anton Paar, Multiwave 5000) a 200 °C y medido en un espectrofotómetro de absorción atómica (Perkin Elmer, Aanalyst 100) operado a 12 psi de aire, 70 psi de acetileno, equipado con una lámpara de deuterio, un corrector de fondo y una lámpara de cátodo hueco y una apertura de slit de 0.7 nm. La determinación se realizó por triplicado.

##### IV.6.2 Calorimetría diferencial de barrido

Se usó la metodología descrita por Mariscal-Moreno y col. (2017). Se colocaron  $3 \pm 0.05$  mg de harina en un crisol de aluminio de 40 µL; posteriormente, se adicionó agua destilada hasta alcanzar una humedad de 60 %. El crisol se selló usando con la prensa del equipo (Mettler Toledo, 119410). El análisis se realizó en un calorímetro diferencial de barrido (Mettler Toledo, DSC821) con un rango de temperatura de 30-160 °C a una razón de 10 °C por min. Se determinaron las temperaturas de inicio, de pico y final; así como las entalpías ( $\Delta H$ ) de gelatinización y de fusión del complejo amilosa-lípido. Los análisis ser realizaron por duplicado.

##### IV.6.3 Perfil de viscosidad

Para determinar el perfil de viscosidad, se usó la metodología reportada por Contreras-Jiménez y col. (2020). Se pesaron  $3 \pm 0.05$  g de cada harina y se adicionó

18 mL de agua destilada. El análisis se realizó con un reómetro (Anton Paar Physica, MRC-101) usando un perfil de temperatura de 50 °C sostenida por 2 min; luego calentó hasta 92 °C con una razón de 5 °C por min, posteriormente, se mantuvo la temperatura por 5 min y, finalmente se enfrió hasta 50 °C a una razón de -5 °C por min. Se determinó la viscosidad máxima, viscosidad final y temperatura de pasta. Los análisis se realizaron por duplicado.

#### IV.6.4 Difracción de Rayos-X

Se siguió la metodología descrita por Vega-Rojas y col. (2017). Se colocó cada harina en una superficie de vidrio y se analizó en un difractor de Rayos-X (Rigaku, DMAX-2100) que operó a 16 mA y 35 kV, con una radiación  $\text{CuK}\alpha$  con  $\lambda=0.15405$  nm. Para el análisis de la cal se operó a 30 mA y 40 kV, con una radiación  $\text{CuK}\alpha$  con  $\lambda=0.15406$  nm. Ambos análisis de 4 a 70° con una diferencia de 0.02° en la escala de  $2\theta$ .

#### IV.6.5 Espectroscopía de infrarrojo (FT-IR)

Se midieron las harinas y la cal usada para la nixtamalización en un espectrómetro infrarrojo (IR) acoplado a un equipo de reflectancia atenuada (ATR) (PerkinElmer, Spectrum Two) en un rango de longitud de onda de 600 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  y una resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$ . Todo de acuerdo con Contreras-Jiménez y col. (2020).

#### IV.6.6 Microscopía electrónica de barrido

La morfología de los granos de maíz nixtamalizados se realizó siguiendo la metodología de Dorantes-Campuzano y col. (2022). Las muestras se congelaron con nitrógeno líquido y se realizaron cortes longitudinales. Usando un microscopio electrónico de barrido de bajo vacío (Phenom-World BV, G2 Pro) con un haz de 5 kV se midieron los granos de almidón del endospermo y pericarpio con ampliaciones de 500-3000X.

#### IV.7 Diseño y análisis estadístico

Se utilizó un diseño totalmente aleatorio con un arreglo factorial. Las variables independientes fueron el tipo de cal (cal comercial grado alimenticio, y dos tamaños

de nanopartículas TMP1 y TMP2) y el tiempo de reposo (0, 3, 6, 9 y 12 h). Los resultados se expresaron como media  $\pm$  desviación estándar de dos o de tres mediciones independientes según el caso. Se usó un análisis de varianza (ANOVA) a un nivel de significancia de 95% ( $\alpha=0.05$ ) y una comparación de medias con la prueba de Tukey-Kramer (comparaciones múltiples por pares), usando el software estadístico Minitab 19.

## V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### V.1 Caracterización física y química de los granos de maíz blanco

En el Cuadro 1 se muestran los resultados de la composición bromatológica y las características físicas del grano de maíz blanco. En la literatura encontramos que la composición química del maíz usado para nixtamal y derivados es bastante variable, ya que comprende valores de 53 - 82 % carbohidratos, 7.5 - 11 % proteínas, 4 - 6.6 % grasa, 0.9 - 1.83 % fibra dietética soluble, 10.26 - 11.78 % fibra dietética insoluble, 10.66 - 13.18 % fibra dietética total, 1.09 - 1.4 % cenizas (Escalante-Aburto y col., 2019). Según la clasificación para el índice de flotación descrita por Palacios-Rojas. (2018), se determinó que el maíz blanco estudiado tiene una dureza intermedio-duro. Según lo indicado por la Norma Mexicana para maíz nixtamalizado NMXFF-034/1-SCFI-2020, para maíces duros, el tiempo de cocción es de 40 min. Para la elaboración de tortillas de maíz y productos de maíz nixtamalizados comerciales, la densidad mínima del maíz blanco es de 74 kg/hL y una humedad máxima de 14 %. El grano utilizado en la elaboración de tortillas de maíz generalmente cuenta con una mezcla de tonalidades blanco-amarillo brillante; sin embargo, también se encuentran variedades pigmentadas como las azules, rojas, amarillas, entre otras (Serna-Saldivar, 2021). Los valores de la composición proximal son similares a lo reportado por Maya-Cortés y col. (2009), a excepción del contenido de proteína, presentando un incremento. Los cambios en la composición son debido a la variación genética y al ambiente de crecimiento; la falta de agua y temperaturas altas propician un mayor contenido de proteínas (Michel y col., 2020).

Cuadro 1. Composición proximal y características físicas del grano de maíz blanco.

<b>Propiedad</b>		<b>Contenido</b>
Humedad (%)		10.90±0.09
Proteína (%)		10.65±0.12
Grasa (%)		5.25±0.04
Cenizas (%)		1.19±0.12
Carbohidratos (%)		59.96±0.00
Fibra dietética (%)		12.95±0.23
Fibra dietética soluble (%)		1.30±0.06
Fibra dietética insoluble (%)		11.65±0.29
Peso hectolítrico (kg/hL)		70.20±0.40
Índice de flotación (%)		35.70±1.50
Tamaño (mm)	Largo	12.28±1.24
	Ancho	10.02±1.06
	Grosor	4.56±0.36
Color	L	71.51±4.57
	a	1.06±0.94
	b	19.01±1.76

Los resultados representan la media ± desviación estándar de 3 mediciones independientes

## V.2 Caracterización de las nanopartículas de cal

### V.2.1 Tamaño de partícula y composición

En la Figura 12 se presenta la distribución de tamaño de partícula medido por dispersión de luz dinámica (DLS, por sus siglas en inglés) y el potencial zeta. La cal comercial tiene un tamaño medio de partícula de 5560 nm, mientras que las nanopartículas TMP1 de 295 nm y TMP2 de 615 nm. En el caso de la cal comercial, el tamaño coincide con los valores de 1 - 10  $\mu\text{m}$  con un valor medio de 4  $\mu\text{m}$  ya reportado por Fourmentin y col. (2015). Sin embargo, el tamaño de las nanopartículas de cal no coincide con lo reportado por Martínez-Ramírez y col. (2018), las cuales presentan un menor tamaño de partícula. El aumento de tamaño es debido a que las nanopartículas de cal tienden a generar agregados, puesto a que en la cal se encuentra en una zona de inestabilidad (entre 5-30 mV), creando pequeños flóculos (Timmons y col., 2020). Adicionalmente en dicho trabajo el tamaño es medido en forma de polvo seco, en cambio, la técnica de DLS es en un sistema disperso, similar a la nixtamalización. El aumento en el contenido de  $\text{CaCO}_3$  reduce el potencial zeta, lo que favorece el aumento de tamaño de partícula (Gomez-Vazquez y col., 2024).

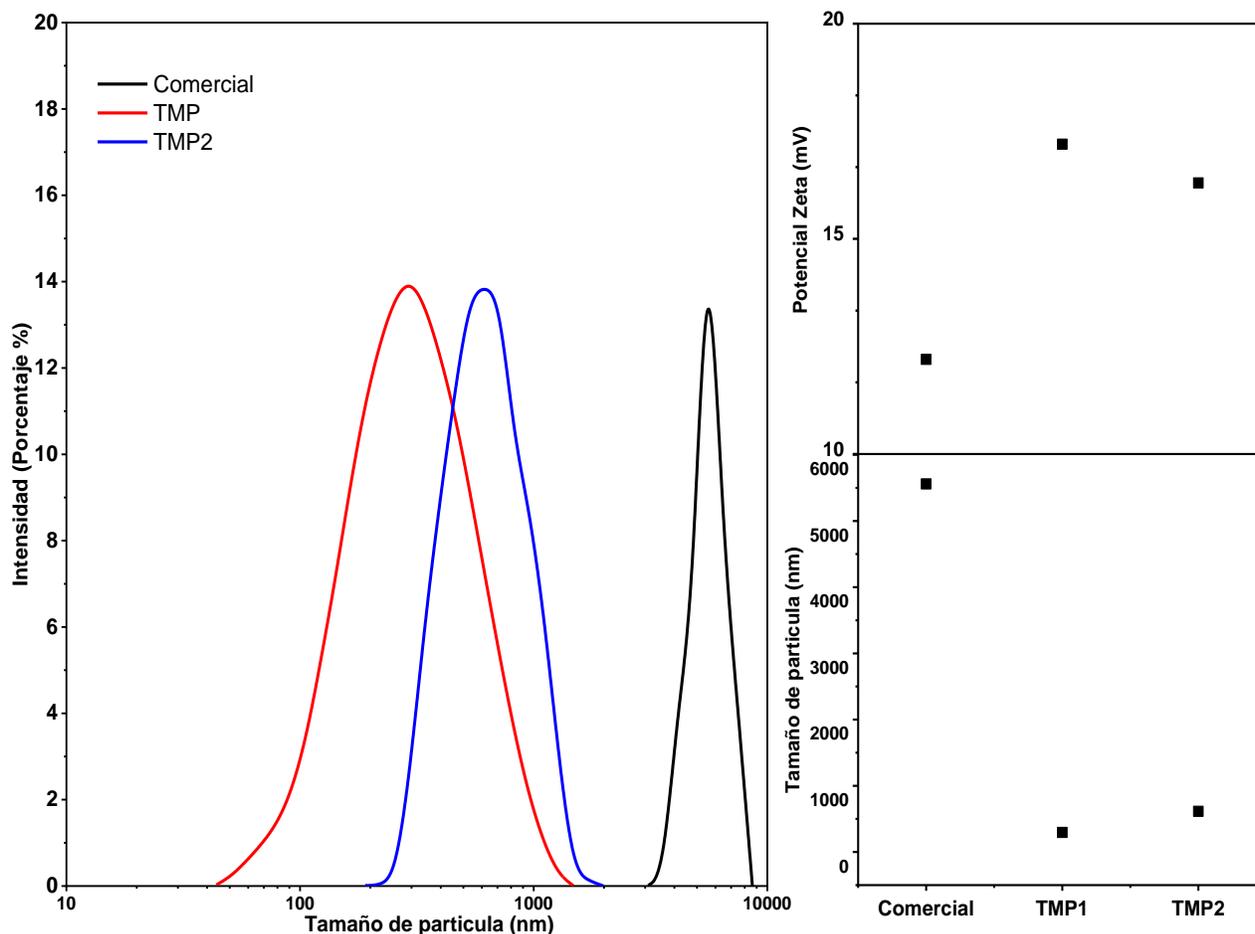


Figura 12. Distribución de tamaño de partícula y potencial Zeta de cal comercial (CN) y nanopartículas de cal (TMP1 y TMP2).

En la Figura 13 se muestra el Termograma del análisis termogravimétrico (TGA por sus siglas en ingles) de la cal comercial y de las nanopartículas. El Termograma se divide en cuatro etapas: primero se elimina el agua libre o humedad de la cal (línea punteada negra); Posteriormente se pierde el agua de cristalización del carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) o también conocida agua del como carbonato de calcio amorfo (línea punteada roja); de forma intermediaria se degrada el hidróxido de calcio, liberando agua y oxido de calcio (línea punteada azul); y finalmente se degrada el carbonato de calcio, mediante un proceso de combustión, liberando  $\text{CO}_2$  (Martínez-Ramírez y col., 2018; Rogalewicz y col., 2020).

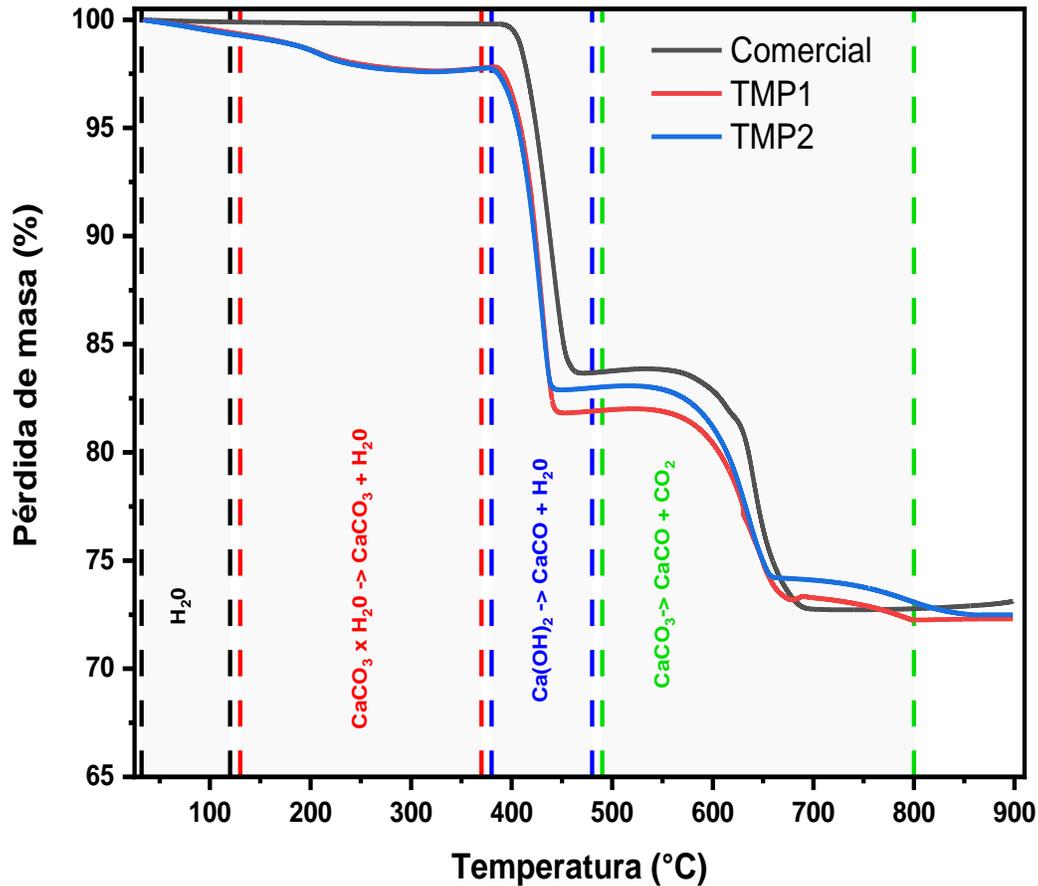


Figura 13. Termograma TGA de cal comercial y nanopartículas de cal.

En el Cuadro 2 se muestran los resultados de la composición de la cal comercial y las nanopartículas de cal. Cabe destacar la carbonatación del hidróxido de calcio, mismo que se carbonata con la exposición al dióxido de carbono presente en el ambiente ( $\text{Ca(OH)}_2 + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$ ), misma que muestra una gran reactividad y puede ser acelerada con un aumento de temperatura (Regnault y col., 2009). Esta carbonatación se genera durante el almacenamiento de la cal y, en el caso de las nanopartículas, durante el secado. De acuerdo con los datos obtenidos en el Cuadro 2, todas las muestras presentan un contenido de hidróxido de calcio mayor a 50 %; Sin embargo, cabe resaltar que la muestra TMP1 presenta la mayor cantidad de calcio, mismo que exhibe el menor contenido de carbonato de calcio. Aunque la cal comercial es similar a TMP1, esta tiene un mayor contenido de carbonato. También se debe tener en cuenta la humedad, puesto a que las

nanopartículas contienen una mayor cantidad de agua que la cal normal. La presencia de agua puede lograr que la carbonatación de la cal sea parcial o completa, al igual que esta puede provenir como producto de la carbonatación del hidróxido de calcio (Steiner y col., 2020).

Cuadro 2. Composición química de la cal comercial y nanopartículas de cal.

	<b>H<sub>2</sub>O (%)</b>	<b>CaCO<sub>3</sub>*H<sub>2</sub>O (%)</b>	<b>Ca(OH)<sub>2</sub> (%)</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> (%)</b>
Comercial	0.48	0.37	58.13	41.02
TMP1	2.04	5.53	58.72	33.71
TMP2	2.88	5.65	55.01	36.45

### V.2.2 Espectroscopía de infrarrojo

En la Figura 14 se muestran los espectros IR entre 4000 y 400  $\text{cm}^{-1}$  de la cal comercial y las nanopartículas de cal obtenidas. Se identificaron 5 bandas principales, una banda intensa en 3641  $\text{cm}^{-1}$ , una banda gruesa de 1600-1300  $\text{cm}^{-1}$  (transmitancia máxima en 1414  $\text{cm}^{-1}$ ), y bandas en 1083, 1054 y 873  $\text{cm}^{-1}$ .

En el Cuadro 3 se encuentra la identificación de banda de los espectros FT-IR. En todas las muestras se observó la presencia de hidróxido de calcio y carbonato de calcio, confirmando lo observado en los termogramas TGA. La banda en 3641  $\text{cm}^{-1}$  está asociada a la presencia de agua y al hidróxido de calcio; la banda ubicada en 1054  $\text{cm}^{-1}$  se asocia al ion carbonato, la banda en 875  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al enlace calcio-oxígeno, y finalmente, las bandas en 1415 y 1085  $\text{cm}^{-1}$  son debido al estiramiento del enlace carbono-oxígeno presente en el hidróxido y en el carbonato de calcio.

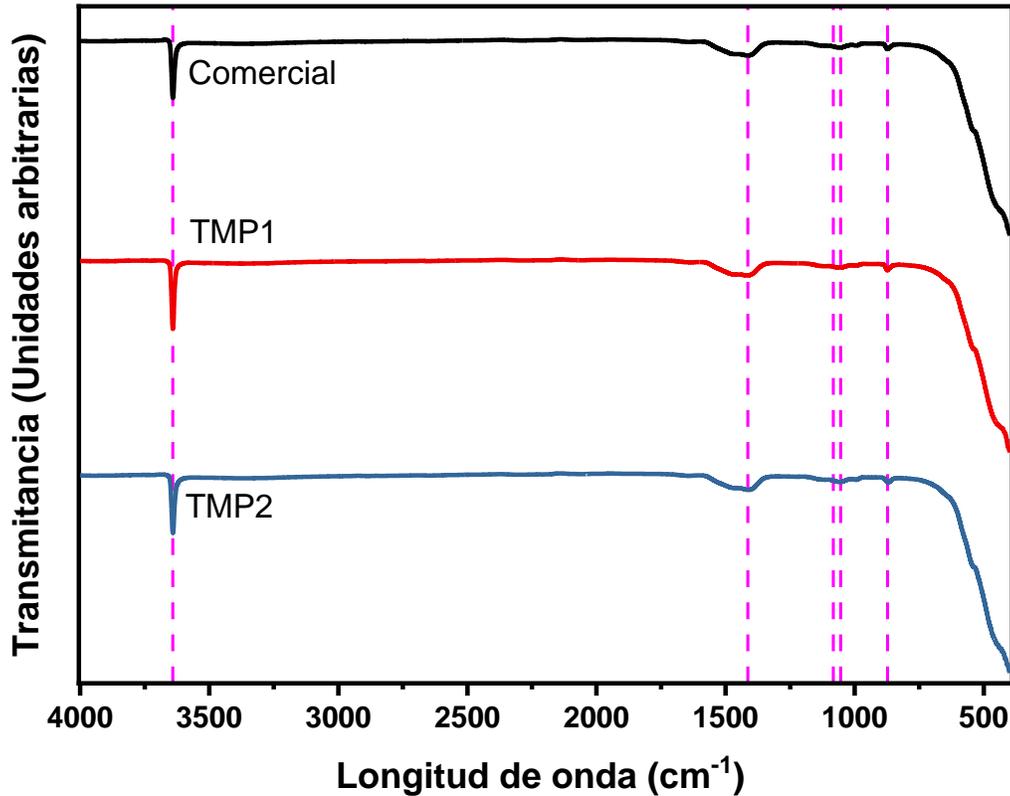


Figura 14. Espectros de infrarrojo (FT-IR) de cal comercial y nanopartículas de cal.

Cuadro 3. Posiciones de la banda infrarroja (FT-IR) de cal comercial y nanopartículas de cal.

Grupo funcional	Modo vibracional	Longitud de onda (cm-1)	Longitud de onda (cm-1)*	Referencia
-(OH)	Estiramiento	3641	3640	(Habte y col., 2019; Gomez-Vazquez y col., 2021)
-CO	Estiramiento	1414	1415	(Habte y col., 2019; Gomez-Vazquez y col., 2021)
-CO	Estiramiento simétrico	1083	1085	(Gomez-Vazquez y col., 2021)
C-O(CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> )	Doblamiento	1054	1054	(Gomez-Vazquez y col., 2021)
Ca-O	Aleteo	873	875	(Habte y col., 2019; Gomez-Vazquez y col., 2021)

\* = Reportado en la literatura.

### V.2.3 Difracción de Rayos-X

En la Figura 15 se muestran los difractogramas de Rayos-X de las muestras de cal comercial y nanopartículas de cal de 4 a 70° en la escala 2 theta ( $\theta$ ). Se identificaron los picos correspondientes a carbonato de calcio y de hidróxido de calcio usando las cartas del Centro Internacional de Datos de Difracción (ICDD) #01-083-0577 y #00-004-0733 respectivamente. El desplazamiento a la derecha en la cal comercial se asocia a la presencia de otros iones de sustitución (Gomez-Vazquez y col., 2024). Estos iones, principalmente magnesio, hierro y sodio se encuentran de forma natural dentro de las piedras de calcita de donde es obtenida.

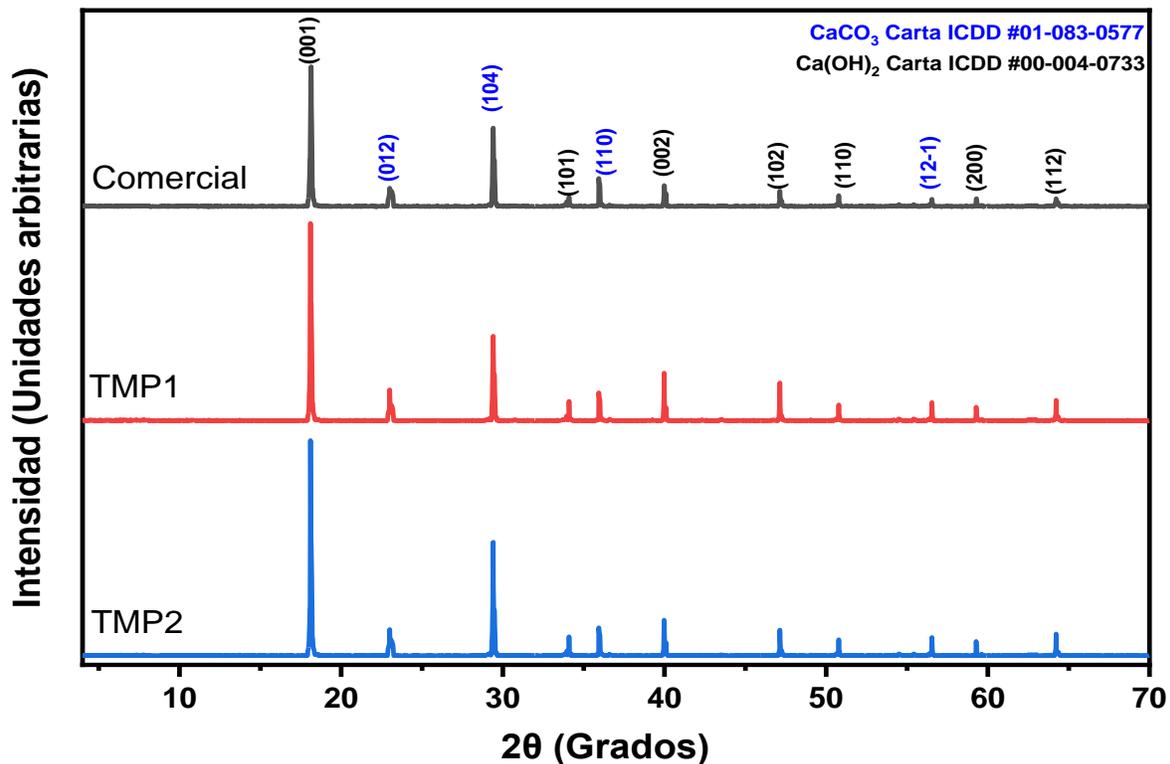


Figura 15. Difractogramas de Rayos-X de las muestras de cal comercial y nanopartículas de cal.

El Cuadro 4 presenta la indexación de los picos identificados con las tarjetas ICDD (Gates-Rector y Blanton, 2019) y su posición  $2\theta$  de cada uno, además de la distancia entre los planos de la red cristalina ( $d_{hkl}$ ), para los cuales se empleó la ley de Bragg mostrada a continuación:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right) \therefore d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2 \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right)}$$

Donde:

$n$  = Orden de reacción (en este caso, 1),  $\lambda$  = Radiación  $\text{CuK}\alpha$  (1.5405 Å) y  $2\theta$  = Ángulo de Bragg para la posición del plano.

Es importante destacar el aumento de la intensidad en los picos de los planos (001), (012), (104), (002), (102) y (112) de las nanopartículas en comparación a la cal comercial. Estos cambios se deben al grado de carbonatación de la cal por la exposición al ambiente, misma que reduce la cristalinidad de la cal (Gomez-Villalba y col., 2022). La presencia de los picos de hidróxido y carbonato de calcio indica que la carbonatación es incompleta (Vance y col., 2015). Esto confirma los resultados de TGA y FT-IR, siendo que las nanopartículas de cal tienen un mayor contenido de hidróxido de calcio en comparación a la cal comercial.

El ligero desplazamiento hacia la derecha de la cal comercial antes mencionado, esto se debe a la posible presencia de iones de sustitución. Estos iones de sustitución pueden ser orgánicos por la adición de aditivos a la cal como aceites, aglomerantes y resinas (Pesce y col., 2021). Aunque también de los minerales residuales en la calcita de forma natural, principalmente magnesio, y en menor grado sodio, aluminio, potasio y hierro (Zhang y Chao, 2020).

Cuadro 4. Indexación del patrón de Rayos-X de muestras de cal comercial y nanopartículas de cal.

<b>CaCO<sub>3</sub> Carta ICDD #01-083-0577</b>								
<b>ICCD</b>			<b>Comercial</b>		<b>TMP1</b>		<b>TMP2</b>	
<b>(h k l)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>
012	23.053	3.855	23.061	3.853	23.054	3.855	23.056	3.854
104	29.400	3.035	29.405	3.035	29.402	3.035	29.402	3.035
110	35.968	2.495	35.971	2.495	35.967	2.495	35.968	2.495
002	39.408	2.285	39.414	2.284	39.408	2.285	39.410	2.284
12-1	56.561	1.626	56.565	1.626	56.560	1.626	56.561	1.626

<b>Ca(OH)<sub>2</sub> Carta ICDD #00-004-0733</b>								
<b>ICCD</b>			<b>Comercial</b>		<b>TMP1</b>		<b>TMP2</b>	
<b>(h k l)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>	<b>2θ</b>	<b>d<sub>hkl</sub>(Å)</b>
001	18.089	4.900	18.097	4.898	18.090	4.899	18.092	4.899
101	34.088	2.628	34.093	2.628	34.090	2.628	34.091	2.628
102	47.123	1.927	47.132	1.927	47.126	1.927	47.124	1.927
110	50.794	1.796	50.804	1.796	50.789	1.796	50.791	1.796
200	59.303	1.557	59.308	1.557	59.298	1.557	59.299	1.557
112	64.226	1.449	64.228	1.449	64.226	1.449	64.225	1.449

### V.3 Caracterización de las harinas de maíz nixtamalizado con cal y con nanopartículas de cal

#### V.3.1 Determinación del contenido de calcio en las harinas

En la Figura 16 se presenta el contenido de calcio en maíz crudo y las harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial (Comercial) y con nanopartículas de cal (TMP1 y TMP2). La nixtamalización es fundamental para aportar calcio en las harinas, pasando de 40 a 74-82 mg/100g con la cocción, es decir a las 0 h de remojo. El tiempo de remojo y el tipo de cal usado en la nixtamalización tienen un efecto significativo ( $p < 0.05$ ) en el contenido de calcio de las harinas obtenidas. En las primeras 6 h de remojo se observa que el tipo de cal no tiene un efecto significativo, mientras que en 9 y 12 h que aumenta el contenido de calcio, especial y en mayor grado en los tratamientos con nanopartículas de cal TMP1. Fernández-Muñoz y col. (2004) reportan que, en la nixtamalización, en las primeras 5 h de remojo se genera la difusión de calcio en el pericarpio y posteriormente pasa al endospermo y al germen, que son más blandos y por ende más fáciles de penetrar. El contenido final de calcio fue mayor en  $TMP1 > TMP2 > Comercial$ , de modo que se puede asociar la reducción del tamaño de partícula de la cal con un aumento en el contenido de calcio

en las harinas de maíz nixtamalizado, recordando sus dimensiones de 295, 615 y 5560 nm para las nanopartículas TMP1, TMP2 y cal comercial respectivamente.

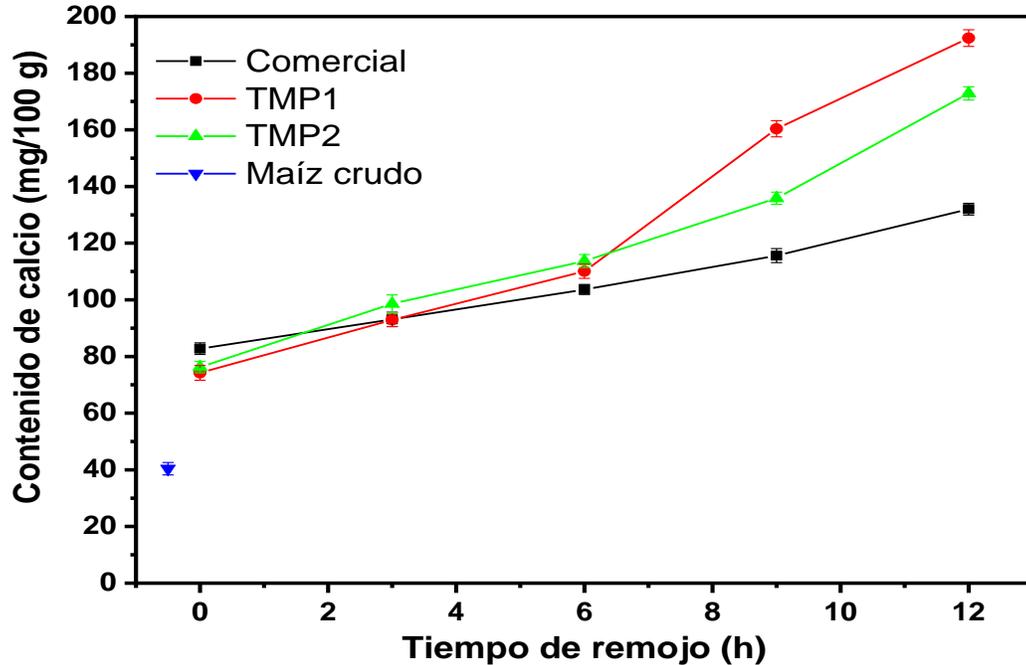


Figura 16. Contenido de calcio en maíz crudo y harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial y con nanopartículas de cal en función del tiempo de remojo. Los puntos expresan media  $\pm$  la desviación estándar (brazos).

### V.3.2 Calorimetría diferencial de barrido

En la Figura 17 se muestran los Termogramas de la calorimetría diferencial de barrido (DSC por sus siglas en inglés) de las diferentes harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial y con nanopartículas de cal (TMP1 y TMP2) a diferentes tiempos de remojo. Se identificaron 2 picos, uno endotérmico que inicia aproximadamente en 67 y termina en 82 °C, correspondiente a la temperatura de gelatinización (sombreado con color rojo), lo cual concuerda con lo reportado en Mariscal-Moreno y col. (2015), donde la harina nixtamalizada presenta una endoterma entre 63.73 - 81.48 °C. El otro pico observado es exotérmico, encontrándose a 110 °C aproximadamente (sombreado con color verde), que corresponde a la disociación del complejo amilosa-lípido tipo II, también llamado almidón resistente tipo V, en un rango de 105 - 115 °C (Kong y col., 2019). La formación de este complejo se genera durante la nixtamalización y los lípidos presentes de forma endógena en el grano de maíz.

En el Cuadro 5 se muestran los datos de las propiedades térmicas de las harinas analizadas. Se encontraron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) en la entalpia de los picos de gelatinización y de los complejos amilosa-lípido como efecto del tiempo de remojo y del tipo de cal. En el caso de la temperatura de gelatinización, a medida que aumenta el tiempo de remojo, aumenta la temperatura de pico y disminuye la entalpia. De acuerdo con Guzmán y col. (2011), este efecto se debe a que, durante la nixtamalización, se producen cambios estructurales en el almidón y a las interacciones del almidón con el ion calcio. La entalpia está relacionada con los cambios energéticos del sistema, en este sentido la entalpia disminuye a medida que la nixtamalización desordena la estructura cristalina. Durante el remojo, la migración gradual de iones calcio y agua generan estos cambios en las capas más internas del grano a medida que aumenta el tiempo de remojo (Gutiérrez-Cortez y col., 2022).

Los complejos amilosa-lípido se presentan por el calentamiento y posterior enfriamiento del almidón. Tras un calentamiento se expande el diámetro de la doble hélice de la amilosa, permitiendo la interacción con lípidos, mismos que son atrapados al enfriar. Sin embargo, se puede revertir por acción del calor, humedad y la estabilidad térmica del lípido (Cervantes-Ramírez y col., 2020). Este efecto se presenta en los tres tipos de cal, pues con el aumento del tiempo de remojo disminuye la entalpía del exoterma. Es importante resaltar que la aparición de este pico aparece a las 9 h de remojo en las harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial, mientras que con las nanopartículas TMP1 y TMP2 aparece a las 3 y 6 h respectivamente. Esta pérdida es debido a la entrada de agua en los gránulos de almidón, modificando así su estructura y liberando el lípido (Chen y col., 2019).

La formación del almidón resistente tipo V resulta de interés nutricional, pues el almidón resistente se atribuye a beneficios como la reducción del índice glucémico, pues este almidón no es digerido (Mariscal-Moreno y col., 2017). Los complejos amilosa-lípido se metabolizan vía fermentativa por parte de la microbiota en ácidos grasos de cadena corta (ácido acetico, ácido propiónico y ácido butírico) asociados a la mejora de la salud del colon (Gutiérrez y Bello-Pérez, 2022). Se ha demostrado

que los ácidos grasos de cadena corta contribuyen al alivio del estreñimiento al promover la proliferación de células epiteliales del colon, aumentar la abundancia de la microbiota que favorece el contenido de agua en las heces (*Bifidobacterium*, *Prevotella*, etc.) y la estimulación de la producción de serotonina (Wang y col., 2020).

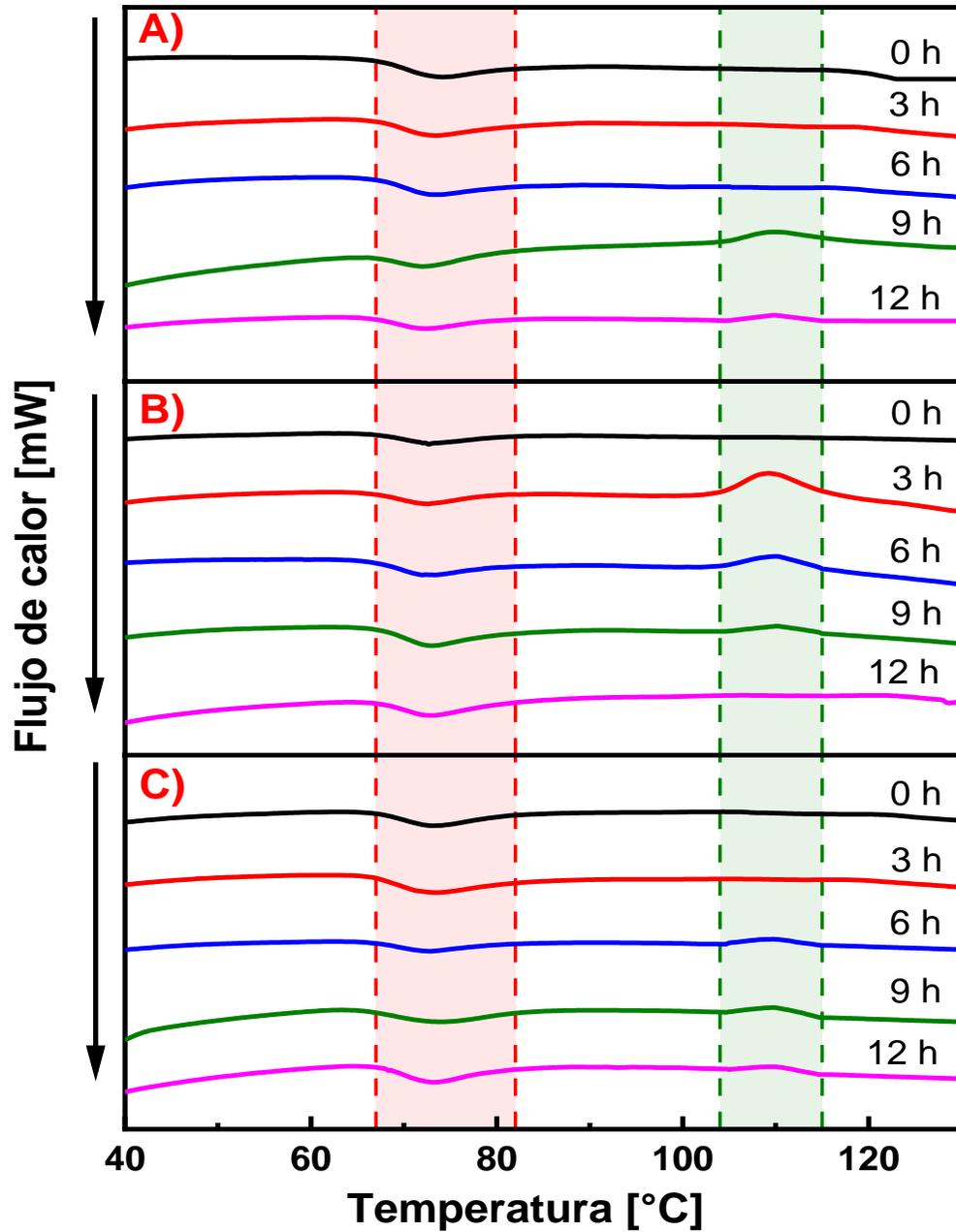


Figura 17. Termogramas DSC de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial (A) y con nanopartículas de cal TMP1 (B) y TMP2 (C) en función del tiempo de remojo. Zona roja = gelatinización, zona verde = almidón resistente tipo V.

Cuadro 5. Propiedades térmicas de harinas de maíz nixtamalizado

Gelatinización					
Cal	Tiempo de remojo (h)	T <sub>0</sub> (°C)	T <sub>p</sub> (°C)	T <sub>e</sub> (°C)	ΔH (J/g)
Comercial	0	67.04 ± 0.08 D,a	71.92 ± 0.15 A,b	82.53 ± 0.06 AB,a	5.91 ± 0.10 A,a
Comercial	3	67.35 ± 0.07 C,a	72.28 ± 0.05 A,b	82.50 ± 0.06 C,a	5.71 ± 0.11 AB,a
Comercial	6	67.42 ± 0.03 B,a	72.51 ± 0.03 A,b	82.86 ± 0.04 BC,a	5.33 ± 0.13 AB,a
Comercial	9	67.67 ± 0.02 A,a	72.72 ± 0.08 A,b	82.87 ± 0.06 ABC,a	5.13 ± 0.04 AB,a
Comercial	12	67.79 ± 0.04 A,a	72.81 ± 0.06 A,b	82.94 ± 0.06 A,a	4.94 ± 0.06 B,a
TMP1	0	67.23 ± 0.07 D,a	72.20 ± 0.02 A,b	78.53 ± 0.06 AB,a	4.47 ± 0.06 A,b
TMP1	3	67.38 ± 0.04 C,a	72.23 ± 0.05 A,b	78.83 ± 0.02 AB,b	3.73 ± 0.37 AB,b
TMP1	6	67.52 ± 0.07 B,a	72.33 ± 0.01 A,b	79.20 ± 0.06 C,b	3.65 ± 0.40 AB,b
TMP1	9	67.64 ± 0.03 A,a	72.66 ± 0.02 A,b	81.24 ± 0.03 BC,b	3.51 ± 0.37 AB,b
TMP1	12	67.75 ± 0.02 A,a	72.86 ± 0.04 A,b	81.11 ± 0.01 ABC,b	3.35 ± 0.41 B,b
TMP2	0	66.95 ± 0.05 D,a	72.93 ± 0.06 A,a	80.15 ± 0.09 AB,c	5.08 ± 0.10 A,c
TMP2	3	67.29 ± 0.14 C,a	72.95 ± 0.04 A,a	80.21 ± 0.07 C,c	4.88 ± 0.04 AB,c
TMP2	6	67.57 ± 0.02 B,a	73.12 ± 0.07 A,a	80.61 ± 0.09 BC,c	4.54 ± 0.04 AB,c
TMP2	9	67.74 ± 0.05 A,a	73.18 ± 0.02 A,a	80.83 ± 0.08 ABC,c	4.42 ± 0.06 AB,c
TMP2	12	67.79 ± 0.08 A,a	73.38 ± 0.06 A,a	80.96 ± 0.09 A,a	4.19 ± 0.07 B,c
Complejos amilosa-lípido					
Comercial	9	105.40 ± 0.71 A,a	110.39 ± 0.82 A,a	115.12 ± 0.71 A,a	3.03 ± 0.12 BC,a
Comercial	12	104.81 ± 0.03 A,a	109.78 ± 0.59 AB,a	115.73 ± 0.64 A,a	1.56 ± 0.19 C,a
TMP1	3	104.15 ± 0.71 A,a	109.28 ± 0.16 AB,a	115.67 ± 0.71 A,a	6.32 ± 0.33 A,ab
TMP1	6	103.78 ± 1.41 A,a	109.23 ± 0.83 B,a	115.90 ± 0.71 A,a	2.77 ± 0.23 B,ab
TMP1	9	107.07 ± 2.83 A,a	110.79 ± 0.71 A,a	115.99 ± 1.41 A,a	0.72 ± 0.14 B C,ab
TMP2	6	105.27 ± 0.85 A,a	109.95 ± 0.57 B,a	114.94 ± 0.33 A,a	1.70 ± 0.45 B,b
TMP2	9	105.42 ± 0.62 A,a	111.15 ± 0.61 A,a	116.29 ± 1.41 A,a	1.04 ± 0.46 BC,b
TMP2	12	106.42 ± 0.66 A,a	111.02 ± 0.89 AB,a	115.92 ± 1.47 A,a	0.59 ± 0.47 C,b

Los resultados representan la media ± desviación estándar. Letras mayúsculas indican diferencias entre el tiempo de remojo. Letras minúsculas indican diferencia entre muestras nixtamalizadas con cal comercial y con nanopartículas de cal. T<sub>0</sub>: temperatura inicial; T<sub>p</sub>: temperatura de pico; T<sub>e</sub>: temperatura final; ΔH: entalpia.

### V.3.3 Perfil de viscosidad

En las Figuras 18, 19 y 20 se muestran los perfiles de viscosidad de las harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial y con nanopartículas de cal TMP1 y TMP2 respectivamente. Se observa un comportamiento típico de gelatinización-retrogradación de las harinas. En la primera etapa se mantiene la viscosidad hasta alcanzar la temperatura de pasta, esta es la temperatura mínima para cocinar una muestra; posteriormente aumenta la viscosidad hasta alcanzar la viscosidad máxima al entrar en equilibrio el hinchamiento de los gránulos de almidón, al perder este equilibrio se llega a una viscosidad mínima; finalmente en la etapa de enfriamiento el almidón y retrograda, aumentando la viscosidad hasta la viscosidad final (Brașoveanu y Nemțanu, 2020).

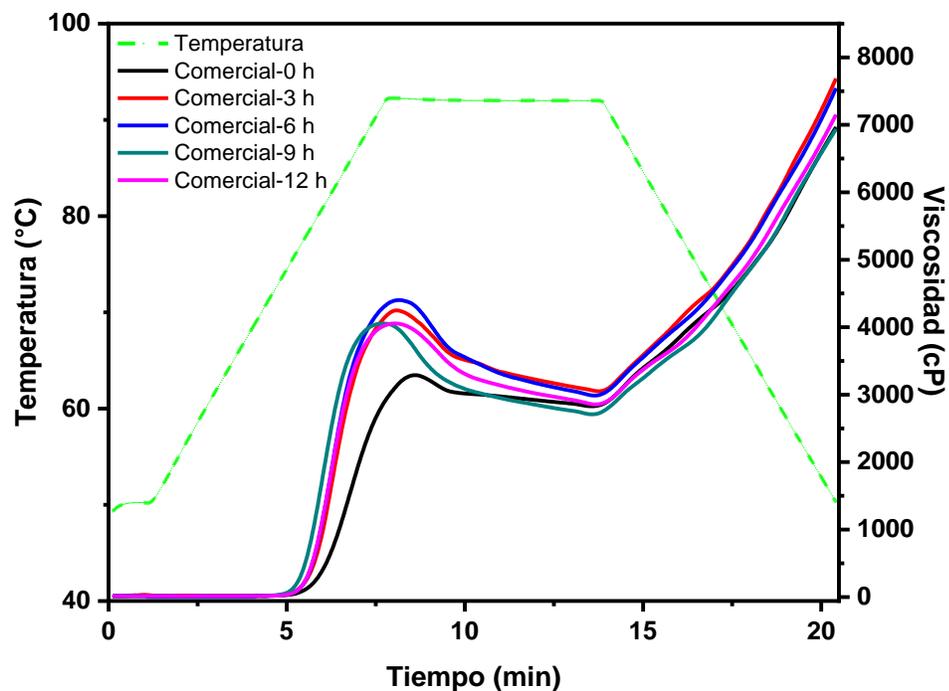


Figura 18. Perfil de viscosidad de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial en función del tiempo de remojo.

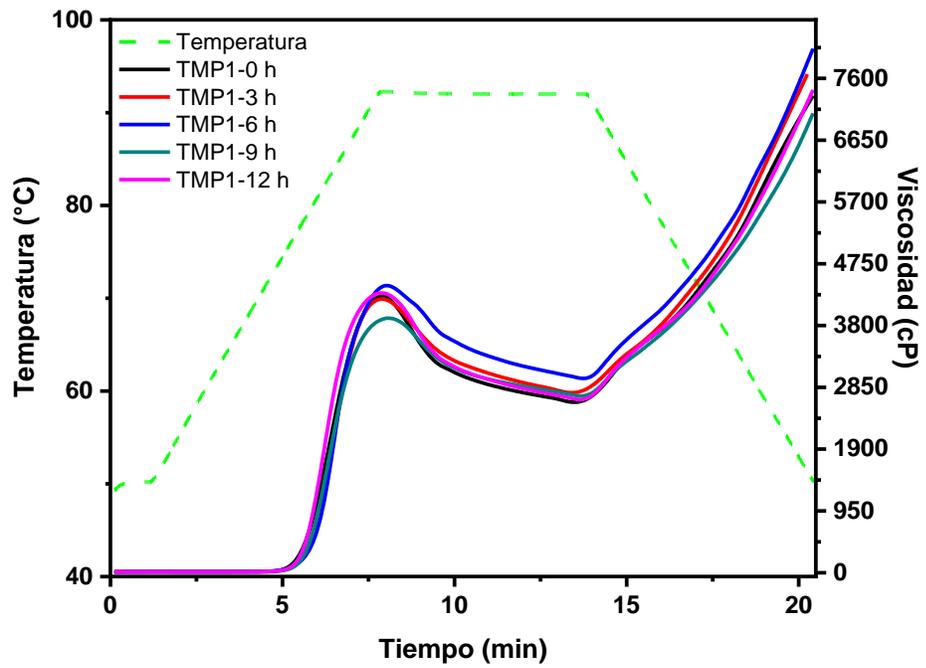


Figura 19. Perfil de viscosidad de harinas de maíz nixtamalizado con nanopartículas de cal TMP1 en función del tiempo de remojo.

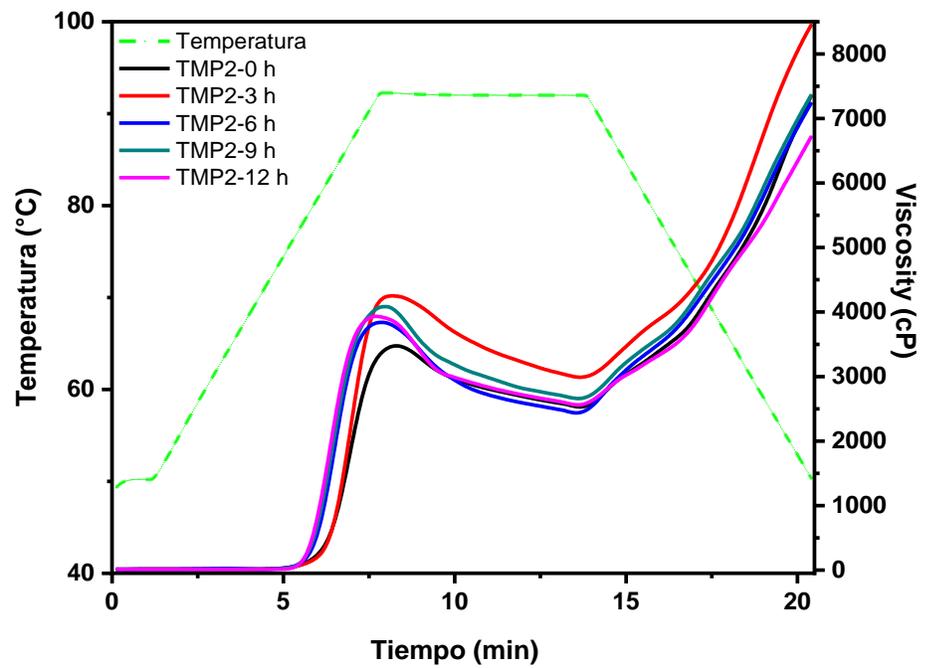


Figura 20. Perfil de viscosidad de harinas de maíz nixtamalizado con nanopartículas de cal TMP2 en función del tiempo de remojo.

En el Cuadro 6 se muestran los parámetros reológicos de las harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial y con nanopartículas de cal. Se observan efectos significativos ( $p < 0.05$ ) de la cal en los valores de viscosidad mínima y máxima; alcanzando una máxima mayor viscosidad con las nanopartículas de cal TMP1, mientras que la mayor viscosidad mínima se alcanza con la cal comercial, Santiago-Ramos y col. (2015b) informan que el incremento de viscosidad se asocia al aumento de hidróxido de calcio en la cocción.

En la misma tabla, se puede observar que el tiempo de remojo tiene efectos significativos ( $p < 0.05$ ) en todos los parámetros reológicos, reduciendo gradualmente la temperatura de pasta debido a la entrada de agua al grano, de acuerdo con Nawaz y col. (2018), sin embargo, durante la nixtamalización generalmente se presenta un aumento de la temperatura debido al desarreglo estructural, que aumenta a su vez su estabilidad térmica; es decir, que requiere de una temperatura (Castillo y col., 2009; Santiago-Ramos y col., 2015b).

La viscosidad aumenta durante las primeras 6-9 h de remojo y después sufre una caída; estos resultados concuerdan con lo reportado en Hernández-Becerra y col. (2016) y se debe a que el ingreso del calcio al grano disminuye la absorción de agua en los gránulos de almidón. El aumento de la viscosidad en las primeras h puede atribuirse a que el calcio penetra rápido en las capas exteriores del grano, y estas iones interactúan con el almidón, creando una red con puentes de calcio (Cornejo-Villegas y col., 2013). La caída de la viscosidad a las 9 h de remojo se debe a la transformación morfológica del almidón, dando paso a la formación de hidrogeles por el entrecruzamiento del calcio con los grupos -OH del almidón (Rodríguez y col., 1996; Cornejo-Villegas y col., 2018).

Cuadro 6. Parámetros reológicos de las harinas de maíz nixtamalizado.

Cal	Tiempo (h)	Temperatura de pasta (°C)	Viscosidad mínima (cP)	Viscosidad máxima (cP)	Viscosidad final (cP)
Comercial	0 h	40.83 ± 0.08 <sup>AB,a</sup>	2823.42 ± 11.9 <sup>B,a</sup>	3302.85 ± 12.81 <sup>B,ab</sup>	6969.17 ± 12.81 <sup>BC,a</sup>
Comercial	3 h	40.65 ± 0.17 <sup>AB,a</sup>	3036.77 ± 11.21 <sup>A,a</sup>	4241.51 ± 36.83 <sup>A,ab</sup>	7668.91 ± 25.62 <sup>A,a</sup>
Comercial	6 h	40.71 ± 0.08 <sup>A,a</sup>	2965.44 ± 12.81 <sup>AB,a</sup>	4410.23 ± 25.61 <sup>A,ab</sup>	7576.84 ± 20.32 <sup>AB,a</sup>
Comercial	9 h	40.59 ± 0.08 <sup>AB,a</sup>	2682.37 ± 12.81 <sup>B,a</sup>	4090.92 ± 25.63 <sup>AB,ab</sup>	6917.08 ± 12.81 <sup>C,a</sup>
Comercial	12 h	40.58 ± 0.05 <sup>B,a</sup>	2832.96 ± 24.02 <sup>B,a</sup>	4063.74 ± 12.81 <sup>A,ab</sup>	7200.14 ± 12.81 <sup>C,a</sup>
TMP1	0 h	40.66 ± 0.11 <sup>AB,a</sup>	2603.11 ± 12.81 <sup>B,ab</sup>	4275.11 ± 23.5 <sup>B,a</sup>	7347.08 ± 18.85 <sup>BC,a</sup>
TMP1	3 h	40.65 ± 0.09 <sup>AB,a</sup>	2738.16 ± 26.8 <sup>A,ab</sup>	4209.69 ± 17.79 <sup>A,a</sup>	7779.58 ± 15.6 <sup>A,a</sup>
TMP1	6 h	40.76 ± 0.11 <sup>A,a</sup>	2963.17 ± 12.81 <sup>AB,ab</sup>	4430.6 ± 12.81 <sup>A,a</sup>	8074.53 ± 28.45 <sup>AB,a</sup>
TMP1	9 h	40.51 ± 0.11 <sup>AB,a</sup>	2702.75 ± 51.24 <sup>B,ab</sup>	3879.29 ± 23.86 <sup>AB,a</sup>	7016.72 ± 12.81 <sup>C,a</sup>
TMP1	12 h	40.25 ± 0.06 <sup>B,a</sup>	2666.52 ± 25.62 <sup>B,ab</sup>	4303.79 ± 12.81 <sup>A,a</sup>	7388.1 ± 25.63 <sup>C,a</sup>
TMP2	0 h	40.4 ± 0.09 <sup>AB,a</sup>	2502.56 ± 11.19 <sup>B,b</sup>	3488.75 ± 11.19 <sup>B,b</sup>	7378.09 ± 12.8 <sup>BC,a</sup>
TMP2	3 h	40.73 ± 0.1 <sup>AB,a</sup>	2978.69 ± 12.79 <sup>A,b</sup>	4260.06 ± 23.99 <sup>A,b</sup>	8464.48 ± 37.44 <sup>A,a</sup>
TMP2	6 h	40.75 ± 0.08 <sup>A,a</sup>	2434.7 ± 11.19 <sup>AB,b</sup>	3866.53 ± 17.64 <sup>A,b</sup>	7225.42 ± 11.19 <sup>AB,a</sup>
TMP2	9 h	40.63 ± 0.08 <sup>AB,a</sup>	2656.37 ± 11.19 <sup>B,b</sup>	4074.58 ± 23.99 <sup>AB,b</sup>	7379.05 ± 33.84 <sup>C,a</sup>
TMP2	12 h	40.53 ± 0.05 <sup>B,a</sup>	2528.57 ± 25.58 <sup>B,b</sup>	3929.82 ± 36.79 <sup>A,b</sup>	6723.28 ± 23.99 <sup>C,a</sup>

Media ± desviación estándar seguidas de la misma letra no muestran diferencias significativas. Letras mayúsculas indican diferencias entre el tiempo de remojo, letras minúsculas indican diferencia entre muestras nixtamalizadas con cal comercial y con nanopartículas de cal.

#### V.3.4 Difracción de Rayos-X

En la Figura 21 se muestran los patrones de Rayos-X de las harinas de maíz nixtamalizado, se identificaron los siguientes picos en las posiciones de ángulos/planos:  $15^\circ$ ,  $17^\circ$ ,  $18^\circ$ ,  $20.18^\circ$  y  $23.3^\circ$ , siendo una estructura característica del almidón tipo A (de estructura ortorrómbica), típica de los cereales (Mariscal-Moreno y col., 2015; Rodríguez-García y col., 2021). También se puede ver un pico en el plano localizado a  $13^\circ$ , este no está indexado, pero se asocia a la formación de complejos amilosa-lípido (Cervantes-Ramírez y col., 2020). Véase la reducción de la intensidad del pico en el plano  $20.18^\circ$  al aumentar el tiempo de remojo. Esta reducción se puede atribuir al proceso de gelatinización parcial de los gránulos de almidón (Dorantes-Campuzano y col., 2022). La formación del pico asociado a los complejos amilosa-lípido se da a las 9 h de remojo en la cal comercial y, a las 3 y 9 h para las nanopartículas de cal TMP1 y TMP2, similar a los resultados de las propiedades térmicas.

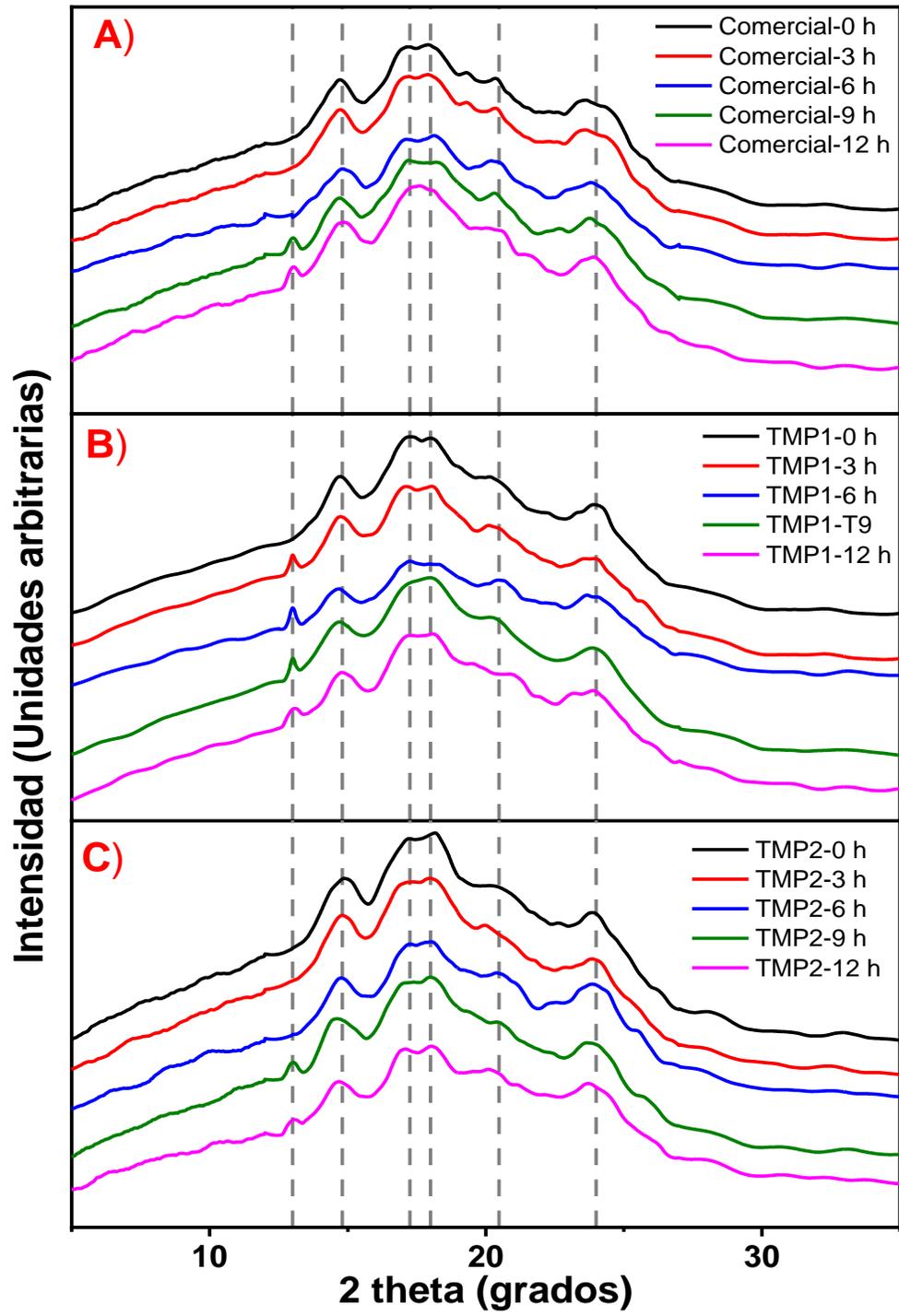


Figura 21. Patrones de Rayos-X de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial (A) y con nanopartículas de cal TMP1 (B) y TMP2 (C) en función del tiempo de remojo.

### V.3.5 Espectroscopía de infrarrojo

En la Figura 22 se muestran los espectros de infrarrojo de las harinas analizadas, todas las harinas presentan bandas en longitudes de onda de 3300, 2930, 2855, 1743, 1638, 1536, 1417, 1355, 1241 y 1015  $\text{cm}^{-1}$ . La banda ancha en 3300  $\text{cm}^{-1}$  está asociada a grupos -OH presentes en el almidón y aportados por el agua, la banda en 2930  $\text{cm}^{-1}$  es característica de los enlaces -CH (Rajan y col., 2006). La banda en 2855 está asociada al grupo propionil, sugiriendo la presencia de lípidos (Hong y col., 2015). La banda en 1742 se asocia al estiramiento del enlace C=O del éster metílico de los lípidos (Dorantes-Campuzano y col., 2022). La banda en 1638  $\text{cm}^{-1}$  está asociada al enlace C=O del complejo amilosa-lípido (Marinopoulou y col., 2016). La banda en 1536  $\text{cm}^{-1}$  se debe al enlace C=C (Buitimea-Cantúa y col., 2020). Las bandas en 1417, 1355 y 1241  $\text{cm}^{-1}$  se han relacionado a él estiramiento de los grupos alifáticos -CH<sub>2</sub> and -CH<sub>3</sub>, mientras que la banda en 1000  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al enlace COH y COC del esqueleto de la glucosa (Dorantes-Campuzano y col., 2022). Se observó el crecimiento de las bandas en 3030, 2855, 1638 y 1000  $\text{cm}^{-1}$ , esto se puede asociar al desarrollo de los complejos amilosa-lípido en las harinas de maíz nixtamalizado y al grado de gelatinización del grano por efecto del tratamiento termo-alkalino (Marinopoulou y col., 2016; Cervantes-Ramírez y col., 2020).

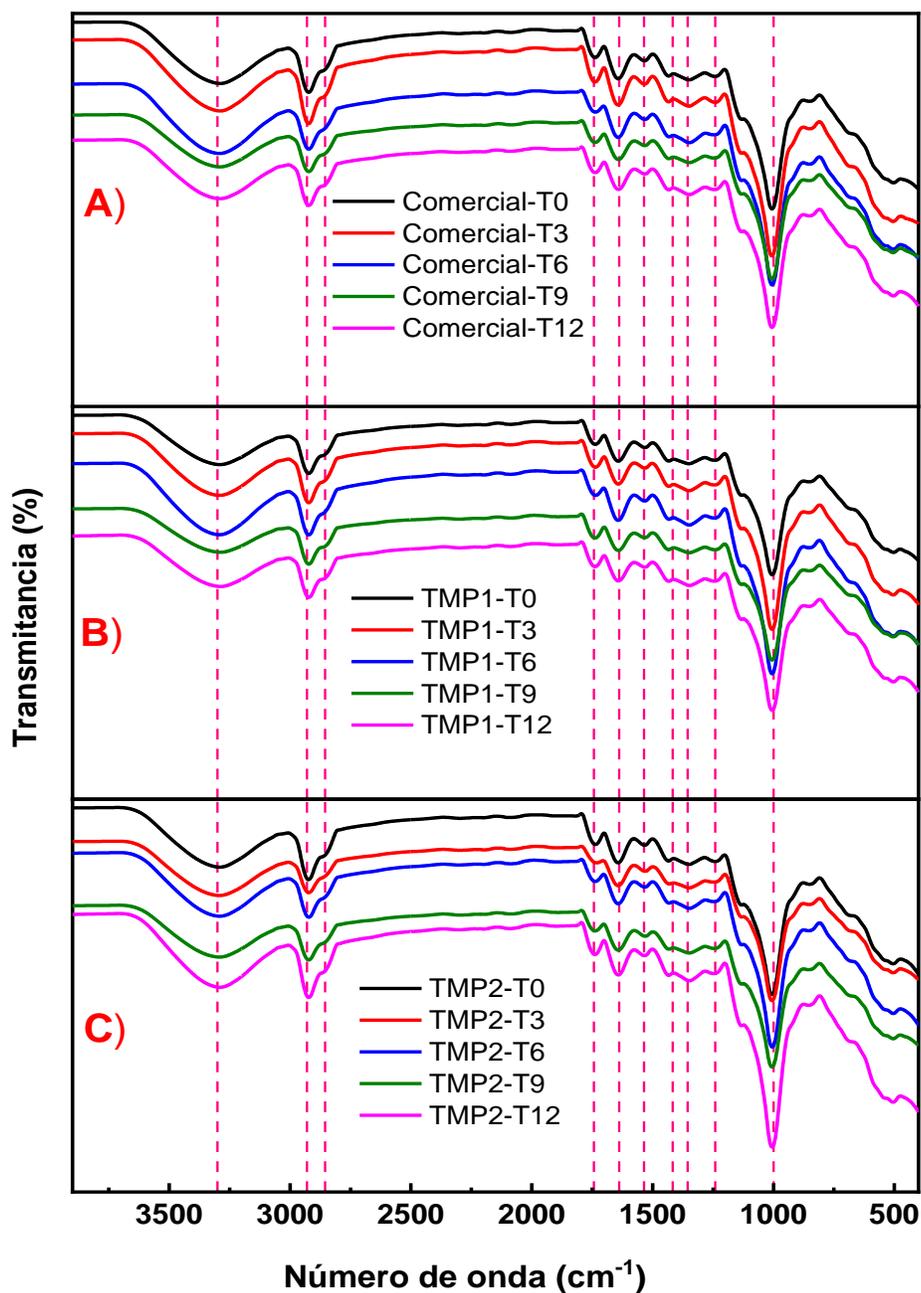


Figura 22. Espectros de infrarrojo de harinas de maíz nixtamalizado con cal comercial (A) y nanopartículas de cal TMP1 (B) y TMP2 (C) en función del tiempo de remojo.

### V.3.6 Microscopía electrónica de barrido

En la Figura 23 se muestran las micrografías de las harinas analizadas a los tiempos de remojo de 0 y 12 h. El efecto en el pericarpio es principalmente la degradación de esta capa por acción del hidróxido de calcio; a medida que el tiempo de remojo

aumenta, se observa que adelgaza el pericarpio. El hidróxido de calcio actúa hidrolizando la celulosa, hemicelulosa, lignina, creando una estructura rugosa, porosa y la pérdida de esta capa (Santiago-Ramos y col., 2018); En el caso de la nixtamalización con nanopartículas de cal el daño fue tal que a las 12 h fue imposible reconocer entre pericarpio y endospermo. En el endospermo el daño se observa en la matriz proteica, se puede observar que al inicio los gránulos de almidón se encuentran rodeados de la matriz proteica, pero con el tiempo de remojo esta se reduce y se nota el aumento de cuerpos proteicos. La pérdida de la compactación del endospermo se ve reflejada en la difusión y absorción de agua en el gránulo de almidón (Dorantes-Campuzano y col., 2022). Es por esto que a mayor daño sufra la microestructura, mayor es la gelatinización.

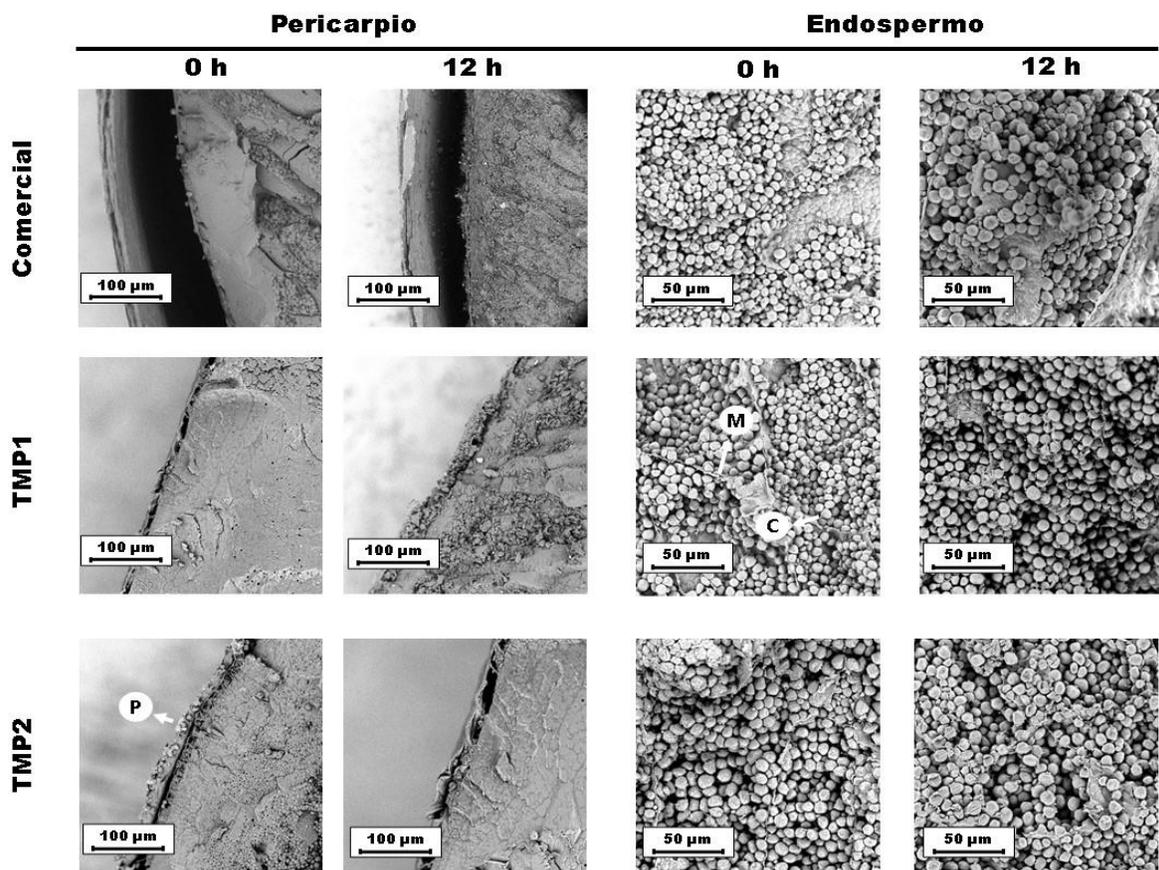


Figura 23. Imágenes SEM de maíz nixtamalizado (pericarpio y endospermo harinoso) con cal comercial y con nanopartículas de cal a las 0 y 12 h de remojo (magnificación de 500 y 1000x). P = pericarpio; M = matriz proteica; C = cuerpo proteico.

## VI. CONCLUSIONES

Se obtuvieron nanopartículas de cal (295 y 615 nm) en condiciones de temperatura ambiente, aunque su tamaño aumenta debido a que son metaestables y aglomeran, se mantienen en tamaño nanométrico, como efecto de su valor de potencial zeta (12-17 mV) cuando se encuentran en un medio como la nixtamalización. La composición de estas nanopartículas es mayor en hidróxido de calcio en comparación a la cal comercial (>50 %).

Las nanopartículas de cal aumentaron el contenido de calcio en las harinas de maíz nixtamalizado, aumentan la viscosidad de las harinas y pueden crear complejos amilosa-lípido o almidón resistente tipo V en un menor tiempo en comparación con la cal comercial. Las mediciones en DSC, FT-IR y XRD comprueban la presencia de este complejo, adicionalmente, el tamaño de las nanopartículas demostró tener un efecto sobre el tiempo de formación de dicho complejo, siendo que las nanopartículas más pequeñas (TMP1) generan estos complejos a las 3 h de remojo, mientras que las otras nanopartículas (TMP2) a las 6 h y la cal comercial hasta las 9 h.

Las nanopartículas de cal tienen efectos en la microestructura del grano de maíz, ya que a menor tamaño de partícula se observó un mayor grado de degradación del pericarpio y endospermo, aunque esto también puede estar asociado a la cantidad de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  presente en las nanopartículas de cal.

De acuerdo con los resultados obtenidos en el presente trabajo, se recomienda el uso de las nanopartículas de cal TMP1 (295 nm) durante la nixtamalización de las harinas de maíz, pues su uso obtiene el mayor daño al grano y generan complejos amilosa-lípido en el menor tiempo de remojo.

## VII. BIBLIOGRAFÍA

- AACC. (2002).** International Approved Methods. 11th Edition. Official Method 46-16.01 Crude Protein—Improved Kjeldahl Method, Copper-Titanium Dioxide Catalyst Modification.
- AACC. (2002).** International Approved Methods. 11th Edition. Official Method 30-25.01 Crude Fat in Wheat, Corn, and Soy Flour, Feeds, and Mixed Feeds.
- AACC. (2002).** International Approved Methods. 11th Edition. Official Method 44-15.02 Moisture—Air-Oven Methods.
- AACC. (2002).** International Approved Methods. 11th Edition. Official Method 08-01.01 Ash—Basic Method.
- AACC. (2002).** International Approved Methods. 11th Edition. Official Method 32-07.01 Soluble, Insoluble, and Total Dietary Fiber in Foods and Food Products.
- Ambrosi, M., Dei, L., Giorgi, R., Neto, C., & Baglioni, P. (2001).** Colloidal Particles of Ca(OH)<sub>2</sub>: Properties and Applications to Restoration of Frescoes. *Langmuir*, 17(14), 4251–4255. <https://doi.org/10.1021/la010269b>
- AOAC. (2011).** Official method of Analysis. 18th Edition, Association of Officiating Analytical Chemists, Washington DC, Method 14-2011.
- Bello-Pérez, L. A., Osorio-Díaz, P., Agama-Acevedo, E., Núñez-Santiago, C., & Paredes-López, O. (2002).** Chemical, physicochemical, and rheological properties of nixtamalized corn doughs and flours. *Agrociencia*, 36(3), 319-328.
- Braşoveanu, M., & Nemţanu, M. R. (2020).** Pasting properties modeling and comparative analysis of starch exposed to ionizing radiation. *Radiation Physics and Chemistry*, 168, 108492. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2019.108492>
- Buitimea-Cantúa, N. E., Antunes-Ricardo, M., Gutiérrez-Urbe, J. A., del Refugio Rocha-Pizaña, M., de la Rosa-Millán, J., & Torres-Chávez, P. I. (2020).** Protein-phenolic aggregates with anti-inflammatory activity recovered from maize nixtamalization wastewaters (nejayote). *LWT*, 134, 109881. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109881>
- 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)

**Castillo, V. K., Ochoa, M. I., Figueroa, C. J., Delgado, L. E., Gallegos, I. J., & Morales, C. J. (2009).** Effect of calcium hydroxide concentration and cooking time of corn grain (*Zea mays* L.) nixtamalized, over physicochemical and rheological nixtamal characteristics. *Archivos latinoamericanos de nutrición*, 59(4), 425–432.

**Cervantes-Ramírez, J. E., Cabrera-Ramirez, A. H., Morales-Sánchez, E., Rodríguez-García, M. E., Reyes-Vega, M. de la L., Ramírez-Jiménez, A. K., Contreras-Jiménez, B. L., & Gaytán-Martínez, M. (2020).** Amylose-lipid complex formation from extruded maize starch mixed with fatty acids. *Carbohydrate Polymers*, 246, 116555. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116555>

**Chateigner-Boutin, A. L., Ordaz-Ortiz, J. J., Alvarado, C., Bouchet, B., Durand, S., Verhertbruggen, Y., Barrière, Y., & Saulnier, L. (2016).** Developing Pericarp of Maize: A Model to Study Arabinoxylan Synthesis and Feruloylation. *Frontiers in Plant Science*, 7, 219955. <https://doi.org/10.3389/fpls.2016.01476>

**Chen, C., Fu, W., Chang, Q., Zheng, B., Zhang, Y., & Zeng, H. (2019).** Moisture distribution model describes the effect of water content on the structural properties of lotus seed resistant starch. *Food Chemistry*, 286, 449–458. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.01.214>

**Chen, P., Wang, Y., He, S., Wang, P., Xu, Y., & Zhang, L. (2020).** Green Synthesis of Spherical Calcium Hydroxide Nanoparticles in the Presence of Tannic Acid. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2020, 1–6. <https://doi.org/10.1155/2020/9501897>

**Contreras-Jiménez, B., Gaytán-Martínez, M., Morales-Sánchez, E., Figueroa-Cardenas, J. de D., Pless, R., González-Jasso, E., Méndez-Montealvo, G., & Velázquez, G. (2017).** Effects of Tempering Time,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  Concentration, and Particle Size on the Rheological Properties of Extruded Corn Flour. *Cereal Chemistry Journal*, 94(2), 230–236. <https://doi.org/10.1094/CCHEM-03-16-0058-R>

**Contreras-Jiménez, B., Oseguera-Toledo, M. E., García-Mier, L., Martínez-Bravo, R., González-Gutiérrez, C. A., Curiel-Ayala, F., & Rodríguez-García, M. E. (2020).** Physicochemical study of nixtamalized corn masa and tortillas fortified with “chapulin” (grasshopper, *Sphenarium purpurascens*) flour. *CyTA-Journal of Food*, 18(1), 527-534. <https://doi.org/10.1080/19476337.2020.1794980>

**Cornejo-Villegas, M. A., Gutiérrez-Cortez, E., Rojas-Molina, I., Del Real-López, A., Luz Zambrano-Zaragoza, M. de la, Martínez-Vega, V., & Rodríguez-García, M. E. (2013).** Physicochemical, morphological, and pasting properties of nixtamalized flours from quality protein maize and its particle distribution. *LWT - Food Science and Technology*, 53(1), 81–87. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2013.01.023>

**Cornejo-Villegas, M. de los Á., Rincón-Londoño, N., Del Real-López, A., & Rodríguez-García, M. E. (2018).** The effect of Ca<sup>2+</sup> ions on the pasting, morphological, structural, vibrational, and mechanical properties of corn starch–water system. *Journal of Cereal Science*, 79, 174–182. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2017.10.003>

**Dorantes-Campuzano, M. F., Cabrera-Ramírez, A. H., Rodríguez-García, M. E., Palacios-Rojas, N., Preciado-Ortiz, R. E., Luzardo-Ocampo, I., & Gaytán-Martínez, M. (2022).** Effect of maize processing on amylose-lipid complex in pozole, a traditional Mexican dish. *Applied Food Research*, 2(1), 100078. <https://doi.org/10.1016/j.afres.2022.100078>

**Enríquez-Castro, C. M., Ramírez-Wong, B., Contreras-Jiménez, B. L., Quintero-Ramos, A., de Dios Figueroa-Cárdenas, J., & Vázquez-Lara, F. (2022).** Effect of extrusion on the crystallinity, viscosity, damage starch, and thermal properties of corn flour, masa, and tortilla. *Applied Food Research*, 2(2), 100198. <https://doi.org/10.1016/j.afres.2022.100198>

**Escalante-Aburto, A., Mariscal-Moreno, R. M., Santiago-Ramos, D., & Ponce-García, N. (2019).** An Update of Different Nixtamalization Technologies, and Its Effects on Chemical Composition and Nutritional Value of Corn Tortillas. *Food Reviews International*, 36(5), 456–498. <https://doi.org/10.1080/87559129.2019.1649693>

**FAO. (2024).** FAOSTAT, datos de maíz. Disponible en línea en: <https://www.fao.org/faostat/en/#search/maize>

**Fernández-Muñoz, J. L., Rojas-Molina, I., González-Dávalos, M. L., Leal, M., Valtierra, M. E., Martín-Martínez, E. S., & Rodríguez, M. E. (2004).** Study of Calcium Ion Diffusion in Components of Maize Kernels During Traditional Nixtamalization Process. *Cereal Chemistry Journal*, 81(1), 65–69.

<https://doi.org/10.1094/CCHEM.2004.81.1.65>

**Fernández-Muñoz, J. L., San Martín-Martínez, E., Díaz-Góngora, J. A. I., Calderon, A., Alvarado-Escobar, A., Ortiz-Cárdenas, H., & Leal-Perez, M. (2006).** Steeping time and cooking temperature dependence of calcium ion diffusion during microwave nixtamalization of corn. *Journal of Food Engineering*, 76(4), 568–572. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.06.004>

**Fourmentin, M., Ovarlez, G., Faure, P., Peter, U., Lesueur, D., Daviller, D., & Coussot, P. (2015).** Rheology of lime paste—a comparison with cement paste. *Rheologica Acta*, 54(7), 647–656. <https://doi.org/10.1007/s00397-015-0858-7>

**Galván-Ruiz, M., Hernández, J., Baños, L., Noriega-Montes, J., & Rodríguez-García, M. E. (2009).** Characterization of calcium carbonate, calcium oxide, and calcium hydroxide as starting point to the improvement of lime for their use in construction. *Journal of Materials in civil Engineering*, 21(11), 694-698. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2009\)21:11\(694\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2009)21:11(694))

**Gates-Rector, S., & Blanton, T. (2019).** The Powder Diffraction File: a quality materials characterization database. *Powder Diffraction*, 34(4), 352–360. <https://doi.org/10.1017/s0885715619000812>

**Gómez-Castro, C. Z., Rodriguez, J. A., Cruz-Borbolla, J., Quintanar-Guzman, A., Sanchez-Ortega, I., & Santos, E. M. (2019).** A theoretical and experimental approach to evaluate zein-calcium interaction in nixtamalization process. *Food Chemistry*, 297, 124995. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.124995>

**Gomez-Vazquez, O. M., Correa-Piña, B. A., Zubieta-Otero, L. F., Castillo-Paz, A. M., Londoño-Restrepo, S. M., & Rodriguez-García, M. E. (2021).** Synthesis and characterization of bioinspired nano-hydroxyapatite by wet chemical precipitation. *Ceramics International*, 47(23), 32775–32785. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.08.174>

**Gomez-Vazquez, O. M., Zubieta-Otero, L. F., Londoño-Restrepo, S. M., & Rodriguez-Garcia, M. E. (2024).** Eggshells from agro-industrial waste for the recovery of lime, portlandite, and calcite nanoparticles through the lime cycle: A circular economic approach. *Sustainable Chemistry for the Environment*, 5, 100073. <https://doi.org/10.1016/j.scenv.2024.100073>

**Gomez-Villalba, L. S., Sierra-Fernandez, A., Barbero Barrera, M. del M., Ergenç, D., & Fort, R. (2022).** Evolution of C–S–H in lime mortars with nanoparticles: Nanostructural analysis of afwillite growth mechanisms by HRTEM. *Journal of the American Ceramic Society*, 105(8), 5472–5489. <https://doi.org/10.1111/jace.18508>

**González-Segovia, E., Pérez-Limon, S., Cíntora-Martínez, G. C., Guerrero-Zavala, A., Janzen, G. M., Hufford, M. B., Ross-Ibarra, J., & Sawers, R. J. (2019).** Characterization of introgression from the teosinte *Zea mays* ssp. *mexicana* to Mexican highland maize. *PeerJ*, 7, e6815. <https://doi.org/10.7717/peerj.6815>

**Gutiérrez, T. J., & Bello-Pérez, L. A. (2022).** Self-assembled and assembled starch V-type complexes for the development of functional foodstuffs: A review. *Food Hydrocolloids*, 125, 107453. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107453>

**Gutiérrez-Cortez, E., Hernández-Becerra, E., Londoño-Restrepo, S. M., Millan-Malo, B. M., Morales-Sánchez, E., Gaytán-Martínez, M., & Rodríguez-García, M. E. (2022).** Changes in the physicochemical properties of maize endosperm, endosperm fractions, and isolated starches because of nixtamalization. *Journal of Cereal Science*, 108, 103583. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2022.103583>

**Guzmán, A. Q., Jaramillo Flores, M. E., Feria, J. S., Méndez Montealvo, M. G., & Wang, Y. J. (2011).** Rheological and thermal properties of masa as related to changes in corn protein during nixtamalization. *Journal of Cereal Science*, 53(1), 139–147. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2010.11.005>

**Habte, L., Shiferaw, N., Mulatu, D., Thenepalli, T., Chilakala, R., & Ahn, J. (2019).** Synthesis of Nano-Calcium Oxide from Waste Eggshell by Sol-Gel Method. *Sustainability*, 11, 3196. <https://doi.org/10.3390/su11113196>

**Harish, P., Akash, J., Kumar, L., Salim, A., Singhal, R., Mukhopadhyay, A. K., & Joshi, R. P. (2022).** Influence of chemical synthesis process on the properties of calcium hydroxide nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 60, 153–159. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.12.282>

**Hernández, G. L., Aguilar, C. H., Pacheco, A. D., Sibaja, A. M., Orea A., A. C., & de Jesus, J. (2023).** Thermal properties of maize seed components. *Cogent Food & Agriculture*, 9(1), 2231681. <https://doi.org/10.1080/23311932.2023.2231681>

- Hernández-Becerra, E., Gutierrez-Oñate, M. P., Martínez-Soto, G., Vega-Rojas, L. J., Acosta-Osorio, A. A., Contreras-Padilla, M., & Rodríguez-García, M. E. (2016).** Physicochemical characterization of corn–sorghum nixtamalized flours as a function of the steeping time. *Food Measurement and Characterization*, *10*, 434–443. <https://doi.org/10.1007/s11694-016-9322-3>
- Hong, L.F., Cheng, L.H., Lee, C. Y., & Peh, K. K. (2015).** Characterisation of Physicochemical Properties of Propionylated Corn Starch and Its Application as Stabiliser. *Food Technology and Biotechnology*, *53*. <https://doi.org/10.17113/ftb.53.03.15.3907>
- Jasso-Bobadilla, G., Pérez-López, D. de J., González-Huerta, A., Sangermán-Jarquín, D. M., & Navarro-Bravo, A. (2019).** Estudio preliminar para determinar diferencias fenotípicas y tamaño de muestra en maíz Cacahuacintle. *Revista Mexicana de Ciencias Agrícolas*, *10*(8), 1771–1782. <https://doi.org/10.29312/remexca.v10i8.1765>
- Kong, L., Perez-Santos, D. M., & Ziegler, G. R. (2019).** Effect of guest structure on amylose-guest inclusion complexation. *Food Hydrocolloids*, *97*, 105188. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105188>
- Lanzón, M., Madrid, J. A., Martínez-Arredondo, A., & Mónaco, S. (2017).** Use of diluted Ca(OH)<sub>2</sub> suspensions and their transformation into nanostructured CaCO<sub>3</sub> coatings: A case study in strengthening heritage materials (stucco, adobe, and stone). *Applied Surface Science*, *424*, 20–27. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.02.248>
- Li, C. (2022).** Recent progress in understanding starch gelatinization - An important property determining food quality. *Carbohydrate Polymers*, *293*, 119735. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119735>
- Loide, V., Ráni, A., & Randma, I. (2014).** An efficient method for determining the balanced solubility of lime in a predetermined time period. *Acta Agriculturae Scandinavica Plant Science*, *64*(2), 149–154. <https://doi.org/10.1080/09064710.2014.894560>
- Luso, E., & Lourenço, P. B. (2016).** Experimental characterization of commercial lime-based grouts for stone masonry consolidation. *Construction and Building Materials*, *102*, 216–225. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.096>

**Marinopoulou, A., Papastergiadis, E., & Raphaelides, S. N. (2016).** An investigation into the structure, morphology, and thermal properties of amylo maize starch-fatty acid complexes prepared at different temperatures. *Food Research International*, *90*, 111–120. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2016.10.035>

**Mariscal-Moreno, R. M., Figueroa, J. D. C., Santiago-Ramos, D., Villa, G. A., Sandoval, S. J., Rayas-Duarte, P., Vélez-Medina, J. J., & Martínez Flores, H. E. (2015).** The effect of different nixtamalisation processes on some physicochemical properties, nutritional composition, and glycemic index. *Journal of Cereal Science*, *65*, 140–146. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2015.06.016>

**Mariscal-Moreno, R. M., Figueroa Cárdenas, J., Santiago-Ramos, D., Rayas-Duarte, P., Vélez-Medina, J. J., & Martínez-Flores, H. E. (2017).** Nixtamalization Process Affects Resistant Starch Formation and Glycemic Index of Tamales. *Journal of Food Science*, *82*(5), 1110–1115). <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13703>

**Martínez-Ramírez, S., Higuera, L. R., Cascales, I., Martín, M., & Blanco-Varela, M. T. (2018).** New approach to nanolime synthesis at ambient temperature. *SN Applied Sciences*, *1*, 105. <https://doi.org/10.1007/s42452-018-0122-8>

**Maya-Cortés, D. C., Figueroa Cárdenas, J.D., Garnica-Romo, M. G., Cuevas-Villanueva, R. A., Cortés-Martínez, R., Vélez-Medina, J. J., & Martínez-Flores, H. E. (2009).** Whole-grain corn tortilla prepared using an ecological nixtamalisation process and its impact on the nutritional value. *International Journal of Food Science & Technology*, *45*(1), 23–28. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2009.02095.x>

**Méndez-Montealvo, G., García-Suárez, F. J., Paredes-López, O., & Bello-Pérez, L. A. (2008).** Effect of nixtamalization on morphological and rheological characteristics of maize starch. *Journal of Cereal Science*, *48*(2), 420–425. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.10.007>

**Michel, M. R., Aguilar-Zárate, P., Espinoza-Velázquez, J., Aguilar, C. N., & Rodríguez-Herrera, R. (2020).** Efecto del medio ambiente sobre la composición química y propiedades físicas del grano de maíz poliembriónico. *TIP Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas*, *23*, e20200221. <https://doi.org/10.22201/fesz.23958723e.2020.0.221>

- Nawaz, M. A., Fukai, S., Prakash, S., & Bhandari, B. (2018).** Effect of starch modification in the whole white rice grains on physicochemical properties of two contrasting rice varieties. *Journal of Cereal Science*, *80*, 143–149. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2018.02.007>
- Odukoya, J. O., De Saeger, S., De Boevre, M., Adegoke, G. O., Audenaert, K., Croubels, S., Antonissen, G., Vermeulen, K., Gbashi, S., & Njobeh, P. B. (2021).** Effect of Selected Cooking Ingredients for Nixtamalization on the Reduction of Fusarium Mycotoxins in Maize and Sorghum. *Toxins*, *13*(1), 1-16. <https://doi.org/10.3390/toxins13010027>
- Palacios-Pola, G., Perales, H., Estrada Lugo, E. I. J., & Figueroa-Cárdenas, J. de D. (2022).** Nixtamal techniques for different maize races prepared as tortillas and tostadas by women of Chiapas, Mexico. *Journal of Ethnic Foods*, *9*(2), 1-10. <https://doi.org/10.1186/s42779-022-00116-9>
- Palacios-Rojas, N. (2018).** Calidad nutricional e industrial de Maíz: Laboratorio de Calidad Nutricional de Maíz “Evangalina Villegas”. CDMX, México: CIMMYT.
- Pannetier, N., Habas, J.-P., Peyrelasse, J., & François, J. (1999).** Rheological properties of the system lime/sucrose/water. *Rheologica Acta*, *38*(3), 241–250. <https://doi.org/10.1007/s003970050174>
- Pannetier, N., Khoukh, A., & François, J. (2001).** Physico-chemical study of sucrose and calcium ions interactions in alkaline aqueous solutions. *Macromolecular Symposia*, *166*(1), 203–208. [https://doi.org/10.1002/1521-3900\(200103\)166:1%3C203::AID-MASY203%3E3.0.CO;2-I](https://doi.org/10.1002/1521-3900(200103)166:1%3C203::AID-MASY203%3E3.0.CO;2-I)
- Pesce, C., Pesce, G. L., Molinari, M., & Richardson, A. (2021).** Effects of organic additives on calcium hydroxide crystallisation during lime slaking. *Cement and Concrete Research*, *139*, 106254. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106254>
- Rajan, A., Prasad, V. S., & Emilia Abraham, T. (2006).** Enzymatic esterification of starch using recovered coconut oil. *International Journal of Biological Macromolecules*, *39*(4-5), 265–272. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2006.04.006>
- Ranum, P., Peña-Rosas, J. P., & Garcia-Casal, M. N. (2014).** Global maize production, utilization, and consumption. *Annals of the New York Academy of Sciences*, *1312*(1), 105–112. <https://doi.org/10.1111/nyas.12396>

- Ramírez-Jiménez, A. K., Cota-López, R., Morales-Sánchez, E., Gaytán-Martínez, M., Martínez-Flores, H. E., Reyes-Vega, M. de la L., & Figueroa-Cárdenas, J. de D. (2023).** Sustainable Process for Tortilla Production Using Ohmic Heating with Minimal Impact on the Nutritional Value, Protein, and Calcium Performance. *Foods*, 12(18), 3327. <https://doi.org/10.3390/foods12183327>
- Regnault, O., Lagneau, V., & Schneider, H. (2009).** Experimental measurement of portlandite carbonation kinetics with supercritical CO<sub>2</sub>. *Chemical Geology*, 265(2), 113–121. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2009.03.019>
- Rincón-Aguirre, A., Figueroa-Cárdenas, J. de D., Ramírez-Wong, B., Arámbula-Villa, G., Jiménez-Sandoval, S. J., Martínez-Flores, H. E., & Pérez-Robles, J. F. (2021).** Effect of nixtamalization with Ca(OH)<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>, and CaCO<sub>3</sub> on the protein secondary structure, rheological, and textural properties of soft wheat flour doughs. *Journal of Cereal Science*, 101, 103271. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2021.103271>
- Rodríguez, M.E., Yáñez-Limón, J.M., Alvarado, J.J., Vargas, H., Sánchez-Sinencio, F., Figueroa, J.D.C., Martínez, B.F., González-Hernández, J., Silva, M. D., and Miranda, L.C. (1996).** Influence of the structural changes during alkaline cooking on the thermal, rheological, and dielectric properties of maize tortillas. *Cereal Chem*, 73(5), 593-600.
- Rodríguez-García, M. E., Hernández-Landaverde, M. A., Delgado, J. M., Ramírez-Gutiérrez, C. F., Ramírez-Cardona, M., Millán-Malo, B. M., & Londoño-Restrepo, S. M. (2021).** Crystalline structures of the main components of starch. *Current Opinion in Food Science*, 37, 107–111. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2020.10.002>
- Rogalewicz, B., Czyłkowska, A., Anielak, P., & Samulkiewicz, P. (2020).** Investigation and Possibilities of Reuse of Carbon Dioxide Absorbent Used in Anesthesiology. *Materials*, 13(21), 5052. <https://doi.org/10.3390/ma13215052>
- Santiago-Ramos, D., Figueroa-Cárdenas, J. de D., Vélez-Medina, J. J., Mariscal-Moreno, R. M., Reynoso-Camacho, R., Ramos-Gómez, M., Morales-Sánchez, E. (2015).** Resistant Starch Formation in Tortillas from an Ecological Nixtamalization Process. *Cereal Chemistry Journal*, 92(2), 185–192. <https://doi.org/10.1094/CCHEM-08-14-0170-R>
- Santiago-Ramos, D., Figueroa-Cárdenas, J. de D., Vélez-Medina, J. J., Reynoso-**

**Camacho, R., Ramos-Gómez, M., Gaytán-Martínez, M., & Morales-Sánchez, E. (2015b).** Effects of Annealing and Concentration of Calcium Salts on Thermal and Rheological Properties of Maize Starch During an Ecological Nixtamalization Process. *Cereal Chemistry*, *92*(5), 475–480. <https://doi.org/10.1094/cchem-12-14-0258-r>

**Santiago-Ramos, D., Figueroa-Cárdenas, J. de D., Mariscal-Moreno, R. M., Escalante-Aburto, A., Ponce-García, N., & Vélez-Medina, J. J. (2018).** Physical and chemical changes undergone by pericarp and endosperm during corn nixtamalization-A review. *Journal of Cereal Science*, *81*, 108–117. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2018.04.003>

**Serna-Saldívar, S. O. (2021).** Understanding the functionality and manufacturing of nixtamalized maize products. *Journal of Cereal Science*, *99*, 103205. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2021.103205>

**Steiner, S., Lothenbach, B., Proske, T., Borgschulte, A., & Winnefeld, F. (2020).** Effect of relative humidity on the carbonation rate of portlandite, calcium silicate hydrates and ettringite. *Cement and Concrete Research*, *135*, 106116. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106116>

**Taglieri, G., Daniele, V., Macera, L., & Mondelli, C. (2017).** Nano Ca(OH)<sub>2</sub> synthesis using a cost-effective and innovative method: Reactivity study. *Journal of the American Ceramic Society*, *100*(12), 5766–5778. <https://doi.org/10.1111/jace.15112>

**Timmons, J., Mehdipour, I., Gao, S., Atahan, H., Neithalath, N., Bauchy, M., Garboczi, E., Srivastava, S., & Sant, G. (2020).** Dispersing nano- and micro-sized portlandite particulates via electrosteric exclusion at short screening lengths. *Soft Matter*, *16*(14), 3425–3435. <https://doi.org/10.1039/d0sm00045k>

**Vance, K., Falzone, G., Pignatelli, I., Bauchy, M., Balonis, M., & Sant, G. (2015).** Direct Carbonation of Ca(OH)<sub>2</sub> Using Liquid and Supercritical CO<sub>2</sub>: Implications for Carbon-Neutral Cementation. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *54*(36), 8908–8918. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.5b02356>

**Vega-Rojas, L. J., Rojas-Molina, I., Gutiérrez-Cortez, E., Rincón-Londoño, N., Acosta-Osorio, A. A., Del Real López, A., & Rodríguez-García, M. E. (2017).** Physicochemical properties of nixtamalized corn flours with and without germ. *Food*

*Chemistry*, 220, 490–497. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.10.039>

**Wang, L., Cen, S., Wang, G., Lee, Y., Zhao, J., Zhang, H., & Chen, W. (2020).** Acetic acid and butyric acid released in large intestine play different roles in the alleviation of constipation. *Journal of Functional Foods*, 69, 103953. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2020.103953>

**Wu, H., Becraft, P. W., & Dannenhoffer, J. M. (2022).** Maize Endosperm Development: Tissues, Cells, Molecular Regulation and Grain Quality Improvement. *Frontiers in Plant Science*, 13, 1-17. <https://doi.org/10.3389/fpls.2022.852082>

**Zhang, W., & Chao, L. (2020).** Effects of mineral content on limestone properties with exposure to different temperatures. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 188, 106941. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.106941>

**Zhu, M., Wu, J., Yang, Z., Zhu, Y., Rong, Q., & Wen, Q. (2023).** Effect of the Textures and Particle Sizes of Limestone on the Quicklime Reaction Activity. *MDPI Minerals*, 13(9), 1201. <https://doi.org/10.3390/min13091201>