



# UNIVERSIDAD DE SONORA

DIVISION DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y DE LA SALUD  
DEPARTAMENTO DE INVESTIGACION Y POSGRADO EN ALIMENTOS

## Cambios Físico-Químicos en el Almidón Durante el Proceso de Elaboración y Almacenamiento de la Tortilla de Maíz



**BIBLIOTECA  
D. I. P. A.**

### TESIS

Que para obtener el Grado de:

### MAESTRO EN CIENCIAS

Presenta:

**Olga Nydia Campas Baypoli**

# Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



"El saber de mis hijos  
hará mi grandeza"



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

## CONTENIDO

|  | Página |
|--|--------|
| LISTA DE TABLAS.....                               | ix     |
| LISTA DE FIGURAS.....                              | xi     |
| RESUMEN.....                                       | xii    |
| OBJETIVOS.....                                     | xiv    |
| INTRODUCCION.....                                  | 1      |
| REVISION DE LITERATURA.....                        | 3      |
| Generalidades del Maíz.....                        | 3      |
| Consumo, Producción y Usos del Maíz en México..... | 3      |
| Estructura del Grano de Maíz.....                  | 4      |
| Germen.....  | 4      |
| Endospermo.....                                    | 4      |
| Pericarpio.....                                    | 5      |
| Composición Química del Grano del Maíz.....        | 5      |
| Almidón.....                                       | 5      |
| Proteínas.....                                     | 5      |
| Lípidos.....                                       | 6      |
| Carbohidratos Menores.....                         | 6      |
| Vitaminas.....                                     | 6      |
| Minerales.....                                     | 6      |
| Proceso de Nixtamalización del Maíz.....           | 7      |
| Método Tradicional.....                            | 8      |
| Método Industrial.....                             | 9      |
| Otros Métodos.....                                 | 10     |

## CONTENIDO (CONTINUACIÓN...)

|  | Página |
|--|--------|
| Cambios Estructurales y Químicos Durante el Proceso..... | 11     |
| Cambios Estructurales en el Grano.....                   | 11     |
| Cambios en las Proteínas.....                            | 12     |
| Cambios en el Almidón.....                               | 12     |
| Cambios en los Lípidos.....                              | 14     |
| Propiedades Físico-Químicas del Almidón.....             | 15     |
| Estructura Microscópica.....                             | 15     |
| Proceso de Gelatinización.....                           | 16     |
| Retrogradación.....                                      | 18     |
| Formación de Almidón Resistente.....                     | 19     |
| MATERIALES Y METODOS.....                                | 22     |
| Descripción General del Trabajo.....                     | 22     |
| Materia Prima.....                                       | 25     |
| Caracterización Química del Maíz.....                    | 25     |
| Elaboración de las Tortillas.....                        | 25     |
| Pérdida de Sólidos Totales.....                          | 26     |
| Obtención y Tratamiento de las Muestras.....             | 26     |
| Almacenamiento de las Tortillas.....                     | 26     |
| Determinaciones Físicas de las Tortillas.....            | 27     |
| Contenido de Almidón.....                                | 27     |
| Índice de Absorción de Agua (IAA).....                   | 28     |
| Índice de Material Soluble (IMS).....                    | 28     |
| Viscosidad Amilográfica.....                             | 28     |
| Microscopía de Almidones.....                            | 29     |
| Análisis de Difracción de Rayos X.....                   | 30     |

## CONTENIDO (Continuación...)

|   | Página |
|---|--------|
| Determinación de Almidón Resistente (AR).....     | 30     |
| Contenido de Amilosa.....                         | 32     |
| Análisis Térmico.....                             | 32     |
| Firmeza de la Tortilla.....                       | 33     |
| Diseño de Experimento y Análisis Estadístico..... | 33     |
| RESULTADOS Y DISCUSION.....                       | 35     |
| Composición Química del Maíz.....                 | 35     |
| Contenido de Humedad.....                         | 35     |
| Determinaciones Físicas de las Tortillas.....     | 38     |
| Contenido de Almidón.....                         | 38     |
| Índice de Absorción de Agua (IAA).....            | 41     |
| Índice de Material Soluble (IMS).....             | 41     |
| Viscosidad Amilográfica.....                      | 45     |
| Microscopía de Almidones.....                     | 51     |
| Difracción de Rayos X.....                        | 53     |
| Productos del Proceso.....                        | 53     |
| Tortillas Almacenadas.....                        | 55     |
| Almidón Resistente (AR).....                      | 57     |
| Productos del Proceso.....                        | 57     |
| Tortillas Almacenadas.....                        | 59     |
| Contenido de Amilosa.....                         | 59     |
| Productos del Proceso.....                        | 59     |
| Tortillas Almacenadas.....                        | 59     |
| Análisis Térmico.....                             | 64     |
| Productos del Proceso.....                        | 64     |

## CONTENIDO (Continuación...)

|   | Página |
|---|--------|
| Tortillas Almacenadas.....              | 67     |
| Firmeza de las Tortillas.....           | 70     |
| Implicaciones del Presente Estudio..... | 73     |
| CONCLUSIONES.....                       | 75     |
| RECOMENDACIONES.....                    | 78     |
| BIBLIOGRAFIA.....                       | 79     |

## LISTA DE TABLAS

| TABLA   | Página |
|---|--------|
| 1 Composición Química del Grano de Maíz.....  | 36     |
| 2 Contenido de Humedad de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....   | 37     |
| 3 Valores Obtenidos de las Determinaciones Físicas Realizadas a las Tortillas.....  | 39     |
| 4 Contenido de Almidón de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....   | 40     |
| 5 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, del Contenido de Amilosa, AR, IAA e IMS de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....                    | 42     |
| 6 Índice de Absorción de Agua (IAA) de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....  | 43     |
| 7 Índice de Material Soluble (IMS) de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....   | 44     |
| 8 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de la Temperatura de Inicio y de Pico Máximo de Viscosidad de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz..... | 46     |
| 9 Temperatura de Inicio y de Pico Máximo de Viscosidad de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....   | 47     |
| 10 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de las Viscosidades Amilográficas de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....                         | 48     |
| 11 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de la Amilosa y AR de las Tortillas de Maíz Almacenadas.....   | 60     |

## LISTA DE TABLAS (Continuación...)

| TABLA   | Página |
|---|--------|
| 12 Contenido de Amilosa de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....  | 62     |
| 13 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de las Propiedades Térmicas Obtenidas por CBD de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz..... | 65     |
| 14 Propiedades Térmicas Obtenidas por CBD de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....  | 66     |
| 15 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de las Propiedades Térmicas Obtenidas por CBD de las Tortillas de Maíz Almacenadas.....                | 68     |
| 16 Propiedades Térmicas Obtenidas por CBD de las Tortillas de Maíz Almacenadas.....   | 69     |
| 17 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de la Firmeza de las Tortillas de Maíz Almacenadas.....  | 71     |



## LISTA DE FIGURAS

| FIGURA  | Página |
|---|--------|
| 1 Diagrama de Flujo para Monitorear los Cambios en el Almidón Durante el Proceso de la Tortilla de Maíz.....  | 23     |
| 2 Diagrama de Flujo para Monitorear los Cambios Durante el Almacenamiento de la Tortilla de Maíz.....   | 24     |
| 3 Viscosidades Amilográficas de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....   | 49     |
| 4 Observación Microscópica de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz, Suspendidos en Glicerol/Agua, bajo Luz Normal (Izquierda) y Luz Polarizada (Derecha)..... | 52     |
| 5 Difractogramas de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....   | 54     |
| 6 Difractogramas de las Tortillas de Maíz Almacenadas.....  | 56     |
| 7 Contenido de Almidón Resistente de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.....  | 58     |
| 8 Contenido de Almidón Resistente de las Tortillas de Maíz Almacenadas.....   | 61     |
| 9 Efecto de la Interacción $T_i * T_e$ en el Contenido de Amilosa de las Tortillas de Maíz Almacenadas.....   | 63     |
| 10 Efecto del Tiempo de Almacenamiento sobre la Firmeza de la Tortilla de Maíz.....   | 72     |

## RESUMEN

Se determinaron los cambios fisicoquímicos del almidón durante el proceso tradicional de elaboración a nivel comercial de la tortilla de maíz, tomando muestras de maíz, nixtamal, masa, tortilla y nejayote durante el proceso. Además, se almacenaron lotes de tortillas a temperatura ambiente y refrigeración, y se llevaron a cabo muestreos a las 2, 24, 48 y 72 horas, respectivamente. A los productos del proceso se les determinó contenido de almidón, contenido de amilosa, almidón resistente, difracción de rayos X, viscosidad, solubilidad y entalpías por calorimetría de barrido diferencial (CBD). Por otra parte, para conocer el efecto del tiempo de almacenamiento en la vida de anaquel de la tortilla, se midió su firmeza, contenido de amilosa, almidón resistente, difracción de rayos X y entalpías (CBD). No se observaron diferencias significativas en el contenido de almidón ( $p < 0.05$ ) para las muestras del proceso, siendo mínimas las pérdidas de este componente: El almidón resistente se incrementó al pasar de una etapa a otra en el proceso. El contenido de amilosa disminuyó significativamente para las muestras de tortilla recién elaboradas. Las viscosidades amilográficas se incrementaron de maíz a masa, disminuyendo drásticamente en tortilla. No se encontraron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) en las entalpías de fusión del almidón presente en las muestras de maíz, nixtamal y masa. Los patrones de difracción de rayos X, en el caso del maíz, nixtamal y masa no presentaron cambios determinantes en la cristalinidad, registrándose una pérdida muy alta para tortilla. De acuerdo a lo anterior, se puede decir que la etapa de horneado fue la que causó el mayor daño en el almidón durante el proceso. En las tortillas almacenadas, a las 24 horas se observó un aumento significativo en la dureza,

sin presentarse diferencias significativas a las 48 y 72 horas. El almidón resistente y las entalpías se incrementaron significativamente a las 72 horas. Se observó una disminución en el contenido de amilosa durante el periodo de almacenamiento. Al parecer durante el almacenamiento de la tortilla se presentó un ligero aumento en la cristalinidad. De acuerdo a los resultados anteriores, se puede decir que la retrogradación de las moléculas de almidón tienen una gran influencia en el rápido endurecimiento de la tortilla de maíz.

# OBJETIVOS

## Objetivo General

Describir los cambios que ocurren en el almidón en cada una de las etapas del proceso térmico alcalino utilizado para la elaboración de tortillas de maíz, así como durante su almacenamiento.

## Objetivos Específicos

1. Monitorear la gelatinización del almidón durante cada una de las etapas del proceso de elaboración de la tortilla de maíz, por medio de las determinaciones de pérdida de birrefringencia, solubilidad, viscosidad y por CBD.
2. Describir los cambios morfológicos de los gránulos del almidón en las diferentes etapas del proceso de elaboración de la tortilla de maíz.
3. Monitorear la retrogradación del almidón durante el periodo de almacenamiento de la tortilla de maíz mediante la determinación de AR, amilosa, difracción de rayos X y por CBD.
4. Monitorear la formación de almidón resistente en cada una de las etapas del proceso de elaboración de tortilla de maíz, así como durante su almacenamiento.

## INTRODUCCION

El consumo *per capita* de maíz en México es de aproximadamente 250 g /día. Sin embargo, en los estratos sociales bajos se llegan a consumir cantidades mayores, principalmente en forma de tortillas (Calderón *et al.*, 1992). Los productos de maíz nixtamalizado son una fuente importante de energía, proteínas, fibra dietaria y calcio para las personas que dependen de éstos como alimento principal (Serna-Saldivar *et al.*, 1990).

El almidón es el componente mayoritario del grano de maíz, por lo que los cambios que éste sufre durante el procesamiento de la tortilla son los principales responsables de las propiedades texturales y organolépticas de la masa y la tortilla. Una de las etapas características del proceso comercial es que la masa pueda formar una lámina uniforme que sea cohesiva y elástica, pero que no sea pegajosa (Pflugfelder *et al.*, 1988a).

La masa obtenida del proceso puede describirse como una red de polímeros de almidón solubles y dispersos, gránulos de almidón parcialmente gelatinizado en una fase continua de agua soportada por los gránulos de almidón libres, piezas de endospermo y lípidos (Gómez *et al.*, 1987). La proporción de gránulos de almidón libres, lípidos dispersos y sólidos disueltos afectan las propiedades de la masa y de los productos elaborados a partir de ella, como son tortillas, frituras y otros (Pflugfelder *et al.*, 1988a).

La reasociación de las moléculas de almidón puede también afectar significativamente las propiedades reológicas subsecuentes de los productos elaborados de masa. Los cambios significativos en la fracción de almidón del maíz modifica las propiedades de éste lo cual imparte las características de textura a la masa (Pflugfelder *et al.*, 1988b).

Por lo anterior, es de suma importancia conocer los cambios que se presentan en este componente durante el proceso de elaboración y almacenamiento de la tortilla de maíz, para obtener un producto con características organolépticas y texturales óptimas, y que además estos resultados puedan servir para explicar el rápido endurecimiento de la tortilla (corta vida de anaquel) y para mejorar tecnológicamente el proceso.

# REVISION DE LITERATURA

## Generalidades del Maíz

### Consumo, Producción y Usos del Maíz en México

Las características principales que hacen al maíz un cultivo con alta producción son la facilidad de cultivo y almacenamiento, ya que crece en un amplio rango de condiciones climáticas y geográficas (Calderón *et al.*, 1992).

Las propiedades tecnológicas en el campo incluyen estabilidad durante el almacenamiento, eficiencia de conversión de productos, cambios durante el procesamiento, y aceptabilidad por el consumidor. Estas propiedades así como también los aspectos nutricionales son características importantes de calidad del grano de maíz (Bressani, 1990).

En México el maíz representa el componente principal de la producción agrícola, ya que ocupa la mitad de la superficie destinada a la agricultura, registrándose para 1995 una producción a nivel nacional de 15,545,000 toneladas (INEGI, 1995). El 60% de la producción de maíz se utiliza para consumo humano, el cual se prepara de formas muy variadas como tacos, enchiladas, gorditas y pozole; este grano aporta aproximadamente 400 calorías/100 g de maíz seco (Calderón *et al.*, 1992).

## Estructura del Grano de Maíz

Conocer la estructura y composición del grano maduro de maíz es de suma importancia para el mejoramiento de los métodos de almacenamiento y manejo, para conservar la calidad inicial del grano. También se necesita para diseñar los métodos y técnicas de procesamiento (Watson *et al.*, 1987).

El grano de maíz es una cariopsis, su forma, tamaño, estructura y composición está determinada por su patrón genético (Katz *et al.*, 1974). Además, contiene un embrión completo que tiene la capacidad de formar toda la parte estructural, nutricional y la actividad enzimática para iniciar la germinación (Watson *et al.*, 1987). Los componentes estructurales del grano de maíz son el germen (embrión), endospermo y pericarpio (cáscara o salvado) (Watson *et al.*, 1987; Katz *et al.*, 1974 y Bourne *et al.*, 1989).

**Germen.** Constituye el 11% del grano seco, está compuesto del embrión y del escutelo (Watson *et al.*, 1987; Katz *et al.*, 1974 y Bourne *et al.*, 1989). La función principal del germen es el almacenamiento de enzimas y hormonas que se producen durante las primeras etapas de germinación (Watson *et al.*, 1987).

**Endospermo.** Constituye del 82-84% del peso del grano seco y contiene del 86-89% del almidón. Está compuesto de células elongadas empacadas con gránulos de almidón embebidos en una matriz proteica continua (Watson *et al.*, 1987 y Katz *et al.*, 1974). El endospermo está formado por regiones harinosas y córneas. El endospermo harinoso lo constituyen células alargadas y una matriz proteica delgada, es opaco a la transmisión de luz (Watson *et al.*, 1987 y Bourne *et al.*, 1989). Las células del endospermo son progresivamente más pequeñas de la parte central a los extremos, los diversos



tipos de maíz se diferencian en la matriz proteica, las proporciones de endospermo harinoso y vitreo, grosor de la capa aleurona, tamaño de las células y componentes proteicos (Watson *et al.*, 1987). El contenido mayor de proteína en el grano de maíz se encuentra en la capa aleurona, y ésta forma parte del endospermo (Watson *et al.*, 1987 y Bourne *et al.*, 1989).

**Pericarpio.** Es la estructura externa de la semilla de maíz y constituye del 5-6% del peso del grano, también se le llama cascarilla (Watson *et al.*, 1987).

### Composición Química del Grano de Maíz

Los principales componentes del grano de maíz son almidón, proteínas, lípidos, componentes de la fibra, azúcares, minerales y vitaminas.

#### Almidón

El grano de maíz contiene aproximadamente 75% de almidón, el cual está formado por amilosa y amilopectina en proporciones de 27 y 73%, respectivamente. Los dos tipos de moléculas son polímeros de alto peso molecular formados por unidades de D-glucosa. La estructura de la amilopectina es ramificada, en cambio la amilosa es lineal (Watson *et al.*, 1987).

#### Proteínas

El grano de maíz contiene alrededor de un 10% de proteína. La principal fracción proteica es la zeína (clasificada en base a su solubilidad como una prolamina) que constituye el 54.2% del total (Watson *et al.*, 1987). El porcentaje de proteína en el endospermo vitreo es de 1.5-2% mayor que en el endospermo harinoso (Bourne *et al.*, 1989).

## Lípidos

Constituyen alrededor del 5% del peso del grano, del cual el 85% se encuentran en el germen. Siendo la mayoría triacilglicéridos, formados principalmente por ácido linoleico, oleico, palmítico, esteárico y araquidónico. Además, se han encontrado ésteres de ácidos grasos como la vitamina A, E, D, esteroides, entre otros (Watson *et al.*, 1987 y Bourne *et al.*, 1989).

## Carbohidratos Menores

La composición de carbohidratos menores en el grano de maíz es del 1-3%, siendo la sucrosa el azúcar mayoritario. También contiene cantidades trazas de glucosa, fructosa y rafinosa. El contenido de fibra cruda es del 2.1-2.3 % (Watson *et al.*, 1987).

## Vitaminas

El maíz contiene la mayoría de las vitaminas hidrosolubles. Aunque la niacina está presente en altas concentraciones (29.5 mg/kg), ésta se encuentra en forma unida, lo que la hace indisponible para los animales monogástricos (Watson *et al.*, 1987).

## Minerales

El contenido total de cenizas en el grano de maíz es del 10%, el germen contiene el 80% de los minerales totales, además contiene una cantidad considerable de fitatos los cuales indisponen minerales, principalmente al zinc (Bourne *et al.*, 1989). Los minerales más importantes presentes en el grano de maíz son: calcio, fósforo, potasio, magnesio, hierro, sodio y azufre (Watson *et al.*, 1987).

## Proceso de Nixtamalización del Maíz

El proceso de nixtamalización se inicia con la selección y limpieza del maíz; a nivel comercial la selección de la calidad del grano se realiza después de una inspección y muestreo. Los lotes de maíz con altos porcentajes de impurezas y con altas humedades se rechazan (Katz *et al.*, 1974).

La selección de cada etapa del proceso de nixtamalización fue a prueba y error (empírico), basándose únicamente en las necesidades y experiencias adquiridas a través de los años (Katz *et al.*, 1974).

Las variaciones en el proceso de nixtamalización se deben principalmente a factores geográficos y socioeconómicos, la variedad de maíz a utilizar depende del precio, de la región, disponibilidad o especificaciones del proceso (Cravioto, 1945 y Bressani *et al.*, 1958).

Para el proceso de nixtamalización en general es de suma importancia la determinación de un tiempo de cocimiento óptimo, ya que con tiempos de cocimiento insuficientes no se logra una modificación adecuada de la estructura del endospermo del grano para causar la absorción de agua, lixiviación de amilosa e hinchamiento de los gránulos de almidón, lo que trae como consecuencia una masa con características inadecuadas debido a la insuficiente gelatinización del almidón (Gómez *et al.*, 1987). Por otro lado, si se le da un sobrecocimiento al maíz se retiene el pericarpio (Gómez *et al.*, 1989), obteniéndose una masa pegajosa imposible de trabajar debido a la alta concentración de amilosa y amilopectina en el medio (Gómez *et al.*, 1987 y Ramírez-Wong *et al.*, 1994).

## Método Tradicional

El método tradicional que se realiza en México para elaborar la tortilla de maíz consiste en el cocimiento del grano de maíz en una solución de cal ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) al 1%, en una proporción 3:1 respecto al peso del grano. La temperatura de calentamiento es de 80-100°C por un tiempo de 20-45 minutos, después el grano cocido se reposa toda la noche, posteriormente el licor de cocimiento (nejayote) se descarta y al nixtamal se le dan tres lavados con agua para remover toda la cascarilla. La conversión del nixtamal a masa se hace con un molino de discos o piedras. La masa se moldea por presión formando discos delgados, los cuales se hornean en una plancha o comal caliente. Las tortillas de mesa se hornean durante 15-30 segundos de cada lado y se voltean para que se inflen. El inflamiento da como resultado tortillas de una textura deseable (Bressani, 1990).

En el proceso tradicional se obtienen mayores pérdidas de materia, lo cual se refleja en menores rendimientos. Sin embargo, los productos presentan una mayor calidad en cuanto a textura, color y aceptabilidad comparándolo con los demás métodos de nixtamalización (Bressani, 1990).

Las principales desventajas del método tradicional es el gran trabajo y tiempo invertido, el tiempo promedio de procesamiento es de 18 horas, donde del 70 al 80% del tiempo se toma durante las operaciones de cocimiento y reposo (Figuroa *et al.*, 1994). Además, el alto nivel de sólidos solubles (6-15%), la alta demanda bioquímica de oxígeno (DBO) y el alto volumen de nejayote de desecho trae como consecuencia pérdidas importantes de tiamina, niacina, riboflavina, grasa y fibra que se encuentran principalmente en el pericarpio y capas aleurónicas (Bressani, 1990).

## Método Industrial

A nivel industrial el proceso de nixtamalización es una modificación del método tradicional que consiste en el cocimiento del grano de maíz en una solución de cal al 1% ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), en recipientes abiertos con agitación, estufas verticales o marmitas de vapor. El grano se cocina durante 10-45 minutos a temperaturas que van de 85-100°C. El nixtamal se remoja durante 8-16 horas en el nejayote. Después del remojo, el maíz se deja caer por gravedad dentro de lavadores. El licor de la cocción se drena, y el nixtamal se lava con agua presurizada, casi todo el pericarpio se remueve durante el lavado. El nixtamal limpio se muele entre dos piedras sintéticas o volcánicas talladas radialmente, una fija y la otra rotando a 500-700 rpm. Durante el aplanado, el nixtamal se desgarran en partículas finas y gruesas, las cuales son amasadas por mezcladores o extrusores que alimentan a la máquina formadora o los rodillos cortadores convirtiéndolas en una masa plástica y cohesiva. Durante la formación, la masa se extiende como una hoja delgada que se corta por un cortador que rota, posicionado abajo de los rodillos. Las piezas formadas de la masa son alimentadas hacia un horno de gas con tres bandas para ser horneadas a temperaturas de 280-302°C durante 30-45 segundos. Las tortillas se enfrían a temperatura ambiente y se empaacan (Pflugfelder *et al.*, 1988a).

Para la producción industrial de tortillas, se adicionan a la masa acidulantes, gomas y agentes antifungales como sorbatos y propionatos para mejorar la vida de anaquel de las tortillas. Los aditivos se incorporan durante el extendido o amasado (Pflugfelder *et al.*, 1988b).

## Otros Métodos

En los últimos años se ha tratado de eficientar el proceso de nixtamalización por lo que se han implementado métodos nuevos para el cocimiento alcalino del maíz que disminuyan el tiempo y el costo del proceso (Bressani, 1990).

Uno de los métodos evaluados es el cocimiento del grano a presiones de 5 a 15 lbs/pulg<sup>2</sup>. Los resultados obtenidos demostraron que todos los tratamientos reducen la solubilidad del nitrógeno; este proceso reduce el valor nutricional del producto. Además, algo de suma importancia es que no reduce el contenido de fibra cruda, que es uno de los efectos particulares del  $\text{Ca(OH)}_2$  y el contenido de calcio absorbido fue menor que cuando se utiliza el proceso tradicional (Bressani, 1990).

El proceso de nixtamalización del CINVESTAV desarrollado por el equipo de PROMUTASA, se basa en la extrusión para la producción de tortillas y harinas instantáneas, el tiempo promedio de procesamiento es de 4 horas, utiliza fuentes no convencionales de energía para el secado de la masa y el cocimiento de las tortillas como pueden ser radiaciones de alta frecuencia y ondas de radio de baja frecuencia. El proceso consiste en moler el maíz y mezclarlo con una solución de cal, se realiza la extrusión; después de este paso siguen las operaciones para la preparación de la tortilla o de la harina (Figuroa *et al.*, 1994).

Las ventajas principales del proceso son que no produce efluentes contaminantes, es continuo, el equipo es compacto y fácil de operar, reduce el consumo de agua un 90%, aumenta el rendimiento, facilita la incorporación

de nutrientes, reduce los tiempos de procesamiento y el trabajo invertido y además los productos elaborados tienen buenas características sensoriales y nutricionales (Figueroa *et al.*, 1994).

## **Cambios Estructurales y Químicos Durante el Proceso**

### **Cambios Estructurales en el Grano**

La modificación estructural que sufre el maíz durante el proceso de nixtamalización puede ser la causa de las propiedades funcionales y estructurales adquiridas por el nixtamal y la masa (Paredes-López *et al.*, 1982).

En investigaciones realizadas para observar los cambios en la estructura del grano durante el proceso de nixtamalización utilizando microscopía electrónica de barrido, se encontró que la superficie del grano mostraba una substancial alteración estructural causada por una disolución de la cutícula y algunas capas del pericarpio. Las alteraciones del endospermo harinoso fueron más drásticas que las del endospermo vitreo (Paredes-López *et al.*, 1982).

La mayor parte del tejido del germen se retiene durante el proceso, lo que afecta positivamente la calidad de la proteína de los productos a elaborar a partir de masa (Bressani, 1990). Las proteínas del endospermo permanecen unidas a los gránulos de almidón, que se hinchan en el interior del endospermo (Gómez *et al.*, 1989).

## **Cambios en las Proteínas**

Durante el proceso de nixtamalización se da la alteración de los patrones de solubilidad de las proteínas del maíz, que trae como consecuencia la disminución de la fracción de albúminas, globulinas (proteínas solubles en solución salina) y prolaminas (proteínas solubles en alcohol), pero se incrementa la fracción de gluteninas reducidas (Vivas *et al.*, 1990 y Vásquez, 1995). La etapa de cocimiento del proceso de nixtamalización causa los siguientes efectos en las proteínas: interacciones hidrofóbicas, desnaturalización y entrecruzamiento. Los efectos anteriores probablemente son los responsables de los cambios en la solubilidad de las proteínas, que además afectan la liberación de aminoácidos durante la digestión enzimática (Paredes and Saharópulus, 1982).

En estudios realizados por Gómez *et al.* (1989), no se presentaron cambios importantes en la matriz proteica, aunque el tratamiento alcalino causa cambios en la apariencia física de los cuerpos proteicos debido a un efecto de hinchamiento e hidratación.

## **Cambios en el Almidón**

Los gránulos de almidón están severamente restringidos por la matriz proteica y las paredes celulares, éstos absorben agua y se hinchan durante las etapas de cocimiento y reposo. Los gránulos de almidón se hinchan y aglomeran debido a que la gelatinización de la superficie de los mismos los hace pegajosos. El tratamiento alcalino aumenta la susceptibilidad del almidón a la hidrólisis enzimática con glucoamilasa, pero el mayor incremento ocurre durante la molienda y horneado (Gómez *et al.*, 1992).



La etapa inicial de gelatinización del almidón se indica por el oscurecimiento y alargamiento del hilum al observarse en un medio no acuoso (Gómez *et al.*, 1992). Para iniciar la gelatinización del almidón es necesario que el grano de maíz tenga una humedad cercana a 35%, también se requiere cierta cantidad de energía (calentamiento) para romper algunos puentes de hidrógeno intermoleculares, que trae como consecuencia el hinchamiento de los gránulos, por otro lado el grado de gelatinización que se tenga depende de la temperatura utilizada (Calderón *et al.*, 1992). En el caso de las muestras de nixtamal y masa, al observar a los gránulos de almidón bajo luz polarizada la mayoría de los gránulos exhiben birrefringencia, pero la cruz de malta es menos clara y amplia que la de los gránulos de almidón nativos (Gómez *et al.*, 1989).

El 4.7% de los gránulos de almidón pierden completamente su birrefringencia durante las etapas de cocimiento, reposo y molienda. Muchos de los gránulos de almidón tienen una forma irregular, y la mayoría de las veces sólo alguna parte (menos del 60%) de los gránulos individuales exhiben birrefringencia (Gómez *et al.*, 1989).

La estructura cristalina del gránulo de almidón nativo se rompe durante las etapas de cocimiento formando una nueva estructura polimérica, observándose una menor organización en el patrón de rayos X. Después del reposo los gránulos de almidón presentan un patrón semejante al del almidón nativo, esto puede deberse a una recristalización. La molienda del nixtamal incrementa la solubilidad del almidón por lo que se da una mayor dispersión de los gránulos hinchados en la masa (Gómez *et al.*, 1992).

La retrogradación de los polímeros de almidón ocurre durante el reposo del maíz cocido y durante el enfriamiento de la masa después de la molienda

(Gómez *et al.*, 1987). En el almidón que se encuentra en la periferia y en el endospermo corneo, los gránulos no se modifican y permanecen empacados como en el almidón nativo (Gómez *et al.*, 1992)

Los gránulos de almidón y algunas piezas de grano se encuentran en una fase continua formada por agua y sólidos disueltos, la cantidad de cada componente en este sistema tiene influencia sobre la granulación, cohesividad y apariencia general de la masa (Gómez *et al.*, 1989).

La mayor parte de la birrefringencia y cristalinidad del almidón se pierde cuando las tortillas son horneadas. La combinación de calor (280-302°C) y una alta humedad (51-55%) facilitan la gelatinización del almidón en los pasos subsiguientes. Sin embargo, la gelatinización aún está incompleta, debido al corto tiempo de horneado (20-40 segundos). El sabor de la tortilla se mejora por reacciones de encafecimiento de Maillard que ocurren durante la reducción de azúcares, péptidos y ácidos grasos insaturados (Gómez *et al.*, 1987; Gómez *et al.*, 1989 y Gómez *et al.*, 1992).

### **Cambios en Lípidos**

Aproximadamente del 1-2% del peso seco de la masa tiene distribuidos libremente a los lípidos a través de esta fase continua. La fracción lipídica está compuesta por lípidos parcialmente emulsificados en la fase acuosa de la masa y lípidos libres que interactúan, tanto con los péptidos, como con los carbohidratos alterando las propiedades de la masa. Se necesitan aun más investigaciones para evaluar la relación entre los lípidos y la maquinabilidad de la masa, textura, sabor y vida de anaquel de las tortillas (Rooney, 1993).

## Propiedades Físico-Químicas del Almidón



**BIBLIOTECA  
D. I. P. A.**

### Estructura Microscópica

El almidón es un polímero semicristalino. Está compuesto por moléculas de amilosa, la cual es un polímero lineal compuesto de unidades de alfa-1-4-D-anhidroglucosa que son aparentemente amorfas en el gránulo. Y por moléculas de amilopectina altamente ramificadas, que son el componente parcialmente cristalino, formado por racimos de una gran cantidad de cadenas lineales cortas con ligaduras alfa (1-6), constituyendo 5% de las uniones glucosídicas totales (Gallant *et al.*, 1992; Zeleznak *et al.*, 1987 y Biliaderis, 1992). Las moléculas de amilopectina y posiblemente las moléculas de amilosa se encuentran arregladas radialmente en la superficie granular. Para la mayoría de los almidones, la cristalinidad es atribuida por el bajo grado de polimerización de las cadenas de amilopectina (14-20 unidades de glucosa) y por la periodicidad cristalina de 50-70 Å originadas por la presencia de ligaduras alfa (1-6) (Biliaderis, 1992).

En los gránulos de almidón nativo, un gran número de moléculas están organizadas en estructuras cristalinas. Se han encontrado tres formas cristalinas de acuerdo a los patrones de difracción de rayos X, la A, B y C (Gallant *et al.*, 1992).

La amilosa y la amilopectina pueden evidenciarse solamente después de la solubilización de los gránulos y su separación. La molécula de amilosa tiene una conformación helicoidal con seis unidades de anhidroglucosa por vuelta. Esta conformación permite la interacción con muchas moléculas hidrofóbicas como el yodo, ácidos grasos, o con cadenas hidrocarbonadas. En

esta estructura todos los grupos hidrofílicos se encuentran en los lados externos de la cadena y los grupos hidrofóbicos se encuentran en la parte interior de la hélice. Esta estructura da una alta cavidad hidrofóbica (4.5 Å de diámetro) dentro de la cual muchas moléculas pequeñas pueden unirse (Szczodrak and Pomeranz, 1992 y Gallant *et al.*, 1992). Los gránulos de almidón nativos tienen una cristalinidad variable del 15-45% (Zobel, 1988). Así, la mayoría de los gránulos de almidón muestran una cruz de malta cuando se observan bajo luz polarizada. La birrefringencia positiva teóricamente indica una orientación radial del principal eje de los cristalitas (Gallant *et al.*, 1992).

La formación de complejos previene la lixiviación de amilosa durante la gelatinización, inhibiendo el hinchamiento de los gránulos de almidón calentados en agua y se reduce la capacidad de absorber agua (Eliansson, 1985).

### **Proceso de Gelatinización**

La gelatinización del almidón recientemente se ha descrito como el rompimiento de los órdenes moleculares dentro del gránulo de almidón, manifestado en cambios irreversibles en las propiedades como un hinchamiento granular, fusión de la cristalinidad nativa, pérdida de birrefringencia, pérdida del patrón de difracción de rayos X, solubilización del almidón y un incremento en la viscosidad de la suspensión debido al hinchamiento de los gránulos después de la hidratación, entre otros (White *et al.*, 1990; Chinachoti *et al.*, 1990 y Biliaderis *et al.*, 1980).

Chinachoti *et al.* (1990), encontró que el grado de gelatinización del almidón en condiciones de alta humedad disminuyó por la adición de sucrosa, observándose el mismo efecto al agregar sal. Lo anterior podría deberse a la

disminución de la actividad de agua ( $a_w$ ), limitándose el agua disponible para que los gránulos gelatinicen.

La calorimetría de barrido diferencial (CBD) es una técnica adecuada en el estudio de la gelatinización del almidón, produciendo medidas cuantitativas de la entalpía que es la energía de transformación durante la fusión de los cristales del gránulo de almidón, así como mediciones precisas del rango de temperatura sobre el cual estas transformaciones ocurren. Esto provee una adecuada ayuda a los métodos tradicionales para la medición de la gelatinización, o mediciones de pérdida de birrefringencia (Krueger *et al.*, 1987).

Evidencias recientes sugieren que la absorción de agua por el gránulo está asociada solamente con las regiones amorfas (Biliaderis *et al.*, 1980). En presencia de altas cantidades de agua, la hidratación e hinchamiento extensivos de las regiones amorfas facilitan la fusión de los cristalitos sobre-calentados. Esto ocurre a un rango muy bajo de temperatura y por lo tanto se tiene una transición endotérmica simple. Un extensivo hinchamiento podría ser asociado con el rompimiento de los cristalitos, lo cual traerá un aumento de la viscosidad seguida de la pérdida de birrefringencia en el gránulo. En soluciones de almidón más concentradas, sin embargo, el efecto desestabilizante de las regiones amorfas disminuye debido a las cantidades limitadas de agua presentes, por lo que solamente ocurre la fusión parcial de los cristales (Biliaderis *et al.*, 1980).

El almidón es un polímero semicristalino, donde se presentan dos tipos de transiciones, las de primer orden que son de la fusión de los cristalitos de almidón (ampliamente estudiada) y la transición vítrea ( $T_g$ ) de las regiones

amorfos (segundo orden). La transición vítrea es la transición cinética de polímeros de un estado vítreo a un estado elástico (Wang and Jane, 1994), que se manifiesta por un cambio discontinuo en la capacidad calorífica (primer derivada de la entalpía con respecto al tiempo) y en el coeficiente de expansión térmica (velocidad del cambio en volumen respecto a la temperatura) (Zeleznak *et al.*, 1987). La  $T_g$  es específica para cada material y los factores que la afectan son: el peso molecular, la composición y el material plastificador. Un plastificador es un material incorporado al polímero para incrementar la manejabilidad, flexibilidad o extensibilidad (Wang and Jane, 1994). El agua actúa como plastificante en las regiones amorfas, disminuyendo la temperatura de transición vítrea e induce a los cristales para fundir a bajas temperaturas (Krueger *et al.*, 1987 y Zeleznak *et al.*, 1987).

### **Retrogradación**

La calorimetría de barrido diferencial (CBD) se a utilizado en gran medida en el estudio de las características de fusión de las formas cristalinas en el almidón. La cantidad de energía requerida para llevar a cabo las transformaciones en el almidón está relacionada con la cantidad y tipo de las formas cristalinas presentes. La retrogradación es la reasociación de las moléculas de almidón, la cual se caracteriza por un incremento gradual en la rigidez del alimento y una separación de fases entre polímeros y solventes (sinéresis) (Chinnaswamy *et al.*, 1989 y Biliaderis, 1992). Los cambios físicos que acompañan a la retrogradación tienen influencia en la textura, digestibilidad y aceptabilidad de los productos cuyo componente mayoritario es el almidón (Biliaderis, 1992). De acuerdo a un gran número de investigaciones se ha propuesto que la retrogradación del almidón ocurre como dos procesos distintamente cinéticos. Uno debido a la cristalización de

de amilopectina, conocida en productos horneados como la causante del envejecimiento del pan, la cual presenta por CBD una transición endotérmica en un rango de 45-60°C. Y el otro proceso debido a la formación de estructuras ordenadas de doble hélice (formando agregados hélice-hélice), la cual se observó por CBD que son térmicamente reversibles a temperaturas mayores de 120°C (Miles *et al.*, 1985; Ring *et al.*, 1987 y Biliaderis, 1992).

La retrogradación es un cambio físico de la amilosa y amilopectina de un estado de gel a un estado cristalino que probablemente se relaciona con un aumento indeseable en la firmeza de la miga durante el almacenamiento, esto es atribuido a la cristalinidad de la amilopectina. El monoglicérido y el ácido diacetil tartárico actuaron efectivamente como agentes complejantes del almidón, obteniéndose una disminución de la amilopectina retrogradada y un aumento en el complejo amilosa lípido que trae como consecuencia una reducción de la firmeza del pan. Este efecto fue mayor con el monoglicérido (Krog *et al.*, 1989).

### **Formación de Almidón Resistente**

Durante el procesamiento térmico de los alimentos con alto contenido de almidón (Por ejemplo pan, cereales extruidos, pastas, entre otros) se ha encontrado la formación de un almidón resistente a la alfa-amilolisis, siendo de gran interés debido a su baja hidrólisis en el tracto gastrointestinal del hombre. Esto se ha asociado con bajas respuestas glicémicas y que además puede tener algunos efectos fisiológicos parecidos a la fibra dietaria (Englyst and Macfarlane, 1986).

El almidón resistente (AR) se ha definido como la suma del almidón y los productos de degradación del almidón que son resistentes a la digestión y

absorción en el intestino delgado (Asp, 1992). Las posibles razones de la formación de AR es que los gránulos de almidón presentes en el alimento son físicamente inaccesibles a las enzimas digestivas y han llegado a ser accesibles en los alimentos si éstos se muelen. Otra razón, es el patrón cristalino presente en el gránulo de almidón (determinado por difracción de rayos X). Los almidones de cereales poseen un patrón A. Estas diferencias en la naturaleza cristalina del almidón determinan la susceptibilidad del almidón a la digestibilidad enzimática (Muir *et al.*, 1992).

Factores como el grado de molienda, calentamiento, enfriamiento, secado y la proporción de amilosa/amilopectina influye en el contenido de AR en los alimentos. El AR está formado de diferentes fracciones: retrogradado, físicamente inaccesible, fragmentos químicamente modificados, complejos del almidón con otros compuestos de los alimentos, entre otros (Saura-Calixto *et al.*, 1993).

Las dos formas poliméricas principales del almidón son la amilosa y la amilopectina, que pueden retrogradar cuando se enfrían después del cocimiento, el cual forma un almidón resistente a la digestión. En general, la amilosa retrograda a una forma que es altamente resistente a la redispersión en agua hirviendo y a la hidrólisis con amilasa pancreática (Muir *et al.*, 1992).

La formación de almidón resistente se ha relacionado con la asociación de las cadenas de amilosa durante el enfriamiento del almidón gelatinizado. Estas estructuras comprenden fragmentos de cadenas cortas con un grado de polimerización de aproximadamente 60 (Silgeström *et al.*, 1989). La reaparición de endotermas durante tratamientos consecutivos de calentamiento/enfriamiento de amilosa y AR indican que ocurre una reasociación de las



cadena lineares después de la degradación térmica. Los residuos de AR exhiben una transición endotérmica a 155°C por CBD, debido aparentemente a la fusión de la amilosa retrogradada (Sievert and Pomeranz, 1990); también se ha reportado un rango de 120-160°C para esta transición (Sievert and Pomeranz, 1989) y una temperatura de pico de 154.2°C (Sievert and Würsch, 1993).

Las estructuras que son determinadas como AR en el ensayo enzimático pueden variar ampliamente en sus propiedades físicas cuando se evalúan por CBD (Sievert and Pomeranz, 1989). El AR se encuentra en forma natural en cantidades bajas en los alimentos preparados (Englyst and Cummings, 1985); sin embargo, a partir del almidón de maíz con alto contenido de amilosa se pueden aislar cantidades altas de AR (Kevin, 1995). Este ha llegado a ser un ingrediente importante en muchos alimentos, el cual se ha preferido como fuente de fibra para utilizarse en productos de baja humedad como galletas, sin alterar el sabor ni sus propiedades texturales (Ranhotra et al., 1996).

## MATERIALES Y METODOS

### Descripción General del Trabajo

El trabajo experimental de la presente investigación se realizó en dos etapas. En la etapa 1 (Fig. 1) se determinaron los cambios en el almidón durante el proceso de elaboración de tortilla de maíz. El primer paso fue la obtención y limpieza del maíz, el cual se caracterizó químicamente; se realizaron las determinaciones de humedad, ceniza, grasa y proteína. Una vez caracterizado el maíz, se elaboraron las tortillas realizándose muestreos durante cada una de las etapas del proceso; las muestras recolectadas fueron de maíz, nixtamal, nejayote, masa y tortilla. Todas las muestras se liofilizaron, se molieron y almacenaron en congelación. Los análisis a los que se sometieron las muestras fueron de microscopía, calorimetría, contenido de almidón, contenido de almidón resistente, contenido de amilosa, viscosidad, solubilidad, absorción de agua y difracción de rayos X.

En la etapa 2 (Fig. 2) se determinaron los cambios que se presentan durante el almacenamiento de la tortilla. Una vez obtenida la tortilla, se tomaron dos lotes, uno se almacenó a temperatura ambiente y otro en refrigeración por un período de 72 horas. Las tortillas se almacenaron en paquetes de 5 tortillas en bolsas de polietileno; los muestreos se realizaron a las 2, 24, 48 y 72 horas. Una vez cumplido el tiempo de almacenamiento se tomaron dos paquetes de tortillas, uno se utilizó para la determinación de firmeza y el otro se congeló para su posterior liofilización.

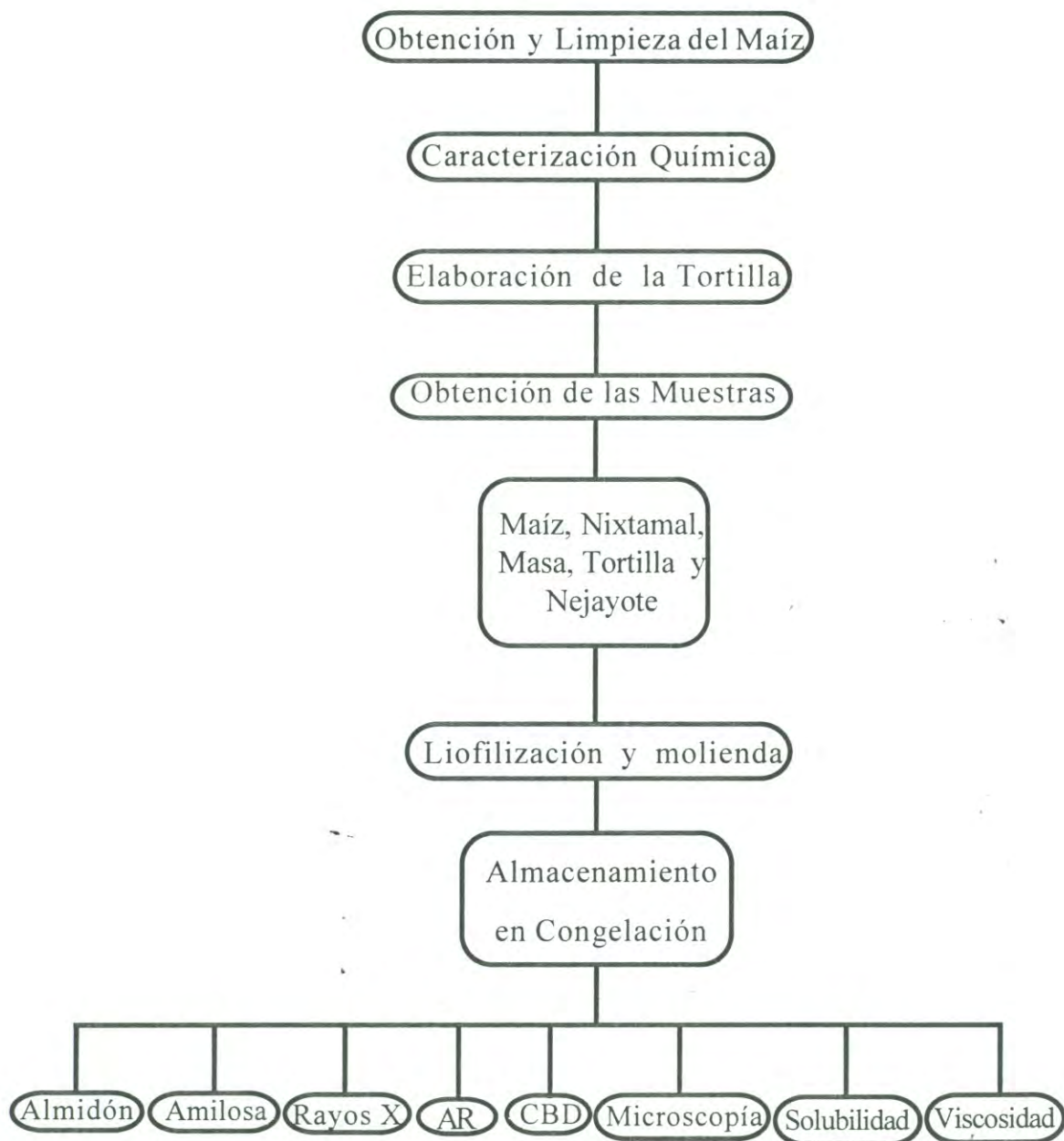


Figura 1. Diagrama de Flujo para Monitorear los Cambios en el Almidón Durante el Proceso de la Tortilla de Maíz.

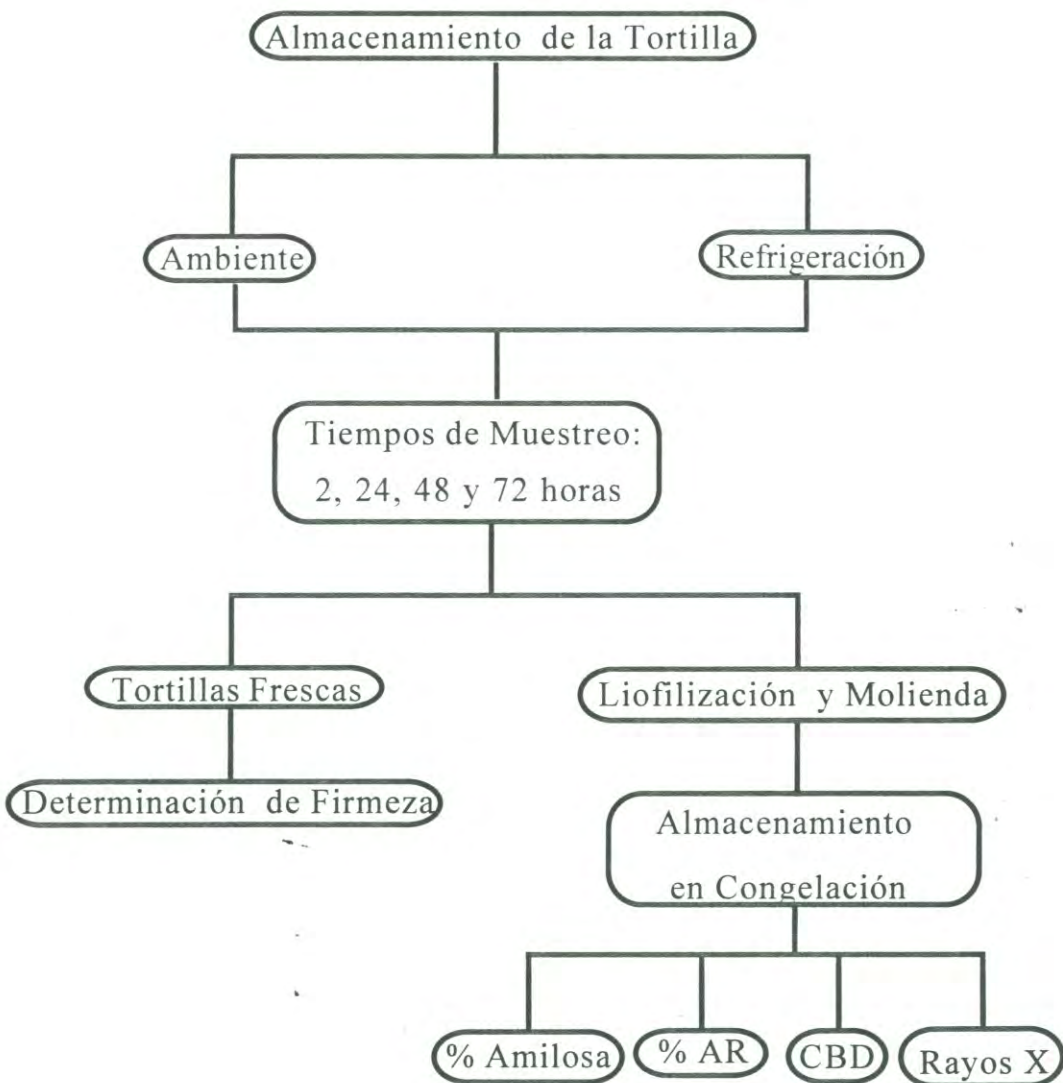


Figura 2. Diagrama de Flujo para Monitorear los Cambios Durante el Almacenamiento de la Tortilla de Maíz

Las determinaciones realizadas a las tortillas fueron de contenido de amilosa, contenido de AR y entalpías por CBD. Además se analizaron por difracción de rayos X las tortillas con 72 horas de almacenamiento en refrigeración.

### **Materia Prima**

Para la elaboración de las tortillas se utilizó maíz blanco, de buena calidad de la cosecha Primavera-Verano 1996. El grano se limpió utilizando un limpiador mecánico (Marca Clipper) para la eliminación de impurezas y se almacenó en condiciones que no permitieron el ataque de insectos o microorganismos.

### **Caracterización Química del Maíz**

El análisis químico del maíz consistió en la determinación de proteína (método 46-129), grasa (método 30-20), cenizas (método 08-03) y humedad (método 44-40), basándose en las técnicas oficiales de la AACC (1991). Cada análisis se llevo a cabo por triplicado.

### **-Elaboración de la Tortilla**

Se utilizó el método tradicional para la elaboración de la tortilla de maíz. Lotes de 10 kg de maíz se cocieron en una solución de cal al 1% ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), en una proporción de 3:1 (agua:grano). La temperatura de cocimiento del maíz fue cercana a los  $100^\circ\text{C}$  (ebullición) y un tiempo de cocimiento de 45 minutos; después el grano cocido se reposó a temperatura ambiente durante 14 horas. El licor de cocimiento se descartó, al nixtamal se le dieron tres lavados con agua corriente para remover toda la cascarilla y el exceso de cal. El nixtamal se transportó a una tortilladora comercial donde se molió en un molino de piedras, para la obtención de la masa, durante la molienda y amasado se agregó agua para

evitar el sobrecalentamiento debido a la fricción y para obtener una textura adecuada. La masa se moldeó por presión para formar las tortillas, las cuales se cocieron en un horno de tres pasos durante 45 segundos. Las tortillas se enfriaron y se empacaron en paquetes de 10 tortillas, en bolsas de polietileno.

### **Pérdida de Sólidos Totales**

Para determinar la pérdida de sólidos durante el proceso de la tortilla, se realizó una homogenización del nejayote y las aguas de lavado. Se tomaron alícuotas de 200 ml en vasos previamente tarados y se evaporaron hasta sequedad en una estufa de convección a 105°C. La cuantificación de sólidos totales se realizó por medio de pérdida de peso (AACC, 1991).

### **Obtención y Tratamiento de las Muestras**

Se tomaron muestras de maíz, nixtamal, masa, tortilla y nejayote durante cada etapa del proceso de la tortilla de maíz. Todas las muestras se congelaron para su liofilización, molienda y almacenamiento en congelación, para después realizar los análisis de microscopía, calorimetría, contenido de almidón, contenido de almidón resistente, contenido de amilosa, viscosidad, solubilidad, absorción de agua y difracción de rayos X.

### **Almacenamiento de las Tortillas**

Se tomaron dos lotes de tortillas, uno se almacenó a temperatura ambiente y el otro en refrigeración (9°C), las tortillas se agruparon en paquetes de 10 tortillas en bolsas de polietileno, para los dos casos se realizaron muestreos a las 2, 24, 48 y 72 horas.

Una vez transcurrido el tiempo de almacenamiento se tomaron dos paquetes de tortillas, uno se utilizó para la determinación de firmeza y el otro

se congeló para su posterior liofilización. Todas las muestras liofilizadas se molieron y almacenaron en congelación para posteriormente realizar los diferentes análisis.

### **Determinaciones Físicas de las Tortillas**

Las mediciones físicas que se realizaron a las tortillas de maíz obtenidas durante el proceso fueron las siguientes:

**Peso.** En esta prueba se tomaron 10 tortillas de cada tratamiento y se registró el peso en gramos para cada una de ellas.

**Diámetro.** Se tomaron 10 tortillas y se les midió su diámetro con una regla graduada en cm.

**Espesor.** A las mismas tortillas de las mediciones anteriores se les midió su espesor con la ayuda de un vernier, obteniendo un valor en cm.

### **Contenido de Almidón**

A cada producto del proceso ya liofilizado y molido se le cuantificó el contenido de almidón en base al procedimiento descrito por Dubois *et al.* (1956), las determinaciones se realizaron por decaplicado. Se dispersaron 30 mg de muestra en 200 ml de agua, se tomaron alicuotas de 900 microlitros después de agitar el matraz en vortex, las cuales se llevaron a un volumen final de 1 ml con agua. Se agregó 1 ml de fenol al 5% en agua y 5 ml de ácido sulfúrico concentrado. La muestra se dejó reposar por 10 minutos a temperatura ambiente, se agitó y colocó en un baño a 25°C durante 10 minutos antes de tomarse la lectura a 490 nm en un colorímetro (Marca Spectronic 21). Para los cálculos se utilizó una curva estándar de almidón de maíz comercial (rango de 30-150 microgramos de almidón).

### **Índice de Absorción de Agua (IAA)**

Se determinó el índice de absorción de agua (IAA) a todas las muestras obtenidas del proceso (ya liofilizadas y molidas), utilizando el método modificado por Anderson *et al.* (1969). Se agregó en un tubo para centrifuga de 50 ml, un gramo de muestra molida a la cual se le adicionaron 15 ml de agua destilada a temperatura ambiente. La suspensión se agitó durante 30 minutos seguida de una centrifugación a 5000 rpm durante media hora. El sobrenadante se colocó en un platillo de aluminio previamente tarado y se evaporó en una estufa de convección a 105°C. El peso del gel se registró como el del precipitado y el IAA se calculó con la siguiente ecuación:

$$\text{IAA} = (\text{peso del gel} - \text{peso de muestra en base seca} - \text{peso de material solubilizado}) / \text{peso de muestra base seca}$$

El IAA se expresó como: g de agua/g de muestra seca.

### **Índice de Material Soluble (IMS)**

Se determinó el índice de material soluble (IMS) a todas las muestras obtenidas del proceso de la tortilla de maíz, utilizando el método modificado por Anderson *et al.* (1969). Se calculó en base al peso de material soluble presente en el sobrenadante (utilizado para determinar IAA) y a la cantidad de muestra inicial.  $\text{IMS} = (\text{peso de material soluble en el sobrenadante} / \text{peso muestra inicial}) \times 100$ .

### **Viscosidad Amilográfica**

A todas las muestras obtenidas durante el proceso se le realizaron sus correspondientes amilogramas, utilizando un amilógrafo (Marca Brabender Ohg Duisburg Modelo 800245) (Método 22.10) basándose en las técnicas



oficiales de la AACC (1991). Se pesaron 53 g de muestra en base seca, se adicionaron 477 ml de agua para formar una suspensión muestra/agua con un 10 % de sólidos totales. Se realizaron correcciones en cuanto al peso de la muestra a utilizar y la cantidad de agua a agregar de acuerdo a su contenido de humedad. El tiempo de agitación para la formación de la suspensión, fue de 2 a 3 minutos para evitar la formación de espuma. Se agregó la suspensión en el tazón del amilógrafo, se ajustó la punta del registrador en la línea del cero, se inició la agitación y calentamiento hasta llegar a 95°C, manteniéndose constante a esta temperatura durante una hora; seguido por un enfriamiento a 50°C manteniéndolo a esta temperatura por un tiempo de 30 minutos. Los parámetros obtenidos fueron las temperaturas (°C) de inicio de viscosidad y de pico máximo y las viscosidades (UB) de pico máximo, de calentamiento a 95°C, de mantenimiento 1 hora a 95°C, de enfriamiento a 50°C y de mantenimiento 30 minutos a 50°C.

### **Microscopía de Almidones**

Se analizaron las muestras de maíz, nixtamal, masa y tortilla utilizando un microscopio compuesto (amplificación de 40X) (Marca Karl Zeiss) enfocando la atención en los gránulos de almidón. Para observar el tamaño y forma de los gránulos de almidón, se colocó una gota de glicerol/agua en un portaobjeto y se suspendió una pequeña cantidad de almidón en ella, se movió ligeramente la solución con una aguja de disección y se colocó cuidadosamente el cubreobjetos para su posterior observación bajo luz normal (para observar tamaño y forma) y luz polarizada (para observar la pérdida de birrefringencia). Se utilizaron tinciones con rojo congo para apreciar el daño que sufrió el almidón o el grado de gelatinización en cada etapa del proceso.

## **Análisis de Difracción de Rayos X**

A las muestras de maíz, nixtamal, masa y tortilla con tiempos de almacenamiento de 2 horas (ambiente) y 72 horas (refrigeración), se les realizó un lavado con agua deionizada para disminuir la cantidad de calcio presente. Posteriormente se liofilizaron y se equilibraron a una humedad relativa de 70% antes del análisis de difracción.

Los patrones de difracción de rayos X para los productos del proceso se registraron en un Difractómetro de rayos X (Método de polvo) (Marca Rigaku-Geigerflex) equipado con monocromador de grafito, operando a 35 Kv, 15 mA, se utilizó una radiación de cobre (Cu) K-alfa a una longitud de onda de 1.5406 Å. Los difractogramas se obtuvieron en un rango de 5-40° sobre una escala 2 theta con un tamaño de paso de 0.020°. Los resultados se reportaron como valores de espaciado "d" interplanar expresado en Å, los cuales se calcularon utilizando la ley de Bragg's.

## **Determinación de Almidón Resistente (AR)**

Se empleó el método modificado para medir almidón resistente a partir de los residuos de fibra dietaria insoluble de Saura-Calixto *et al.* (1993). Para obtener los residuos de fibra dietaria insoluble las muestras molidas se pasaron por una criba de 0.5 mm. Se tomaron 100 mg de muestra y se colocaron en tubos de 50 ml. Se adicionaron 10 ml de buffer de fosfatos 0.08 M a pH 6±0.2. El pH se ajustó a 6.0 por adición de NaOH 0.275 N, o HCl 0.325 N. Se agregaron 10 microlitros de solución estable al calentamiento de alfa-amilasa (Sigma No. 4-3306) y se mezclaron vigorosamente. Los tubos se taparon y se colocaron en un baño de agua hirviendo durante 35 minutos con agitación constante, los cuales posteriormente se enfriaron a temperatura ambiente (25°C), el pH se

ajustó a  $7.5 \pm 0.1$  por adición de aproximadamente 2 ml de solución de NaOH 0.275 N. Se adicionaron 100 microlitros de solución de proteasa (Sigma No. P-5380), los cuales se prepararon justamente antes de usarse (10 mg de proteasa en 1 ml de buffer de fosfato). Las soluciones se incubaron en un baño con agitación a  $60^{\circ}\text{C}$  durante 35 minutos y se enfriaron a temperatura ambiente. El pH se ajustó a  $4.5 \pm 0.1$  por adición de aproximadamente 2 ml de HCl, después se le adicionaron 60 microlitros de amiloglucosidasa (Sigma A-9913) y las soluciones se incubaron en un baño con agitación continua a  $60^{\circ}\text{C}$  durante 35 minutos. Los tubos se centrifugaron a  $3000 \times g$  durante 15 minutos, eliminando los sobrenadantes. Los residuos remanentes (fibra dietaria insoluble) se lavaron sucesivamente con 10 ml de agua destilada y 10 ml de etanol al 96 % eliminando los sobrenadantes.

Una solución recientemente preparada de KOH 2M (6 ml) se adicionó a los residuos de fibra dietaria insoluble (RFDI), que se mezclaron vigorosamente y se agitaron continuamente por 30 minutos a temperatura ambiente ( $25^{\circ}\text{C}$ ). Se agregaron 3 ml de buffer de acetatos 0.4M a pH 4.75 así como también aproximadamente 5 ml de HCl 2N, el pH se ajustó a 4.75 usando HCl 2N. Posteriormente se adicionaron 60 microlitros de suspensión de amiloglucosidasa (Boehringer Mannheim No.102857), la solución se mezcló e incubó por 30 minutos a  $60^{\circ}\text{C}$ , con agitación continua. Las muestras fueron centrifugadas 15 minutos a  $3000 \times g$  y los sobrenadantes recolectados.

La glucosa total se analizó utilizando reactivo GOD-POD (glucosa oxidasa/peróxidasa, Boehringer Mannheim No. 676543). Se utilizó una solución estándar de glucosa (10-50 mg/ml). En un tubo de vidrio se tomó 1 ml de sobrenadante y se adicionaron 2 ml de solución reactiva del kit combinado para la determinación de glucosa. La solución se mezcló vigorosamente y los tubos se

colocaron en un baño de agua a 37°C por 30 minutos. La reacción se finalizó con la adición de 2 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12 N, mezclando cuidadosamente y por último se midió absorbancia a 500 nm, utilizando un blanco reactivo. El almidón resistente se calculó como glucosa (mg) X 0.9.

### **Contenido de Amilosa**

El contenido de amilosa se determinó en base al procedimiento descrito por Williams *et al.* (1970) a los productos obtenidos del proceso, así como a las tortillas almacenadas. Se pesaron 20 mg de muestra en base seca en un tubo de 50 ml, al cual se le adicionaron 10 ml de KOH 0.5 N; la suspensión se agitó utilizando un agitador magnético durante 30 minutos (hasta lograr una dispersión casi total de la muestra). La muestra se transfirió a un matraz volumétrico de 100 ml y se aforó con agua destilada. Se tomó una alícuota de 10 ml, la cual se transfirió a un matraz volumétrico de 50 ml. Se adicionaron 5 ml de HCl 0.1 N, 0.5 ml del reactivo B (reactivo de ioduro) y se aforó con agua destilada. Se midió la absorbancia a 625 nm a los 5 minutos. Para obtener las concentraciones de amilosa se realizó una curva estándar utilizando una solución madre de amilosa y amilopectina, en proporción 1:4. Los valores obtenidos fueron expresados en porcentaje.

### **Análisis Térmico**

Se utilizó el Calorímetro de Barrido Diferencial (CBD) (Marca Perkin Elmer, Modelo DSC-7), para medir la entalpía (H) y temperaturas de fusión de cristales para los productos obtenidos del proceso, así como de la disociación de la amilopectina retrogradada para las tortillas almacenadas. Se pesaron alrededor de 5 mg de muestra, se ajustaron a una humedad de por lo menos del 200 % en base a su contenido inicial y se sellaron herméticamente en cápsulas de acero. Las condiciones del CBD fueron las siguientes: se utilizó una

velocidad de calentamiento de 10°C/min, un rango de temperatura de barrido de 30-120°C y una velocidad de enfriamiento de 200°C/min.

### **Firmeza de la Tortilla**

Para medir la firmeza en la tortilla durante el almacenamiento se utilizó el texturómetro (Marca Universal Instron Modelo 1131) utilizando la celda de Kramer. Se cortó una pieza del centro de la tortilla de área de 41.47 cm<sup>2</sup> y se colocó en una caja rectangular de la celda Kramer. Bajando el cabezal del texturómetro se aplicó una compresión uniaxial y se registró la fuerza requerida para romper la tortilla. Se obtuvo una curva típica de deformación y ruptura en el graficador. Se utilizó la celda de carga de 500 kg, las velocidades de cabezal y de carta fueron de 10 y 20 cm/min, respectivamente. La firmeza se expresó como el esfuerzo máximo en kPa, y corregido por espesor de la tortilla.

### **Diseño de Experimento y Análisis Estadístico**

Se utilizó un diseño de bloques completamente al azar para los productos del proceso de la tortilla de maíz, donde el único factor fue el tipo de producto. Las variables respuesta fueron: contenido almidón, contenido de amilosa, AR, viscosidad y entalpías (H). Los bloques fueron las corridas (elaboración de tortillas) realizadas.

Además se utilizó un diseño de experimento factorial de 2 factores para observar los cambios durante el almacenamiento de la tortilla, donde los factores fueron los tiempos (2, 24, 48 y 72 horas) y temperaturas (ambiente y refrigeración) utilizadas. Las variables respuesta fueron AR, % amilosa, entalpías (H) y firmeza.

Los datos obtenidos de las dos etapas experimentales se analizaron mediante un análisis de varianza (ANDEVA) y se obtuvieron sus niveles de significancia (valor de  $p$ ). Una prueba estadística fue llamada estadísticamente no significativa (NS) cuando  $p > 0.05$ , siendo el resultado significativo (\*) si  $0.01 < p < 0.05$ , y muy significativa (\*\*) si  $p < 0.01$ .

Para observar diferencias entre tratamientos específicos, se utilizó la prueba de comparación de medias Tukey a un nivel de significancia de 0.05 ( $p < 0.05$ ). El análisis estadístico se realizó usando el paquete computacional estadístico SAS.

## **RESULTADOS**

### **Composición Química del Maíz**

La composición química del grano de maíz utilizado en el presente estudio se muestra en la Tabla 1. Los valores reportados se encuentran entre los rangos obtenidos en estudios realizados por Watson et al. (1987); Bourne et al. (1989); Orozco (1994) y Vásquez (1995). En la composición se incluye el contenido de almidón el cual, como se puede observar, es el componente mayor del grano, lo que implica su importancia en las características de los productos elaborados a partir de maíz.

### **Contenido de Humedad**

En la Tabla 2, se presentan las humedades obtenidas para los productos del proceso de elaboración de tortilla de maíz. Se puede observar que existen diferencias marcadas en cuanto al contenido de humedad entre dichos productos básicamente por efecto de los tratamientos de cocimiento, molienda y horneado a los cuales fueron sometidos. La mayor absorción de agua durante el proceso ocurre en la etapa de cocimiento y reposo del maíz para la obtención del nixtamal, en el caso de la masa la humedad aumenta ligeramente, debido a la adición de agua durante la molienda y amasado para la obtención de una textura adecuada. En la tortilla la humedad disminuye por efecto del horneado.

El contenido de humedad obtenido para los productos de esta investigación varía muy poco con los reportados en los estudios realizados por Gracia y Silva (1992); Orozco (1994) y Vásquez (1995).

Tabla 1  
Composición Química del Grano de Maíz.

| Determinación                    | Composición<br>(%)   |
|----------------------------------|----------------------|
| Proteína                         | 10.08 <sup>1,2</sup> |
| Grasa                            | 4.36                 |
| Cenizas                          | 1.58                 |
| Almidón                          | 74.31                |
| Otros Carbohidratos <sup>3</sup> | 2.12                 |

<sup>1</sup>Los valores son el promedio de tres repeticiones.

<sup>2</sup>Resultados expresados en base seca.

<sup>3</sup>Otros carbohidratos se obtuvieron por diferencia.



Tabla 2  
Contenido de Humedad de los Productos del Proceso  
de la Tortilla de Maíz.

| Producto | Humedad<br>(%)       |
|----------|----------------------|
| Maíz     | 7.55d <sup>1,2</sup> |
| Nixtamal | 53.14b               |
| Masa     | 58.40a               |
| Tortilla | 46.21c               |

<sup>1</sup> Valores promedio de tres repeticiones.

<sup>2</sup> Medias con letras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ )

La pérdida de sólidos totales en el nejayote fue de 4.96%, el cual es un porcentaje menor al reportado por Gracia y Silva (1992) y Vásquez (1995), bajo condiciones similares de proceso. Las diferencias en los resultados obtenidos pudieran deberse a la calidad del grano utilizado como materia prima, ya que grano viejo, dañado por insectos, quebrado, entre otros factores aumentan el porcentaje de pérdida de sólidos durante el proceso de nixtamalización.

### **Determinaciones Físicas de las Tortillas**

En la Tabla 3 se presentan las características físicas de las tortillas obtenidas en la realización de la presente investigación. Se puede observar que no se observó mucha variación en cuanto al peso, espesor y diámetro de las tortillas elaboradas.

Los valores promedios en cuanto a diámetro, peso y espesor obtenidos en el presente estudio son muy semejantes a los reportados por Ramírez (1989); Gracia y Silva (1992) y Vásquez (1995).

### **Contenido de Almidón**

El contenido de almidón para los productos del proceso de la tortilla se muestran en la Tabla 4. No se encontraron diferencias significativas entre el maíz, nixtamal, masa y tortilla, por lo que se puede decir que son mínimas las pérdidas de este componente al pasar de una etapa a otra del proceso. Lo anterior se refleja en el porcentaje tan bajo de almidón presente en el nejayote. Watson *et al.* (1987) y Bourne *et al.* (1989), reportan alrededor de un 75 % de almidón en el grano de maíz, el cual es muy semejante al obtenido en el presente estudio.

Tabla 3  
Valores Obtenidos de las Determinaciones  
Físicas Realizadas a las Tortillas.

| Determinación | Media              | D.S. <sup>2</sup> |
|---------------|--------------------|-------------------|
| Diámetro (cm) | 13.52 <sup>1</sup> | 0.15              |
| Peso (g)      | 25.53              | 2.04              |
| Espesor (mm)  | 1.892              | 1.99              |

<sup>1</sup> Valores promedio de 10 repeticiones.

<sup>2</sup> D.S.= desviación estándar.

Tabla 4  
Contenido de Almidón de los Productos del Proceso  
de la Tortilla de Maíz

| Producto | Contenido de Almidón<br>(%) |
|----------|-----------------------------|
| Maíz     | 74.31a <sup>1,2</sup>       |
| Nixtamal | 75.91a                      |
| Masa     | 75.84a                      |
| Tortilla | 75.56a                      |
| Nejayote | 0.79b                       |

<sup>1</sup>Medias con letras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>2</sup>Valores promedio de tres repeticiones y expresados en base seca.

### **Indice de Absorción de Agua (IAA)**

El análisis de varianza (ANDEVA) demostró que el tipo de producto tuvo un efecto muy significativo ( $p < 0.01$ ) sobre el IAA (Tabla 5). Se obtuvieron diferencias significativas entre maíz, nixtamal, masa y tortilla, incrementándose significativamente el IAA al pasar de una etapa a otra en el proceso (Tabla 6). Lo anterior posiblemente se deba al grado de daño que presenta el almidón en cada etapa. En el maíz el gránulo de almidón está intacto, manteniendo su estructura interna, por lo que la difusión del agua es limitada. En el nixtamal por efecto del cocimiento alcalino, la mayor parte de los gránulos se encuentran dañados, por lo que se da una mayor absorción de agua. En la masa se incrementa el daño del almidón por efecto de la molienda, existen más gránulos gelatinizados y rotos por lo que la absorción es mayor. Por último en la tortilla la mayor parte de los gránulos perdieron su estructura, formando una pasta de material gelatinizado, por lo que la absorción de agua se incrementa. Vásquez (1995), reportó un IAA para masa de 1.97 g agua/g de muestra seca para un tiempo de nixtamalización de 45 minutos. En el presente estudio se obtuvo un IAA para masa mayor, lo cual posiblemente se deba a que se utilizaron muestras liofilizadas o al tipo de maíz. No se tienen reportes en cuanto al IAA para otros productos del proceso.

### **Indice de Material Soluble (IMS)**

El ANDEVA demostró que hubo un efecto muy significativo en el IMS debido al tipo de producto (Tabla 5). El maíz presentó el porcentaje más alto de IMS, disminuyendo notablemente en el nixtamal, registrándose un aumento significativo para masa y tortilla con respecto al nixtamal, sin encontrarse diferencias entre estos productos (Tabla 7). El alto porcentaje de IMS en maíz, posiblemente se deba a que el grano de maíz se encuentra intacto, no ha sufrido

Tabla 5

Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, del Contenido de Amilosa, AR, IAA e IMS de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.

| Fuente de Variación | GL | Amilosa              | AR <sup>1</sup>    | IAA <sup>2</sup> | IMS <sup>3</sup> |
|---------------------|----|----------------------|--------------------|------------------|------------------|
| Bloque              | 1  | 1.11NS <sup>4</sup>  | 0.18* <sup>5</sup> | 0.004NS          | 0.04NS           |
| Producto            | 3  | 35.91** <sup>6</sup> | 2.65**             | 4.35**           | 28.93**          |
| Error               | 19 | 1.77                 | 0.02               | 0.01             | 0.06             |

<sup>1</sup>AR= Almidón Resistente.

<sup>2</sup>IAA= Índice de Absorción de Agua.

<sup>3</sup>IMS= Índice de Material Soluble.

<sup>4</sup>NS = No Significativo a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>5</sup>\* Significativo a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>6</sup>\*\* Significativo a un nivel de 0.01 ( $p < 0.01$ ).

Tabla 6  
 Índice de Absorción de Agua (IAA) de los Productos  
 del Proceso de la Tortilla de Maíz.

| Producto | IAA<br>(g agua/g de muestra seca) |
|----------|-----------------------------------|
| Maíz     | 1.60d <sup>1,2</sup>              |
| Nixtamal | 2.31c                             |
| Masa     | 2.69b                             |
| Tortilla | 3.68a                             |

<sup>1</sup>Medias con letras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>2</sup>Valores promedio de tres repeticiones y expresados en base seca.

Tabla 7  
 Índice de Material Soluble (IMS) de los Productos  
 del Proceso de la Tortilla de Maíz .

| Producto | IMS<br>(%)           |
|----------|----------------------|
| Maíz     | 7.70a <sup>1,2</sup> |
| Nixtamal | 2.64c                |
| Masa     | 3.84b                |
| Tortilla | 3.93b                |

<sup>1</sup>Medias con letras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>2</sup>Valores promedio de tres repeticiones y expresados en base seca.



alguna modificación por efecto de tratamientos, por lo que contiene una mayor cantidad de compuestos solubles, lo anterior también pudiera deberse al efecto de la molienda del grano para este análisis. En cambio en el caso del nixtamal, masa y tortilla, éstos se han sometido a tratamientos donde posiblemente se ha lixiviado gran parte del material soluble o se han modificado las propiedades de solubilidad de otros compuestos.

Por otro lado, en la Tabla 7 se puede observar un aumento gradual en el IMS para las muestras de nixtamal, masa y tortilla. El comportamiento anterior posiblemente se deba a que los tratamientos de cocimiento, molienda y horneado van causando un daño posterior en el almidón, lo que trae como consecuencia una mayor solubilidad de compuestos.

### **Viscosidad Amilográfica**

En la Tabla 8 se puede observar que el tipo de producto tuvo un efecto muy significativo sobre la temperatura de pico máximo de viscosidad ( $T_{pico}$ ), pero no para la temperatura a la cual empieza a aumentar la viscosidad ( $T_{inicio}$ ). La temperatura de pico se incrementó para nixtamal, masa y tortilla con respecto a la  $T_{pico}$  para maíz (Tabla 9).

El ANDEVA mostró que el tipo de producto afectó muy significativamente a las diferentes viscosidades obtenidas (Tabla 10). En la Fig. 3 se muestran los cambios en las viscosidades amilográficas obtenidas para cada producto del proceso de la tortilla. Se puede observar un aumento gradual significativo en la viscosidad al pasar de maíz a la etapa de obtención de nixtamal y masa, disminuyendo en gran medida en la última etapa del proceso para la obtención de la tortilla.

Tabla 8

Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de la Temperatura de Inicio y de Pico Máximo de Viscosidad de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.

| Fuente de Variación | GL | Tinicio <sup>1</sup> | Tpico <sup>2</sup> |
|---------------------|----|----------------------|--------------------|
| Bloque              | 1  | 2.48NS <sup>3</sup>  | 4.31* <sup>4</sup> |
| Producto            | 3  | 12.39NS              | 108** <sup>5</sup> |
| Error               | 11 | 3.47                 | 0.74               |

<sup>1</sup> Tinicio= Temperatura a la cual empieza a aumentar la viscosidad.

<sup>2</sup> Tpico= Temperatura del pico máximo de viscosidad.

<sup>3</sup> NS = No Significativo a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>4</sup> \* Significativo a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>5</sup> \*\* Significativo a un nivel de 0.01 ( $p < 0.01$ ).

Tabla 9  
 Temperatura de Inicio y de Pico Máximo de Viscosidad  
 de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.

| Producto | Tinicio <sup>1</sup> | Tpico <sup>2</sup> |
|----------|----------------------|--------------------|
| Maíz     | 75.1ba <sup>3</sup>  | 85.2c              |
| Nixtamal | 76.7a                | 95.1a              |
| Masa     | 72.5b                | 87.5b              |
| Tortilla | 75.1ba               | 95.8a              |

<sup>1</sup> Tinicio= Temperatura a la cual empieza a aumentar la viscosidad.

<sup>2</sup> Tpico= Temperatura de pico máximo de viscosidad..

<sup>3</sup> Dentro de una columna medias con letras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

Tabla 10  
Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de las Viscosidades  
Amilográficas de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.

| Fuente de Variación | GL | Vpico <sup>1</sup>      | V95°C <sup>2</sup>      | VIH95°C <sup>3</sup>                 | V50°C <sup>4</sup>      | V30'50°C <sup>5</sup>   |
|---------------------|----|-------------------------|-------------------------|--------------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Bloque              | 1  | 126NS <sup>6</sup>      | 1.56NS                  | 900NS                                | 1.21X10 <sup>4</sup> NS | 3.42X10 <sup>4</sup> NS |
| Producto            | 3  | 1.14X10 <sup>5</sup> ** | 1.19X10 <sup>5</sup> ** | 1.95X10 <sup>6</sup> ** <sup>7</sup> | 1.95X10 <sup>6</sup> ** | 2.46X10 <sup>6</sup> ** |
| Error               | 11 | 410                     | 894                     | 5.11X10 <sup>4</sup>                 | 5.11X10 <sup>4</sup>    | 2.34X10 <sup>4</sup>    |

<sup>1</sup> Vpico= Viscosidad del pico máximo.

<sup>2</sup> V95°C= Viscosidad a los 95°C.

<sup>3</sup> VIH95°C= Viscosidad obtenida después 1 hora de mantenimiento a 95°C.

<sup>4</sup> V50°C= Viscosidad durante el enfriamiento a 50°C.

<sup>5</sup> V30'50°C= Viscosidad después de 30' en mantenimiento a 50°C.

<sup>6</sup> NS = No Significativo a un nivel de 0.05 (p<0.05).

<sup>7</sup> \*\* Significativo a un nivel de 0.01 (p<0.01).

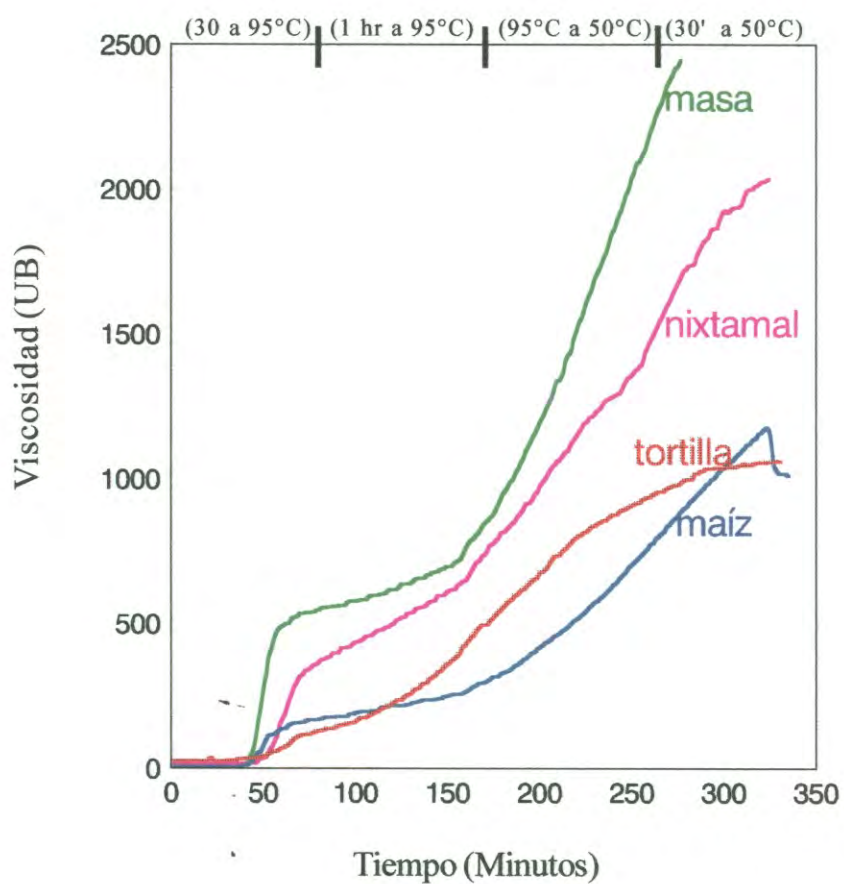


Figura 3. Viscosidades Amilográficas de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.

Mistry y Eckhoff (1992), reportaron que la viscosidad de almidones de maíz tratados con NaOH, se incrementó durante el mantenimiento a 95°C y los subsecuentes ciclos de enfriamiento (amilógrafo) en comparación con la harina de maíz, lo anterior lo atribuyeron a la presencia de los cationes de sodio, los cuales aumentan las fuerzas de unión dentro del gránulo, manteniéndolos intactos un tiempo mayor antes de su fragmentación, dando como resultado una mayor viscosidad.

Recientemente Briant y Hamaker (1997), encontraron que el tratamiento de la harina de maíz con diversas concentraciones de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , produce un efecto de aumento en las viscosidades obtenidas en el amilógrafo, lo anterior debido a la interacción de los iones calcio con las moléculas de almidón, dándose una disminución de la capacidad de absorber agua, aumentando su rigidez.

En base a lo anterior, el comportamiento obtenido en el presente estudio, podría deberse a que en el maíz la mayor parte de los gránulos de almidón se encuentran en su estado nativo, contenidos dentro de la célula, los cuales absorben agua y se hinchan, dándose rápidamente la gelatinización y la pérdida de la estructura del gránulo, obteniéndose viscosidades bajas. Por otro lado, en el caso del nixtamal y la masa por efecto del cocimiento alcalino, se incluye al calcio en el sistema el cual posiblemente interacciona con el almidón, lo cual podría impartir una mayor fuerza o rigidez a la estructura del gránulo, retardándose en cierta medida el rompimiento de los mismos, obteniéndose viscosidades altas durante la gelatinización, y tal vez durante el enfriamiento del gel formado se promueve una mayor retrogradación. En el caso de la tortilla por el efecto del horneado (altas temperaturas y corto tiempo

de residencia) la mayor parte del almidón se encuentra dañado, prácticamente no existen gránulos de almidón que puedan gelatinizar, obteniéndose viscosidades bajas.

Orozco (1995), determinó la viscosidad para los productos obtenidos del proceso tradicional para la elaboración de tortilla de maíz. Las temperaturas de inicio y de pico fueron menores que las obtenidas en el presente estudio. En el caso de las viscosidades se observó un comportamiento similar, un aumento en la viscosidad en nixtamal y masa respecto al maíz, disminuyendo drásticamente en tortilla. Sin embargo en el presente estudio se obtuvieron viscosidades mayores en las etapas finales.

### **Microscopía de Almidones**

En la Fig. 4 se muestra la observación microscópica bajo luz normal y luz polarizada de los productos del proceso suspendidos en glicerol/agua, se puede observar que los gránulos de almidón de maíz son de formas irregulares y de tamaño mediano. En el maíz la mayoría de los gránulos de almidón presentaron birrefringencia (cruz de malta) bajo luz polarizada. En el caso del nixtamal y la masa los gránulos de almidón presentaban una cruz de malta difusa, además se observaban grupos de gránulos aglomerados. Por último, en la tortilla se perdió casi la totalidad de la birrefringencia, no se observaron gránulos de almidón definidos, aunque se encontraron algunos gránulos de almidón que aun exhibían birrefringencia. La birrefringencia está dada por la conformación estructural de las moléculas de almidón, la pérdida de la misma es una medida del grado de daño o gelatinización de los gránulos, durante el proceso de la tortilla de maíz a medida que se pasó de una etapa a otra en el proceso se incrementó el daño en el almidón.

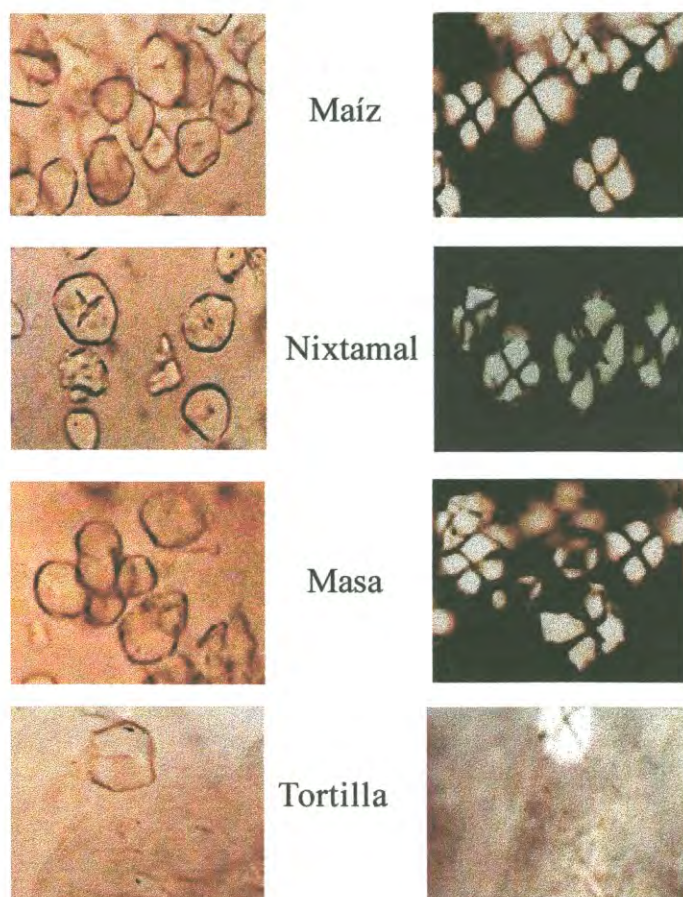


Figura 4. Observación Microscópica de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz, Suspendidos en Glicerol/Agua, bajo Luz Normal (Izquierda) y Luz Polarizada (Derecha).



Para los productos teñidos con rojo congo se observó que en el maíz, nixtamal y masa, la mayor parte de los gránulos presentaron la cruz de malta, pero algunos gránulos se colorearon de rojo, en el caso de la tortilla toda la muestra se tornó de un color rojo, pero aun se observaban gránulos que presentaban birrefringencia. La tinción de los gránulos de almidón con rojo congo indica el grado de daño del mismo, ya que gránulos intactos no se tiñen.

De acuerdo a las observaciones microscópicas realizadas se puede decir que la etapa de horneado de la tortilla fue la que causó el mayor daño en los gránulos de almidón. Lo anterior coincide con los estudios realizados por Gómez *et al.* (1989 y 1992).

### Difracción de Rayos X

#### Productos del Proceso

En la Fig. 5 se muestran los patrones de difracción de rayos X para las muestras obtenidas del proceso de la tortilla de maíz. Las muestras de maíz, nixtamal y masa, presentaron cinco picos característicos que corresponden a valores de espaciado interplanar de 5.86, 5.19, 4.90, 4.46 y 3.87 Å, respectivamente; los cuales son semejantes a los picos reportados para almidón nativo con valores “d” 5.95, 5.39, 5.2, 4.7 y 3.9 Å (Sandeep and Milford, 1994), clasificado como el patrón de cristalinidad tipo A para cereales (Zobel, 1988). Lo anterior pudiera indicar que fueron mínimos los cambios en la cristalinidad durante los tratamientos de cocimiento alcalino, reposo y molienda a los que se somete el maíz para la obtención de la masa. Sin embargo, durante el horneado de la tortilla se observó una pérdida drástica de la cristalinidad nativa, ya que se observaron solamente dos picos que corresponden a valores “d” 5.15 y 4.49 Å.

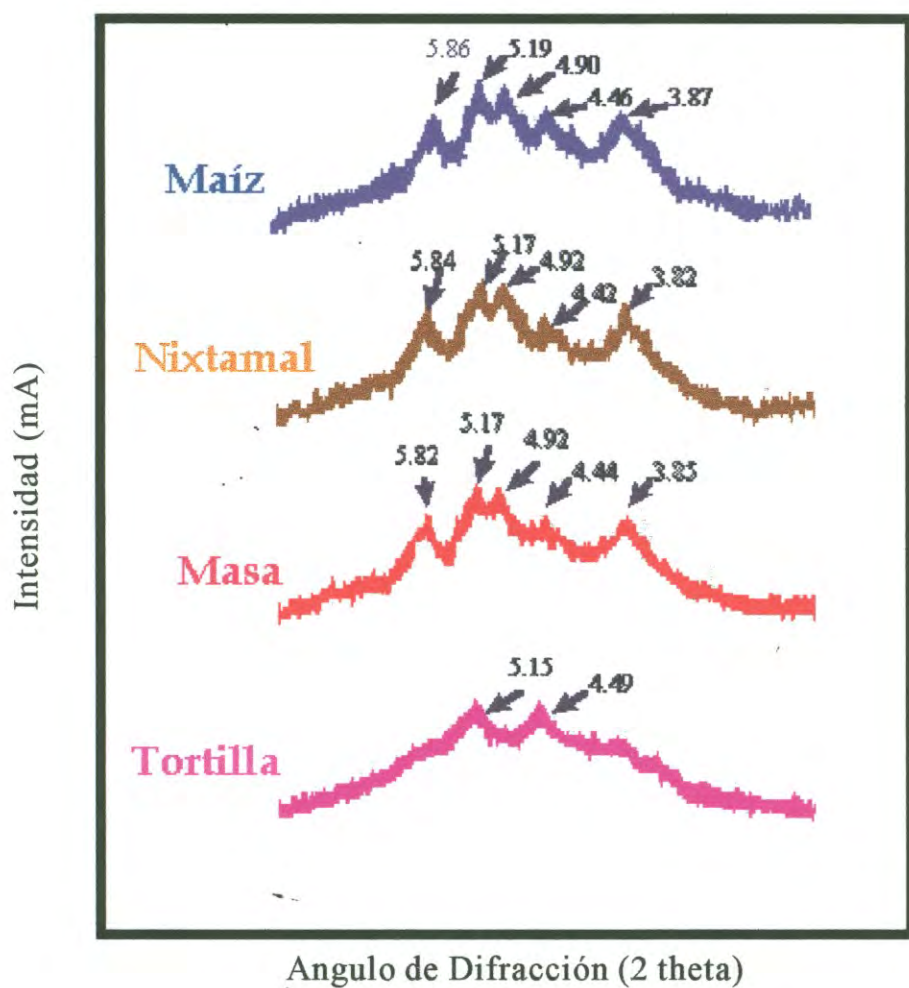


Figura 5. Difractogramas de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz

## Tortillas Almacenadas

En la Fig. 6 se muestran los patrones de difracción de rayos X para las tortillas almacenadas 2 horas (ambiente) y 72 horas (refrigeración), mostrando el valor interplanar “d” para cada pico. Se observó un ligero aumento en las intensidades de pico para la tortilla con 72 horas, lo cual pudiera indicar un aumento en la cristalinidad por efecto del ordenamiento de las cadenas de amilosa y amilopectina durante el almacenamiento.

Dragsdorf y Varriano-Marston (1980), quienes han utilizado difracción de rayos X para estudiar la retrogradación del almidón en miga de pan, reportaron un aumento en la cristalinidad del almidón durante el periodo de almacenamiento. Los patrones de difracción obtenidos para miga de pan con 1 y 7 días de almacenamiento, presentaron patrones de difracción muy semejantes a los obtenidos para las muestras de tortillas (2 horas y 72 horas) analizadas en esta investigación.

Por otro lado, Ward *et al.* (1994), reportó que el almidón de maíz presenta una mayor cristalinidad que el almidón de trigo, lo cual implica que el almidón de maíz desarrolla más cristalinidad durante el almacenamiento. De acuerdo a lo anterior se pudiera pensar que la tortilla a las 2 horas ya había retrogradado, por lo que no se pudo visualizar el patrón de difracción inicial (sin retrogradar). Al parecer la retrogradación de las moléculas de almidón presentes en la tortillas de maíz implican una cristalización de la amilopectina y una agregación de la amilosa.



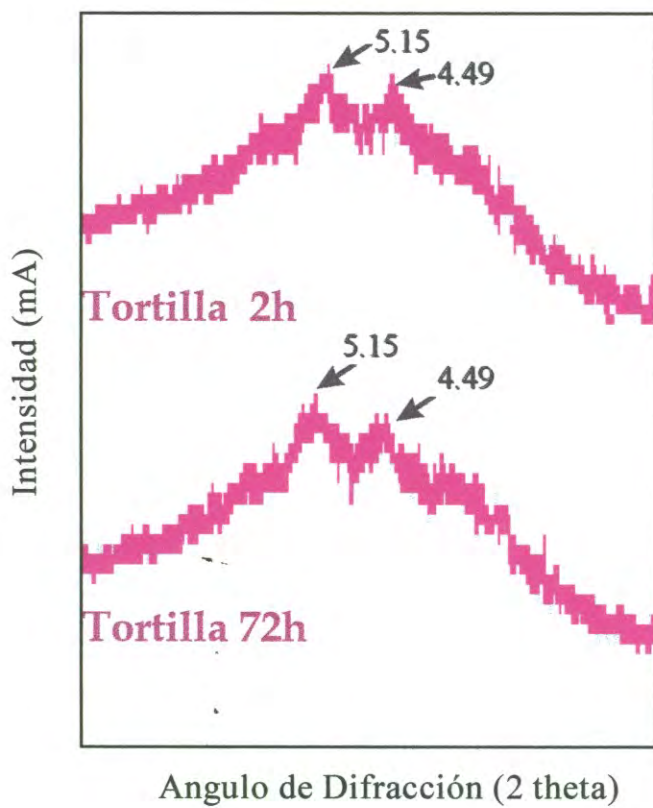


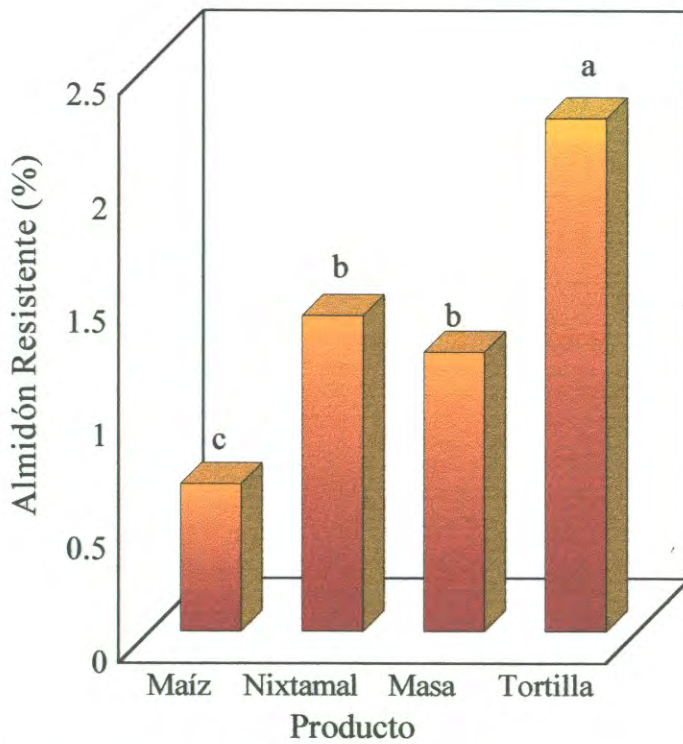
Figura 6. Difractogramas de las Tortillas de Maíz Almacenadas.

## Almidón Resistente (AR)

### Productos del Proceso

El ANDEVA realizado a los resultados obtenidos del contenido de AR mostró diferencias muy significativas entre el tipo de producto durante el proceso (Tabla 5). El AR aumentó significativamente al pasar de una etapa a otra en el proceso (Fig. 7), el maíz presentó el valor menor de AR, obteniéndose un aumento significativo ( $p < 0.05$ ) para las muestras de nixtamal y masa sin presentar diferencias significativas entre ellos, registrándose un incremento mayor para la tortilla. Los resultados anteriores podrían explicarse en base a los tratamientos de cocimiento, molienda y horneado que va sufriendo el maíz durante su procesamiento, los cuales favorecen las interacciones del almidón con los demás componentes del sistema promoviendo la formación de AR. Existen evidencias de que factores tales como el grado de molienda, calentamiento y secado afectan el contenido de almidón resistente en los alimentos (Saura-Calixto *et al.*, 1993). Al parecer se observó aumento gradual en el contenido de AR al pasar de una etapa a otra en el proceso por efecto de los tratamientos aplicados.

Biliaderis (1992), reportó que durante el procesamiento térmico de alimentos donde el componente mayoritario es el almidón, se da la formación de AR que está relacionado con la retrogradación de amilosa, y esto involucra la formación de estructuras ordenadas de doble hélice (térmicamente reversibles a temperaturas mayores de  $120^{\circ}\text{C}$ ).



Letras iguales no presentan diferencias significativas a una  $p < 0.05$ .

Figura 7. Contenido de Almidón Resistente de los Productos del Proceso de la Tortilla de Maíz.

## **Tortillas Almacenadas**

El tiempo de almacenamiento mostró un efecto muy significativo ( $p < 0.01$ ) sobre el contenido de AR para las tortillas almacenadas (Tabla 11). La tortilla control (2 horas) fue la que presentó el valor menor de AR, registrándose un aumento significativo a las 24 horas, permaneciendo constante para las 48 y 72 horas (Fig. 8). Se pudiera considerar que el aumento en el contenido de AR durante el almacenamiento se debe a la retrogradación de la amilosa, obteniéndose el mayor aumento en las primeras horas de almacenamiento.

## **Contenido de Amilosa**

### **Productos del Proceso**

El análisis de varianza realizado para el contenido de amilosa durante el proceso mostró que el tipo de producto afectó muy significativamente a este factor (Tabla 5). El maíz presentó un valor normal de amilosa de acuerdo a lo reportado en la bibliografía, obteniéndose un ligero aumento en el nixtamal (Tabla 12), que puede deberse a la pérdida de componentes como la cascarilla incrementando proporcionalmente el porcentaje de amilosa. En la tortilla el contenido de amilosa disminuyó significativamente, lo cual probablemente se deba a la degradación o interacción de la amilosa con los demás componentes del sistema por efecto del horneado.

### **Tortillas Almacenadas**

La interacción tiempo/temperatura durante el almacenamiento afectó muy significativamente el contenido de amilosa de las tortillas (Tabla 11). En la Fig. 9 se puede apreciar que a temperatura ambiente se observó una disminución significativa en el contenido de amilosa a las 24 horas,

Tabla 11  
Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de la Amilosa y  
AR de las Tortillas de Maíz Almacenadas.

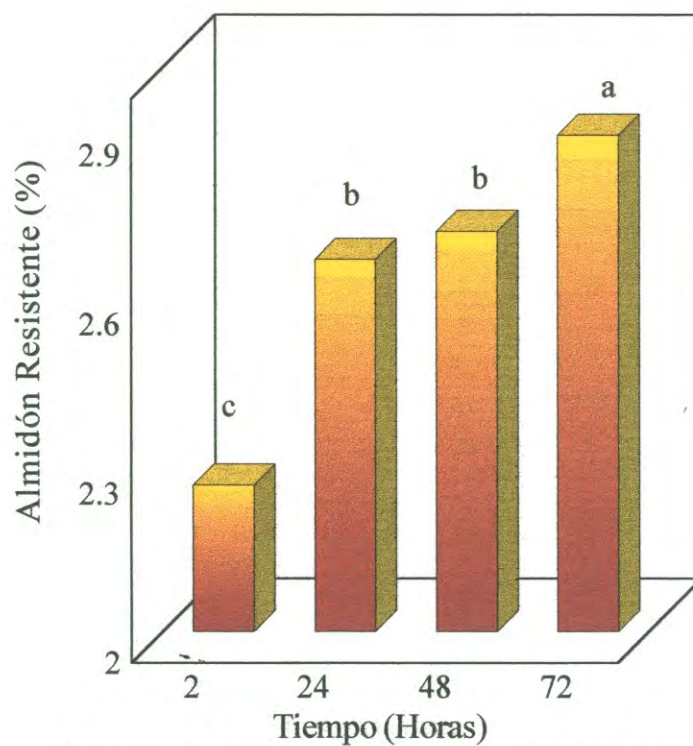
| Fuente de Variación | GL | Amilosa | AR <sup>1</sup>     |
|---------------------|----|---------|---------------------|
| Bloque (Bl)         | 1  | 10.65** | 0.01NS <sup>2</sup> |
| Tiempo (Ti)         | 3  | 15.06** | 0.82** <sup>3</sup> |
| Temperatura (Te)    | 1  | 19.51** | 0.06NS              |
| Ti*Te               | 3  | 7.11**  | 0.03NS              |
| Error               | 39 | 0.94    | 0.08                |

<sup>1</sup> AR= Almidón Resistente.

<sup>2</sup> NS= Significativo a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>3</sup> \*\* Significativo a un nivel de 0.01 ( $p < 0.01$ ).





Letras iguales no presentan diferencias significativas a una  $p < 0.05$ .

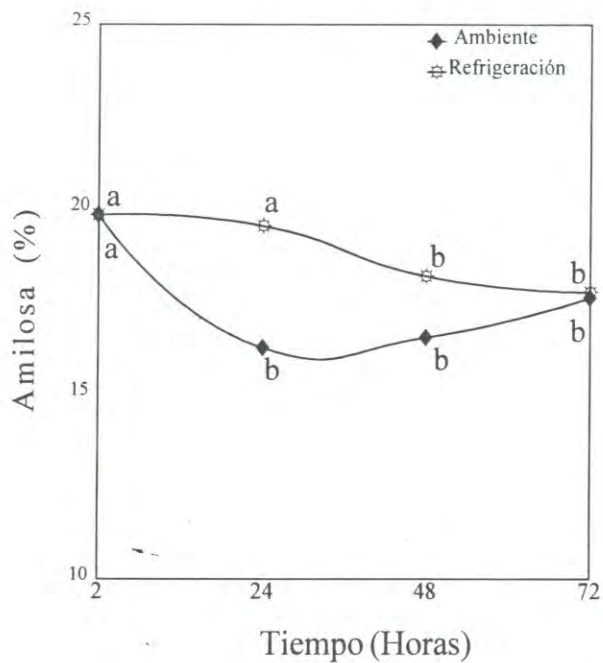
Figura 8. Contenido de Almidón Resistente de las Tortillas de Maíz Almacenadas.

Tabla 12  
Contenido de Amilosa de los Productos del Proceso  
de la Tortilla de Maíz ,

| Producto | Amilosa<br>(%)        |
|----------|-----------------------|
| Maíz     | 22.78b <sup>1,2</sup> |
| Nixtamal | 25.65a                |
| Masa     | 23.97ba               |
| Tortilla | 19.85c                |

<sup>1</sup>Medias con letras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>2</sup>Valores promedio de tres repeticiones y expresados en base seca.



Por línea, letras iguales no presentan diferencias significativas a una  $p < 0.05$ .

Figura 9. Efecto de la Interacción  $Ti * Te$  en el Contenido de Amilosa de las Tortillas de Maíz Almacenadas.

permaneciendo constante a las 48 y 72 horas. Para las tortillas almacenadas en refrigeración se presentó una disminución significativa hasta las 48 horas de almacenamiento permaneciendo constante a las 72 horas. Al parecer la refrigeración (9°C) de las tortillas retardó en cierto grado la disminución del contenido de amilosa durante el almacenamiento.

El efecto de disminución en el contenido de amilosa para las tortillas almacenadas posiblemente se deba a la retrogradación de la misma, lo cual trae como consecuencia una disminución en la capacidad de formar complejos coloridos con el yodo (Williams *et al.*, 1970).

### Análisis Térmico

#### Productos del Proceso

De acuerdo al ANDEVA realizado a las propiedades térmicas de los productos del proceso de la tortilla de maíz, el tipo de producto afectó significativamente ( $p < 0.05$ ) la temperatura de inicio ( $T_o$ ), temperatura de pico ( $T_p$ ) y entalpías ( $H$ ) de los termogramas realizados (Tabla 13).

En la Tabla 14 se puede observar que la  $T_o$  y  $T_p$  para las muestras de tortilla y maíz presentaron los valores menores, obteniéndose temperaturas mayores para las muestras de nixtamal y masa. Esta tendencia posiblemente se deba a que durante el periodo del reposo del grano cocido (nixtamal), se dio el perfeccionamiento de los cristales, lo que causó un aumento en la  $T_p$  y  $T_o$ ; este fenómeno se conoce como "annealing", el cual se presenta cuando se calienta el almidón en exceso de agua a temperaturas menores que las de gelatinización y un posterior periodo de incubación (Krueger *et al.*, 1987 y Jacobs *et al.*, 1995). Otro factor que pudo haber influido en el comportamiento anterior es la presencia del calcio en el sistema, ya que

Tabla 13  
Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de las Propiedades  
Térmicas Obtenidas por CBD de los Productos  
del Proceso de la Tortilla de Maíz.

| Fuente de Variación | GL | To <sup>1</sup> | Tp <sup>2</sup> | H <sup>3</sup>       |
|---------------------|----|-----------------|-----------------|----------------------|
| Bloque              | 1  | 402**           | 330**           | 0.015NS <sup>4</sup> |
| Tipo de Producto    | 3  | 377**           | 362**           | 19.03** <sup>5</sup> |
| Error               | 11 | 8.50            | 8.69            | 1.42                 |

<sup>1</sup> To= Tangente del Vértice del Pico.

<sup>2</sup> T<sub>pico</sub>= Temperatura de Transición.

<sup>3</sup> H= Entalpía.

<sup>4</sup> NS = No Significativo a un Nivel de 0.05 (p<0.05).

<sup>5</sup> \*\* Significativo a un Nivel de 0.01 (p<0.01).

Tabla 14  
 Propiedades Térmicas Obtenidas por CBD de los Productos  
 del Proceso de la Tortilla de Maíz.

| Producto | To <sup>1</sup><br>(°C) | Tp <sup>2</sup><br>(°C) | H <sup>3</sup><br>(J/g) |
|----------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Maíz     | 65.65b                  | 73.59b <sup>4</sup>     | 6.72a                   |
| Nixtamal | 75.78a                  | 82.95a                  | 6.27a                   |
| Masa     | 73.81a                  | 80.12a                  | 5.97a                   |
| Tortilla | 54.41c                  | 61.53c                  | 2.00b                   |

<sup>1</sup>To=Tangente del vértice del pico.

<sup>2</sup>Tp=Temperatura de Transición.

<sup>3</sup>H=Entalpía.

<sup>4</sup>Dentro de una columna, medias con letras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 (p<0.05).

existen reportes de que a valores de pH altos se promueve la ionización de los grupos OH del almidón, provocando la interacción con los cationes del calcio, lo cual retarda la gelatinización (Briant and Hamaker, 1997). Aunque las entalpías obtenidas para el maíz, nixtamal y masa no presentaron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ), se observó una disminución gradual al pasar de una etapa a otra del proceso, lo cual se podría explicar en base a que los tratamientos de cocimiento alcalino y molienda ya habían gelatinizado en cierto grado al almidón; en el caso de la tortilla la entalpía fue menor. La similitud en cuanto a entalpías para el maíz, nixtamal y masa corroboran que durante la nixtamalización del maíz para la obtención de la masa, la gelatinización del almidón es mínima.

En el caso de la tortilla la mayor parte del almidón ya gelatinizó, por lo que se podría pensar que la transición (entalpía baja) obtenida se deba a la disociación de la amilopectina retrogradada durante el enfriamiento.

### **Tortillas Almacenadas**

En la Tabla 15 se puede observar que el tiempo de almacenamiento no tuvo efectos significativos sobre la  $T_o$ , en cambio para la  $T_p$  si se encontraron diferencias muy significativas ( $p < 0.01$ ). En la Tabla 16 se puede observar que el valor de  $T_p$  para la tortilla a las 2 horas presentó el valor menor, aumentando significativamente a las 24 horas, y permaneciendo constante a las 48 y 72 horas. En cuanto a las entalpías obtenidas se observó un aumento significativo a las 24 horas, permaneciendo constante a las 48 horas de almacenamiento, obteniéndose un aumento determinante a las 72 horas. Chinnaswamy *et al.* (1989), ha reportado que la transición de disociación para el almidón retrogradado se da a los  $54^\circ\text{C}$ , presentándose antes que el pico de gelatinización.

Tabla 15  
Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de las Propiedades  
Térmicas Obtenidas por CBD de las Tortillas  
de Maíz Almacenadas.

| Fuente de Variación | GL | To <sup>1</sup>      | Tp <sup>2</sup>      | H <sup>3</sup>     |
|---------------------|----|----------------------|----------------------|--------------------|
| Bloque (Bl)         | 1  | 13.40NS <sup>4</sup> | 13.06** <sup>6</sup> | 0.48NS             |
| Tiempo (Ti)         | 3  | 8.32NS               | 11.59**              | 2.32* <sup>5</sup> |
| Temperatura (Te)    | 1  | 46.24*               | 136**                | 0.01NS             |
| Ti*Te               | 3  | 6.07NS               | 16.14**              | 0.29NS             |
| Error               | 23 | 178                  | 0.85                 | 0.51               |

<sup>1</sup>To = Tangente del Vértice del Pico.

<sup>2</sup>Tp= Temperatura de Transición.

<sup>3</sup>H=Entalpía.

<sup>4</sup>NS = No Significativo a un Nivel de 0.05 (p<0.05).

<sup>5</sup>\* Significativo a un nivel de 0.05 (p<0.05).

<sup>6</sup>\*\* Significativo a un Nivel de 0.01 (p<0.01).



Tabla 16  
Propiedades Térmicas Obtenidas por CBD de las Tortillas  
de Maíz Almacenadas.

| Tiempo<br>(Horas) | To <sup>1</sup><br>(°C) | Tp <sup>2</sup><br>(°C) | H <sup>3</sup><br>(J/g) |
|-------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 2                 | 54.41a <sup>4</sup>     | 61.95b                  | 2.00b                   |
| 24                | 53.60a                  | 63.56a                  | 2.78ba                  |
| 48                | 55.73a                  | 64.16a                  | 2.87ba                  |
| 72                | 55.63a                  | 64.74a                  | 3.30a                   |

<sup>1</sup>To=Tangente del vértice del pico.

<sup>2</sup>Tp=Temperatura de Transición.

<sup>3</sup>H=Entalpía.

<sup>4</sup>Dentro de una columna, medias con lestras iguales no son significativas a un nivel de 0.05 (p<0.05).

Por otro lado, Biliaderis (1992) reportó que la transición endotérmica para la retrogradación de las cadenas cortas de amilopectina se dan en un rango de temperatura de 45-60°C. Tomando como base el aumento que se dio en las entalpías por efecto del almacenamiento, y el rango de temperaturas de 45-64°C para la transición obtenida en la tortilla, se podría pensar que se debe a la disociación de la amilopectina retrogradada.

### **Firmeza de la Tortilla**

En la Tabla 17 se puede observar que el tiempo de almacenamiento tuvo un efecto muy significativo ( $p < 0.01$ ) sobre el esfuerzo máximo requerido para romper las tortillas.

En la Fig. 10 se puede observar que la tortilla recién elaborada obtuvo la menor dureza, registrándose un aumento a las 24 horas, sin mostrar un aumento significativo a las 48 y 72 horas. Posiblemente el aumento de la firmeza de la tortilla en las 24 horas iniciales del almacenamiento se deba a la retrogradación de las moléculas de almidón. Además se observó que a partir de las 48 horas los valores de dureza disminuyeron, debido a que las tortillas almacenadas a temperatura ambiente después de las 48 horas se empezaron a deteriorar; en cambio en refrigeración algunas tortillas se humedecieron, presentándose un ligero ablandamiento en los dos casos.

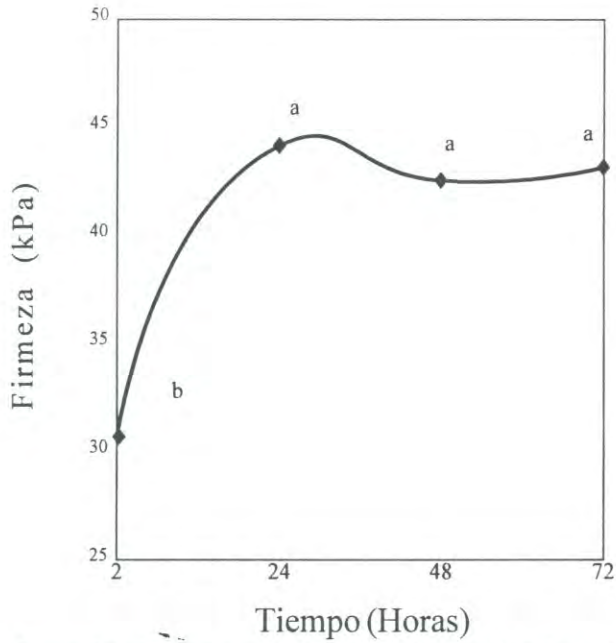
De acuerdo a estudios realizados por Ramírez (1989), Gracia y Silva (1992) y por Vásquez (1995), sobre el efecto del tiempo de almacenamiento en la firmeza de la tortilla, se presentó un comportamiento similar en el estudio actual, observándose que el aumento mayor en cuanto a firmeza se da en las primeras 24 horas de almacenamiento.

Tabla 17  
 Análisis de Varianza, Cuadrados Medios, de la Firmeza  
 de las Tortillas de Maíz Almacenadas.

| Fuente de Variación | GL | Firmeza            |
|---------------------|----|--------------------|
| Bloque (Bl)         | 1  | 845** <sup>2</sup> |
| Tiempo (Ti)         | 3  | 805**              |
| Temperatura (Te)    | 1  | 91NS <sup>1</sup>  |
| Ti*Te               | 3  | 17NS               |
| Error               | 71 | 34                 |

<sup>1</sup> NS =No Significativo a un nivel de 0.05 ( $p < 0.05$ ).

<sup>2</sup> \*\* Significativo a un nivel de 0.01 ( $p < 0.01$ ).



Letras iguales no presentan diferencias significativas a una  $p < 0.05$ .

Figura 10. Efecto del Tiempo de Almacenamiento sobre la Firmeza de la Tortilla de Maíz.

### **Implicaciones del Presente Estudio**

Durante el proceso de la tortilla de maíz el almidón sufre cambios estructurales y fisicoquímicos que influyen en las características del producto final.

Los tratamientos de cocimiento alcalino, reposo y molienda para la obtención de la masa, no son suficientes para causar una modificación drástica en el almidón. La mayoría de los gránulos de almidón permanecen intactos y aun presentan la cruz de malta, las alteraciones que sufren son de absorción de agua, hinchamiento limitado, aglomeramiento de gránulos, formación de AR, aumento en la solubilidad y viscosidad de los productos.

Durante el horneado de la tortilla el almidón gelatinizó, lo cual se evidenció por rompimiento de los gránulos de almidón, pérdida casi total de la birrefringencia y pérdida de la cristalinidad nativa, obteniéndose una pasta donde todos los componentes interactúan entre sí, impartiendo las características texturales a la tortilla.

Durante el almacenamiento de la tortilla de maíz se dió la retrogradación de amilosa y amilopectina, lo cual probablemente está relacionado con el rápido endurecimiento de la tortilla, lo anterior se reflejó en el aumento de la firmeza, AR y entalpías, disminución de la capacidad para formar el complejo colorido con yodo y los patrones de difracción de rayos X que corresponden al del almidón retrogradado.

En cuanto a las temperaturas de almacenamiento, no se presentaron diferencias significativas para las determinaciones de Firmeza, AR, Entalpías. Por otra parte para el contenido de amilosa se observó un efecto significativo para la interacción  $T_i * T_e$ , retardándose la disminución de la amilosa durante el almacenamiento en refrigeración.

No se presentaron cambios marcados en la cristalinidad para el caso de las muestras de maíz, nixtamal y masa, presentándose en los tres casos el patrón tipo A para cereales; sin embargo, en el caso de la tortilla hubo una pérdida drástica de la cristalinidad nativa.

De acuerdo a los patrones de difracción obtenidos para las tortillas almacenadas (2 horas y 72 horas), al parecer se da una cristalización durante la retrogradación de las moléculas de almidón.

## CONCLUSIONES

El proceso de nixtamalización del maíz para la obtención de la masa, causó una gelatinización limitada del almidón, lo anterior reflejado en los picos de gelatinización (65-85°C) obtenidos por calorimetría, la alta birrefringencia observada y por la semejanza de los patrones de difracción de rayos X.

La etapa de horneado de la tortilla fue la que causó una gelatinización casi total del almidón, lo cual se evidenció debido al aumento en el IAA e IMS, la pérdida casi total de la birrefringencia, pérdida de la cristalinidad nativa, viscosidades tan bajas obtenidas y la ausencia de pico debido a la gelatinización en los termogramas.

Los tratamientos de cocimiento, molienda y horneado a los que se somete el maíz para la producción de tortilla aumentaron el contenido de AR, y disminuyeron el contenido de amilosa en el producto final.

Durante el almacenamiento de la tortilla el AR, T<sub>pico</sub> (CBD) y la firmeza de la tortilla presentaron un comportamiento semejante, es decir, un aumento significativo en las etapas iniciales de almacenamiento, lo cual podría estar relacionado con las asociaciones que se presentan entre las moléculas del almidón.

La calorimetría de barrido diferencial mostró una endoterma en un rango de temperatura de 54-64°C para las tortillas almacenadas, la cual podría deberse a la disociación de la amilopectina retrogradada, obteniéndose un aumento durante el tiempo de almacenamiento.

El contenido de AR aumentó durante el tiempo de almacenamiento de las tortillas, lo cual podría evidenciar la retrogradación de las cadenas de amilosa, lo que se podría corroborar con la disminución en la capacidad para formar el complejo colorido con yodo (% amilosa).

Las moléculas de amilosa y amilopectina al parecer cristalizan durante la retrogradación, lo anterior se evidenció con el aumento en la intensidad de los picos obtenidos por difracción de rayos X durante el almacenamiento.

El almacenamiento en refrigeración (9°C) conservó las características organolépticas de las tortillas, en cambio en el caso del almacenamiento en ambiente a las 48 horas las tortillas presentaron signos de deterioración.

La transición endotérmica para la disociación de la amilosa retrogradada (aproximadamente a 155°C) no pudo detectarse por calorimetría de barrido diferencial, posiblemente debido a varios factores, uno de ellos pudiera ser el método utilizado, los porcentajes tan bajos de AR presentes en el producto, la complejidad intrínseca que representa el trabajar por CBD con alimentos.

En general, la información básica generada sobre los cambios en el almidón durante el proceso de la tortilla de maíz, puede ser de mucha ayuda para tratar de mejorar el proceso de la tortilla de maíz, así como su vida de anaquel. Como el tratamiento de horneado fue el que causó el mayor daño en el almidón, se podrían hacer cambios en cuanto a temperaturas y tiempos de residencia, procurando dañar en menor medida al almidón, aunado a unas características texturales y organolépticas aceptables.



La gelatinización que se dio durante el horneado, expone a las cadenas de almidón, las cuales al asociarse causan la retrogradación y por lo tanto un rápido endurecimiento de la tortilla. Otra alternativa podría ser la inclusión de aditivos que se acomplejen a las cadenas libres de amilosa y amilopectina para que retarden la retrogradación.

## RECOMENDACIONES

Realizar estudios donde se utilicen diferentes temperaturas de refrigeración y tiempos de almacenamiento mayores, realizándose muestreos a intervalos cortos, para poder observar comportamientos determinantes en cuanto a las determinaciones de AR, Amilosa, CBD y difracción de rayos X.

Implementar otros métodos de cocimiento u horneado de la tortilla, que sean más leves para que no dañen tanto al almidón, manteniendo las características organolépticas y texturales de la tortilla.

Realizar pruebas en el CBD para detectar la transición endotérmica para el AR, y así poder monitorear la retrogradación de la amilosa utilizando esta técnica.

Estudiar el efecto del calcio durante el proceso de elaboración de las tortillas de maíz, el grado de absorción en cada etapa del proceso, como interactúa con componentes del sistema y que características o propiedades imparte a los productos de maíz nixtamalizado.

## BIBLIOGRAFIA

- A.A.C.C. 1991. **Aproved Methods of the American Association of Cereal Chemistry**. 8th ed. St. Paul Minn. U.S.A.
- Anderson, R.A., Conway, H.F., Pfeiffer, V.F., and Griffin, E.L. J.R. 1969. **Roll and Extrusion-Cooking of Grain Sorghum Grits**. *Cereal Science Today* 14:372-375,381.
- Asp, N.G. 1992. **Resistant Starch**. *European Journal of Clinical Nutrition* 46 (Suppl. 2) S1.
- Biliaderis, C.G. 1992. **Structures and Phase Transitions of Starch in Food Systems**. *Food Technology*. 98-109.
- Biliaderis, C.G., Maurice, T.J., and Vose, J.R. 1980. **Starch Gelatinization Phenomena Studied by Differential Scanning Calorimetry**. *Journal of Food Science*, Vol. 45.
- Bourne, G.H. 1989. **Nutritional Value of Cereal Products, Beans and Starches**. Ed. KARGER. 50:350.
- Bressani, R. 1990. **Chemistry, Technology and Nutritive Value of Maize Tortillas**. *Foods Reviews International* (6):225-264.
- Bressani, R., Paz and Paz, R., and Scrimshaw, N.S. 1958. **Chemical Changes in Corn During Preparation of Tortillas**. *Agricultural and Food Chemistry*. 6:770-773.

- Briant, C.M., and Hamaker, B.R. 1997. **Effect of Lime on Gelatinization of Corn Flour and Starch**. *Cereal Chemistry* 74(2): 171-175.
- Calderón-Chávez, E. y Reyes Herrera, S. 1992. **Efecto del Procesamiento Térmico-Alcalino del Maíz sobre Texturógenos Primarios en el Grano**. *Investigación Científica y Tecnológica en Alimentos*, 1(1).
- Chinachoti, P., Steinberg, M.P. and Villota, R. 1990. **A model for Quantitating Energy and Degree of Starch Gelatinization Based on Water, Sugar and Salt Contents**. *Journal of Food Science*.
- Chinnaswamy, R, Hanna, M.A., and Zobel, H.F. 1989. **Microstructural, Physiochemical, and Macromolecular Changes in Extrusion-Cooked and Retrograded Corn Starch**. *Cereals Foods World*, 34(5).
- Cravioto, R.O. 1945. **Nutritive Value of the Mexican Tortilla**. 102:91-93.
- Dragsdorf, R.D., and Varriano-Marston, E. 1980. **Bread Staling: X ray Diffraction Studies on Bread Supplementen with alfa-Amylases from Different Sources**. *Cereal Chemistry* 57(5): 310-314.
- Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Rebers, P.A., and Smith, F. 1956. **Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances**. *Anal. Chem.* 28:350.
- Elianson, A.C. 1985. **Starch Gelatinization in the Presence of Emulsifier. A Morphological Study of Wheat Starch**. *Starch/Stärke* 37:411.

- Englyst, H.N., and Cummings, J.H. 1985. **Digestion of the Polysaccharides of some Cereal Foods in the Human Small Intestine.** American Journal of Clinical Nutrition 42:778.
- Englyst, H.N., and MacFarlane, G.T. 1986. **Breakdown of Resistant Starch and Readily Digestible Starch by Human gut Bacteria.** Journal Sci. Food Agric. 37:699.
- Figuroa, C.J.D., Martínez, B.F., Gonzáles, H.J., Sánchez, S.F., Martínez, M.J. y Ruíz, T. M. 1994. **Modernización Tecnológica del Proceso de Nixtamalización.** Avance y Perspectiva. Vol. 13.
- Gallant, D.J., Bouchet, B., Buleón, A. and Pérez, S. 1992. **Physical Characteristics of Starch Granules and Susceptibility to Enzymatic Degradation.** European Journal of Clinical Nutrition, Vol. 46.
- Gracia, A.R. y Silva, E.B.A. 1992. **Estudio de Algunas Variables del Proceso de Producción de Tortilla de Maíz a Nivel Planta Piloto y de sus Efectos en la Textura de la Masa y la Tortilla.** Tesis de Licenciatura. Universidad de Sonora. Hermosillo, Sonora México.
- Gómez, M.H., Lee, J.K., Mcdonough, C.M., Waniska, R.D., and Rooney, L.W. 1992. **Corn Starch Changes During Tortilla and Tortilla Chip Processing.** Cereal Chemistry. 69(3):275-279.
- Gómez, M.H., Lee, J.K., Mcdonough, C.M., Waniska, R.D., and Rooney, L.W. 1989. **Changes in Corn and Sorghum During Nixtamalization and Tortilla Baking.** Journal of Food Science 54(2):330-336.

- Gómez, M.H., Lee, J.K., Waniska, R.D., and Rooney, L.W. 1987. **Effects of Nixtamalization and Grinding Conditions on the Starch in Masa.** *Cereal Foods World* 32:372. \*
- INEGI. Instituto Nacional de Estadística Geografía e Informática. **El sector Alimentario en México**, edición 1995.
- Jacobs, H., Eerlingen, R.C., Clauwaert, W., and Delcour, J.A. 1995. **Influence of Annealing on the Pasting Properties of Starches from Varying Botanical Sources.** *Cereal Chemistry* 72(5): 480-487.
- Katz, S.H., Hediger, M.L., and Valleroy, L.A. 1974. **Traditional Maize Processing Techniques in the New World.** *Science*. 184:765-773.
- Kevin, N.G. 1992. **Resistant Starch.** *European Journal of Clinical Nutrition*. 56(1):60.
- Krog, N, Olesen, S.K., Toernaes, H., and Joensson, T. 1989. **Retrogradation of the Starch Fraction in Wheat Bread.** *Cereal Foods World* 34(3):281-285.
- Krueger, B.R., Knutson, C.A., Inglett, G.E., and Walker C.E. 1987. **A Differential Scanning Calorimetry Study on the Effect of Annealing on Gelatinization Behavior of Corn Starch.** *Journal of Food Science*. 52(3).
- Miles, M.J., Morris, V.J., Orford, P.D., and Ring, S.D. 1985. **The Roles of Amylose and Amylopectin in the Gelation and Retrogradation of Starch.** *Carbohydrates* 135:271-281.

- Mistry, A.H., and Eckhoff, S.R. 1992. **Characteristics of Alkali-Extracted Starch Obtained from Corn Flour**. *Cereal Chemistry* 69(3):296-303.
- Muir, J.G., and O'dea, K. 1992. **Measurement of Resistant Starch: Factors Affecting the Amount of Starch Escaping Digestion in Vitro**. *American Journal of Clinic Nutrition*. 56:123-7.
- Orozco, G.M.D. 1995. **Caracterización Físico-Química de la Materia Prima, Productos Intermedios y Final de los Procesos Comerciales para Elaborar Tortilla de Maíz en México**. Tesis de Licenciatura. Universidad de Sonora. Hermosillo, Sonora México.
- Ortega, F. 1992. **Evaluación de las Propiedades Reológicas y Texturales de la Masa y la Tortilla de Maíz de dos Tortillerías Comerciales**. Tesis de Licenciatura. Universidad de Sonora. Hermosillo, Sonora México.
- Páredes-López, O., and Saharópulos, M.E. 1982. **Scanning Electronmicroscopy Studies of Limed Corn Kernels for Tortilla Making**. *Journal Food Technology*. Vol. 17.
- Pflugfelder, R.L., Rooney, L.W., and Waniska, R.D. 1988a. **Dry Matter Losses in Commercial Corn Masa Production**. *Cereal Chemistry*. 65(2):127-132.
- Pflugfelder, R.L., Rooney, L.W., and Waniska, R.D. 1988b. **Fraccionation and Composition of Commercial Corn Masa**. *Cereal Chemistry*. 65(3):262-266.

- Pisessoobunterng, W., D'Appolonia, B.L., and Kulp, K. 1983. **Bread Staling Studies. II. The Role of Refreshening.** Cereal Chemistry 60(4): 301-305.
- Ramírez, B. 1989. **Measurement and Evaluation of Textural and Rheological Properties of Fresh Corn Masa.** Tesis de Doctorado. Universidad de Texas A&M, College Station, TX, E.U.A.
- Ramírez-Wong, B., Sweat, V.E., Torres, P.I., and Rooney, L.W. 1994. **Cooking Time, Grinding, and Moisture Content Effect on Fresh Corn Masa Texture.** Cereal Chemistry. 71(4):337-343.
- Ranhotra, G.S., Gelroth, J.A., and Glaser, B.K. 1996. **Effect of Resistant Starch on Blood and Liver Lipids in Hamsters.** Cereal Chemistry 73(2):176-178.
- Ring, S.D., Collona, P.I., Anson, K.J., Kaliechevsky, M.T., Miles, M.J., Morris, V.J., and Orford, P.D. 1987. **The Gelation and Crystallization of Amylopectin.** Carbohydrates 162:277-293.
- Robles, R.R., Murray, E.D., and Paredes-López, O. 1988. **Physicochemical Changes of Maize Starch During the Lime-Heat Treatment for Tortilla Making.** International Journal of Food Science and Technology. 23:91-98.
- Rooney, L.W. 1993. **Tortillas y Alimentos Tipo Botana de Maíz Nixtamalizado. Presentado en el Seminario "Excelencia en Calidad para Tortillas de Maíz y Trigo.** México D.F.Rev. SOYANOTICIAS.



- Sandeep, B., and Milford, H.A. 1994. **Amylose-Lipid Complex Formation During Single-Screw Extrusion of Various Corn Starches.** *Cereal Chemistry* 71(6): 582-587.
- Saura-Cálixto, F., Goñi, I., Bravo, L., and Mañas, E. 1993. **Resistant Starch in Foods: Modified Method for Dietary Fiber Residues.** *Journal of Food Science.* 58(3).
- Serna-Saldívar, S.O., Gómez, M.H., and Rooney, L.W. 1990. **The Chemistry, Technology and Nutritional Value of Alkaline-Cooked Corn Products.** Chapter 4: *Advances in Cereal Science & Technology* 10:243-307.
- Siervet, D., and Pomeranz, Y. 1989. **Enzyme-Resistant Starch I. Characterization and Evaluation by Enzymatic, Thermoanalytical, and Microscopic Methods.** *Cereal Chemistry* 66(4):432-347.
- Siervet, D., and Pomeranz, Y. 1990. **Enzyme-Resistant Starch II. Differential Scanning Calorimetry Studies on Heat-Treated Starches and Enzyme-Resistant Starch Residues.** *Cereal Chemistry* 67(3):217-221.
- Sievert, D., and Würsch, P. 1993. **Thermal Behavior of Potato Amylose and Enzyme-Resistant Starch from Maize.** *Cereal Chemistry* 70(3):333-338.
- Siljestrom, M., Elianson, A.C., and Bjorck, I. 1989. **Characterization of Resistant Starch from Autoclaved Wheat Starch.** *Starch/Stärke* 41:147.

- Szczodrak, and Pomeranz, Y. 1992. **Starch-Lipid Interactions and Formation of Resistant Starch in High-Amilose Barley**. *Cereal Chemistry* 69(6):626-632.
- Vásquez, L.F. 1995. **Evaluación de los Cambios en Solubilidad que Sufren las Proteínas Durante el Proceso de Elaboración de la Tortilla de Maíz, y sus Efectos en la Textura de la Masa y el Producto Final**. Tesis de Maestría. Departamento de Investigación y Posgrado en Alimentos. Universidad de Sonora. Hermosillo, Sonora México.
- Vivas-Rodríguez, N.E., Serna-Saldívar, S.O., Waniska, R.D., and Rooney, L.W. 1990. **Effect of Tortilla Chip Preparation on the Protein Fractions of Quality Protein Maize, Regular Maize and Sorghum**. *Journal of Cereal Science*. (12):289-296.
- Wang, Y.J., and Jane, J. 1994. **Correlation Between Glass Transition Temperature and Starch Retrogradation in the Presence of Sugars and Maltodextrins**. *Cereal Chemistry*. 71(6):527-531.
- Ward, K.E.J., Hosney, R.C., and Seib, P.A. 1994. **Retrogradation of Amilopectin from Maize and Wheat Starches**. *Cereal Chemistry* 7(2):150-155.
- Watson, A.S., and Ramstad, P.E. 1987. **Corn: Chemistry and Technology**. American Association of Cereal Chemistry Inc. St. Paul, Minnesota, USA.

- White, P., Abbas, I., Pollak, L., and Johnson, L. 1990. **Intra- and Interpopulation Variability of Thermal Properties of Maize Starch**. *Cereal Chemistry* 67(1):70-73.
- Williams, P.C., Kuzina, F.D., and Hlynka, I. 1970. **A Rapid Colorimetric Procedure for Estimating the Amylose Content of Starches and Flours**. *Cereal Chemistry* 47: 411-420.
- Zelezna, K.J., and Hoseney, R.C. 1987. **The Glass Transition in Starch**. *Cereal Chemistry* 64(2):121-124.
- Zobel, H.F. 1988. **Starch Crystal Transformations and their Industrial Importance**. *Starch/Stärke* 40:1-7.