



"El saber de mis hijos
hará mi grandeza"

UNIVERSIDAD DE SONORA
DIVISIÓN DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y DE LA SALUD
DEPARTAMENTO DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO
EN ALIMENTOS

Programa de Posgrado en Ciencias y Tecnología de Alimentos

Especialidad en Almacenamiento y Procesamiento de Granos

Comparación de las características fisicoquímicas, reológicas, estructurales y morfológicas de harinas de maíz nixtamalizadas obtenidas por dos diferentes procesos: efecto de los cambios en el almidón

TESIS

Como requisito parcial para obtener el grado de:

DOCTOR EN CIENCIAS DE LOS ALIMENTOS

Presenta:

M.C. Carlos Martín Enríquez Castro

Hermosillo, Sonora

diciembre de 2019

APROBACIÓN

**Comparación de las características fisicoquímicas, reológicas, estructurales
y morfológicas de harinas de maíz nixtamalizadas obtenidas por dos
diferentes procesos: efecto de los cambios en el almidón**

M.C. Carlos Martín Enríquez Castro



Dr. Benjamín Ramírez Wong

Director de la tesis



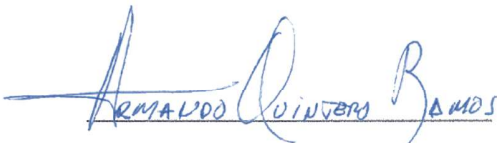
Dra. Patricia Isabel Torres Chávez

Miembro del comité de tesis



Dra. Ana Irene Ledesma Osuna

Miembro del comité de tesis



Dr. Armando Quintero Ramos

Miembro del comité de tesis



Dr. Jaime López Cervantes

Miembro del comité de tesis

Hermosillo, Sonora

diciembre de 2019

Hermosillo, Sonora a 13 de dic. de 2019.

Asunto: Cesión de derechos

**UNIVERSIDAD DE SONORA
P R E S E N T E.**

Por este conducto hago constar que soy autor y titular de la obra denominada "Comparación de las características fisicoquímicas, reológicas, estructurales y morfológicas de harinas de maíz nixtamalizadas obtenidas por dos diferentes procesos: efecto de los cambios en el almidón", en lo sucesivo LA OBRA, realizada como trabajo terminal con el propósito de obtener el Grado de Doctor en Ciencias, en virtud de lo cual autorizo a la Universidad de Sonora (UNISON) para que efectúe la divulgación, publicación, comunicación pública, distribución, distribución pública, distribución electrónica y reproducción, así como la digitalización de la misma, con fines académicos o propios de la institución y se integren a los repositorios de la universidad, estatales, regionales, nacionales e internacionales.

La UNISON se compromete a respetar en todo momento mi autoría y a otorgarme el crédito correspondiente en todas las actividades mencionadas anteriormente.

De la misma manera, manifiesto que el contenido académico, literario, la edición y en general cualquier parte de LA OBRA son de mi entera responsabilidad, por lo que deslindo a la UNISON por cualquier violación a los derechos de autor y/o propiedad intelectual y/o cualquier responsabilidad relacionada con la OBRA que cometa el suscrito frente a terceros.

A T E N T A M E N T E


LIC. GILBERTO LEÓN LEÓN
Abogado General
UNIVERSIDAD DE SONORA



Nombre y Firma del Autor

AGRADECIMIENTOS

A la **Universidad de Sonora**, en particular al **Departamento de Investigación y Posgrado en Alimentos**.

Al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT)** por el apoyo económico otorgado para realizar los estudios de doctorado.

Al **Dr. Benjamín Ramírez Wong**, director de tesis, por su apoyo, paciencia y confianza que depositó en mi persona para el término de este trabajo de investigación.

A los integrantes del comité de Tesis: **Dra. Patricia Isabel Torres Chávez, Dra. Ana Irene Ledesma Osuna, Dr. Armando Quintero Ramos, Dr. Javier López Cervantes**. Por su valiosa colaboración para llevar a buen término el trabajo de investigación.

Al personal de Molinos, particularmente al **M.C. Ignacio Morales Rosas** por su valiosa colaboración para la realización del trabajo experimental y su asesoría oportuna, así como al **Dr. Jesús Enrique Gerardo Rodríguez** en el manejo de equipo de medición.

DEDICATORIA

A **Dios**, por guiarme y mostrarme el camino correcto en esta etapa de mi vida.

A los profesores del **Departamento de Investigación y Posgrado en Alimentos (DIPA)**, así como a todos los que participaron en mi formación en el área de la investigación y que me apoyaron con sus útiles consejos.

A **Sylvia Susana**, por su apoyo incondicional para terminar mis estudios, la atención y cariño que dedicó en mi persona.

A mi familia, en particular a mis padres **Elías** y **Carolina**, por brindarme su amor, dedicación y apoyo incondicional en todo momento. A mis hermanos, **Norma**, **Federico**, **Carolina** y **Cecilia**. A mis hijos, **Carlos Gerardo** y **Andrea Elizabeth**, por brindar a mi corazón alegría y esperanza.

A todas aquellas personas que han contribuido en mi formación académica, crecimiento moral y espiritual.

"Lo que ennoblece al hombre no es su acto, sino su deseo."

Robert Browning

RESUMEN

El maíz es un alimento ancestral y principal fuente de energía en México, pues con él se elaboran tortillas, tostadas y tamales entre otros. El proceso de nixtamalización tradicional (PNT) presenta ventajas en la calidad final del producto, aunque existen procesos alternativos como la nixtamalización por extrusión (PNE) que permiten obtener harina nixtamalizada, y con ello producir masa y tortillas. El objetivo de esta investigación fue evaluar y comparar las propiedades fisicoquímicas, reológicas, estructurales y texturales en el almidón de los productos de dos procesos de nixtamalización (PNT y PNE) y su relación con los cambios en el almidón de maíz en su transformación a harina, masa y tortilla. El PNE consistió en moler maíz con las mallas de 1.0, 0.8 o 0.5 mm, y se hizo una mezcla con sus productos en proporciones de 40, 45 y 15% respectivamente. La mezcla de maíz molido con diferentes mallas se acondicionó con agua a un contenido de humedad de 25% y con 0.3% (p/p) de cal. Luego se reposó en refrigeración a 5 °C por 12 h. La mezcla de maíz acondicionado fue extrudida bajo condiciones de temperatura (60, 70, 80 y 90°C), velocidad de tornillo (110 rpm) y diámetro del dado (3 mm) controlados. Se obtuvo el extrudido, el cual se secó y molió para obtener harina y elaborar masa y tortillas. En el PNT, grano de maíz se coció en agua (1:3) y 1% (p/p) de cal a temperatura de ebullición por 20 min; se dejó reposar a temperatura ambiente durante 14 h. El maíz cocido (nixtamal) se lavó y molió para retirar la cal y obtener masa y tortillas. Las evaluaciones realizadas en los productos de los dos procesos fueron las siguientes: en harinas nixtamalizadas se incluyeron el contenido de humedad (CH), pH, almidón resistente (AR), distribución de tamaño de partícula (DTP), índice de tamaño de partícula (ITP), capacidad de absorción de agua (CAAS), índice de absorción de agua (IAA) e índice de material soluble (IMS). En masas se determinó CH, AR, análisis de perfil de textura; y pruebas reológicas que incluyeron el barrido de frecuencia, barrido de temperatura y compresión biaxial con lubricación. En la evaluación de tortillas, se midieron peso, diámetro y espesor a las 2 h; CH, rollabilidad y firmeza, a las 2, 24 y 48 h de almacenamiento.

Se liofilizaron muestras de maíz, harina nixtamalizada, masa y tortilla de ambos procesos de nixtamalización, y se evaluaron sus propiedades de perfil de viscosidad (RVA), calorimetría (calorimetría de barrido diferencial), estructurales (difracción de rayos X) y morfológicas (microscopía de barrido electrónico). Se utilizó un diseño completamente aleatorio donde los factores fueron los procesos de nixtamalización. A los datos de todas las determinaciones se les realizó un análisis de varianza (ANDEVA) con un nivel de significancia del 95%. Para ver diferencias entre medias específicas se utilizó la prueba de Tukey. En general, las evaluaciones fisicoquímicas, reológicas, estructurales y morfológicas del maíz, harina nixtamalizada, masa y tortilla obtenidas por el PNT y PNE fueron significativamente diferentes ($P < 0.05$). Las evaluaciones en harinas que mostraron mayores diferencias significativas ($P < 0.01$) fueron el IMS, y el ITP. En el PNE, el IMS e ITP fueron 38% y 13% mayores que los valores reportados en el PNT. De las evaluaciones en masas, el CH fue 7.5% mayor en PNT que lo obtenido en PNE. La cohesividad de la masa fue 12% mayor en el PNT con respecto al PNE. Respecto de las evaluaciones reológicas, la masa de PNT presentó un módulo elástico (G') máximo de 368.6 KPa comparado con 131.2 KPa leídos en el PNE. Con respecto al módulo viscoso (G''), la masa de PNT tuvo un valor máximo de 67.2 KPa contra 31.1 KPa para PNE. Para ambos procesos, $\tan \delta$ (G''/G') fue < 0.5 , lo que indicó una tendencia más elástica. La medición de la firmeza indicó que las tortillas hechas por PNE fueron 10% y 33% más duras a las 24 y 48 h respectivamente que en PNT; mientras que para PNT este incremento fue de 11% y 13% en el mismo período de tiempo. La disminución de la rollabilidad fue más notoria en PNE, lo que representó una pérdida de flexibilidad de las tortillas de 6% y 11% a las 24 y 48 h respectivamente; para el PNT, esta disminución fue de 2% y 11%. Con relación a los cambios por etapas de las diferentes evaluaciones, el AR aumentó significativamente ($P < 0.05$) en ambos procesos y presentó el mayor aumento al momento de obtener las tortillas. Al evaluar el cambio en el pico máximo de viscosidad (V_p), este disminuyó gradualmente en cada etapa en PNE como se muestra a continuación: 60% en harina respecto a maíz, 17% en masa en proporción a la harina y 67% respecto a maíz, 19% en tortilla respecto a masa y

73% respecto a maíz. Al analizar el PNT, la V_p aumentó 36% en harina en proporción al maíz, 1% en masa respecto a la harina y 36% en relación a maíz; finalmente en tortilla, V_p disminuyó 78% respecto a la masa y 66% en proporción a maíz. Respecto a la entalpía de gelatinización (ΔH_g), para PNE existe una disminución progresiva conforme el maíz se transforma en harina, masa y tortilla como se muestra a continuación: ΔH_g disminuyó 33% en harina respecto a maíz; 2% en masa respecto a harina y 35% en proporción a maíz; 48% en tortilla respecto a masa y 65% respecto a maíz. En PNT, la ΔH_g aumentó 17% en harina respecto a maíz; en masa se registró un aumento de 26% respecto a harina y de 39% respecto a maíz; en tortilla, la ΔH_g disminuyó 90% respecto a masa y 83% respecto a maíz. Se concluye que el daño al almidón durante el proceso de nixtamalización por extrusión fue mayor por efecto de la molienda seca que el observado en la nixtamalización tradicional.

ABSTRACT

Maize is an ancestral food and main source of energy in Mexico, as it is used to make tortillas, toasts and tamales, among others. The process of traditional nixtamalization (PNT) has advantages in the final quality of the product, although there are alternative processes such as nixtamalization by extrusion (PNE) that allow obtaining nixtamalized flour, and thereby produce dough (masa) and tortillas. The objective of this investigation was to evaluate and compare the physicochemical, rheological, structural and textural properties in the starch of the products of two processes of nixtamalization (PNT and PNE) and its relation with the changes in the corn starch in its transformation to flour, masa and tortilla. The PNE consisted in grinding corn with the meshes of 1.0, 0.8 and 0.5 mm, and a mixture was made with its products in proportions of 40, 45 and 15% respectively. The mixture of ground corn with different meshes was conditioned with water at a moisture content of 25% and with 0.3% (w/w) of lime. Then it rested in refrigeration at 5 °C for 12 h. The conditioned corn mixture was extruded under controlled temperature conditions (60, 70, 80 and 90 °C), screw speed (110 r.p.m.) and die diameter (3 mm). The extrudate was obtained, which was dried and ground to obtain flour and make masa and tortillas. In the PNT, corn kernel was cooked in water (1: 3) and 1% (w / w) of lime at boiling temperature for 20 min; it was left to stand at room temperature for 14 h. Cooked corn (nixtamal) was washed and milled to remove the lime and obtain masa and tortillas. The evaluations carried out on the products of the two processes were as follows: in nixtamalized flours the moisture content (CH), pH, resistant starch (AR), particle size distribution (DTP), particle size index (ITP), water absorption capacity (CAAS), water absorption index (IAA) and soluble material index (IMS). In masas, CH, AR, texture profile analysis; and rheological tests that included the frequency sweep, temperature sweep and biaxial compression test with lubrication. In the evaluation of tortillas, weight, diameter and thickness were measured after 2 h; CH, rollability and firmness were measured at 2, 24 and 48 h of storage. Maize, nixtamalized flour, masa and tortilla samples were lyophilized from both nixtamalization processes, and their properties of viscosity profile (RVA), calorimetry

(differential scanning calorimetry), structural (X-ray diffraction) and morphological (scanning electronic microscopy) were evaluated. A completely randomized design was used where the factors were the processes of nixtamalization. A variance analysis (ANOVA) with a level of significance of 95% was made to the data of all the determinations. To see differences between specific means, the Tukey test was used. In general, physicochemical, rheological, structural and morphological evaluations of corn, nixtamalized flour, masa and tortilla obtained by the PNT and PNE were significantly different ($P < 0.05$). The evaluations in flours that showed the greatest significant differences ($P < 0.01$) were the IMS, and the ITP. In the PNE, the IMS and ITP were 38% and 13% higher than the values reported in the PNT. The evaluations in mass showed that the CH was 7.5% higher in PNT than the one obtained in PNE. The cohesiveness of the masa was 12% higher in the PNT with respect to the PNE. Regarding the rheological evaluations, the masa in PNT showed a maximum elastic modulus (G') of 368.6 KPa compared to 131.2 KPa read in the PNE. With respect to the viscous modulus (G''), the masa of PNT had a maximum value of 67.2 KPa against 31.1 KPa for PNE. For both processes, $\tan \delta (G''/G') < 0.5$, which indicated a more elastic tendency. The firmness measurement indicated that the tortillas made by PNE were 10% and 33% harder at 24 and 48 h respectively, while this increase for PNT was 11% and 13% in the same period of time. The decrease in the rollability was more noticeable in the PNE, which represented a loss of flexibility of the tortillas of 6% and 11% at 24 and 48 h respectively; for the PNT, the decrease was 2% and 11%. With respect to the changes by stages of the different evaluations, the AR increased significantly ($P < 0.05$) in both processes; and presented the highest increase when tortillas were produced. When evaluating the change in the maximum viscosity peak (V_p), this gradually decreased in each stage in PNE as shown below: 60% in flour with respect to corn, 17% in masa in proportion to flour and 67% in relation to corn, 19% in tortilla with respect to masa and 73% in relation to corn. When analyzing the PNT, the V_p increased 36% in flour in proportion to corn, 1% in masa with respect to flour and 36% in relation to corn; finally, in tortilla, V_p decreased 78% in relation to masa and 66% in proportion to corn. Regarding the enthalpy of gelatinization (ΔH_g), for PNE there is a progressive decrease as the corn

is transformed into flour, masa and tortilla as shown below: ΔH_g decreased 33% in flour with respect to corn; 2% in masa with respect to flour and 35% in proportion to corn; 48% in tortilla compared to masa and 65% in relation to corn. In PNT, the ΔH_g increased 17% in flour compared to corn; in masa, an increase of 26% was registered with respect to flour and 39% with respect to corn; in tortilla, the ΔH_g decreased 90% with respect to masa and 83% with respect to corn. It is concluded that the damage to the starch during the process of nixtamalization by extrusion was greater due to the effect of dry milling than that observed in the traditional nixtamalization.

CONTENIDO

	Página
AGRADECIMIENTOS	iv
DEDICATORIA	v
RESUMEN	vi
ABSTRACT	ix
CONTENIDO	xii
LISTA DE FIGURAS	xvi
LISTA DE TABLAS	xviii
NOMENCLATURA	xxi
INTRODUCCION	1
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	4
Generalidades del Maíz.....	4
Consumo, Producción y usos del Maíz en México.....	4
Morfología.....	6
Composición química.....	6
Aporte nutricional.....	9
Gelatinización.....	10
Retrogradación.....	10
Extrusión.....	10
Annealing.....	10
Proceso de Nixtamalización Tradicional.....	11
Cocción y remojo.....	13
Lavado.....	13
Molienda.....	14
Mezclado y formación de masa.....	14
Horneado de la tortilla.....	15
Proceso de Nixtamalización por Extrusión.....	16
Selección y molienda.....	16
Acondicionamiento.....	19
Cocción y extrusión.....	19
Obtención de harina.....	19
Amasado y elaboración de tortilla.....	20
Efecto de las Variables de Proceso de Nixtamalización.....	22
Proceso de Nixtamalización Tradicional.....	22
Temperatura.....	22
Tiempo de cocimiento.....	22
Tiempo de reposo.....	22
Tamaño de partícula de la masa.....	23
Molienda y mezclado.....	23
Materia prima.....	23
Proteínas.....	23
Lípidos.....	24
Proceso de Nixtamalización por Extrusión.....	24
Temperatura.....	24

CONTENIDO (Cont...)

	Página
Tipo de tornillo.....	25
Humedad de alimentación.....	25
Velocidad de alimentación y presión del cabezal en el dado.....	25
..... Geometría del dado.....	27
Tiempo de residencia.....	27
Materia prima.....	27
Cambios Estructurales y Químicos en el Proceso de Nixtamalización...	27
Proceso de Nixtamalización Tradicional.....	27
Proceso de Nixtamalización por Extrusión.....	29
Evaluación de los Cambios en el Almidón.....	31
Perfil de Viscosidad.....	31
Cambios estructurales.....	33
Cambios térmicos.....	36
Cambios morfológicos.....	38
Almidón Resistente.....	38
Cambios reológicos.....	40
Métodos de alta deformación.....	40
Compresión biaxial con lubricación.....	41
Métodos de baja deformación.....	44
Reología dinámica.....	45
Barrido de frecuencia.....	45
Barrido de temperatura.....	46
Textura.....	46
Propiedades texturales y fisicoquímicas.....	48
HIPOTESIS	49
OBJETIVOS	50
General.....	50
Específicos.....	50
MATERIALES Y MÉTODOS	51
Materia Prima y Reactivos.....	51
Caracterización Fisicoquímica del Maíz.....	51
Peso hectolítrico.....	51
Contenido de humedad.....	53
Contenido de proteína.....	53
Extracto etéreo.....	53
Contenido de ceniza.....	54
Proceso de Nixtamalización por Extrusión.....	54
Molienda.....	54
Acondicionamiento.....	54
Extrusión.....	55
Secado y molienda.....	55
Preparación de tortilla.....	55

CONTENIDO (Cont...)

	Página
Muestreo.....	56
Liofilizado.....	56
Proceso Tradicional de Nixtamalización.....	56
Cocción y remojo.....	56
Molienda y mezclado.....	56
Preparación de tortilla.....	57
Muestreo.....	57
Liofilizado.....	57
Evaluaciones Analíticas.....	57
Contenido de humedad, pH y almidón resistente.....	57
Caracterización del nejayote.....	58
Evaluación del Perfil de Viscosidad.....	58
Evaluación de las Propiedades Térmicas.....	59
Evaluaciones Estructurales.....	59
Evaluaciones Morfológicas.....	60
Evaluaciones Fisicoquímicas en Harinas de Maíz.....	60
Distribución de tamaño de partícula.....	60
Índice de tamaño de partícula.....	61
Capacidad de absorción de agua subjetiva.....	61
Índice de absorción de agua.....	62
Índice de material soluble.....	62
Densidad aparente.....	63
Evaluación en Masas.....	64
Preparación.....	64
Contenido de humedad.....	64
Textura.....	64
Viscoelasticidad.....	65
Barrido de frecuencia.....	65
Barrido de temperatura.....	65
Compresión biaxial con lubricación.....	66
Evaluaciones en Tortillas.....	66
Propiedades físicas.....	66
Firmeza.....	66
Rollabilidad.....	67
Análisis sensorial.....	68
Diseño de Experimentos y Análisis Estadístico.....	68
RESULTADOS Y DISCUSION.....	70
Caracterización Fisicoquímica del Maíz.....	70
Peso hectolítrico.....	70
Composición química.....	70
.....Nejayote.....	71
Evaluación de Harinas de Maíz.....	71
Contenido de humedad, pH y almidón resistente.....	71
Distribución del tamaño de partícula.....	75

CONTENIDO (Cont...)

	Página
Índice de tamaño de partícula.....	78
Capacidad de absorción de agua subjetiva.....	79
Índice de absorción de agua.....	80
Índice de material soluble.....	81
Almidón resistente.....	82
Perfil de Viscosidad.....	83
Evaluaciones térmicas.....	88
Evaluaciones Estructurales.....	94
Evaluaciones de Masa de Maíz.....	98
Contenido de humedad y almidón resistente.....	98
Análisis de perfil de textura.....	102
Evaluaciones Reológicas.....	105
Barrido de frecuencia.....	105
Barrido de temperatura.....	107
Tan delta.....	109
Método de compresión biaxial con lubricación.....	111
Curva de esfuerzo vs deformación.....	111
Viscosidad elongacional.....	113
Evaluaciones de Tortilla.....	116
Propiedades físicas.....	116
Contenido de humedad.....	116
Almidón resistente.....	117
Firmeza.....	119
Rollabilidad.....	122
Evaluación Sensorial.....	124
Evaluaciones Morfológicas.....	128
CONCLUSIONES	132
REFERENCIAS	134
ANEXO 1. Formato de Análisis Descriptivo Cuantitativo	157

LISTA DE FIGURAS

Figura		Página
1	Principales Estados Productores de Maíz.....	5
2	Partes Anatómicas del Grano de Maíz.....	7
3	Diagrama de flujo del Proceso Tradicional de Nixtamalización.....	12
4	Diagrama de flujo del proceso de Nixtamalización por Extrusión.....	17
5	Molino de martillo experimental.....	18
6	Elementos de un Extrusor.....	21
7	Relación L/D de un tornillo de extrusión.....	26
8	Curva de viscosidad típica del almidón.....	32
9	Patrones característicos de difracción de rayos X del almidón de diferentes variedades de maíz.....	35
10	Termograma típico de un material amorfo o semicristalino.....	37
11	Vista esquemática de un arreglo de compresión biaxial	42
12	Diagrama general de la investigación.....	52
13	Distribución del tamaño de partícula del proceso de nixtamalización por extrusión y tradicional.....	77
14	Perfil de viscosidad para maíz, harina, masa y tortilla en: A. Proceso de nixtamalización por extrusión; y B. Proceso de nixtamalización tradicional.....	85
15	Termogramas de maíz y productos nixtamalizados en A. Proceso de nixtamalización por extrusión y B. Proceso de nixtamalización tradicional.....	89

LISTA DE FIGURAS (Cont...)

Figura		Página
16	Patrones de difracción para maíz y productos nixtamalizados A. Nixtamalización por extrusión. B. Nixtamalización tradicional.....	95
17	A. Módulo elástico (G') y B. Módulo viscoso (G'') para masa como función de la frecuencia en nixtamalización por extrusión (PNE) y nixtamalización tradicional (PNT).....	106
18	A. Módulo elástico (G') y B. Módulo viscoso (G'') como función de la temperatura para la masa en el proceso de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT).	108
19	Tan delta (G'/G'') para masa como función de la frecuencia (A) y temperatura (B) para la nixtamalización por extrusión (PNE) y proceso tradicional (PNT).....	110
20	Esfuerzo vs deformación en masa obtenida por nixtamalización por extrusión y tradicional usando tres contenidos de humedad y una velocidad de compresión de 0.2 mm/min)	112
21	Viscosidad elongacional biaxial vs velocidad extensional radial en masa obtenida por nixtamalización por extrusión y tradicional usando tres contenidos de humedad y velocidad de compresión de 0.2 mm/min.....	114
22	A. Firmeza y B. Rollabilidad para tortilla elaborada por el proceso de nixtamalización por extrusión y tradicional....	121
23	Calificaciones de la evaluación sensorial realizado en tortilla elaborada por el proceso de nixtamalización comercial (PNC), extrusión (PNE) y tradicional (PNT)....	126
24	Micrográficas de maíz, harina, masa y tortilla por el proceso de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT).....	130

LISTA DE TABLAS

Tabla		Página
1	Composición química del grano de maíz.....	8
2	Composición química del maíz blanco.....	70
3	Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades fisicoquímicas de harina de maíz de los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional	72
4	Características fisicoquímicas de harina de maíz nixtamalizada de los procesos de extrusión y tradicional	73
5	Análisis de varianza, cuadrados medios, de la distribución de tamaño de partícula de harina nixtamalizada obtenida de los procesos de extrusión y tradicional	76
6	Análisis de varianza, cuadrados medios, de la temperatura de inicio y de pico máximo de viscosidad de maíz, harina, masa y tortilla en los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional.....	84
7	Análisis de varianza, cuadrados medios, de las viscosidades amilográficas de maíz, harina, masa y tortilla en los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional.....	84
8	Datos de viscosidad para maíz, harina, masa y tortilla por los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y proceso tradicional (PNT).....	87
9	Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades térmicas de maíz, harina, masa y tortilla obtenidos por los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)	90
10	Propiedades térmicas para los productos obtenidos en los procesos de nixtamalización por extrusión PNE) y tradicional (PNT).....	92

LISTA DE TABLAS (Cont...)

Tabla		Página
11	Índice de cristalinidad para maíz, harina, masa y tortilla en los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional.....	97
12	Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades fisicoquímicas de la masa obtenida de los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional	99
13	Características fisicoquímicas y texturales de la masa obtenida por los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT).....	101
14	Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades texturales de la masa para los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional.....	104
15	Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades físicas de la tortilla de maíz almacenada...	117
16	Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades fisicoquímicas de la tortilla de maíz almacenada.....	117
17	Características fisicoquímicas y físicas de la tortilla de maíz para el proceso de nixtamalización por extrusión y proceso tradicional.....	117
18	Análisis de varianza, cuadrados medios, de la firmeza de las tortillas de maíz para los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional.....	120
19	Análisis de varianza, cuadrados medios, efecto del tipo de proceso y tiempo de almacenamiento sobre la firmeza de las tortillas de maíz.....	120
20	Análisis de varianza, cuadrados medios, de la rollabilidad de la tortilla elaborada por el proceso de nixtamalización por extrusión y tradicional.....	123

LISTA DE TABLAS (Cont...)

Tabla		Página
21	Análisis de varianza, cuadrados medios, efecto del tipo de proceso y tiempo de almacenamiento sobre la rollabilidad de la tortilla de maíz.....	123
22	Valores de P para la evaluación sensorial realizada en tortilla de maíz por tres diferentes procesos de nixtamalización.....	128

NOMENCLATURA

PNT	Proceso de nixtamalización tradicional
PNC	Proceso de nixtamalización comercial
PNE	Proceso de nixtamalización por extrusión
DRX	Difracción de rayos-X
DSC	Calorimetría Diferencial de Barrido
ΔH_g	Entalpía de gelatinización
AR	Almidón resistente
ARD	Almidón rápidamente digerible
ALD	Almidón de lenta digestión
TPA	Análisis de perfil de textura
DTP	Distribución del tamaño de partícula
ITP	Índice de tamaño de partícula
CAAS	Capacidad de absorción de agua subjetiva
IAA	Índice de absorción de agua
IMS	Índice de material soluble
G'	Módulo de almacenamiento o elástico
G''	Módulo de pérdida o viscoso
HENM	Harina extrudida nixtamalizada de maíz
HNM	Harina nixtamalizada de maíz
HPLC	Cromatografía de líquidos de alta resolución
RVA	Análisis rápido de viscosidad
DAP	Densidad aparente

INTRODUCCIÓN

El maíz (*Zea mays L*) es el cereal con mayor producción a nivel mundial y es usado en la elaboración de harinas y productos nixtamalizados, así como tortillas, la cual es fuente de energía, proteína y nutrientes (Santiago-Ramos *et al.* 2015). Su consumo en México en el 2014 fue de 12 millones (Consejo Regulador de la Masa y la Tortilla A.C.) y en países como Estados Unidos, en el 2010 fueron consumidas 85 millones de tortillas según datos de la TIA (Tortilla Industry Association).

Existen dos procesos diferentes para producir tortillas de maíz a nivel comercial: el proceso de nixtamalización tradicional (PNT) y el proceso de nixtamalización comercial (PNC). Las tortillas hechas con el PNT son suaves y tienen una rollabilidad alta, mientras que las tortillas hechas con harinas nixtamalizadas (PNC) se rompen fácilmente y presentan una resistencia menor cuando se consumen (Bello-Pérez *et al.* 2003). El nejayote (licor de cocción) que generan ambos procesos, representa un problema ambiental ya que mensualmente en México se generan 1.2 millones de m³ de nejayote (Rosentrater, 2006). El nejayote contiene entre 6-12 % de materia seca (Salmerón-Alcocer *et al.* 2003) y diferentes compuestos químicos recuperables están presentes, entre los que se incluyen arabinoxilanos (Niño-Medina *et al.* 2009), fibra dietética (Acosta-Estrada *et al.* 2014) y polifenoles (Gutiérrez-Urbe *et al.* 2010). Es bien sabido que, para obtener tortillas de mejores propiedades texturales, el proceso de nixtamalización tradicional es el más adecuado. Considerando el impacto ambiental que genera la descarga de efluentes contaminantes y el alto consumo de agua de proceso, el uso de la nixtamalización por extrusión (PNE) ha demostrado ser una alternativa viable para elaborar harinas nixtamalizadas y consecuentemente tortillas.

El proceso de nixtamalización por extrusión (PNE) permite producir harina y tortillas nixtamalizadas de maíz que incluyen todos los componentes químicos del grano de maíz (Gutiérrez-Dorado *et al.* 2008). El PNE es rápido, eficiente y no genera efluentes contaminantes (Milán-Carrillo *et al.* 2006). Uno de los beneficios de usar éste proceso es que las tortillas obtenidas con harinas extrudidas presentan un contenido de almidón resistente superior al obtenido por la nixtamalización tradicional.

Los factores de operación en el proceso de nixtamalización modifican las propiedades funcionales del almidón. En el PNT el gránulo de almidón se somete a un proceso térmico y de remojo. Posteriormente, la molienda húmeda origina partículas de tamaño medio pues los gránulos de almidón se encuentran fragmentados o enteros (Gómez *et al.* 1992). El mezclado y reposo de la masa generan una gelatinización parcial en el gránulo de almidón (Ruíz-Gutiérrez *et al.* 2012) y las condiciones óptimas para elaborar tortillas. Durante esta etapa, el almidón se gelatiniza completamente y sufre una transformación de sus propiedades funcionales (Campas-Baypoli *et al.* 1999). En el PNE se usa la molienda seca para la reducción de tamaño, la cual requiere de un esfuerzo mecánico mayor que el observado en la molienda húmeda usada en el PNT. Las altas temperaturas y un menor volumen de agua usado en el interior del extrusor aceleran la gelatinización de los gránulos de almidón (Guy, 2001). El daño térmico que experimenta el gránulo de almidón durante el proceso de secado y el daño mecánico por efecto de la molienda seca, afectan considerablemente sus propiedades funcionales.

La calidad de la tortilla se relaciona con las propiedades reológicas y texturales de la masa. Algunas de estas propiedades incluyen la rollabilidad o flexibilidad, firmeza, pegajosidad, color y vida de anaquel. En el PNT, un incremento en las propiedades viscoelásticas de la masa se refleja en valores de dureza menor y una mayor flexibilidad de las tortillas. La obtención de harina extrudida nixtamalizada de maíz

(HENM) genera masa con características viscoelásticas diferentes a las obtenidas con el proceso tradicional. Es por ello que durante el periodo de almacenamiento se observa una mayor retrogradación del almidón debido a un mayor daño en él, lo que genera tortillas con una menor flexibilidad (Gutiérrez-Cortez *et al.* 2010).

Existen algunos estudios en los cuales se ha elaborado HENM, lo cual ha fomentado la producción de tortillas. Sin embargo, las mejores características de textura se siguen obteniendo con las tortillas elaboradas por el PNT. Se ha observado que las tortillas elaboradas con HENM generan un producto que se endurece rápido y presenta una flexibilidad pobre. Esto se relaciona directamente con el daño que experimenta el almidón durante el proceso de nixtamalización por extrusión. Hay pocas publicaciones que expliquen lo que le pasa al almidón a lo largo de cada etapa del proceso de nixtamalización por extrusión. Este trabajo de investigación presenta una comparación de dos procesos de nixtamalización para elaborar tortillas con las condiciones de operación más favorables y disminuir el daño en el almidón del maíz. Se detallan los cambios que experimenta el almidón en sus propiedades fisicoquímicas, reológicas, texturales, térmicas y morfológicas por dos procesos de nixtamalización. La idea es conocer en cada uno de los procesos donde se daña más el almidón y relacionarlo con la calidad de la tortilla producida.

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Generalidades del Maíz

Consumo, producción y usos del maíz en México

El maíz (*Zea mays L.*) es el cereal de mayor producción mundial y es el sustento de cientos de millones de personas. En México, Centroamérica, así como en algunos países asiáticos y africanos, el maíz es consumido tanto en fresco como en formas industrializadas, constituyendo la principal fuente de energía y proteínas (Cuéllar *et al.* 2008).

La producción de maíz a nivel mundial durante el ciclo 2016/2017, según el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (USDA) fue de 1026.61 millones de toneladas, destacando los Estados Unidos de Norteamérica y China como los principales productores. En México, en el 2015 se cultivaron aproximadamente 25.7 millones de toneladas de maíz. La superficie de temporal ocupa el 74% del área destinada a su cultivo y aporta el 40% del valor generado. Todas las entidades del país presentan algún nivel de producción de maíz, sin embargo, solamente siete (Figura 1) concentran el 64.5% del volumen de la producción nacional (SAGARPA, 2014). Sinaloa es el principal productor al concentrar el 16.5% del total, siguiendo en importancia Jalisco, Michoacán, Estado de México, Chiapas, Guerrero y Veracruz. La Figura 1 presenta a los principales estados productores de maíz.

El maíz es usado como alimento para consumo humano, ya sea doméstico o industrial, siendo la obtención de productos nixtamalizados (tostadas, tamales, botanas y tortilla) la más importante, siendo considerada una buena fuente de fibra y calcio (Contreras-Jiménez *et al.* 2014).

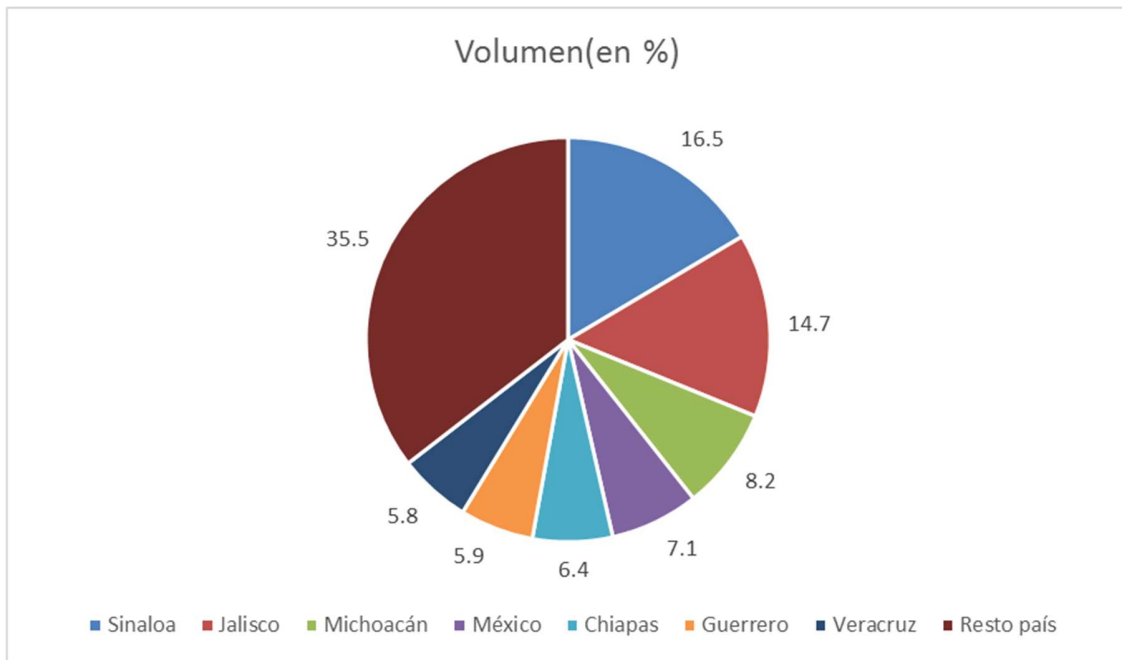


Figura 1. Principales estados productores de maíz

Fuente: SIAP-SAGARPA, 2014

Morfología

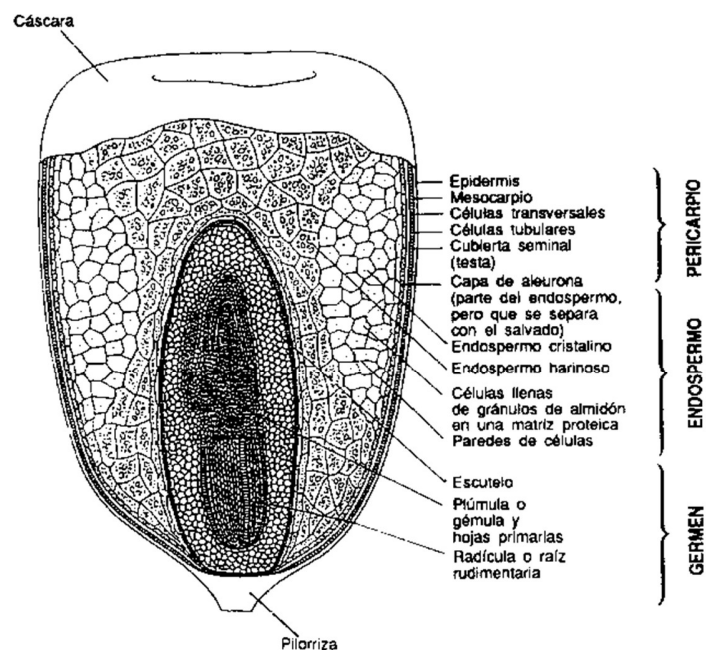
El grano de maíz se compone de pericarpio, pedicelo, endospermo y germen. El pericarpio es la envoltura real del grano y contiene la mayor parte de la fracción fibrosa. El endospermo es abundante y voluminoso en el grano y constituye el 75% del peso total del grano, y está formado por gránulos de maíz contenidos en una matriz proteica. El germen encierra al escutelo y al embrión, que contienen aceite y proteína (Bartolo Pérez *et al.* 2013; Serna-Saldívar 2016). La Figura 2 muestra las partes anatómicas del grano de maíz.

Composición química

La composición química del grano de maíz y por ende su valor nutritivo, dependen de la variedad, las condiciones de siembra, la estructura física del grano, así como factores genéticos y ambientales. El almidón constituye 87% del endospermo, las proteínas 8%, mientras que las grasas representan alrededor de 5% (Tabla 1). Las partes principales del grano de maíz difieren considerablemente en su composición química, como lo ilustra la Figura 2.

Los gránulos de almidón se componen de dos polisacáridos estructuralmente diferentes de α -D-glucosa: amilosa y amilopectina. La amilosa es un polímero lineal formado por cadenas de glucosas unidas por enlaces α -1,4, que constituyen del 20-30% de la composición del gránulo de almidón en los órganos de almacenamiento y 4-20% en los gránulos provenientes de las hojas. Su peso molecular es del orden de 105×10^6 g/gmol y se ha sugerido que se encuentra principalmente en la región menos cristalina, es decir, la parte amorfa (Jobling, 2004).

La amilopectina es un polisacárido semicristalino, altamente ramificado, y con un esqueleto de enlaces α -1,4 y 4-5% de puntos de ramificación α -1,6 siendo el componente principal de los gránulos de almidón (30-99%) (Eliasson, 2004).



(Facilitado por el Wheat Flour Institute, Chicago, Illinois, 1964)

Figura 2. Partes anatómicas del grano de maíz

Fuente: adaptado de <http://www.fao.org/Wheat Flour Institute, Chicago, USA>

Tabla 1. Composición química del grano de maíz¹

Fracción	Grano	Almidón (%)	Proteína (%)	Lípidos (%)	Cenizas	Otros
Grano entero	100	71.5	10.3	4.8	2.0	1.4
Endospermo	82.3	86.4	9.4	0.8	0.6	0.3
Germen	11.5	8.2	18.8	34.5	10.8	10.1
Pericarpio	5.3	7.3	3.7	1.0	0.3	0.8
Pedicelo	0.8	5.3	9.1	3.8	1.6	1.6

¹Datos reportados en base seca

Fuente: Adaptada de Bressani *et al.* (1990)

Siendo la amilopectina una molécula de mayor tamaño que la amilosa, su peso molecular (107×10^8 g/mol) puede variar y contribuir a las diferencias en las propiedades químicas y físicas del almidón proveniente de diferentes fuentes (Bertolini, 2010).

La proteína en el maíz está localizada principalmente en el germen del grano, y una pequeña cantidad se encuentra en el endospermo y pedicelo. Las proteínas se clasifican de acuerdo a su solubilidad: albuminas (solubles en agua), globulinas (solubles en soluciones salinas), prolaminas (solubles en soluciones alcohólicas) y glutelinas (solubles en soluciones alcalinas o ácidas diluidas).

En el maíz las proteínas se encuentran distribuidas en dos zonas principales: endospermo y germen. Las prolaminas, localizadas en el endospermo, son denominadas zeínas, mientras que las glutelinas se encuentran en la matriz proteínica de esta misma estructura; constituyendo ambas hasta un 90% del total proteínico en el grano. Por otro lado, el germen posee mayormente globulinas y albúminas (Esen, 1986).

Aporte nutricional

El maíz es un alimento muy completo, ya que contiene vitaminas A, B y E, así como minerales que regulan el buen funcionamiento del organismo, entre los cuales se mencionan el manganeso, fósforo, potasio, magnesio, zinc y hierro. Se constituye principalmente por almidón y proteínas, siendo el almidón entre 50-70 % de la masa seca del maíz (Tabla 1). El pericarpio posee fibra cruda formada fundamentalmente por hemicelulosa (67%), celulosa (23 %) y lignina (0.1 %). En la parte más externa del pericarpio también se localizan vitaminas hidrosolubles como tiamina, niacina y riboflavina. En el germen o embrión se localiza una rica proporción de grasa (2-3%) no saturada, así como hierro, proteínas, riboflavina y tiamina. El endospermo es la parte más grande del grano y se compone de una matriz proteica que recubre a los gránulos de almidón (Paliwal, 2001b; Wrigley *et al.* 2004).

Gelatinización. Se describe como el rompimiento de los órdenes moleculares dentro del gránulo de almidón, manifestado en cambios irreversibles de sus propiedades: 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 (Atwell *et al.* 1988; Eliasson, 2004).

Retrogradación. Se define como la insolubilización y la precipitación espontánea, principalmente de las moléculas de amilosa, debido a que sus cadenas lineales se orientan paralelamente; son accionadas entre sí por puentes de hidrógeno a través de sus radicales hidroxilos (Bertolini, 2010). La retrogradación permite describir los cambios que experimenta el grano de almidón cuando comienza a reorganizarse, cambiando de un estado inicial amorfo a un estado final cristalino (Buléon *et al.* 1998). En el proceso de retrogradación, son muchos los factores que influyen, algunos de ellos pueden ser el tipo y concentración de almidón, los regímenes de cocimiento y enfriamiento, el pH y la presencia de solutos: lípidos, sales y azúcares (Cowieson, 2005).

Annealing. El annealing (recocido) en el almidón es un tratamiento físico en el cual el almidón es procesado con un elevado (>60% p/p) o moderado (40-55% p/p) contenido de agua a una temperatura que oscila entre la temperatura de transición vítrea y la temperatura de gelatinización por un cierto periodo de tiempo. El annealing puede incrementar la gelatinización y estrechar el rango de gelatinización. Este proceso sucede muy comúnmente en la etapa de reposo de la nixtamalización tradicional (Xie *et al.* 2005).

Extrusión. La extrusión es un proceso continuo que involucra la aplicación de calor y esfuerzo de corte, y en el cual un material sólido es forzado a fluir bajo una o varias condiciones de mezclado, calentamiento y presión a través de un conducto denominado tornillo sin fin rotatorio que está dentro de un cañón fijo (Harper, 1981).

El proceso inicia con el manejo del material, para luego pasar a una zona de transición donde ocurre la fusión (melting), es decir el cambio de estado sólido a fluido mediante la aplicación de calor y trabajo mecánico. A su paso por la zona de transición, el material está en constante movimiento y se calienta con resistencias eléctricas o vapor en un rango de 90-120 °C a su paso por el cañón. El flujo de calor puede ser por conducción o disipación, y depende de la velocidad de tornillo, lo que influye directamente en el tiempo de residencia del material (Marcilla y Beltrán, 2012).

El transporte del material fundido inicia donde termina la fusión. La inercia que genera el flujo de material permite la salida del material del extrusor. Algunos equipos de grandes dimensiones poseen una etapa de mezclado y desgasificación para la correcta homogenización y liberación de componentes volátiles. Finalmente, en la etapa de conformado; el material experimenta un periodo de relajación y se enfría para ser expulsado del extrusor (Chung, 2011).

Proceso de Nixtamalización Tradicional (PNT)

En la Figura 3 se presenta el proceso tradicional de nixtamalización. Esta tecnología ha estado desde los tiempos de la colonia y ha sufrido pocas modificaciones; en la actualidad, se realiza especialmente en México y América Central (Gaytán-Martínez *et al.* 2011). El consumo de tortilla en México en 2014 de acuerdo con el Consejo Regulador de la Masa y la Tortilla A.C. (2019) fue de 12 millones de toneladas, lo que representó un consumo de 90 kilogramos por habitante. La industria emergente en los Estados Unidos de Norteamérica tiene el más rápido crecimiento en el mercado, estimando que tan sólo en el 2010 según TIA (Tortilla Industry Association) se consumieron 85 millones de tortillas (Reyes-Moreno *et al.* 2013).

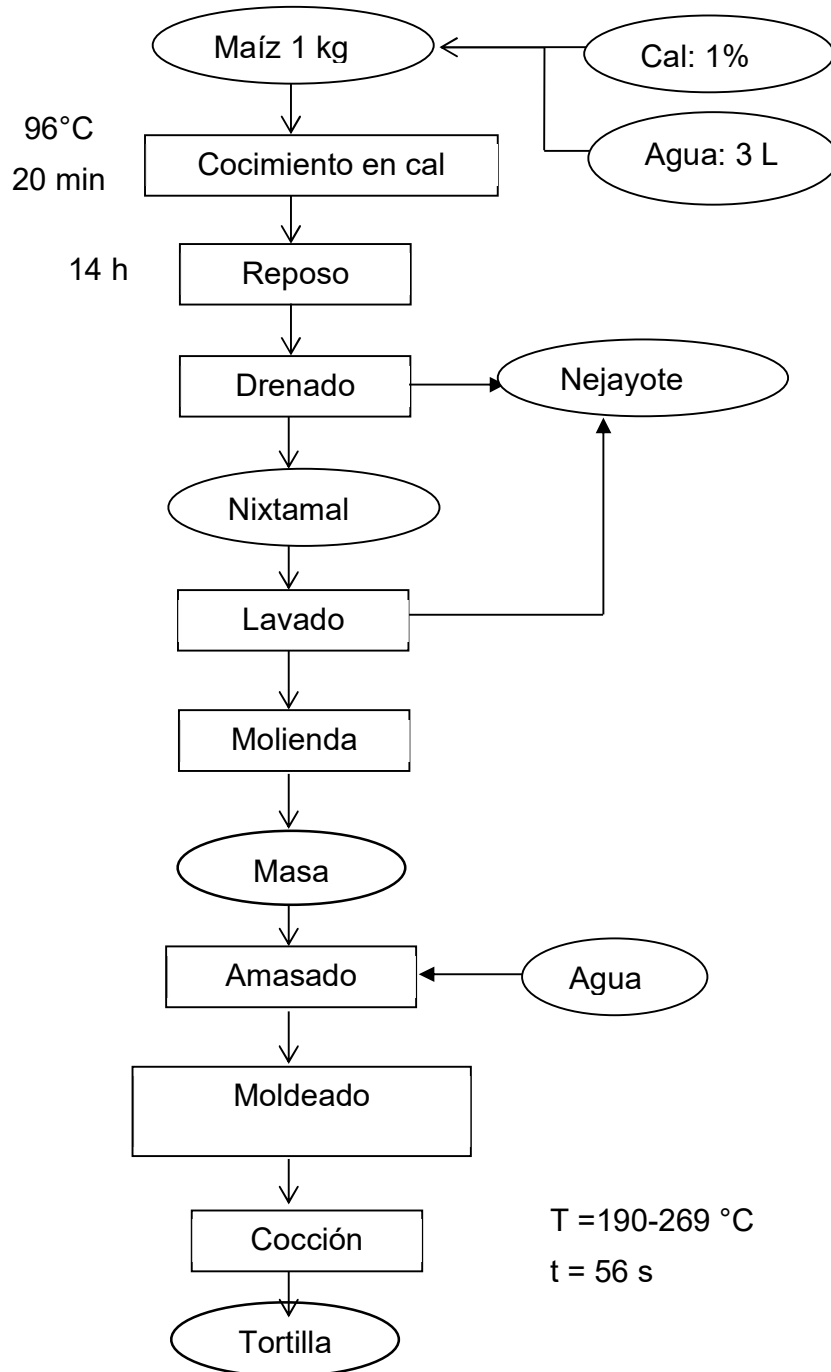


Figura 3. Diagrama de flujo del proceso tradicional de nixtamalización

Cocción y remojo. La cocción del maíz sirve para hidratarlo, retirar el pericarpio, desnaturalizar las proteínas y desarrollar la gelatinización parcial del almidón debido a la absorción de la cal por el germen (Quintanar-Guzmán *et al.* 2009). Los cambios estructurales por efecto de la gelatinización del almidón incluyen el hinchamiento de los granos, la degradación parcial de la estructura del endospermo, siendo afectadas mayormente las capas externas, la solubilización de la pared celular y la matriz proteica (Rojas-Molina *et al.* 2007). El remojo promueve la difusión de humedad dentro del grano y produce nixtamal (maíz cocido) homogéneamente hidratado y aumentando el volumen y la solubilidad del grano (Almeida-Domínguez *et al.* 1996).

La molienda del maíz nixtamalizado se realiza por molienda húmeda, produciendo un incremento en la gelatinización y la liberación de gránulos hidratados. En este período, la absorción de agua aumenta principalmente al inicio debido a la eliminación del pericarpio (90%), lo que permite una rápida difusión de calcio en el almidón en las primeras 8 h (Gutiérrez-Urbe *et al.* 2014). La temperatura de cocción, la agitación y la concentración promedio de álcali afectan directamente la absorción de agua y la fijación del calcio debido a la interacción que se produce con los componentes presentes en el grano (Ruíz-Gutiérrez *et al.* 2012). Durante ésta etapa, se pierden varios nutrientes y antioxidantes, especialmente en el maíz amarillo. Por ello, se recomienda seleccionar granos con endospermo suave para promover una acción más eficiente del calcio cuando interactúa con el almidón (Ruíz-Gutiérrez *et al.* 2012).

Lavado. Cuando se lava el nixtamal, se elimina el exceso de cal y los valores del pH disminuyen, con lo cual aumenta la pérdida de materia seca debido a la eliminación del pericarpio. Durante esta etapa, se observa una mejora del color en los productos y se retienen gomas de pentosanos del maíz, las cuales son útiles para mantener la flexibilidad y suavidad en la masa y las tortillas (Carvajal-Millán *et al.* 2007).

La pérdida de materia seca en el proceso de nixtamalización, especialmente en la cocción alcalina, remojo y lavado del grano de maíz, fluctúan entre el 5-14% (p/p) (Pflugfelder *et al.* 1988). El nejayote (licor de cocción) contiene pericarpio y proteínas solubles, que se descargan cada vez que se completa un lote de producción (Rosentrater, 2006). El endospermo suave, el grano dañado, el uso de altas temperaturas de ebullición y el exceso de cal contribuyen a aumentar las pérdidas económicas (Pflugfelder *et al.* 1988).

Molienda. La molienda húmeda de cereales en exceso de agua se usa a nivel comercial para aislar los gránulos de almidón con un daño mínimo. El agua actúa como un agente plastificador, lo que incrementa la elasticidad de los gránulos de almidón, lo que conlleva a la tenacidad y la fractura de los gránulos de almidón, y de esta forma disminuir el daño ocasionado (Syahariza *et al.* 2010; Sing *et al.* 1997). Una vez lavado el nixtamal se muele en un molino de piedra volcánica para producir masa compuesta de diferentes tipos de partículas, incluidos fragmentos de germen, pericarpio, endospermo, gránulos de almidón entero, proteínas, fibras hidratadas y grasa (Almeida Domínguez *et al.* 1997). La amilopectina se solubiliza como parte de la fragmentación mecánica del grano de maíz en el molino de piedra (Gómez *et al.* 1992). El tamaño final de la partícula de la masa es afectado por la molienda húmeda ya que para elaborar las tortillas deben usarse las fracciones finas, mientras que para aperitivos y tostadas las gruesas (Ramírez-Wong *et al.* 1994).

Mezclado y formación de masa. La masa es obtenida añadiendo agua al maíz molido hasta obtener un producto con consistencia adecuada. La textura de la masa es crucial para la producción de tortillas. La masa debe tener buena cohesividad, es decir estar lista para formar los discos de masa cocida, favoreciendo su corte y formación. Algunas de estas características se relacionan con una adecuada remoción del pericarpio al momento de la cocción y obtención del nixtamal. Finalmente, con la masa se forman discos que son horneados por un breve periodo para obtener tortillas (Gutiérrez-Cortez *et al.* 2010).

El tiempo de mezclado y la consistencia de la masa son críticos para un buen desempeño en la máquina formadora. Durante este paso, las propiedades reológicas y de textura de la masa se mejoran, adquiriendo la calidad final que se requiere en el producto (Bello-Pérez y Paredes-López, 2009). Este paso incluye el cálculo de las dimensiones y el peso del producto final. El almidón soluble puede aumentar debido a la molienda, afectando su viscosidad durante el procesamiento de la masa (Gómez *et al.* 1992). Durante la formación de los discos, la masa se coloca entre dos rodillos con un moldeador de discos y posteriormente se separa para caer en el horno de tres pasos.

Horneado de la tortilla. Este paso incluye cocer y secar parcialmente los discos de masa, dando una ligera apariencia de tostado y desarrollando la textura final del producto. Cuando la masa se transforma en tortilla, la cristalinidad desaparece o disminuye parcialmente (Gómez *et al.* 1992; Campus-Baypoli *et al.* 1999). Los factores que más afectan la textura de la masa y la tortilla son: la temperatura, el tiempo de cocimiento del maíz y la concentración de cal (Ramírez-Wong *et al.* 1993). Mediante la cocción alcalina y la producción de la masa algunos parámetros como son la viscosidad, la cohesión y la adhesividad de las tortillas se ven incrementados (Martín-Martínez *et al.* 2003) dando como resultado una tortilla de textura adecuada. Si el maíz está demasiado cocido, la masa se torna pegajosa y se adhiere fuertemente a los rodillos. Por otro lado, un maíz con bajo grado de cocción produce una masa poco cohesiva y de mala calidad para elaborar tortillas (Ramírez-Wong *et al.* 1994).

Se considera que el PNT proporciona a la tortilla las características de calidad que gustan al consumidor, entre las cuales se encuentran la habilidad de hacer taco y la flexibilidad que tiene al momento de consumirla acompañando a los alimentos (Gómez *et al.* 1992). Sin embargo, el proceso no se ha modernizado del todo y presenta pérdidas de energía térmica y mecánica. Por otro lado, los efluentes que genera la industria de la tortilla son altamente contaminantes y representan un

problema pues en la mayoría de los casos no son tratados adecuadamente (Rosentrater, 2006; Gutiérrez-Dorado *et al.* 2008).

Proceso de Nixtamalización por Extrusión

La Figura 4 muestra el proceso de nixtamalización por extrusión (PNE). A continuación, se describe cada uno de las etapas:

Selección y molienda. El grano de maíz se limpia y selecciona. Las partes del grano se muelen juntas, incluyendo el pericarpio. El tamaño de partícula adecuado se obtiene con una distribución uniforme a fin de evitar problemas de fluidez cuando el material es introducido en la tolva. La técnica comúnmente usada para la reducción de tamaño es la molienda seca.

La molienda seca se usa para producir harina y germen; permitiendo aislar la máxima cantidad de endospermo; y ejerciendo una fuerza abrasiva mientras se remueven el germen y pericarpio. La harina de maíz puede usarse en la elaboración de botanas y alimentos extrudidos, siendo las sémolas, y harinas los principales productos que se obtienen (Alexander, 1987). El endospermo aislado es sometido a un proceso de reducción de tamaño, y es separado en distintas categorías (largo, mediano o fino). El contenido de humedad es mínimo y la técnica usada en la reducción de tamaño puede incluir molienda con diferentes tipos de molinos entre los que se incluyen de bolas, martillo o agujas (Li *et al.* 2014).

El molino de martillo usado en esta investigación se muestra en la Figura 5. El proceso de molienda inicia cuando el material se introduce en la cámara del molino a través del conducto de alimentación, generalmente por gravedad. Después, el material es golpeado por martillos enganchados (generalmente piezas rectangulares de acero endurecido) que se unen a un eje que gira a alta velocidad

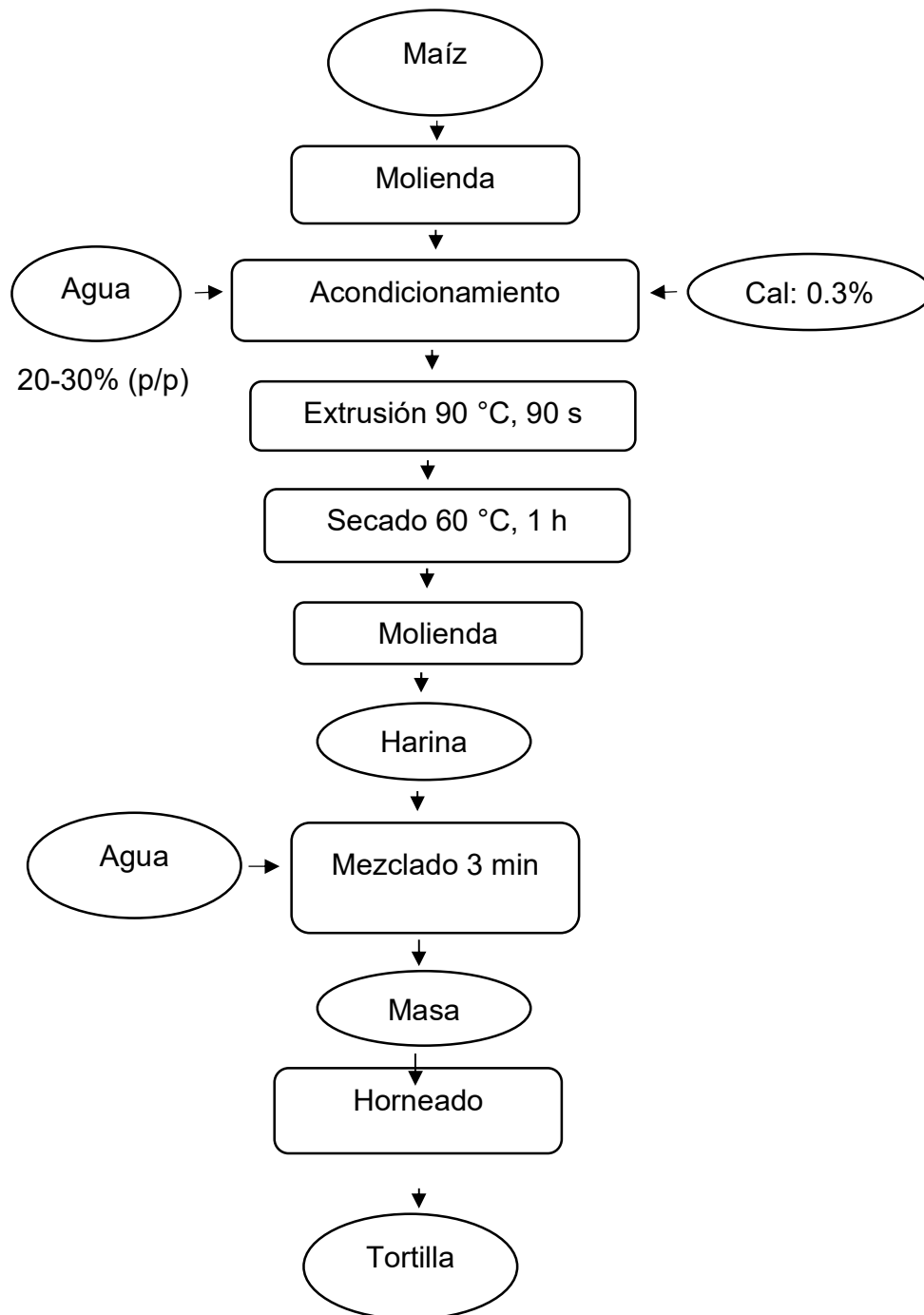


Figura 4. Diagrama de flujo del proceso de nixtamalización por extrusión
 Fuente: Adaptado de Platt-Lucero *et al.* (2010)



Figura 5. Molino de martillo experimental

dentro de la cámara del molino. Finalmente, el material es aplastado o destrozado por una combinación de impactos de martillo repetidos, colisiones con las paredes de la cámara de molienda y partículas en impacto continuo.

Acondicionamiento. El grano molido es adicionado con 0.3% (p/p) de cal y un contenido de humedad que varía entre 15 y 30% dependiendo del fin y las condiciones de operación. El grano molido y acondicionado se deja en refrigeración durante 12 h a 5 °C.

Cocción y extrusión. Esta etapa involucra la transformación de los componentes que posee la mezcla de maíz molido y acondicionado. El proceso inicia con la introducción de la mezcla previamente molida y acondicionada mediante una tolva provista de un tornillo que permite homogenizar los ingredientes (maíz, agua y cal). El tornillo permite el manejo y mezcla del material y a su paso por el extrusor permite la cocción y termo-plastificación del mismo. Finalmente, el material procesado es expulsado por medio del dado localizado al final del extrusor, y que es el responsable de dar forma al material extrudido.

Durante el proceso de cocción se presenta una desnaturalización de proteínas a causa del rompimiento de los enlaces de hidrógeno y a los enlaces bisulfuro, responsables de las estructuras secundaria y terciaria, incrementando la exposición de los sitios susceptibles a la actividad enzimática, y mejorando la digestibilidad de proteínas *in vitro* (Contreras-Jiménez *et al.* 2014).

Obtención de harina. Esta etapa permite modificar las características funcionales y digeribles de los cereales, y principalmente del almidón, lo cual se alcanza modificando la temperatura, humedad de alimentación y velocidad del tornillo (Camire *et al.* 1990; Chinnaswamy & Hanna, 1990). Así, se pueden obtener almidones con propiedades funcionales similares a los de los almidones químicamente modificados (hidroxipropilados y reticulados).

Las propiedades de las harinas nixtamalizadas extruidas de maíz (HENM) dependen de las condiciones de extrusión. La pérdida de cristalinidad en la HENM es causada por el rompimiento mecánico de los enlaces moleculares dentro de la estructura del almidón como resultado de una deshidratación prolongada (Arámbula-Villa *et al.* 2002).

La extrusión es un tratamiento térmico más agresivo que modifica las propiedades térmicas y de viscosidad (Hasjim y Dhital., 2012; Curic *et al.* 2009; Balandrán-Quintana *et al.* 1998), origina una disminución en la entalpia de gelatinización (Curic *et al.* 2009; Milán-Carrillo *et al.* 2006; González-Vera 2006; Arámbula *et al.* 1999; Lai y Kokini, 1991).

Amasado y elaboración de tortilla. La harina se hidrata y se procesa de manera similar a la observada en el proceso de nixtamalización tradicional. La extrusión elimina la generación de residuos contaminantes, lo que la hace una técnica muy atractiva.

La retrogradación comúnmente se presenta en PNE, ya que la textura de las tortillas cambia drásticamente. La principal causa de este fenómeno se debe a la interacción del almidón con lípidos y proteínas, así como la inhibición de la enzima amilasa.

Además, la amilosa presente durante el proceso de gelificación y retrogradación acelera el proceso de endurecimiento del producto final (Agama-Acebedo *et al.* 2004). Reyes-Moreno *et al.* (2013) observaron que la cantidad de almidón retrogradado tipo III en masa y tortillas aumentó desde 25% hasta 75%. La Figura 6 muestra un diagrama esquemático de un extrusor.

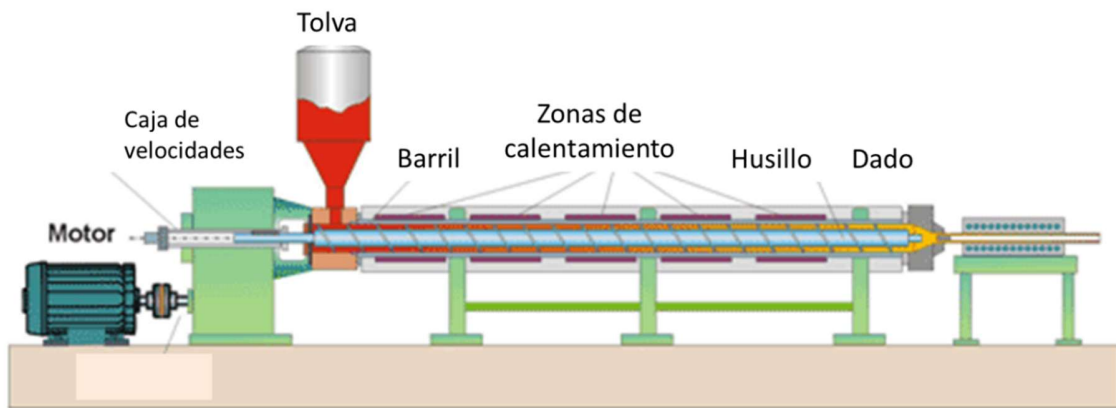


Figura 6. Elementos de un extrusor
Fuente: Adaptado de Marcilla y Beltrán, (2012)
(Fecha de consulta: septiembre 20, 2018)

Efecto de las Variables de Proceso

Proceso de Nixtamalización Tradicional

Temperatura. La estructura del almidón experimenta modificaciones por efecto de la temperatura de cocción y el periodo de reposo. Durante el cocimiento del grano se llevan a cabo reacciones bioquímicas, producidas por la interacción de la solución alcalina con los componentes en el grano. Es en el reposo cuando ocurre una gelatinización parcial y la solubilización de la pared celular, lo que origina un incremento en la absorción de agua durante las primeras horas y una rápida difusión del ión calcio en el interior del grano (Gutiérrez-Urbe *et al.* 2014; Rojas-Molina *et al.* 2007; Campas-Baypoli *et al.* 1999). Aun cuando una parte del calcio se elimina con el nejayote, las interacciones que ocurren entre el calcio restante y los distintos componentes del grano influyen sobre las propiedades fisicoquímicas y sensoriales de los productos finales. Por último, el proceso de cocción alcalina permite solubilizar aquellas proteínas de bajo peso molecular como son albuminas y globulinas (Chaidez-Laguna *et al.* 2016).

Tiempo de cocimiento. El tiempo de cocción del grano depende de factores como el grado de madurez, la variedad de maíz usado y las condiciones organolépticas del grano (Rodríguez García *et al.* 2008). Un grano duro requiere mayor tiempo de cocción, por ello debe considerarse el tiempo necesario para cocer adecuadamente el grano de maíz, pues se puede obtener una masa cruda o sobre-cocida, lo que afecta las características texturales de la masa (Ramírez-Wong *et al.* 1993).

Tiempo de reposo. Esta etapa se relaciona con el periodo en el que el grano de maíz se deja en solución alcalina entre 12 y 14h. Es aquí donde el calcio y el agua se introducen en los espacios intermoleculares del gránulo de almidón y aumentan la rigidez de la pared celular.

Tamaño de partícula de la masa. La molienda con piedras volcánicas permite obtener un tamaño de partícula de mediano a grueso. Esto se logra por el efecto protector del agua, que genera gránulos de almidón fragmentados parcialmente y algunos en estado nativo. Los gránulos de almidón pre-gelatinizados se rompen, y se mezclan junto con las proteínas y los gránulos no gelatinizados del endospermo que forma la masa (Serna-Saldívar *et al.* 2003).

Molienda y mezclado. El mezclado, la molienda y la concentración alcalina media influyen en la absorción de agua y de calcio, lo que resulta en el ablandamiento y solubilización del pericarpio (Ruíz-Gutiérrez *et al.* 2012). La molienda del maíz origina una mayor gelatinización y la liberación de los gránulos de almidón gelatinizados. De esta forma, se fomentan los entrecruzamientos e interacciones moleculares que modifican las características fisicoquímicas, estructurales y reológicas de la masa; así como las propiedades estructurales y texturales de la tortilla producida (Gutiérrez-Cortez *et al.* 2010).

Materia prima. Se recomienda usar granos nuevos y que resistan las altas temperaturas de la cocción alcalina. Un grano suave puede generar mayor cantidad de sólidos solubles que se pierden durante el lavado del nixtamal. Debe tener color característico dependiendo de la variedad usada. El efecto de las características fisicoquímicas puede afectar la funcionalidad y el valor nutritivo del grano. Estos cambios afectan la gelatinización parcial de los almidones, así como la desnaturalización de proteínas. Otros cambios causados por las variables de proceso afectan el contenido nutrimental, la actividad microbiológica y atributos sensoriales como aroma, sabor y color del producto.

Proteínas. Al ser las proteínas componentes importantes en la conformación del grano de maíz, juegan un papel fundamental debido a su naturaleza dinámica e interactiva. Las proteínas tienden a formar diversas configuraciones espaciales y experimentan cambios químicos durante el proceso de nixtamalización. En el caso de la zeína, que es la fracción de prolamina del maíz, su tamaño se comprime hasta

en un 50% ya que está íntimamente relacionado con el gránulo de almidón, lo que origina la llamada proteólisis disminuyendo su solubilidad (Gutiérrez-Cortez 2010, Rojas-Molina, *et al.* 2007). Por otro lado, la glutelina que tiene un alto valor nutricional, aumenta su solubilidad y con ello la disponibilidad de los aminoácidos esenciales (Martínez-Flores *et al.* 2002). También ésta proteína es responsable de conferir suavidad al grano, lo que permite que las tortillas tengan mejor textura.

Lípidos. La concentración de lípidos en la masa y posteriormente en la producción de tortilla, puede verse alterado por el procesamiento térmico tan agresivo a que es sometido el grano en su proceso de transformación. Aproximadamente del 1 al 2% del peso seco de la masa conforma el peso de los lípidos a través de una 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 así las propiedades de la masa (Moreira *et al.* 1997).

Los granos de maíz serosos poseen mayor contenido de grasa, lo que permite obtener harinas por extrusión con características funcionales diferentes, de igual forma se observa un comportamiento similar cuando se trabaja con maíces pigmentados, pues tienen un contenido de antocianinas mayor, aun cuando una parte de estos se pierden en el proceso (Escalante-Aburto *et al.* 2013).

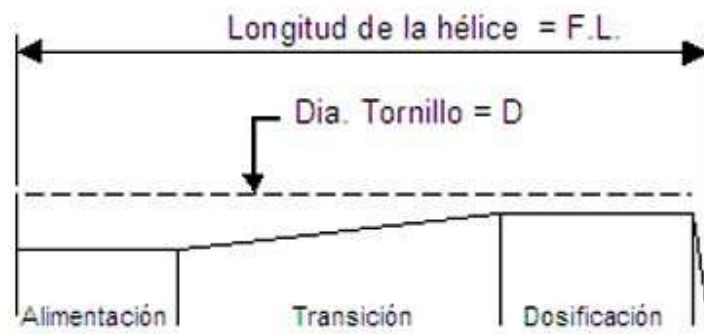
Proceso de Nixtamalización por Extrusión

Temperatura. Uno de los factores que más afecta al proceso es el aumento de temperatura, ya que mayor temperatura implica mayor flujo de calor por conducción, lo que incrementa la velocidad de fusión, y por tanto una disminución en la viscosidad del material.

Tipo de tornillo. La configuración del tornillo es importante, ya que afecta a la velocidad y en consecuencia a la eficiencia de fusión. En el tornillo se pueden identificar tres secciones: alimentación, transición y dosificación. Para disminuir el coeficiente de fricción entre el material y el tornillo, el diseño del tornillo debe ser sencillo, y el ángulo entre álabes grande. La relación longitud-diámetro (L/D) nos expresa la porción “encerrada” de tornillo, y se obtiene midiendo la longitud de la hélice desde el lado frontal del puerto de alimentación hasta el final del tornillo como se muestra en la Figura 7. Los valores típicos para L/D fluctúan entre 24:1 y 30 o 32:1, pero una relación adecuada se define por el proceso y aplicación que debe satisfacerse. Se le puede relacionar con el grado de afectación al gránulo de almidón, ya que a mayor relación (L/D), mayor daño por efecto termo-mecánico (Chung, 2011).

Humedad de alimentación. La extrusión se realiza con bajos contenidos de humedad (< 30%), es por ello que la transformación del almidón depende más del esfuerzo mecánico ejercido en el interior del extrusor que de la humedad. Valores menores a 30% fomentan la fragmentación del gránulo y la dextrinización. Así mismo, se incrementa el nivel de expansión del extrudido, lo que va en detrimento de sus propiedades funcionales como son las reológicas, estructurales, y fisicoquímicas; principalmente el índice de solubilidad y de absorción en agua (Alam, 2016). Por otro lado, un mayor contenido de humedad en la materia prima permite disminuir la presión ejercida en el dado, lo que origina menor cocción e índice de expansión. También se incrementa la viscosidad de la masa y la velocidad de flujo en el interior del extrusor (Eastman y Lee, 2005).

Velocidad de alimentación y presión de cabezal en el dado. Un incremento en la velocidad de alimentación permite la disminución en la temperatura de la masa y del proceso de cocción. De igual forma, un aumento en la velocidad de alimentación genera una mayor presión de cabezal y un mayor índice de expansión (Eastman y Lee, 2005).



$$L/D = \frac{\text{Flighted Length (F.L.)}}{\text{Screw Diameter (D)}}$$

Figura 7. Relación L/D de un tornillo de extrusión

Fuente: Adaptado de: Marcilla y Beltrán, (2012)
 (Fecha de consulta: 24/04/2019)

Geometría de dado. Este parámetro se relaciona con el tamaño del producto, forma y densidad. Es mediante el dado que se regula el flujo, ya que por medio de él se genera un efecto de mezclado en reversa hasta que la presión de extrusión excede la de dado.

Tiempo de residencia. Esta variable depende de varios factores como son la temperatura de cocción, dimensiones del dado, características de diseño de tornillo, la materia prima, y el contenido de humedad del material extrudido (Eastman y Lee, 2005).

Materia prima. Los ingredientes usados afectan las características del producto terminado de diversas formas ya que, dependiendo de su composición, puede verse afectado el grado de gelatinización, el índice de expansión, y la densidad del producto (Eastman y Lee, 2005).

Cambios Estructurales y Químicos en el Proceso de Nixtamalización

Proceso de Nixtamalización Tradicional

Los cambios que experimenta el almidón durante las etapas del proceso de nixtamalización tradicional se dan en la cocción, remojo, molienda húmeda y horneado. Los cambios que ocurren en la cocción y remojo provocan el aumento de volumen en el gránulo de almidón cuando se aplican de manera simultánea calor, humedad y cal. En consecuencia, ocurre una gelatinización parcial, modificando así la estructura cristalina del almidón (Enríquez-Ramos, 2004). El agua se introduce dentro del gránulo y los enlaces de hidrógeno entre las moléculas de agua y los residuos polares de las unidades de glucosa se transforman, incrementando la

absorción de agua y acelerando el colapso del gránulo de almidón (Ratnayake *et al.* 2007).

En la molienda húmeda, la transformación que se da en la estructura del gránulo de almidón es consecuencia de la adición de trabajo mecánico y energía térmica necesaria para procesar todos los componentes del grano: pericarpio, germen y endospermo, así como lípidos, fibra soluble y lípidos (Leewatchararongjaroen *et al.* 2016). El tamaño de partícula durante la molienda húmeda es el adecuado para obtener una granulometría fina que permite la elaboración de tortillas, mientras que un tamaño de partícula mayor (grueso) es usado para elaborar tostadas y masa para tamal, entre otros (Enríquez-Castro *et al.* 2018; Villada *et al.* 2017). Estos cambios se ven favorecidos por un exceso de agua, ya que ésta actúa como agente protector.

Durante la molienda es importante considerar el tipo de fuerza que se aplica, ya sea de impacto, de corte o de compresión. La fricción que se genera dentro del molino depende de la separación que existe entre las piedras volcánicas, así como del tiempo que se destina para lograr la distribución de tamaño adecuada. Esto origina un aumento de la temperatura en la masa que fluctúa entre 55 y 85°C, favoreciendo así una segunda gelatinización (Villada *et al.* 2017). El tamaño de partícula obtenido, mayor al obtenido en la molienda seca, permite que el gránulo de almidón se encuentre fragmentado o en algunas ocasiones en estado nativo (Gómez *et al.* 1992).

La obtención de masa involucra una transformación de las propiedades reológicas y texturales. El tiempo de mezclado y el esfuerzo de corte aplicados provocan un aumento de la viscosidad, la entalpía de gelatinización, y de los módulos viscoelásticos, lo que modifica la consistencia de la masa. Esto es debido a la parcial desintegración de la molécula de almidón, lo que origina un aumento en la solubilidad del almidón, suficiente para lograr masa con propiedades texturales

adecuadas para lograr buena maniobrabilidad al momento de su introducción a la máquina formadora (Enríquez-Castro *et al.* 2018).

Durante la elaboración de la tortilla ocurre el mayor daño al almidón por el procesamiento térmico. Las características finales del producto mejoran gracias a la acción del calor aplicado y secado de la masa, originando una disminución en la cristalinidad. La retrogradación que ocurre después de la cocción se relaciona con la presencia de una fracción de almidón nativo resistente, creando una nueva estructura semicristalina definida (Villada *et al.* 2017). La temperatura de horneado, así como el grado de cocción de la masa van de la mano de las características texturales obtenidas durante el proceso de amasado (Ramírez-Wong *et al.* 1994). Algunos investigadores han reportado previamente que las propiedades fisicoquímicas y estructurales del almidón disminuyen considerablemente durante la etapa de cocción y horneado (Mariscal *et al.* 2015; Estrada-Girón *et al.* 2014; Quintanar-Guzmán *et al.* 2009; Méndez-Montealvo *et al.* 2006; Mondragón *et al.* 2004; Bello-Pérez *et al.* 2003; Campas-Baypoli *et al.* 1999; Gómez *et al.* 1992; Gómez *et al.* 1989).

Proceso de Nixtamalización por Extrusión

A diferencia del proceso de nixtamalización tradicional, en donde el grano de maíz entero se somete a una cocción alcalina, en el proceso de nixtamalización por extrusión, el maíz debe molerse y acondicionarse con cal con un bajo contenido de humedad. Este proceso, aunque permite el intercambio químico entre el calcio y los componentes del maíz, origina un mayor daño al almidón porque se utiliza la molienda seca. Esto depende del tipo de equipo usado y las condiciones de molienda usada, pues la molienda seca daña considerablemente la estructura cristalina del gránulo de almidón.

En el interior del extrusor se localizan tres regiones: transporte, aumento de volumen (hinchazón) y fusión/degradación. En esta tercera etapa es donde se genera el

mayor daño a la estructura del almidón. El efecto que produce el uso de calor combinado con la aplicación de esfuerzos mecánicos debilita la estructura de los gránulos de almidón, favorece la gelatinización, y aumenta la capacidad de absorción de agua (von Borries-Medrano *et al.* 2018, Alam *et al.* 2016). Otro de los factores a considerar es el contenido de humedad usado. A diferencia de la molienda húmeda que usa un exceso de agua, en la molienda seca se usa poca agua, lo que elimina el efecto protector del agua (Li *et al.* 2014).

Las harinas extrudidas nixtamalizadas de maíz presentan un tamaño de partícula más pequeño, lo que permite una transferencia más rápida de agua hacia el interior de las moléculas (Pérez-Navarrete *et al.* 2006). Diversos investigadores han atribuido un aumento en la capacidad de absorción de agua de las harinas nixtamalizadas al efecto conjunto de la molienda y el proceso de extrusión-cocción (Gaytán-Martínez *et al.* 2011; Curic *et al.* 2009; Platt-Lucero *et al.* 2010).

Otra variable que contribuye al incremento en el contenido de almidón dañado es el procesamiento térmico, lo que favorece la formación de almidón resistente. Uno de los cambios estructurales que ocurren en el granulo de almidón durante el proceso de extrusión-cocción, es la pérdida de la cristalinidad, ya que los cristales nativos se funden y sus componentes quedan en parcial desarreglo (Gutiérrez-Dorado *et al.* 2008). Cuando la temperatura disminuye se forma una gran cantidad de almidón resistente debido al proceso de hidrólisis y por efecto de la retrogradación. Otro factor que influye en la obtención de AR es la relación de amilosa-amilopectina que posee el almidón de maíz. Estrada-Girón *et al.* (2014) evaluaron el efecto del contenido de humedad y la temperatura sobre las propiedades funcionales de masa nixtamalizada. Observaron una alta dependencia del contenido de humedad y la temperatura cuando se evaluaron las propiedades físicas y reológicas. Arámbula-Villa *et al.* (1998) observaron que el uso de temperaturas más altas origina un mayor daño al almidón, pues la cantidad de agua en los extruidos obtenidos disminuyó considerablemente.

Las variables de operación usadas en la extrusión, además de incrementar el contenido de almidón dañado, contribuyen a la desnaturalización de proteínas. Esto surge como consecuencia del rompimiento de los enlaces de hidrógeno y iones disulfuro, responsables de las estructuras secundaria y terciaria.

La obtención de masa a partir de HENM es similar que el usado en la nixtamalización tradicional. Uno de los problemas que suele presentarse es el aumento de la cohesividad, ya que la compactación de las partículas es mayor y los espacios intermoleculares son rápidamente llenados por las moléculas de agua. Esto origina un aumento en la densidad de la harina y genera problemas en el manejo de esta durante el proceso de amasado. Por ello, el procesamiento mínimo permitirá dañar menos la estructura del almidón extrudido. De igual forma, el contenido de agua que se adiciona para obtener la masa es cuidado para no sobrepasar el límite elástico de la masa.

La producción de tortillas a partir de HENM es similar al proceso tradicional. La mayor transformación del almidón se dio durante las etapas de molienda y cocción-extrusión, es por ello por lo que la presencia de almidón nativo es escasa. Es sin embargo en esta etapa donde el proceso de gelatinización concluye; puesto que las temperaturas que se manejan en la producción de tortillas originan un daño térmico irreversible.

Evaluación de los Cambios en el Almidón

Perfil de Viscosidad

La Figura 8 muestra un perfil de viscosidad típico para harinas elaboradas con almidón de arroz. El almidón experimenta cambios en su viscosidad cuando es sometido a un proceso de desnaturalización. La viscosidad del maíz aumenta como

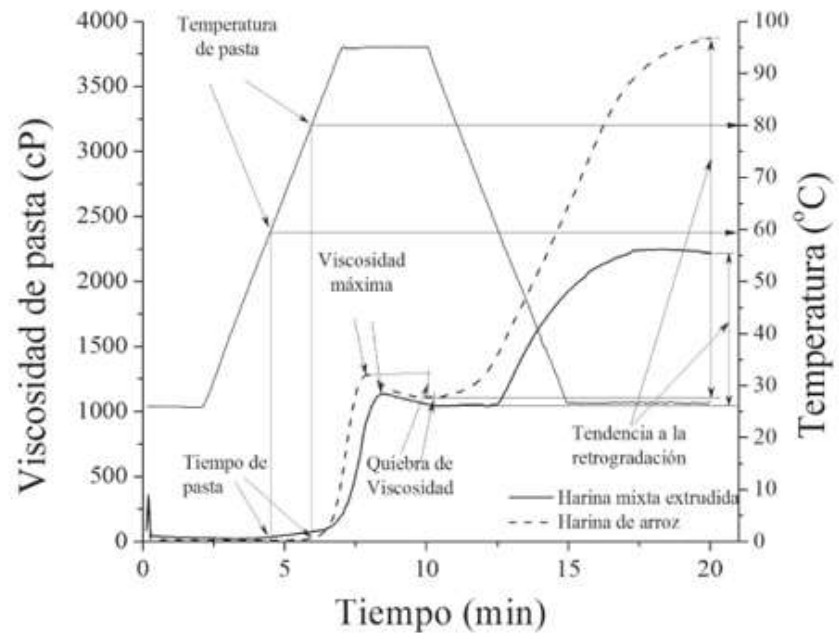


Figura 8. Curva de viscosidad típica del almidón

Fuente: Ferreira-Cardoso *et al.* (2014)

consecuencia de la gelatinización en el nixtamal y formación de la masa hasta obtener un valor máximo, luego decrece cuando se obtiene la tortilla como consecuencia del proceso de cocción y horneado (Gómez *et al.* 1992).

El perfil de viscosidad para cada proceso de nixtamalización es diferente. En el PNT, una viscosidad de pico elevada es debida principalmente a un mayor contenido de almidón fragmentado y nativo presente en la masa de nixtamal (Fernández-Muñoz *et al.* 2011). Otro hecho es que las interacciones entre el calcio y el almidón causan un aumento en la viscosidad y pH de la masa (Li *et al.* 2014; Villada *et al.* 2017; Carvalho *et al.* 2010; Gómez *et al.* 1992; Thomas & Atwell, 1999; Zobel, 1988). En el PNE, el almidón ha sido gelatinizado en su gran mayoría, lo que origina viscosidades bajas al momento de formar la masa. Por ello es necesario que la gelatinización del almidón se dé en forma parcial y controlada para que permanezca una cierta cantidad de almidón nativo al momento de formarse la masa y elaborar tortillas. De acuerdo a Rincón-Londoño *et al.* (2016) se presentan tres etapas que son la gelatinización, la cual involucra el aumento de volumen en presencia de agua y calor, la modificación estructural del gránulo de almidón (pasting) como consecuencia del hinchamiento, en la cual ocurren la lixiviación de componentes a nivel celular, la desintegración del gránulo, y la formación de gel. Finalmente, la retrogradación que describe los mecanismos de reacción que experimentan las moléculas de glucanos (por efecto de los enlaces de puente de hidrógeno) en el almidón gelatinizado, después de que se enfría. Así mismo, involucra los cambios que ocurren por el reacomodo de amilosa y amilopectina. La amilosa es responsable de la retrogradación a corto plazo (Xu *et al.* 2013), mientras que la amilopectina permite una retrogradación más lenta y a baja temperatura.

Cambios estructurales

La técnica de difracción de rayos-X es utilizada para medir la cristalinidad y los cambios en las estructuras semi-cristalinas que presentan los almidones nativos,

esto es, sus patrones de difracción característicos. La Figura 9 muestra los patrones característicos de difracción de rayos X del almidón de maíz.

Los cambios anteriormente mencionados incluyen la transición de fases de los sistemas de almidón y agua, la temperatura de gelatinización por encima de los 100 °C y la estimación de las entalpías de transición (Xie *et al.* 2006).

El almidón sometido a condiciones extremas de proceso (cocción, molienda o adición de agentes químicos) sufre transformaciones drásticas en su estructura y pierde su birrefringencia (Zobel *et al.* 1988). La cristalinidad del almidón de maíz disminuye durante el cocimiento alcalino, sin embargo; tiende a recuperarse durante el reposo por un proceso de recristalización (annealing) del almidón no gelatinizado. Campus-Baypoli *et al.* (1999) no observó diferencias significativas en los patrones de difracción de rayos X de maíz, nixtamal y masa, pero cuando la masa fue transformada en tortilla, registró una gran pérdida de la cristalinidad. En el horneado y cocción de la tortilla es donde se pierde la cristalinidad y se obtiene una estructura amorfa como consecuencia de la total gelatinización del almidón. La birrefringencia se pierde debido a la poca cantidad de almidón nativo.

Preciado-Ortíz *et al.* (2018) midieron la cristalinidad del almidón durante las etapas de cocción, remojo, molienda y formación de masa, así como la elaboración de tortillas del PNT. Estos investigadores observaron una pérdida de los picos cristalinos a medida que aumentó el procesamiento del almidón. Esto se ve fuertemente influenciado por la concentración de cal usada, y debido posiblemente a la asociación del calcio con las moléculas del almidón. Campas-Baypoli *et al.* (2002) en un estudio con tortillas de maíz almacenadas a temperatura ambiente y en refrigeración, encontraron que la cristalinidad es afectada de manera significativa por el tiempo de almacenamiento (2, 24 y 48 h) y la temperatura de refrigeración (5°C) originando un aumento en la retrogradación del almidón y un posible incremento en el contenido de AR.

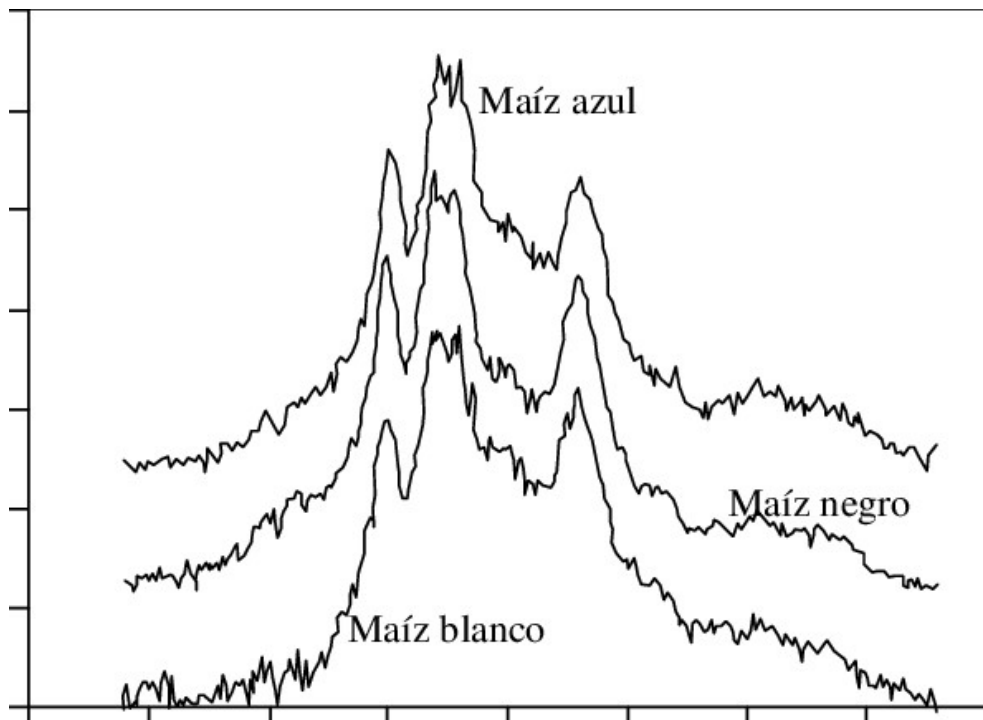


Figura 9. Patrones característicos de difracción de rayos X del almidón de diferentes variedades de maíz

Fuente: Agama-Acebedo *et al.* (2004)

Cambios térmicos

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) permite estudiar la gelatinización del almidón, y cuantificar la energía de transformación durante la fusión de los cristales de almidón. La DSC mide la energía necesaria para establecer un diferencial de temperatura entre una muestra y un material de referencia sometidos a idénticos regímenes de temperatura en un ambiente de calentamiento o enfriamiento controlado (Hemminger & Sarge, 1998).

En un termograma (Figura 10) se observan las transiciones vítrea, endotérmica y exotérmica de los materiales (Roos, 2007). Esto permite estudiar su comportamiento térmico. La absorción o liberación de calor del material de estudio ocurre como resultado de la transición de fases o de una reacción química. El cambio en la temperatura de transición (de inicio, T_o ; pico, T_p , y final, T_f) y la entalpía de gelatinización (ΔH_g) es provocada por la transformación térmica de los cristales o la formación de nuevas estructuras ordenadas que se observan en el termograma (Wang *et al.* 2015). Las transiciones térmicas que ocurren durante el calentamiento del almidón de maíz fueron estudiadas por Palacios-Fonseca *et al.* (2013), quienes observaron que en el proceso de retrogradación ocurre una reorganización de las cadenas poliméricas, lo que permite mayor estabilidad molecular y un incremento en la T_p y T_f en el almidón y una disminución en el rango de la temperatura de gelatinización.

El estudio de la retrogradación del almidón usando DSC permite calcular la transformación exotérmica que experimenta el almidón. En el caso de almidón retrogradado, la información que proporciona una endoterma se relaciona con la cantidad de energía térmica requerida y la temperatura de transición alcanzada. Durante esta etapa ocurre la recristalización de la amilopectina (Karim *et al.* 2000).

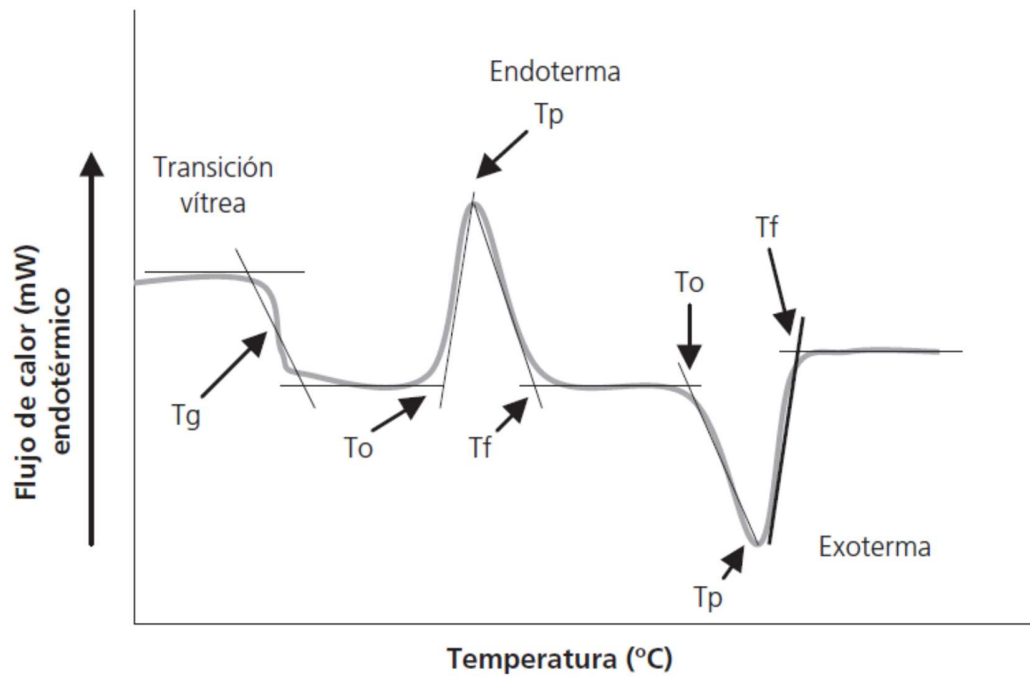


Figura 10. Termograma típico de un material amorfo o semicristalino

Fuente: Ross (2007)

Una de las fracciones de amilosa que no cristaliza, permite que la retrogradación sea más larga. Además, la temperatura diferencial del gránulo de almidón se incrementa debido a un mayor periodo de almacenamiento (Tian *et al.* 2011).

Cambios morfológicos

Debido a la complejidad que presenta un biopolímero como lo es el almidón, la microscopía de barrido electrónico (SEM) permite una caracterización aproximada de la estructura basándose en principios reológicos y ayudado del análisis fractal, así como de diversos alimentos antes y después del proceso de retrogradación (Genovese y Rao, 2003). La retrogradación implica la reestructuración interna en el almidón, creando una molécula más compacta y sólida que depende de su estructura macromolecular (configuración de la cadena, ramificaciones y distribución del peso molecular) y de la fuente botánica (Figuroa-Cárdenas *et al.* 2013; Tester *et al.* 2000; Buléon *et al.* 1998). Utrilla-Coello *et al.* (2013) estudiaron la morfología del almidón retrogradado de maíz después de cuatro días de almacenamiento a diferentes temperaturas. Observaron que la matriz del gránulo de almidón se vio modificada en la alineación y forma de las cavidades y fracturas generadas por la recristalización del almidón, lo cual afecta la forma en que se redistribuye el agua en el interior.

Almidón Resistente (AR)

El AR se ha usado para describir una pequeña fracción de almidón que resiste la hidrólisis por medio de los procesos exhaustivos *in vitro* de las enzimas amilasa y pululanasa después de 120 min de incubación (Sievert y Pomeranz; 1989). El AR es considerado parte de la fibra dietaria y proporciona beneficios para la salud

cuando se consume. El AR puede tener efecto probiótico, laxante, y reducir los niveles de colesterol y azúcar en la sangre.

El almidón dietario se compone de almidón rápidamente digerible (ARD), almidón de lenta digestión (ALD) y AR (Berry, 1986). Los dos primeros son degradados por la acción de las enzimas digestivas, pero el tiempo en el que se convierten cada uno difiere de manera significativa. El ARD induce un rápido incremento en el contenido de azúcar e insulina en la sangre, mientras que el ALD libera de manera lenta y prolongada la glucosa en el torrente sanguíneo (Miao *et al.* 2015). El AR representa la suma del almidón más los productos de la digestión del almidón no degradado en el intestino delgado de las personas, pero que se fermenta en el intestino grueso, favoreciendo la formación de butirato (Sajilata *et al.* 2006).

El contenido de AR se ve afectado por el grado de molienda, procesamiento térmico y la proporción de amilosa/amilopectina presente en los alimentos. El AR se constituye de varias fracciones: retrogradado, físicamente inaccesible, fragmentos químicamente modificados, y aquellas que se encuentran formando complejos del almidón con otros compuestos de los alimentos (Saura-Calixto *et al.* 1993):

Durante el periodo de remojo es donde se produce la mayor cantidad de AR. Es aquí donde ocurre una modificación en la estructura del almidón, ya que los cristales presentes en el gránulo de almidón cambian a temperaturas por debajo del punto de gelatinización (Figuroa-Cárdenas *et al.* 2013). El complejo amilosa-lípido, que es una manera de expresar el AR, se origina por la acción de la energía térmica que reciben las cadenas de ácidos grasos y que interactúan con la hélice de amilosa (Jayakodi y Hoover, 2008).

La extrusión permite producir AR como consecuencia de la retrogradación que experimenta el almidón al enfriarse. Las características estructurales nativas del almidón se modifican y sus componentes principales (amilosa y amilopectina) generan nuevas estructuras cristalinas que resisten la hidrólisis enzimática (Colonna *et al.* 1989). Entre los cambios que sufre el almidón extrudido se incluye la despolimerización y formación de cadenas lineales, con alta tendencia a formar compuestos de baja digestibilidad enzimática (Bello-Pérez *et al.* 2006).

Cambios reológicos

Cuando se miden las propiedades mecánicas y reológicas del almidón es conveniente tener en cuenta los cambios que este experimenta en su estructura, como sucede con la recristalización o retrogradación. El uso de técnicas macroscópicas (métodos de alta deformación) y microscópicas (métodos de baja deformación) permite una caracterización completa de dichos cambios.

Métodos de alta deformación. La medición reológica usando métodos de alta deformación involucra la aplicación de grandes fuerzas deformativas que pueden causar un daño permanente en la conformación del gránulo de almidón, lo que dificulta estudiar las propiedades viscoelásticas del sistema en cuestión. Los métodos de baja deformación involucran el uso de dispositivos mecánicos que miden los parámetros viscoelásticos sin destruir la muestra, y que han ido ganando aceptación entre la comunidad científica.

Esta clasificación incluye métodos subjetivos como la compresión biaxial y métodos empíricos como la penetración, los cuales sirven para observar los cambios que experimentan las moléculas de almidón cuando son sometidas a un proceso de retrogradación, pudiéndose monitorear el incremento en la rigidez o la firmeza de la muestra. De esa forma, las propiedades mecánicas obtenidas pueden correlacionarse con los atributos sensoriales y texturales (Steffe, 1996).

Compresión biaxial con lubricación (squeezing flow). Es una técnica que permite medir las propiedades reológicas de materiales viscosos que no pueden ser medidas con reómetros convencionales. En la Figura 11 se observa que el material se comprime entre dos placas paralelas o límites paralelos que se acercan el uno al otro y por lo tanto se genera una compresión radial. La masa de maíz presenta un elevado esfuerzo al corte que en ocasiones sobrepasa las condiciones de frontera a las que son medidas las suspensiones y geles de almidón.

Las componentes de la velocidad física, para un sistema cilíndrico como el mostrado en la Figura 11 son las siguientes:

$$v_z = \dot{\epsilon}_T h \quad (1)$$

$$v_r = -\dot{\epsilon}_T \frac{r}{2} \quad (2)$$

$$v_\theta = 0 \quad (3)$$

Donde v_z , v_r , v_θ son las componentes normales (vertical), radial y angular respectivamente, h es la altura de la muestra que cambia con respecto al tiempo, r es la distancia radial y $\dot{\epsilon}_T$ es la velocidad de corte momentánea.

La velocidad de corte momentánea se define como:

$$\dot{\epsilon}_T = -\frac{1}{h} \frac{dh}{dt} \quad (4)$$

En una máquina universal de muestreo, que opera a velocidad de cabezal constante, v_z y h se representan como:

$$v_z = -\frac{dh}{dt} \quad (5)$$

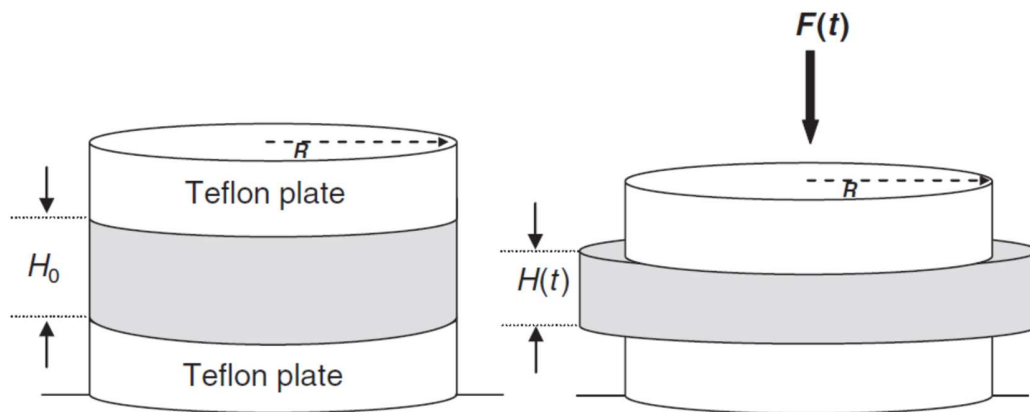


Figura 11. Vista esquemática de un arreglo de compresión biaxial

Fuente: Corradini *et al.* (2005)

y

$$h = h_0 - v_z t \quad (6)$$

donde h_0 es la altura inicial del espécimen sin deformar, y h es la altura instantánea del espécimen al tiempo t .

Incorporando la ec. (5) y ec. (6) en la ec. (4), la velocidad de corte momentánea se puede expresar como:

$$\dot{\epsilon}_T = \frac{v_z}{(h_0 - v_z t)} \dots \dots \dots (7)$$

La diferencia de las fuerzas normales es obtenida dividiendo la fuerza entre el área transversal o parte deformada del espécimen. En nuestro caso, esta área es constante como se observa en la Figura 11.

$$T_{zz} - T_{rr} = \frac{F}{(\pi R^2)} \quad (8)$$

Donde F es la fuerza de compresión momentánea y R es el radio del plato.

Según los criterios dados por Campanella *et al.* (1987), el flujo elongacional es regulado por una función conocida como viscosidad elongacional, η_b , que puede ser expresada por la siguiente relación:

$$\eta_b = \frac{T_{zz} - T_{rr}}{\dot{\epsilon}_T} \quad (9)$$

Donde $\dot{\epsilon}_T$ es la velocidad extensional biaxial definida por Chatrei *et al.* (1981).

$$\dot{\epsilon}_r = \frac{1}{2} \dot{\epsilon}_T \dots \dots \dots (10)$$

Al incorporar las ecuaciones (7), (8) y (10) en la ecuación (9), se obtiene la siguiente relación:

$$\eta_b = \frac{2 F h}{\Pi R^2 v_z} \quad (11)$$

Por tanto, conociendo la altura inicial de la muestra, la velocidad de cabezal de la máquina universal de muestreo Instron, y la fuerza y la altura a diferentes tiempos tomados de la curva de fuerza deformación, la viscosidad elongacional puede ser calculada para distintas velocidades de corte extensionales.

Métodos de baja deformación. Los métodos de baja deformación se han usado para estudiar las propiedades viscoelásticas en soluciones diluidas de almidón gelatinizado y poder determinar la relación entre el esfuerzo, la tensión y el tiempo para un determinado tipo de deformación (Karim *et al.* 2000). Las pruebas dinámicas oscilatorias se realizan aplicando una pequeña deformación (o esfuerzo) sinusoidal, midiendo el esfuerzo (o deformación) resultante. Las pruebas oscilatorias pueden conducirse en tensión, compresión o corte. Los instrumentos comerciales operan generalmente en el modo de deformación de corte, siendo el método predominante para evaluar el comportamiento viscoelástico de los alimentos (Steffe, 1996).

La deformación de corte puede generarse empleando un arreglo de platos paralelos, cono y plato o cilindros concéntricos. Los ensayos con pequeñas amplitudes oscilatorias se utilizan en las pruebas dinámicas viscoelásticas. Es importante enfatizar que las deformaciones en las pruebas oscilatorias están en el orden del 1 al 3% para asegurar una respuesta lineal del material, es decir, un intervalo en el cual el esfuerzo sea proporcional linealmente a la deformación aplicada (Gunasekaran & Ak, 2000). Existen varios métodos reológicos para medir la textura en masa de maíz y suspensiones espesas, como la extrusión en reversa (Ignacio y Lannes, 2013; Ramaswamy *et al.* 2015), la viscosimetría de flujo de compresión (Ramírez-Wong *et al.* 1996; Bello-Pérez *et al.* 2003; Estrada-Girón *et al.* 2011),

prueba de ruptura o fluencia (Ditudompo *et al.* 2013) y reología dinámica (Engmann *et al.* 2005).

Reología dinámica. Las mediciones dinámicas se usan para monitorear el comportamiento de geles suaves porque se pueden maniobrar fácilmente en el reómetro, pero se corre el riesgo de no ofrecer mucha precisión al momento de presentar la información (Eliasson, 2004). El método dinámico permite obtener información de los parámetros viscoelásticos: módulo de almacenamiento (G'), módulo de pérdida (G'') y tangente de ángulo de fase ($\tan \delta$). La reología dinámica incluye pruebas como el método dinámico oscilatorio, la prueba de ruptura (creep-test) y el tiempo de relajación. En las pruebas a pequeña deformación las propiedades reológicas se definen con mayor exactitud debido a la magnitud de la deformación aplicada (Abang Zaidel *et al.* 2010).

La reología dinámica ha medido de manera eficiente las propiedades viscoelásticas de los materiales, especialmente el almidón (Platt-Lucero *et al.* 2010). Sahai *et al.* (2001) encontraron una fuerte correlación entre la textura, el tamaño de partícula y la composición. Arámbula-Villa *et al.* (1999) evaluaron algunas propiedades texturales de tortillas preparadas con harina extrudida de maíz y usando 4 tipos de gomas, las cuales fueron añadidas antes y después de la extrusión, logrando establecer los parámetros ideales para obtener un producto de textura adecuada. Ramírez-Wong *et al.* (1993) caracterizaron la masa de maíz usando “squeezing flow”, y evaluaron las propiedades reológicas, así como la capacidad de recuperación de la masa después de aplicar un esfuerzo de corte. Las técnicas dinámicas se han dividido en dos categorías: transcientes y oscilatorias. Las pruebas oscilatorias o dinámicas se efectúan en estado no estacionario y los datos generados reflejan el comportamiento viscoelástico de un material expresándose por medio de un barrido de frecuencia o de temperatura (Steffe, 1996).

Barrido de frecuencia. Es un estudio empleado en la caracterización de diversos materiales a temperatura constante. El barrido de frecuencia es gradual y va aumentando de 0.1 a 100 rad-seg⁻¹, a una temperatura constante de 25 °C y durante un periodo de tiempo definido. El fluido experimenta diferentes comportamientos por efecto de una pequeña deformación aplicada a medida que transcurre el tiempo. Para materiales con alto contenido de almidón, estos se ven afectados en sus propiedades reológicas y como consecuencia ocurren reajustes en su estructura, una vez que la prueba de tensión ha terminado (Yang *et al.* 2004).

Barrido de temperatura. Son ensayos que se realizan a frecuencia de oscilación constante y son aplicados al estudio de la gelatinización y cristalización del almidón. En este tipo de estudios, la evolución a bajas temperaturas muestra una zona en la que G' alcanza un valor máximo, que se caracteriza por poseer módulos relativamente elevados. Un aumento de la temperatura provoca una disminución en ambos módulos, hasta alcanzar un segundo valor máximo en el módulo elástico conocido como región gomosa. Un posterior aumento de la temperatura provoca la destrucción de la estructura del material, ya que se alcanza la zona terminal o de flujo (Shaw & MacKnight, 2005).

Textura

La textura es una percepción sensorial derivada de la estructura de los alimentos relacionada con la viscosidad y la elasticidad (Ignacio y Lannes, 2013). La medición de la textura se realiza de forma subjetiva usando el análisis sensorial y la determinación de la flexibilidad de las tortillas, que es denominada rollabilidad. La rollabilidad se relaciona con la gelatinización del almidón durante la nixtamalización. Los métodos objetivos para medir la textura incluyen el uso de equipos de medición de textura como el texture analyzer, el cual simula la mordida humana con la ayuda de aditamentos especiales.

La textura de la masa depende del grado de gelatinización del almidón. La medición de la textura es importante para predecir la maniobrabilidad de los discos de masa durante el proceso de cocción y manejo en los rodillos. La textura de la masa también es importante en la producción de tortilla, ya que la consistencia impacta directamente en la formación de los discos, favoreciendo el corte y configuración de los discos de masa que están siendo horneados (Quintanar-Guzmán *et al.* 2009).

La masa obtenida es una mezcla constituida por gránulos de almidón parcialmente gelatinizados, gránulos intactos y parcialmente fragmentados, los cuales están en contacto con los lípidos suspendidos y fragmentos de germen. Las propiedades físicas y químicas de la masa cambian constantemente, afectando el contenido total y la distribución de agua (Gómez *et al.* 1992). El control de las variables de proceso como la temperatura, el contenido de agua y el tiempo de cocción, influyen en el daño ejercido en el gránulo de almidón, lo que afecta directamente las propiedades de la masa. Una masa muy cocida será altamente adhesiva mientras que una masa con bajo grado de cocción tendrá poca cohesividad y baja maniobrabilidad cuando se preparan tortillas (Bello-Pérez *et al.* 2003).

La calidad de la tortilla involucra varios factores que se relacionan con los atributos físicos del producto, y que están fuertemente relacionados con el proceso usado. La calidad de la tortilla considera las características que dependen de la aceptabilidad general del consumidor. La textura, el aspecto, el color, el aroma, el valor nutricional, el tamaño de partícula de la sémola de maíz, el grosor, la resistencia al desgarro y la capacidad de enrollar son atributos sensoriales importantes que evalúa el consumidor (Herrera-Corredor, 2007).

Jiménez-Juárez *et al.* (2012) describe los atributos físicos de la tortilla de maíz de la siguiente forma:

1. Rollabilidad o flexibilidad. Es la característica que evalúa la facilidad para la formación del taco o forma de cuchara.
2. Firmeza. La habilidad que le permite al consumidor sostener los alimentos con tortillas de diferentes texturas sin que sufra ruptura.
3. Masticabilidad. La facultad que tiene la tortilla para que no se adhiera a los dientes o al paladar.
4. Color. La tortilla comúnmente presenta un color blanco-amarillento, aun cuando existen consumidores que las prefieren de colores (azules y rojas entre otras).
5. Estabilidad. Se refiere al aspecto higiénico propio de un producto libre de contaminación microbiana.
6. Elasticidad. Es la capacidad que tiene la tortilla para restituir parcialmente sus cualidades de textura originales, cuando se calienta para su consumo.
7. Sabor y aroma característicos, así como la ausencia de defectos físicos.

HIPÓTESIS

La diferencia en la calidad de los productos nixtamalizados de maíz obtenidos por el proceso de nixtamalización tradicional y el proceso de nixtamalización por extrusión se debe a los cambios que sufre el almidón durante cada etapa de cada uno de los procesos.

OBJETIVOS

General

Evaluar y comparar los cambios fisicoquímicos, reológicos, estructurales y morfológicos del almidón en cada etapa de dos procesos de nixtamalización (tradicional y de extrusión) y relacionarlos con la calidad de los productos obtenidos.

Específicos

1. Caracterizar las propiedades fisicoquímicas, térmicas, estructurales y morfológicas de los productos de maíz obtenidos por los procesos tradicional y de extrusión por nixtamalización.
2. Evaluar las propiedades reológicas de masas preparadas con harina de maíz obtenidas por los procesos tradicional y de extrusión de nixtamalización.
3. Evaluar los cambios del almidón en el maíz en las diferentes etapas de los procesos tradicional y de extrusión de nixtamalización.
4. Determinar las características físicas y texturales de las tortillas elaboradas por los procesos tradicional y de extrusión de nixtamalización.

MATERIALES Y MÉTODOS

En la figura 12 se presenta el diagrama de flujo general de la investigación.

Materia Prima y Reactivos

Se obtuvo maíz blanco (*Zea mays* L.) proveniente del mercado de abastos en la Ciudad de Hermosillo, Sonora. Se tomaron lotes de 3 kg de maíz limpio y sin impurezas para elaborar harinas. La investigación se realizó en el área de molinos y el Laboratorio de Reología del Departamento de Investigación y Posgrado en Alimentos (DIPA) de la Universidad de Sonora. Se usó hidróxido de calcio grado alimenticio (marca Nixtacal, Grupo Calhidra México), agua destilada y kit para determinar almidón resistente (Megazyme International Ireland, Bray Business Park, Bray, Co. Wicklow, Ireland).

Caracterización Físicoquímica del Maíz

Peso hectolítrico

El Peso hectolitro es la cantidad de grano que cabe en 100 L y es importante para definir las características físicas de los granos pues se relaciona directamente con su calidad. Se siguió el método 55-10.01 (AACC, 2010) y se expresó en kg/hL. La determinación se realizó por triplicado.

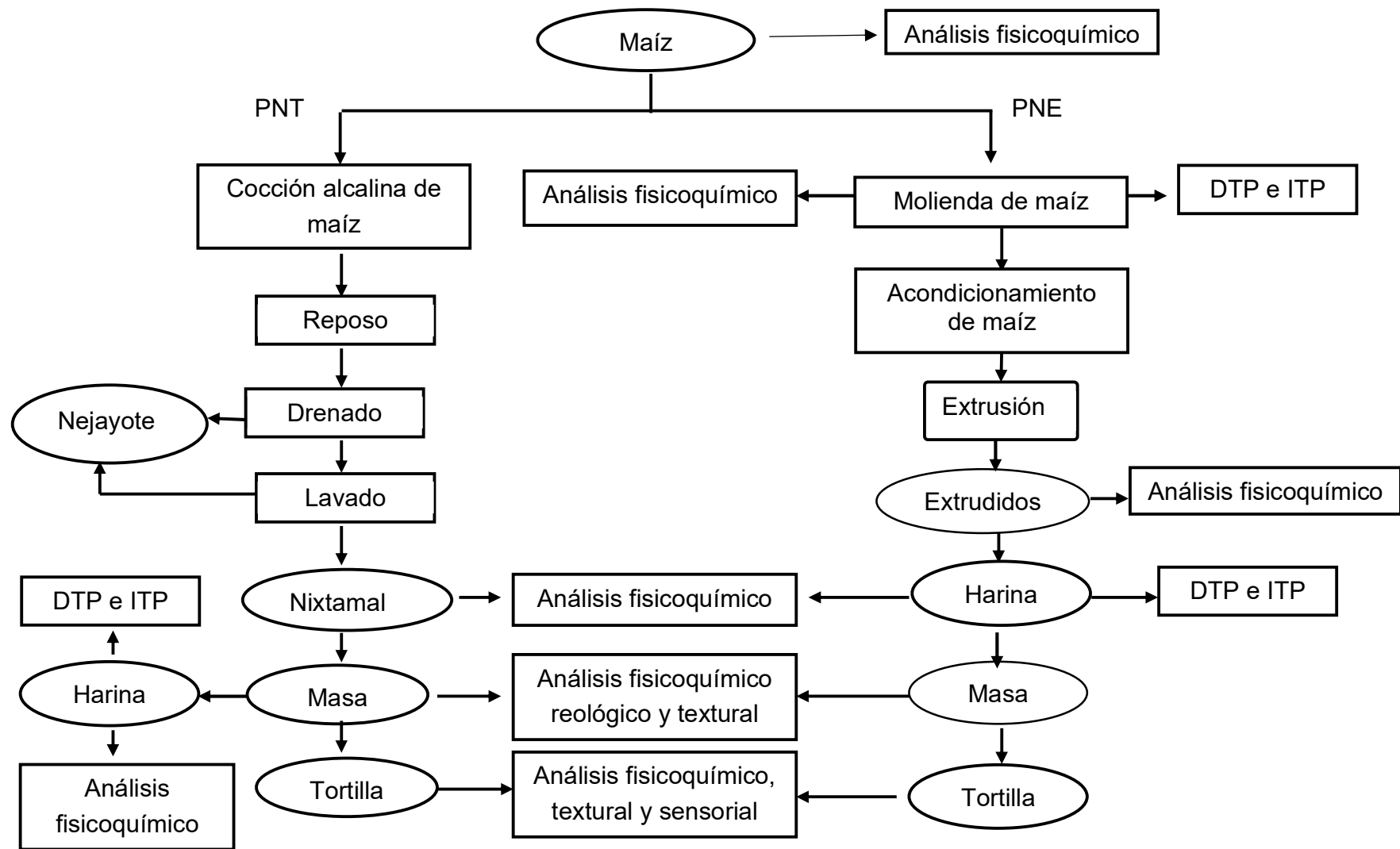


Figura 12. Diagrama de flujo general de la investigación

Contenido de humedad

Se siguió el método 44-15.02 (AACC, 2010). Se pesaron 2 g de muestra en un plato de aluminio secando en un horno (modelo Heratherm, Thermo Fisher Scientific) por 12 h a 105 °C. La muestra permaneció en un desecador por al menos 12 h y se calculó el % de humedad por diferencia de pesos. Las determinaciones se realizaron por triplicado.

Contenido de proteína

El contenido de proteína se realizó por el método 990.03 (AOAC, 1984), según lo propuesto por Dumas y usando un analizador de nitrógeno (Modelo FP-528, LECO Corp. St Joseph, MI, 2002). El método de Dumas se basa en la conversión de los gases de combustión por una reacción de pirolisis en la cual se libera nitrógeno. La cámara del analizador posee una celda de termo-conductividad y un microprocesador en donde el nitrógeno es transportado con Helio hacia un detector y el oxígeno es quemado a 850 °C. La prueba dura 3 min y el contenido de proteína (%) se obtiene calculando el nitrógeno disponible ($N \times 6.25$).

Extracto etéreo

El contenido en grasa bruta de un producto es definido como la parte de este extraíble por éter etílico u otro solvente como hexano bajo ciertas condiciones de operación. Junto con la grasa, también se extraen otros componentes volátiles que son extraídos con el solvente usado. Para la determinación se utilizó el método Soxhlet (Soxtec 2043 Fat Extraction System, FOSS, Denmark). El residuo obtenido se expresó como % de grasa cruda. La prueba se realizó por triplicado.

Contenido de ceniza

El contenido de cenizas es el residuo obtenido después de la incineración de un producto en condiciones determinadas. El contenido de cenizas se determinó con el método 08-01.01 (AACC, 2010) y se expresó en %. La determinación se realizó por triplicado.

Proceso de Nixtamalización por Extrusión

Molienda

Con el objetivo de obtener una mezcla de maíz molido con un tamaño de partícula donde el daño del almidón fuera el apropiado para ser sometido al proceso de extrusión, se molieron individualmente tres muestras de 2 kg de maíz en un molino de martillo tipo experimental (Modelo FT2, Armfield Limited, Bridge House, West Street Ringwood, Inglaterra) con diferentes mallas (0.5 mm, 0.8 mm y 1 mm). Posteriormente se preparó una harina compuesta mezclando 45% de maíz molido con malla de 0.5 mm, 40% de la malla de 0.8 mm y 15% del de la malla de 1.0 mm. El estudio preliminar (datos no mostrados) indicó que esta mezcla (denominada 40-45-15 en lo sucesivo) era la mejor proporción de maíz molido para maximizar el índice de absorción de agua (IAA) y la textura de la masa. Estos parámetros fueron medidos de manera subjetiva y se relacionan con el mayor contenido de agua absorbida por la muestra de harina y la máxima suavidad y maniobrabilidad al momento de obtener la masa.

Acondicionamiento

A la óptima mezcla de maíz molido se le agregó 0.3% (p / p) de cal (Nixtocal Calhidra de Sonora, Hermosillo, México) y agua para ajustar el contenido de humedad al 25%. Luego, se mezcló durante 3 min en un mezclador horizontal (modelo Hobart AS200, Troy, OH), y se almacenó durante 12 h a 5 °C.

Extrusión

Se utilizó un extrusor de laboratorio de un tornillo (Modelo E 19/25 D, OHG Duisburg, Alemania) provisto con 4 resistencias eléctricas (1.300 W cada una). La harina extrudida nixtamalizada de maíz (HENM) fue obtenida usando un tornillo de 19 mm diámetro con relación longitud-diámetro de 20:1 y relación de compresión nominal de 1:1. La velocidad de alimentación fue de 45 rpm y la velocidad del tornillo de 150 rpm. El perfil de temperaturas fue de 60 °C, 70 °C, 80 °C y 90 °C saliendo el extrudido por el extremo final de la cámara de extrusión (dado o boquilla de 3.0 mm de diámetro).

Secado y molienda

El producto extrudido obtenido tuvo un contenido de humedad del 23-24% y se secó a 60 °C durante 1 h, en un secador de túnel (S/M). El material extrudido seco se molió en un molino de martillo experimental, primero usando una malla de 0.8 mm y luego una de 0.5 mm para obtener HENM con humedad del 10.5%. Se colocó en bolsas de polietileno y se almacenó a 5 °C hasta su posterior uso.

Preparación de tortilla

Una muestra (4.0 kg) de la HENM se mezcló con agua en un mezclador horizontal (Manufacturas Lenin Modelo 25, San Luis Potosí, México) durante 3 min para obtener la masa. Posteriormente se colocó en bolsas de polietileno, se dejó reposar y se llevó a una tortillería comercial de la ciudad (Tortillería Pimentel). La masa se colocó en la tortilladora (Manufacturas Lenin, modelo MLR 30, San Luis Potosí, México) para formar discos de 25 g cada uno que se pasaron por un horno de tres pasos con un tiempo de residencia de 56 s para obtener tortillas de maíz. Las temperaturas en cada paso fueron de 221 ± 10 °C; 248 ± 10 °C y 280 ± 10 °C, respectivamente. Las tortillas se dejaron equilibrar hasta que alcanzaron la

temperatura ambiente (25 °C) y se colocaron en bolsa de polietileno y trasladadas al Laboratorio de reología y panificación.

Muestreo

Del proceso de nixtamalización por extrusión se tomaron muestras de maíz molido, harina extrudida, masa y tortilla.

Liofilizado

Las muestras de HENM, masa y tortilla se liofilizaron (Labconco, Kansas City, MO) y se molieron en un molino con una malla de 0.5 mm. Estas muestras se utilizaron para diferentes evaluaciones analíticas.

Proceso de Nixtamalización Tradicional

Cocción y remojo

Una muestra de maíz (3 kg) se coció en agua en una relación 1:3 y cal (1%) a ebullición (96 °C) durante 20 min. El maíz cocido se dejó reposando en la solución alcalina durante 14 h. Posteriormente el licor de cocción (nejayote) se drenó y el grano cocido (nixtamal) se lavó con agua corriente para eliminar el exceso de calcio y sólidos disueltos. El agua de lavado usada y el nejayote se mezclaron y analizaron para obtener el contenido de materia seca.

Molienda y mezclado

Para obtener masa fresca el nixtamal se molió en un molino espiral de piedra volcánica de 1 HP de 5 "de diámetro (Maquinaria del Río S.A de C.V., Michoacán, México). A la masa se le adicionó agua y se mezcló durante 3 min para obtener una

consistencia adecuada. Posteriormente se colocó en bolsas de polietileno y se dejó reposar.

Preparación de tortilla

Las tortillas se elaboraron en la misma tortillería comercial (Tortillería Pimentel) descrita anteriormente en el PNE. Las temperaturas en el horno de tres pasos fueron similares a las observadas en la elaboración de tortilla hechas por PNE y fluctuaron en los siguientes rangos: 240 ± 10 °C, 272 ± 10 °C, 290 ± 10 °C, con un tiempo de residencia de 56 s. Se enfriaron y se transportaron al laboratorio, donde se almacenaron en bolsas de polipropileno a temperatura ambiente (25 °C) para su posterior análisis.

Muestreo

Del PNT se tomaron muestras de maíz molido, nejayote, nixtamal, masa fresca de maíz y tortilla, mismas que se almacenaron en una bolsa de polipropileno y se congelaron a -12 ° C para su posterior análisis.

Liofilizado

Las muestras de nixtamal, masa fresca y tortilla se liofilizaron (Labconco, Kansas City, MO), luego se molieron con una malla de 0.5 mm. La masa fresca liofilizada se denominó HMN (Arámbula-Villa *et al.* 2004; Contreras-Jimenez *et al.* 2014).

Evaluaciones Analíticas

Contenido de humedad, pH y almidón resistente

Los contenidos de humedad del maíz, harina, masa y tortilla de ambos procesos se evaluaron de acuerdo con el método 44-15 (ACCC 2001). La medición del pH de

las harinas de maíz y el nejayote se determinaron de acuerdo al método 02-52 (AACC 2000). El almidón resistente se determinó en harina de maíz, masa y tortillas (de ambos procesos) usando el método 32-40.01 (AACC 2010) con el kit enzimático comercial (Megazyme, K-RSTAR 08/15). El almidón resistente se reportó como g AR / 100 g y se hizo por triplicado.

Caracterización del nejayote

Para determinar la materia seca presente y el pH en el licor de cocción (nejayote) y agua de lavado, se siguió la metodología descrita por Sahai *et al.* (2001). El nejayote y el agua de lavado se recogieron y se homogeneizaron, se tomaron alícuotas de 50 mL se secaron a 105 °C en un horno (modelo Heratherm, Thermo Fisher Scientific). El análisis fue realizado por triplicado.

Evaluación del Perfil de Viscosidad

El Análisis rápido de viscosidad (RVA, por sus siglas en inglés) es un método usado extensamente para caracterizar las propiedades del almidón presente en los granos y alimentos procesados que son sometidos a un proceso de transformación térmica (Bryant y Hamaker., 1997). La viscosidad que se determina por RVA en los productos extrudidos refleja los cambios en las propiedades del almidón degradado que resultan de los cambios estructurales durante la cocción, y esto da una evaluación indirecta del grado de conversión del almidón.

Para su determinación se utilizó un equipo analizador rápido de viscosidad (RVA modelo Super 4, Newport Scientific) siguiendo la metodología de Sandhu y Singh (2007). El perfil de viscosidad se hizo en muestras liofilizadas de maíz, harina, masa y tortilla de ambos procesos. Se pesó una muestra de 3.5 g (11.2% de humedad) en un recipiente de aluminio, se le adicionaron 25.5 mL de agua destilada, se mezcló con una paleta agitadora de plástico y se analizó mediante una rampa de calentamiento en el RVA. La temperatura inicial se fijó a 50 °C y posteriormente se

incrementó a 95 °C a una velocidad de 9 °C/min, manteniéndose en ella por 5 min para finalmente descender a 50 °C. El perfil de viscosidad obtenido se expresó en cP. El análisis se realizó por duplicado.

Evaluación de las Propiedades Térmicas

La caracterización térmica de los productos de ambos procesos de nixtamalización es importante para definir el grado de cambios del almidón de maíz y sus productos. El proceso de nixtamalización requiere daño parcial de los gránulos de almidón, y con alta entalpía de gelatinización en la harina y masa para la producción de tortilla con adecuada firmeza y rollabilidad (Méndez-Montealvo *et al.* 2005).

La calorimetría de barrido diferencial se llevó a cabo en un calorímetro (TA Instruments Q-200, Crawley, Inglaterra, Reino Unido) y con el procedimiento reportado por Ruíz-Gutiérrez *et al.* (2012). El análisis térmico se hizo en muestras liofilizadas de maíz, harina, masa y tortilla de ambos procesos. Dos mg de muestra fueron colocados en una cápsula con 20 mL de agua destilada. La cápsula fue sellada herméticamente y se utilizó una cápsula vacía como referencia. Se utilizó un programa de calentamiento de 30 a 110 °C y una rampa de temperatura de 5 °C / min. Los termogramas obtenidos fueron analizados con el software Universal Analysis (TA Instruments, Crawley, Inglaterra, Reino Unido) utilizando el procedimiento de Altay y Gunasekaran (2006). Los parámetros obtenidos fueron la temperatura de inicio (T_i), temperatura pico (T_p), temperatura final (T_f) y entalpía de gelatinización (ΔH_g). Cada determinación fue hecha por duplicado.

Evaluaciones Estructurales

Todas las muestras de los productos nixtamalizados de ambos procesos fueron acondicionadas previamente y se almacenaron a una humedad relativa del 70% en recipientes sellados hasta lograr un contenido de humedad constante. Para la evaluación estructural de las muestras se utilizó la técnica de difracción de rayos X.

Cada muestra se colocó en superficie de vidrio y se analizó de 5 a 50 ° en la escala 2 θ . Para medir los patrones de difracción se utilizó un difractómetro de rayos X (DMAX 2100 Rigaku, Tokio, Japón) operando a 30 Kv y 16 mA con una radiación de Cu K α de $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ (Figueroa-Cárdenas *et al.* 2013). El cambio en la estructura cristalina fue expresado como el porcentaje del área pico entre el área total de difracción (Wang *et al.* 2006).

Evaluaciones Morfológicas

Se tomaron imágenes de las muestras liofilizadas de maíz, harina, masa y tortilla de ambos procesos de nixtamalización, utilizando un microscopio electrónico de barrido (JSM-5800LV, JEOL, Akaishima, Japón) a una velocidad de aceleración de 10 kV. Las muestras con un tamaño de partícula <0.15 mm y un contenido de humedad del 1% se fijaron y recubrieron con una capa de oro en alto vacío utilizando un evaporador de vacío Denton (Mesa II) ajustado a una presión de $7.031 \times 10^{-2} \text{ kg cm}^{-2}$ (Zhang *et al.* 2016). Se observaron con una magnificación de 1000X, usando una potencia de 5.0 kV.

Evaluaciones Fisicoquímicas en Harinas de Maíz

Distribución de tamaño de partícula (DTP)

La granulometría de las harinas de maíz de ambos procesos se obtuvo en forma húmeda con un equipo vibrador (Retsh AS 200, Germany) como se describe a continuación: Para el PNE, 50 g de harina nixtamalizada y 200 mL de agua destilada fueron añadidos a un matraz de vidrio y se agitaron durante 5 min al término del cual se dejaron en reposo durante 15 min.

Para el PNT, se tomaron 100 g de masa fresca y 100 mL de agua destilada, procediéndose de la misma forma que para la harina extrudida. Se separaron y pesaron cada una de las fracciones húmedas retenidas en charola de aluminio. Se procedió a secar en estufa a 110 °C durante 24 h y se pesaron las fracciones. La

distribución obtenida se reportó como el porcentaje retenido en las mallas de 850 μm (U.S. mesh #20), 425 μm (# 40), 250 μm (#60), 180 μm (#80) y fondo, de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$DTP (\%) = \frac{g \text{ retenidos en cada malla}}{\text{muestra inicial de harin}} \times 100 \quad (4)$$

Índice de tamaño de partícula (ITP)

El ITP se calculó utilizando la metodología reportada por Bedolla y Rooney (1984) mediante el material contenido en cada malla de la DTP anteriormente descrita y la siguiente fórmula:

$$ITP = \sum ((\text{Factor de \#Malla}_i)(\%MR_i) + \dots + (\text{Factor de \#Malla}_n)(\%MR_n)) \quad (5)$$

Dónde: cada factor utilizado depende del número de la serie de tamices U.S. (0.2, malla # 20; 0.4, malla # 40; 0.6 malla # 60; 0.8 malla 80; 1.0 malla # 100 y fondo) y el porcentaje de retención (MR) de cada malla es obtenido como se menciona en el análisis de distribución de tamaño de partícula.

Capacidad de absorción de agua subjetiva (CAAS)

La CAAS indica el contenido de agua que absorbe una muestra de harina para obtener una consistencia adecuada y ser maniobrable en la máquina formadora de tortillas. La CAAS se relaciona con el rendimiento de la harina y se determinó como lo describen Flores-Farías *et al.* (2002). Se pesaron 100 gramos de harina de cada proceso de nixtamalización y se le añadió agua destilada de manera gradual hasta adquirir la suficiente humedad para obtener una masa moldeable fácilmente con los dedos, es decir ni pegajosa ni dura. La CAAS se reportó como mL de agua por 100 g de harina.

Índice de absorción de agua (IAA)

El IAA representa el grado de daño del almidón y está relacionado con el rendimiento de tortillas para el maíz, ya que permite medir la efectividad del remojo. Éste es el primer paso para asegurar que el endospermo, el germen y la fibra se separen adecuadamente durante la molienda húmeda (Dorsey-Redding *et al.* 1991). El IAA expresa una relación del peso del residuo de la evaporación y el peso seco de una muestra.

Se realizó la cuantificación de acuerdo al procedimiento de Anderson *et al.* (1969) con una modificación que fue el uso de agua a 25 °C en vez de 30 °C. La muestra de harina de 1 g fue colocada en un tubo y suspendida en agua (25 mL) con un reposo de 30 min y agitada a una velocidad baja constante. Se centrifugó a 3000 x g durante 15 min.

El sobrenadante fue decantado en un plato de aluminio de peso conocido y puesto a secar durante 12 h a 105 °C. El gel que quedó en el tubo se pesó y el IAA, se calculó de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$IAA = (PG - PM_{bs} - PMS) / PMBS \quad (6)$$

Donde:

PG: Peso del gel (g)

PM_{bs}: Peso de muestra en base seca (g)

PMS: Peso del material solubilizado.

Índice de material soluble (IMS)

Se define como la cantidad de sólidos solubles recuperados de la evaporación del sobrenadante obtenido en el análisis de IAA. El IMS se determinó en harina extrudida y harina nixtamalizada utilizando el método modificado por Anderson *et al.*

(1969) como a continuación se describe: el líquido remanente de la extracción realizada en la determinación del IAA fue puesto en la estufa a 105 °C hasta lograr la sequedad total. El material soluble presente en el sobrenadante se pesó, y el IMS fue calculado con la siguiente ecuación:

$$\%IMS = \left(\frac{PMSS}{PMI} \right) * 100 \quad (7)$$

Donde:

PMSS = Peso de material soluble en el sobrenadante.

PMI = Peso de muestra inicial.

El IMS se expresa como porcentaje de sólidos solubles seco.

El IAA, así como el IMS; son parámetros que se usan en la industria para conocer el contenido de agua que absorbe una masa y por tanto se relacionan con el rendimiento de la masa fresca (Campus-Baypoli *et al.* 1999).

Densidad aparente (DAP)

La DAP se determinó de acuerdo con lo descrito por Flores-Farías *et al.* (2002) con modificaciones. Brevemente, se coloca un embudo en un soporte universal y en la parte inferior un recipiente de hierro fundido con un diámetro interno de 29.84 mm, una altura de 49.70 mm y con una capacidad de 32 mL. Una vez vertida la harina cuidadosamente dentro del embudo se deja fluir libremente hasta que se llene. Con ayuda de una regla se elimina el exceso presente en la boca del recipiente y se pesa su contenido en la balanza. Para obtener la DAP se aplica la siguiente fórmula:

$$Densidad\ aparente = \frac{\text{peso de la harina}}{\text{volumen del recipiente}} \quad (8)$$

Evaluaciones en Masas

Preparación

Una muestra (2550 kg) de harina del proceso de nixtamalización por extrusión se mezcló con agua (2500 mL) en un mezclador horizontal (Manufacturas Lenin Modelo 25, San Luis Potosí, México) durante 3 min para formar la masa de maíz. El agua añadida fue de 97 mL/100 g de harina, según los valores obtenidos de CAAS (Flores-Farías *et al.* 2002). La masa formada se dividió en tres partes. El primer lote (0.5 kg) se usó en evaluaciones texturales y reológicas. El segundo lote (0.5 kg) se liofilizó y se molió para su posterior análisis, mientras que el tercer lote (0.25 kg) se empleó en la medición del contenido de humedad.

Por otro lado, la masa fresca (5050 g) obtenida del proceso de nixtamalización tradicional se colocó en un mezclador con 300 mL de agua para obtener una consistencia apropiada. Esta masa se mezcló durante 3 min. Se dividió en tres partes de la misma manera que se describió para la masa obtenida por el proceso de nixtamalización por extrusión.

Contenido de humedad

El contenido de humedad en las masas de maíz de ambos procesos se determinó utilizando el método 44-15 (AACC 2000) y se realizó por triplicado.

Textura

La caracterización textural de la masa de maíz de ambos procesos se llevó a cabo utilizando el método de análisis de textura (TPA, por sus siglas en inglés). El TPA se realizó en discos de masa de 2.8 cm de diámetro y 0.6 cm de altura. Cada disco de masa se colocó en la placa inferior de un analizador de textura (TA-XT-Plus Stable Micro Systems). El disco de masa se deformó 50% a una velocidad de

cabezal de 2 mm/s, usando una celda de acero inoxidable (part code TA-18). Se llevaron a cabo cinco repeticiones para cada muestra. Los parámetros del TPA calculados para la masa fueron: adhesividad, dureza y cohesividad.

Viscoelasticidad

Barrido de frecuencia. Esta evaluación se realizó de acuerdo con la técnica propuesta por Platt-Lucero (2010), y utilizando el método dinámico oscilatorio. Se pesaron 3 g de masa y se colocaron en un reómetro (Rheometrics Model RSF III, Piscataway, NJ, USA) entre dos platos paralelos de 25 mm de diámetro con separación entre ellos de 2.5 mm. La muestra se moldeó con una espátula y se selló con vaselina (Ponds de México S.A. de C.V., Juitepec, Morelos, México) para evitar pérdida de humedad. La prueba de barrido de frecuencia fue configurada con el software RSI Orchestrator (Rheometrics, Piscataway, NJ, USA). La deformación utilizada fue fijada en 0.04 % (región lineal de viscoelasticidad), así como el barrido de frecuencia fue en el rango de 1 a 100 rad/s y la temperatura de la prueba fue a 25 °C. Los parámetros viscoelásticos calculados fueron el módulo de almacenamiento o elástico (G'), el módulo de pérdida o viscoso (G'') y la tangente de pérdida ($\tan \delta$). La prueba se realizó por duplicado.

Barrido de temperatura. Se llevó a cabo en ambas masas en un rango de temperatura de 25 a 120 ° C. Se usaron las mismas condiciones de procesamiento de tamaño de muestra, placas y espacio descritas en la prueba de barrido de frecuencia. Se corrió a una frecuencia constante de 5 rad/s y 0.04% de deformación. Se usó aceite de silicón (85409-Sigma Aldrich, UK) para evitar la pérdida de humedad en las muestras. Los parámetros viscoelásticos determinados fueron G' , G'' y $\tan \delta$ (G''/ G'), la prueba se hizo por duplicado.

Compresión biaxial con lubricación

Se pesaron 32 g de masa de cada proceso de nixtamalización y se moldearon en un anillo de acero de 6.75 cm de diámetro y 0.7 cm de altura. El disco formado se colocó entre dos placas de acero paralelas (previamente lubricadas con vaselina) y centrado en el plato inferior. Estos platos fueron conectados a un texturómetro Instron (modelo 4200) previamente calibrado. En la prueba biaxial con lubricación, la masa fue comprimida bajando el plato superior hasta que la muestra fue deformada, subsecuentemente el plato superior se movió en dirección opuesta para aplicar un esfuerzo biaxial desde una altura inicial de 7 mm hasta 3 mm. La velocidad del cabezal fue de 0.2 mm/min, y se usó una celda de carga de 50 kg-f. Se trazaron curvas de fuerza-deformación para la masa de ambos procesos como lo describe Ramírez-Wong (1989). Los parámetros calculados en la gráfica fueron la viscosidad elongacional vs la velocidad de deformación.

Evaluaciones en Tortillas

Propiedades físicas

Se tomaron diez tortillas de cada proceso y se les determinaron características físicas que incluyeron peso (g), diámetro (cm) y espesor (mm). El peso se midió en una balanza analítica (Sartorius Research R300S), el diámetro y espesor se evaluaron con un Vernier digital (Modelo CD6"C Mitutoyo Corporation, Kanawa, Japón).

Firmeza

Para cada tiempo de almacenamiento (2, 24 y 48 h), antes de la medición de firmeza, cinco tortillas se sometieron individualmente a un proceso de precalentamiento de la siguiente manera: la tortilla se colocó en una bolsa de

polietileno y se calentó en un horno de microondas (Samsung Co., México) durante 15 s al 100 % de su potencia eléctrica. La temperatura de la tortilla aumentó a 60 °C, se retiró de la bolsa e inmediatamente se procedió a cortar una pieza rectangular (41.47 cm²) tomada del área del centro de la tortilla. La pieza se colocó en un plato (part code HDP/90, Stable Micro Systems, Surrey, England) provisto con la celda de Kramer (part code HDP/K55 Stable Micro Systems, Surrey, England). Una vez que la tortilla se enfrió y alcanzó los 30°C, se procedió a determinar la firmeza de la tortilla con un texturómetro (TA-XT Plus Stable Micro Systems, Godalming, Surrey, UK) (Ramírez-Wong *et al.* 2007). La firmeza se midió a una velocidad de cabezal de 2 mm/s. La razón para precalentar las tortillas obedece a una sugerencia hecha por los productores de la industria de la harina de maíz (comunicación personal) ya que esta es la forma en que las personas consumen la tortilla. Este procedimiento tuvo una buena reproducibilidad con un coeficiente de variación <20%. La firmeza se expresa como el esfuerzo máximo (kPa).

Rollabilidad

La rollabilidad muestra la flexibilidad de la tortilla y por tanto su calidad (Suhendro *et al.* 1998). Es una técnica que proporciona resultados empíricos que dependen del evaluador y se correlaciona directamente con pruebas texturales como la firmeza. La escala empleada es subjetiva y usa un nivel de medición ordinal. La prueba se realizó como lo describe Waniska *et al.* (1976) con algunas modificaciones. Se colocó una tira de 25 mm de ancho de la parte central de la tortilla en un rodillo de madera y se mantuvo así por espacio de 5-10 s para observar ruptura dependiendo de su flexibilidad. Se estableció una escala del 1 al 5 que indica el grado de rompimiento en la tortilla: Si no se rompe se asigna el valor de 5 (la mejor rollabilidad, 3 si se rompe parcialmente y 1 si se rompe completamente. La preparación de la tortilla fue idéntica al procedimiento reportado para evaluar la firmeza. Las mediciones se realizaron en cinco tortillas al cabo de las 2, 24 y 48 h de haberse elaborado.

Análisis sensorial

Las pruebas de percepción sensorial fueron realizadas por un panel de 30 jueces no entrenados utilizando la prueba de análisis descriptivo cuantitativo, la cual permite identificar y cuantificar características sensoriales en tortillas como aroma, sabor, color, sensación en la boca, textura manual y estado general de la tortilla (Pedrero y Pangborn, 1989). Las evaluaciones se realizaron con una escala hedónica del 1 al 7, donde el 7 corresponde al mayor nivel de agrado y 1 al menor. Se tomaron muestras de tortillas hechas con nixtamal, harina extrudida y una tortilla comercial. Las tortillas fueron empacadas en bolsas impermeables a la humedad para prevenir el secado y se colocaron en un horno de microondas durante 40 s a 100% de potencia eléctrica. Las muestras que se entregaron a los panelistas consistieron en piezas de tortilla de dimensiones uniformes, y fueron etiquetadas con un número seleccionado al azar. Los miembros del panel registraron sus resultados en un formato adecuado para el tipo de prueba usada (Anexo I). La información generada permitió describir el nivel de aceptación entre las muestras en función de sus características sensoriales.

Diseño de Experimentos y Análisis Estadístico

Se utilizó un diseño completamente aleatorio donde los factores fueron los procesos de nixtamalización. A los datos de todas las determinaciones se les realizó un análisis de varianza (ANDEVA) con un nivel de significancia del 95%. Para ver diferencias entre medias específicas, se utilizó la prueba de Tukey ($P < 0.05$). El ANDEVA se llevó a cabo utilizando el software SAS (SAS 2012).

Por otro lado, Las calificaciones obtenidas en la evaluación sensorial fueron analizadas con la prueba no paramétrica de Kruskal-Wallis ($P < 0.05$) utilizando el paquete estadístico XLSTAT-Sensory (2018, Addinsof).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Caracterización Físicoquímica del Maíz

Peso hectolítrico

El Peso hectolítrico del maíz fue de 77.2 ± 0.80 (kg/hL) y similar a los datos de otros investigadores (Cabrera-Soto *et al.* 2009; Bonifacio-Vázquez *et al.* 2005). Este valor está relacionado con los atributos de calidad necesarios para el procesamiento tanto en la molienda en seco como la molienda húmeda. El maíz usado debe tener una alta proporción de endospermo duro y pericarpio de fácil remoción que permita un tiempo de cocción adecuado y un mayor periodo de hidratación, color brillante, sin quebradura, fractura o astillado en su estructura, con un grado de madurez adecuado para evitar pérdidas de materia y color debido al elevado contenido de azúcares (Serna-Saldívar, 2003).

Composición química

La composición química del maíz blanco se presenta en la Tabla 2. Los valores reportados cumplen los requerimientos para realizar el proceso de nixtamalización de acuerdo a otras investigaciones (Sahai *et al.* 2001; Serna-Saldívar 2009; Jiménez-Juárez *et al.* 2012; y Paredes-López *et al.* 2009). El grano de maíz que se usó tenía un color blanco-amarillo y un pedúnculo con poco daño pues el tiempo de almacenamiento fue corto, así como de cosecha reciente en el inicio del experimento. El porcentaje de material extraño e impurezas fue de $\pm 3.5\%$. El grano fue usado para los dos procesos de nixtamalización propuestos en este estudio.

Tabla 2. Composición química del maíz blanco

Componente	Promedio
Contenido de humedad (%)	10.12 ± 0.03 ¹
Contenido de proteína (%) ²	10.54 ± 0.01
Extracto etéreo (%) ²	4.88 ± 0.11
Contenido de cenizas (%) ²	1.14 ± 0.01
Carbohidratos (%) ²	73.32 ³

¹ Media ± desviación estándar

² Base seca

³ Por diferencia

Nejayote

El proceso de cocción en el PNT genera un efluente que resulta del proceso de lavado del maíz (nixtamal). Es preciso caracterizar el licor de cocción (nejayote), el cual posee una alta alcalinidad, y al no ser utilizado, representa una pérdida para el productor. El pH fue de 11.1 y el contenido de sólidos solubles (expresados como materia seca) fue de 8.98%. Este valor, de acuerdo con Pflugfelder *et al.* (1988) no debe ser mayor a 12.5%; pues indica un grado de cocción elevado de la masa.

Evaluación en Harinas de Maíz

Contenido de humedad y pH

La Tabla 3 presenta el análisis de varianza (ANDEVA) de todas las evaluaciones químicas (IAA, etc. llevadas a cabo a las harinas nixtamalizadas de maíz del PNE y PNT.

El contenido de humedad en la harina de maíz obtenida de los dos procesos de nixtamalización fue significativamente muy diferente ($P < 0.01$). En la Tabla 4 se presentan el contenido de humedad de las harinas nixtamalizadas obtenidas de los dos procesos. Esto debido probablemente a la forma en que fue obtenida cada una de las harinas. Los contenidos de humedad obtenidos cumplen con lo estipulado por la NOM 187-SSA1/SCF 2002 para la elaboración de productos nixtamalizados, donde el máximo permitido es de 15%. La masa fresca del PNT fue liofilizada y molida para obtener harina, mientras que en el PNE la harina fue obtenida secando y moliendo los extrudidos. Contreras-Jiménez *et al.* (2014) reportaron valores entre 4.14 y 6.0%.

Tabla 3. Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades fisicoquímicas de harina de maíz obtenidas de los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV ¹	GL ²	IAA ³	IMS ⁴	ITP ⁵	CH ⁶	AR ⁷	CAAS ⁸
Proceso	1	0.024 ^{**9}	0.944 ^{**}	2194.54 ^{**}	86.33 ^{**}	7.17 ^{NS10}	28.17 ^{*11}
Error	4	1.33x10 ⁻⁴	1.33x10 ⁻⁴	1.1623	3.33x10 ⁻⁵	0.1859	0.167
Total	5						

¹ Fuente de variación

² grados de libertad

³ índice de absorción de agua

⁴ índice de material soluble

⁵ índice de tamaño de partícula

⁶ contenido de humedad

⁷ almidón resistente

⁸ capacidad de absorción de agua subjetiva

^{**} Muy significativo (P<0.01)

^{NS} No significativo (P>0.05)

^{*} Significativo (P<0.05)

Tabla 4. Características fisicoquímicas de harina de maíz nixtamalizada de los procesos de extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Característica	PNE	PNT
pH	8.2 ¹ ±0.11a ²	8.4±0.06b
Contenido de humedad (%)	8.83±0.39a	3.42±0.06b
ITP ³	51.01 ±0.57a	44.15±2.93b
IAA ⁴ (g gel/g materia seca)	3.7±0.08a	3.6±0.06b
IMS ⁵ (%)	5.8±0.01a	3.6±0.06b
CAAS ⁶ (mL agua/100 g harina)	104.2±0.29a	108±0.5b
Densidad aparente (g/cm ³)	0.41 ± 0.008	0.43 ± 0.07
Almidón resistente (g/100 g muestra)	1.01 ±0.051a	0.79 ±0.06a

¹Medias ± desviación estándar

² medias con la misma letra entre renglones no son significativamente diferentes (p>0.05)

³ índice de tamaño de partícula

⁴ índice de absorción de agua

⁵ índice de material soluble

⁶ capacidad de absorción de agua

Curic *et al.* (2009) concluyeron que la humedad en harinas nixtamalizadas por extrusión depende de la cantidad de agua añadida al extrusor y la temperatura usada para lograr la gelatinización del almidón.

El pH de las harinas de maíz del PNT fue mayor que el observado en harina de maíz del PNE (Tabla 4). Esto puede ser debido a que la concentración de cal usada en el PNT (1%) fue mayor que la concentración de cal agregada en el PNE (0.3%). Un mayor contenido de cal puede caramelizar los carbohidratos presentes, como consecuencia de una oxidación del azúcar y debido a una reacción de oscurecimiento no enzimático causada por el calentamiento a altas temperaturas en ausencia de oxígeno (Badui-Dergal *et al.* 2013). Zazueta-Morales *et al.* (2001) seleccionaron 0.3% de cal (p/p) como la concentración óptima para elaborar extrudidos de maíz azul y posteriormente harina. El tradicional sabor alcalino de la masa es identificado por los consumidores como una característica inherente de las tortillas de maíz (Bedolla y Rooney, 1984). Los valores reportados en esta investigación fueron ligeramente superiores a los obtenidos por Gutiérrez-Dorado *et al.* (2008) y Reyes-Moreno *et al.* (2003) para la obtención de harinas extrudidas.

El almidón resistente (AR) es la fracción presente después de hidrolizarse y se expresa como fibra dietaria. EL ANDEVA (Tabla 3) mostró que no hubo diferencias significativas ($P > 0.05$) del AR entre ambos procesos. El contenido de AR obtenido de ambas harinas se presenta en la Tabla 4. El contenido de AR de la harina del PNE (1.1%) fue similar a lo reportado por Gutiérrez-Dorado *et al.* (2008) y González-Vera (2006) quienes obtuvieron 1.2%. El AR obtenido en la harina del PNT coincide con Villada *et al.* (2017), quienes reportaron 0.86% en harina de maíz y 0.92% para masa. Los cambios observados en la extrusión producen más AR, aumentando el contenido de fibra dietaria en las harinas de maíz (Hasjim *et al.* 2009). Además, la despolimerización del almidón y la presencia de cadenas lineales generan estructuras con una digestibilidad enzimática baja, impidiendo una completa gelatinización del almidón (Agustiniano-Osornio *et al.* 2005).

Distribución del tamaño de partícula (DTP)

De acuerdo con el ANDEVA mostrado en la Tabla 5, la diferencia entre las fracciones de material retenido de las mallas No. 40, No. 100 y fondo de las harinas de ambos procesos fue estadísticamente significativa ($P < 0.05$). Esto probablemente debido a que la distribución de tamaño de partícula se relaciona directamente con el proceso de molienda usado en cada proceso, lo que genera distintas granulometrías (Li *et al.* 2013). Un tamaño de partícula grande origina una menor capacidad de absorción de agua pues el proceso de cocción-fusión no es uniforme y el índice de expansión disminuye. Por otro lado, una reducción excesiva del tamaño de partícula, como sucede en la molienda seca del PNE, provoca cambios drásticos en la estructura y superficie de los gránulos de almidón. Este proceso de molienda origina nuevas características fisicoquímicas de la partícula debido al aumento del área de contacto (Protonotariou *et al.* 2014).

La Figura 13 presenta la DTP de las harinas obtenidas en los dos procesos de nixtamalización. Las fracciones acumuladas mayores a la malla 60 (250 μm) fueron de 74 y 79% para PNE y PNT, respectivamente. Las fracciones predominantes estuvieron presentes entre las mallas 30 (850 μm) y 40 (600 μm) indicando una granulometría de mediana a gruesa. La normatividad mexicana (NOM 187-SSA1/SCFI-2002) especifica que, en la elaboración de harinas nixtamalizadas, es necesario que el 75% de material retenido deba pasar la malla 60. La determinación hecha en húmedo permitió comparar ambos procesos de manera más eficaz; ya que antes de secar la masa de PNT, no es posible comparar el tamaño de partícula como tradicionalmente se hace con harinas extrudidas, ya que se han reportado de manera tradicional en base seca. En trabajos anteriores se observó un comportamiento similar en la granulometría de materiales extrudidos (Escalante-Aburto *et al.*, 2010; Platt-Lucero *et al.* 2010; Palacios-Fonseca *et al.* 2009; y Martínez-Flores *et al.* 1998).

Tabla 5. Análisis de varianza, cuadrados medios, de la distribución de tamaño de partícula de harina nixtamalizada obtenida de los procesos de extrusión y tradicional

FV	GL	Ret 40 ¹	Ret 60 ²	Ret 80 ³	Ret 100 ⁴	Ret fondo ⁵
Proceso	1	6613.90**	19.22 ^{NS}	213.01 ^{NS}	765.69**	1896.05*
Error	4	4.86	12.88	9.07	1.728	20.95
Total	5					

¹Material retenido en malla 40

²Material retenido en malla 60

³Material retenido en malla 80

⁴Material retenido en malla 100

⁵Material retenido en fondo

** Muy significativo (P<0.01)

^{NS} No significativo (P>0.05)

* Significativo (P<0.05)

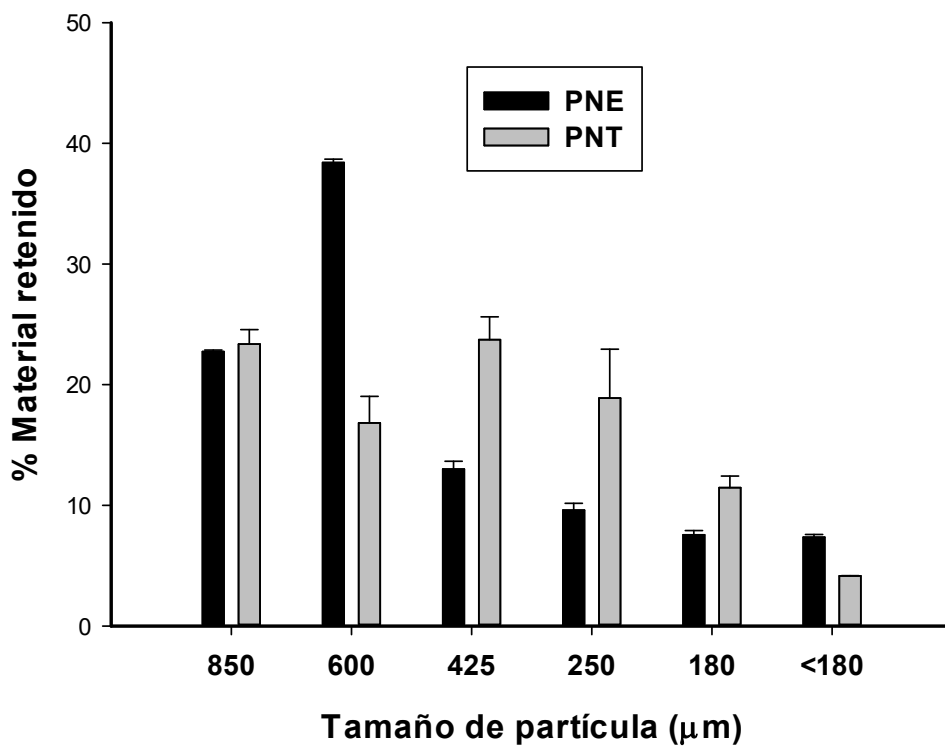


Figura 13. Distribución del tamaño de partícula del proceso de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Durante la extrusión se obtiene un tamaño de partícula adecuado para elaborar tortillas, originado por un mayor nivel de compactación y capacidad de absorción (Carvalho *et al.* 2010). En la nixtamalización tradicional la molienda húmeda genera un tamaño de partícula de mediano a grueso, y que está relacionado con el tiempo de reposo en la solución alcalina; si el periodo se incrementa se generará una mayor cantidad de finos (Palacios-Fonseca *et al.* 2009; Gaytán-Martínez *et al.* 2011). Las diferencias observadas en la distribución de tamaño de partícula originan distintas características en la calidad de las tortillas, ya que es necesario un cierto contenido de finos para incrementar la flexibilidad y la cohesividad (35%). Estas fracciones finas son además responsables de incrementar la capacidad de absorción y desarrollo de la viscosidad durante el mezclado (Gómez *et al.* 1992).

Índice de tamaño de partícula (ITP)

El ANDEVA (Tabla 4) realizado al ITP en la harina de maíz, mostró diferencias significativas ($P < 0.05$) entre los dos procesos. Un valor más alto del ITP indica que el tamaño de partícula es más fino. El ITP de la harina de maíz del PNE (51.01) fue ligeramente mayor que la harina de maíz del PNT (44.15). Así, el método en húmedo permitió obtener valores similares que permitieron una comparación más real. La molienda en seco produce una mayor cantidad de almidón dañado (AD) y los valores de ITP son más altos, los cuales fluctúan entre 80 y 89. Esto concuerda con lo obtenido por otros investigadores (Escalante-Aburto *et al.*, 2013; Platt-Lucero *et al.* 2010). En contraste, el molino de piedras volcánicas genera una granulometría mediana, permitiendo que en cada etapa del proceso se presente una cantidad de almidón nativo sin gelatinizar, y así aumentar sus propiedades funcionales (Gómez *et al.* 1992).

El índice de tamaño de partícula es un criterio importante cuando se elaboran harinas nixtamalizadas. Cuanto más alto es el valor de ITP, más fina es la harina y

mayor la gelatinización del almidón (Liu *et al.* 2011). El poder seleccionar un tamaño de partícula adecuado para la elaboración de harinas de maíz; permite mejorar las condiciones de operación durante el proceso de extrusión (Carvalho *et al.* 2010). El efecto de la molienda en la estructura del almidón va de la mano con el manejo de las condiciones de operación, entre las que se incluyen la temperatura, la fuerza mecánica aplicada y la humedad de alimentación (Li *et al.* 2014).

Capacidad de absorción de agua subjetiva (CAAS)

La CAAS en harinas extrudidas es resultado de una combinación de factores, incluyendo el proceso de extrusión y el tamaño de partícula. Este parámetro permite conocer la cantidad de agua necesaria que absorbe la harina, y de esa forma obtener una consistencia adecuada al momento de obtener la masa (Flores-Farías *et al.* 2002).

El ANDEVA realizado a la CAAS se muestra en la Tabla 3. El efecto del tipo de proceso en la CAAS mostró diferencias significativas ($P < 0.05$) entre las harinas nixtamalizadas. La CAAS en la harina de maíz del PNT fue mayor (108 mL agua/100g de harina) que la harina del PNE (104.2 mL agua/100g de harina) (Tabla 4). Esto probablemente se deba a que las interacciones químicas que se dan entre el calcio y el almidón durante el proceso de remojo permiten una mayor penetración en la estructura interna de la molécula de almidón (Palacios-Fonseca *et al.* 2009). Otro de los factores que favorece un aumento en la absorción de agua es la lixiviación de la amilosa durante la gelatinización.

Con la elaboración de harinas nixtamalizadas por extrusión se busca maximizar la absorción de agua, y así incrementar el rendimiento de la masa; ya que se ha observado que las propiedades funcionales de la harina de maíz se ven afectadas por el tipo y método de molienda (Leewatchararongjaroen *et al.* 2016). Una molienda

agresiva modifica en mayor medida el tamaño de partícula y el contenido del almidón dañado lo que aumenta la CAAS (Salinas-Moreno *et al.* 2003; Hatcher *et al.* 2002). De esta forma es posible obtener tortillas de maíz flexibles y de textura aceptable (Gaytán-Martínez *et al.* 2011; Vaca-García *et al.* 2011). Las harinas nixtamalizadas comerciales pueden absorber hasta 120 mL de agua/100 g de harina gracias a la adición de gomas y enzimas (Platt-Lucero *et al.* 2010 y 2013). Esto origina un mejor beneficio económico y una mayor producción de masa (Contreras-Jiménez *et al.* 2014, Fernández-Muñoz *et al.* 2011).

En esta investigación fue necesario manejar condiciones de extrusión que no dañaran el almidón tan extensamente para obtener una capacidad de absorción de agua en masa que proporcione características de textura y sensoriales en tortillas que se parezcan más a las del proceso tradicional.

Índice de absorción de agua (IAA)

El IAA se relaciona con el grado de gelatinización del almidón pues la absorción de agua depende de la disponibilidad de grupos hidrofílicos. Estos enlaces permiten la unión de moléculas de agua con almidón, con lo cual aumenta la capacidad de gelificación de las macromoléculas (Camacho-Hernández *et al.* 2014). El ANDEVA indicó diferencias muy significativas ($P < 0.01$) del IAA entre las harinas de maíz de los dos tipos de proceso (Tabla 3). El IAA de la harina de maíz del PNE fue ligeramente mayor (3.7 g gel/g materia seca) que el de la harina de maíz del PNT (3.6 g gel/g materia seca). Esto puede deberse, como ya se mencionó anteriormente, a que la estructura del gránulo de almidón está más dañada.

El almidón dañado puede absorber de 2 a 4 veces su peso en agua (Dubai, 2004). La obtención de la harina extrudida presenta un valor de IAA más alto, lo que indica

mayor desnaturalización de proteínas y mayor grado de gelatinización del almidón (Wang y Ryu, 2013). Por lo tanto, el poder de hidratación de la harina aumenta (Liu *et al.* 2011). La extrusión obliga a una rápida gelatinización del almidón por la fuerza ejercida por el tornillo, un contenido de agua limitado, así como el manejo de altas temperaturas y tiempos de residencia prolongados (Carvalho *et al.* 2010). La producción de harinas extrudidas ha permitido aumentar el IAA gracias a la adición de pericarpio (Arámbula y col., 2002), enzimas (Platt-Lucero *et al.* 2013) y gomas (Platt-Lucero *et al.* 2010).

Índice de material soluble (IMS)

El IMS se relaciona con la degradación del almidón por efecto de la disminución del tamaño de partícula (Li *et al.* 2014; Eide *et al.* 2003), en donde intervienen la molienda, cocción y secado; lo que favorece la gelatinización y/o dextrinización del gránulo de almidón. Con ello se rompen las cadenas de amilosa y amilopectina (Camacho-Hernández *et al.* 2014).

El ANDEVA para el IMS en harinas de maíz de ambos procesos se muestra en la Tabla 3. Se observa que hubo diferencias muy significativas ($P < 0.01$) entre ellas, ya que el IMS de la HENM (5.8%) fue mucho mayor que la HNM (3.6%) (Tabla 4). Esto puede deberse a que la harina extrudida presenta una mayor área expuesta por efecto de la lixiviación molecular, con lo cual se incrementa la cantidad de material soluble (Li *et al.* 2014).

Una mayor despolimerización de amilosa y amilopectina causada por cizallamiento mecánico dentro de la cámara de extrusión aumenta la solubilidad (Murakami *et al.* 2018; Liu *et al.* 2011). Por lo tanto, los enlaces internos (1, 6) de las moléculas con una estructura ramificada son más susceptibles a la rotura (Ye *et al.* 2018). Por otro

lado, la presencia de gránulos de almidón fragmentados y nativos en el nixtamal-masa promueve un efecto protector, reduciendo el contenido de materia disuelta de granos de maíz. Los valores obtenidos de IMS en esta investigación son similares a lo reportado por Rodríguez-Miranda *et al.* (2011) y Jiménez-Juárez *et al.* (2012) para harinas extrudidas (5.63%) y harinas nixtamalizadas (4.9%) respectivamente. Flores-Farías *et al.* (2002) reportaron IMS para harinas comerciales entre 4 y 7.5%.

Almidón resistente

El almidón resistente (AR) es la fracción de fibra dietaria presente después del proceso de hidrólisis enzimática. El ANDEVA (Tabla 3) mostró que no hubo diferencias significativas ($P > 0.05$) del AR entre ambos procesos. El contenido de AR obtenido de ambas harinas se presenta en la Tabla 4. En el PNE, por la forma en que fue obtenida la harina integral, es posible encontrar una mayor cantidad de amilosa, la cual es responsable de formar los enlaces con los ácidos grasos libres, mono y di-glicéridos, alcoholes libres y yodo, fomentando la creación del complejo amilosa-lípido (Wang y Copeland, 2013). El contenido de AR de la harina del PNE (1.1%) fue similar a lo reportado por Gutiérrez-Dorado *et al.* (2008) y González-Vera (2006) quienes obtuvieron 1.2%. El AR obtenido en la harina del PNT coincide con Villada *et al.* (2017), quienes reportaron 0.86% en harina de maíz y 0.92% para masa. Los cambios observados en la extrusión producen más AR, aumentando el contenido de fibra dietaria en las harinas de maíz (Hasjim *et al.* 2009). Además, la despolimerización del almidón y la presencia de cadenas lineales generan estructuras con una digestibilidad enzimática baja, impidiendo una completa gelatinización del almidón (Agustiniano-Osornio *et al.* 2005).

Perfil de Viscosidad

El analizador de viscosidad rápida (RVA) ha sido una herramienta utilizada para caracterizar una amplia variedad de productos a base de almidón sometidos a cocción, en el cual se afectan el nivel de sólidos, el tiempo, la temperatura y la velocidad de agitación (Rooney y Suhendro, 2001). En la Tabla 6 se presenta el ANDEVA del efecto del proceso de nixtamalización sobre las temperaturas de inicio y de pico, del maíz, harina, masa y tortilla, el cual tuvo un efecto muy significativo ($P < 0.01$).

La Tabla 7 presenta el ANDEVA del efecto del proceso de nixtamalización sobre las viscosidades de pico, de rompimiento, retrogradación y final del maíz, harina, masa y tortilla, observándose que las diferencias en la viscosidad de los productos de ambos procesos fueron muy significativas ($P < 0.01$). Esto puede deberse a la concentración de calcio usada y el periodo de contacto del maíz con el calcio, las cuales generan interacciones entre el almidón, proteínas y el calcio por acción de las fuerzas de Van-Der-Waals. Estas interacciones controlan los cambios fisicoquímicos que ocurren durante la gelatinización del almidón (Vega-Rojas *et al.* 2017). En el PNE hay mayor cantidad de almidón gelatinizado con poca cantidad de agua y sometido a un esfuerzo de corte por efecto de la presión interna, razón por la cual la viscosidad es menor (Carvalho *et al.* 2010). Durante la extrusión, el tratamiento con calor y humedad es más agresivo y la capacidad de hinchamiento de los gránulos de almidón se ve limitada, por lo que las viscosidades de los productos se reducen (Zhang *et al.* 2016).

La figura 14 muestra los cambios de viscosidad del grano de maíz y productos nixtamalizados para ambos procesos. La viscosidad para maíz, harina, masa y tortilla en la nixtamalización por extrusión fue menor (Figura 14A) a lo observado en la nixtamalización tradicional (14B).

Tabla 6. Análisis de varianza, cuadrados medios, de la temperatura de inicio y de pico máximo de viscosidad de maíz, harina, masa y tortilla en los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV	GL	Ti ¹	Tp ²
Proceso	7	7.2x10 ⁵ **	32.84**
Error	8	798.75	2.5x10 ⁻³
Total	15		

¹ Temperatura de inicio

² Temperatura de pico máximo de viscosidad

** Muy significativo (P<0.01)

Tabla 7. Análisis de varianza, cuadrados medios, de las viscosidades amilográficas de maíz, harina, masa y tortilla en los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV	GL	VP ¹	VB ²	VF ³	VR ⁴
Proceso	7	983759.5**	58298.34**	3.38x10 ⁵ **	1.11x10 ⁶ **
Error	8	536.56	534.93	1888.06	1917.44
Total	15				

¹ Viscosidad pico

² Viscosidad de rompimiento

³ Viscosidad final

⁴ Viscosidad de retrogradación

** Muy significativo (P<0.01)

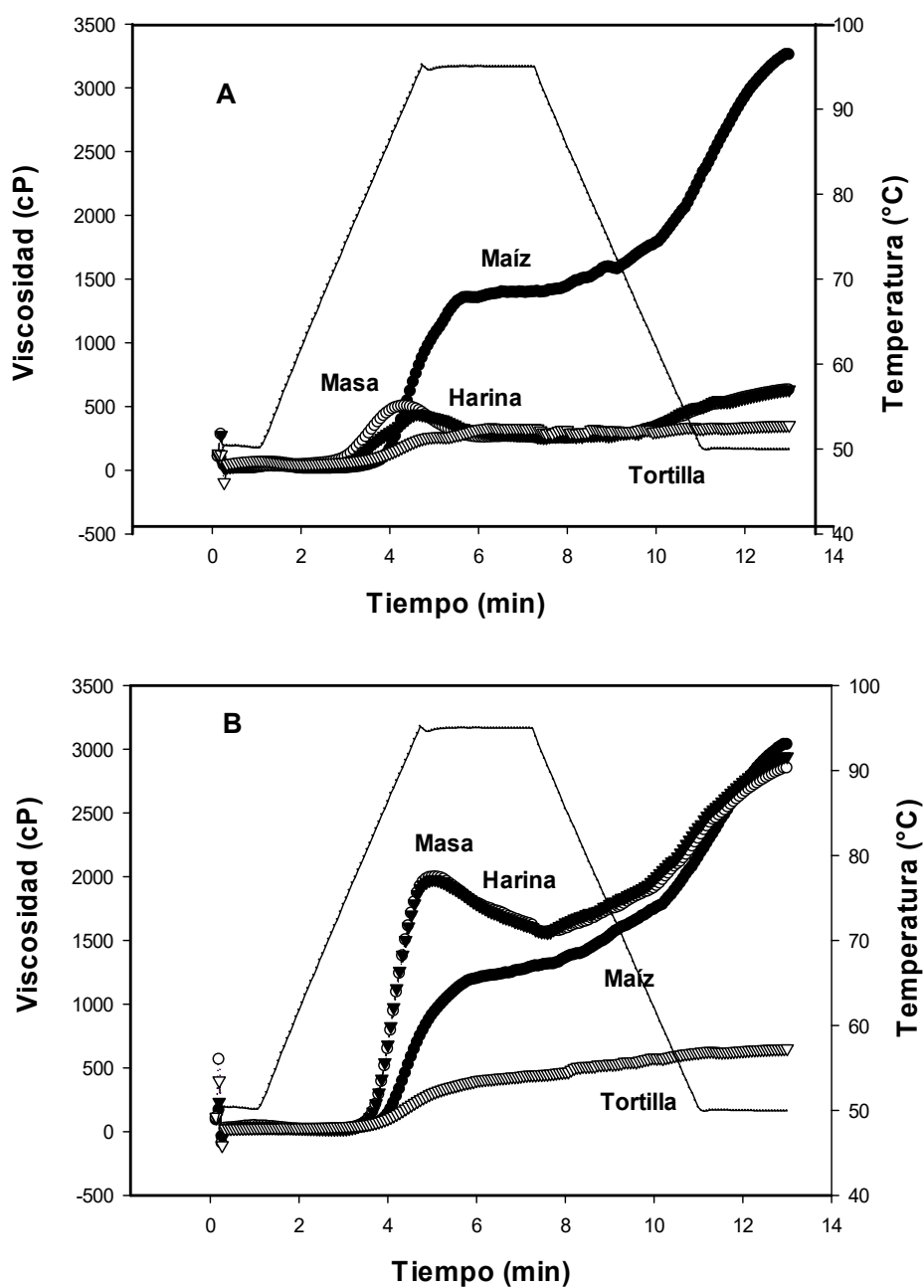


Figura 14. Perfil de viscosidad para maíz, harina, masa y tortilla en: **A.** Proceso de nixtamalización por extrusión; y **B.** Proceso de nixtamalización tradicional

En la Tabla 8 se presenta el perfil de viscosidad para maíz, harina, masa y tortilla en ambos procesos de nixtamalización. La molienda no presupone cambios en la estructura interna del gránulo de almidón, es por ello que no se aprecian diferencias en las propiedades de viscosidad de ambos procesos al momento de obtener la viscosidad de las muestras de maíz.

La disminución significativa ($P < 0.05$) observada en la harina obtenida por el proceso de extrusión obedece a que la molienda, la fuerza de corte y la presión dentro del extrusor afectaron en mayor grado las propiedades de gelatinización del gránulo de almidón (Li *et al.* 2014; Carvalho *et al.* 2010). Por efecto de la molienda y el esfuerzo de corte, el gránulo de almidón se fragmenta y la estructura cristalina se ve afectada en mayor grado que en el proceso tradicional (Hasjim y Jane, 2009; Liu *et al.* 2010).

Para llevar a cabo el RVA en harina y masa, es necesario añadir agua para lograr la gelatinización del almidón. Las diferencias significativas ($P < 0.05$) que se observaron se deben principalmente a la forma en que se encuentra la estructura del gránulo de almidón. Para el caso de la harina extrudida, el tamaño de partícula es más pequeño, lo que indica mayor daño y, por tanto; mayor cantidad de almidón gelatinizado. Esto concuerda con los resultados de Carvalho *et al.* (2010), quienes observaron que cuanto mayor sea el índice de tamaño de partícula, mayor será la posibilidad de conversión del almidón. Villada *et al.* (2017) observaron una reducción en la viscosidad máxima de la harina nixtamalizada porque parte del almidón (20%) se gelatinizó previamente durante las etapas de molienda húmeda, la obtención del nixtamal y cocción de la tortilla. De acuerdo con este comportamiento, la obtención de masa presupone un comportamiento similar a lo observado en la elaboración de harina.

Tabla 8. Datos de viscosidad para maíz, harina, masa y tortilla por los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y proceso tradicional (PNT)

Etapa	PNE	PNT
Maíz		
VP ¹	1257.5 ³ ± 26.16a	1269 ± 17.68a ⁴
VS ²	1908 ± 38.2a	1831 ± 24.75a
Harina		
VP	503 ± 1.41a	1998.5 ± 14.49b
VS	387.5 ± 6.36a	1289.5 ± 3.88b
Masa		
VP	417 ± 38.18a	1980.5 ± 1.06b
VS	370.5 ± 6.36a	1382 ± 53.03b
Tortilla		
VP	336 ± 0.42a	426.5 ± 1.76b
VS	68.46 ± 0.26a	260 ± 1.41b

¹ Viscosidad de pico (cP); ² Viscosidad de retrogradación

³ Medias ± desviación estándar

⁴ Los valores medios con la misma letra no son significativamente diferentes (P>0.05)

Por otro lado, en el PNT ocurre una migración de componentes o lixiviación y eventualmente la destrucción de la partícula; mientras que en PNE se mantienen todos los componentes. Por ello, los gránulos de almidón experimentan un cambio radical de sus propiedades cristalinas por efecto del proceso de cocción-extrusión, generándose una estructura amorfa.

La elaboración de tortillas para ambos procesos fue similar. Ambos procesos presentaron diferencias significativas ($P < 0.05$), aunque durante la formación y cocción de la tortilla, el daño térmico experimentado es el mismo, ya que las altas temperaturas originan una total gelatinización del gránulo de almidón (Campas-Baypoli *et al.* 1999). Las temperaturas manejadas en el interior del horno fluctuaron entre 180 y 270 °C para las tres secciones. El almidón extrudido sufrió una mayor retrogradación, lo que provocó un mayor endurecimiento y una menor flexibilidad en el producto obtenido. Los cambios en la estructura del almidón durante el procesamiento de la tortilla son consecuencia de las altas temperaturas pues el almidón se encuentra gelatinizado y disperso (Gómez *et al.* 1992).

Evaluaciones Térmicas

La Figura 15 muestra el flujo de calor para maíz, harina, masa y tortilla. En la Figura 15A se observa una endoterma de gelatinización para el maíz, que fluctuó entre los 62 y 80 °C y una temperatura pico entre 70 y 73 °C. Estos valores descendieron durante el proceso de extrusión al obtener harina, y posteriormente en la producción de masa y tortilla, ya que la mayor parte del almidón nativo desapareció. Este comportamiento fue similar para maíz y harina en la nixtamalización tradicional (Figura 15B).

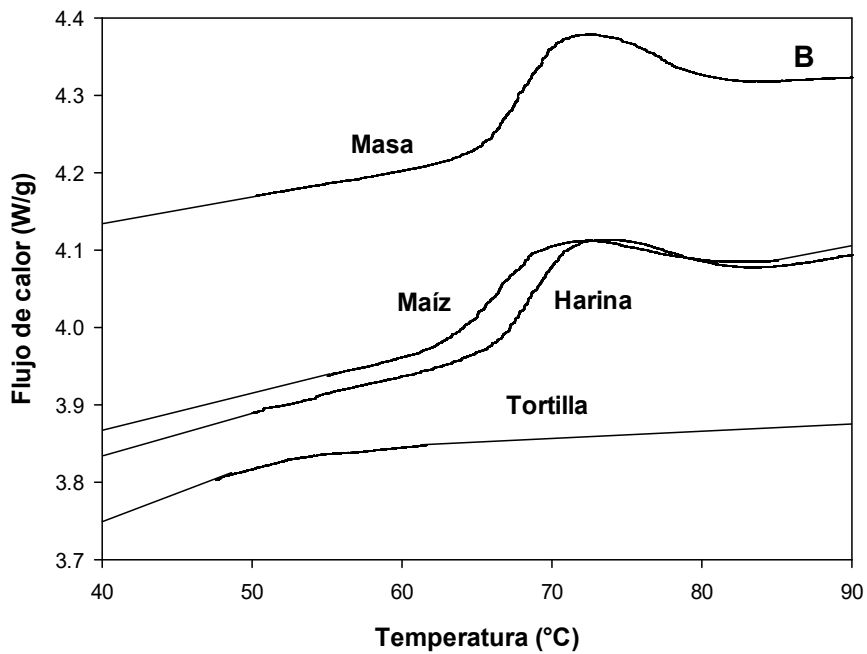
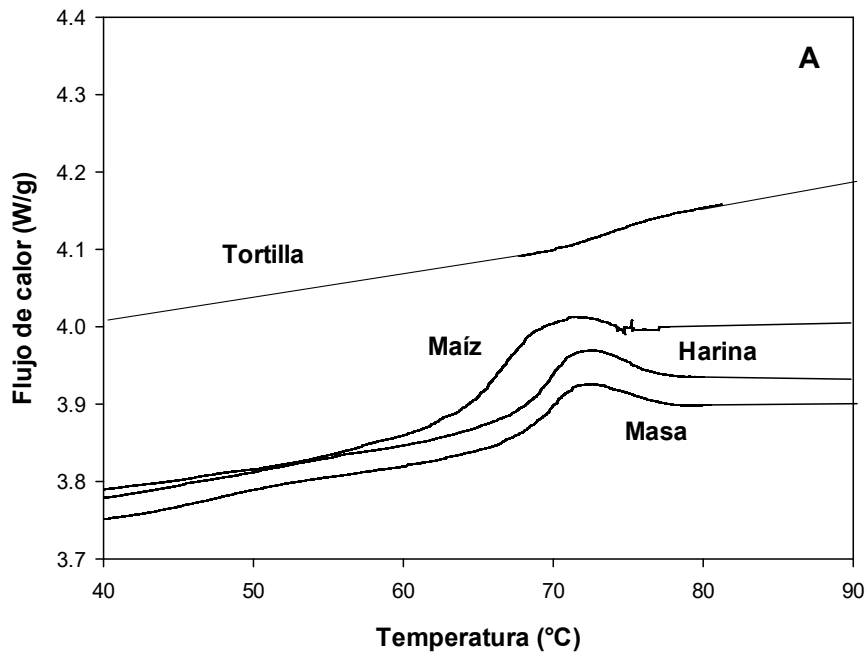


Figura 15. Termogramas de maíz y productos nixtamalizados en **A.** Proceso de nixtamalización por extrusión y **B.** Proceso de nixtamalización tradicional

Tabla 9. Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades térmicas de maíz, harina, masa y tortilla obtenidos por los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV	GL	ΔH_g^1	T_p^2
Proceso	7	5.52*	156.93*
Error	8	2.75×10^{-2}	1.3426
Total	15		

¹ Entalpía de gelatinización

² Temperatura pico

* Significativo ($P < 0.05$)

De la Figura 15B se observa que la masa de nixtamal presentó un mayor valor energético, ya que tanto la entalpía como la temperatura para lograr la transformación del almidón aumentaron por efecto del proceso de annealing (Campas-Baypoli *et al.*, 1999).

La temperatura pico (T_p) y la entalpía de gelatinización (ΔH_g) registradas en los termogramas fueron diferentes, ya que PNE se realiza en condiciones de baja humedad y la gelatinización del almidón se realiza de manera rápida e incompleta. En PNT, un exceso de agua provoca una gelatinización gradual e incompleta. Durante el annealing, el almidón experimenta una reorganización de las cadenas de amilosa y amilopectina (Figuroa-Cárdenas *et al.* 2013). La temperatura, velocidad de calentamiento y enfriamiento, así como la aplicación de fuerzas de corte generaron distintos cambios en la estructura del gránulo de almidón como la destrucción de la estructura cristalina y la disminución de las propiedades funcionales. La desnaturalización de proteínas se relaciona con la aparición de endotermas registradas en el maíz, harina y masa principalmente, ya que éste cambio depende del pH y velocidad de calentamiento; siendo más pronunciado en el PNT debido a un mayor flujo de calor en cada producto (Murray *et al.* 1985; Kinsella y Whitehead, 1989).

Las propiedades térmicas para cada etapa de PNE y PNT se presentan en la tabla 10. La T_p en el grano de maíz no presentó diferencias, pues se parte del hecho que no ha ocurrido ninguna transformación. Para harina, ambas lecturas fueron significativamente diferentes ($P < 0.05$). Esto probablemente a un mayor daño por parte de la molienda seca, y una disminución en el valor de T_p . Un comportamiento similar se presentó para masa y tortilla. La ΔH_g en el proceso de nixtamalización por extrusión fue significativamente menor ($P < 0.05$) en maíz, harina, masa y tortilla cuando se comparó contra el proceso tradicional. Esto debido probablemente a que los cambios observados en la harina extrudida por el esfuerzo de corte ejercido por el tornillo usado en la cámara de extrusión y el daño térmico durante el secado fueron mayores (Huijbrechts *et al.* 2008).

Tabla 10. Propiedades térmicas para maíz, harina, masa y tortilla obtenidos en los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Etapa	PNE	PNT
Maíz		
T ₀ ¹	64.42 ² ± 0.48a ³	64.42 ± 0.47a
T _p ¹	69.79 ± 0.02a	69.79 ± 0.01a
T _f ¹	79.52 ± 0.04a	79.36 ± 0.04a
ΔH _g ¹	3.53 ± 0.01a	3.51 ± 0.01b
Harina		
T ₀	66.67 ± 1.74a	65.7 ± 0.29a
T _p	71.72 ± 0.13a	71.75 ± 0.13b
T _f	78.95 ± 0.19a	79.60 ± 0.04a
ΔH _g	2.34 ± 0.30a	4.25 ± 0.19b
Masa		
T ₀	64.76 ± 0.11 a	65.39 ± 0.06 a
T _p	71.76 ± 0.11a	72.27 ± 1.82b
T _f	79.95 ± 0.33 a	81.72 ± 0.78 a
ΔH _g	2.29 ± 0.58a	5.76 ± 0.23b
Tortilla		
T ₀	42.68 ± 2.46a	47.46 ± 0.13 b
T _p	51.65 ± 2.66a	52.68 ± 0.42b
T _f	60.64 ± 0.13 a	60.70 ± 1.26 a
ΔH _g	1.23 ± 0.09a	0.58 ± 0.13b

¹ T₀ temperatura inicial, T_p temperatura pico, T_f temperatura final, ΔH_g entalpia de gelatinización. ² Valores medios ± desviación estándar. ³ Medias con la misma letra entre renglones no son significativamente diferentes (P<0.05)

En la extrusión, el contenido de agua es menor y la transición endotérmica es más rápida, lo que acelera la degradación y retrogradación del almidón (Hasjim *et al.* 2012). La reorganización de los cristalitos presentes en las hélices de amilopectina se da de forma aleatoria; lo que origina una gelatinización acelerada. En el amasado, el daño es debido al esfuerzo de corte que realiza la mezcladora. Finalmente, en el horneado; el daño térmico es ocasionado por efecto de las altas temperaturas, lo que destruye la estructura cristalina nativa; completándose así el proceso de gelatinización.

En el proceso de nixtamalización tradicional, el gránulo de almidón se modifica como consecuencia de una gelatinización gradual. Esto se debe a que la obtención de nixtamal genera almidón nativo sin fragmentar que permanece a lo largo del proceso (Bello-Pérez *et al.* 2003). De la Tabla 10, se observa que la entalpía del grano de maíz registró un incremento significativo ($P < 0.05$) en su transformación a harina y masa porque se requiere más energía para lograr la gelatinización de los productos (Pineda-Gómez *et al.* 2011; Cortez *et al.* 2005; Campas-Baypoli *et al.* 1999). Este aumento en la entalpía origina que la cristalinidad sea mayor a la observada en los productos extrudidos (Wang y Copeland, 2013; Mondragón *et al.* 2004). La energía necesaria para realizar dicha transformación también depende de las uniones intermoleculares entre almidón-agua y almidón-lípidos (Huijbrechts *et al.* 2008) y el calor añadido durante el procesamiento (Méndez-Montealvo *et al.* 2006). Este comportamiento observado se relaciona con una mayor viscosidad obtenida, como consecuencia del “annealing”. Los valores obtenidos en esta etapa son menores a lo reportado por Ranayake *et al.* (2007), quienes reportaron una ΔH_g de 8.6 J/g para masa alcalina.

Las propiedades térmicas y reológicas de las tortillas se relacionan con el proceso de gelatinización efectuado. El almidón (70%), junto con las proteínas (10%) son destruidos o desnaturalizados durante la cocción de los discos de masa (Quintanar-Guzmán *et al.*; 2009; Rojas-Molina *et al.* 2007), con lo que la gelatinización se completa en su totalidad. La ΔH_g de la tortilla en ambos procesos (Tabla 10) a pesar

de ser baja, es estadísticamente diferente ($P < 0.05$). Esto debido probablemente a que las tortillas hechas con harina extrudida presentaron mayor contenido de AR, lo que origina que el proceso de retrogradación en PNE sea mayor, y con ello que las tortillas endurezcan más fácilmente después de que se enfrían. Es probable que durante la elaboración de tortillas con harina de maíz extrudida integral, una mayor cantidad de amilopectina se disocie y cierta cantidad de amilosa permanezca. Por otro lado, Las tortillas elaboradas por PNT son más suaves debido al lavado del nixtamal y la pérdida de algunos componentes que son retirados con el nejayote, así como un mayor contacto con el calcio en el periodo de remojo (Arámbula-Villa *et al.* 2002).

Evaluaciones Estructurales

Los patrones de difracción de rayos X para maíz, harina, masa y tortilla obtenidos de los procesos de nixtamalización se presentan en la Figura 16. Las muestras de maíz nativo presentaron cinco picos a $2\theta = 15^\circ, 17^\circ, 18^\circ, 20^\circ$ y 23° , que es el patrón típico de los cereales (tipo A). A medida que transcurre el proceso de nixtamalización, el daño en los gránulos de almidón aumenta, con lo cual la estructura cristalina se destruye para dar paso a una estructura amorfa (Li *et al.*, 2014; Liang y King, 2003). Durante la molienda, la obtención de harina extrudida (Figura 16-A) provocó la disminución de los picos en el ángulo Bragg a $15, 17$ y 23° . Al disminuir el área en la señal, el índice de cristalinidad de la harina extrudida disminuyó de 22.8 a 20.63% (Tabla 8). Esto representó una disminución del 10%, lo que probablemente daría paso a la creación del complejo amilosa-lípido (Villada *et al.* 2017; Santiago-Ramos *et al.* 2015; Ratnayake *et al.* 2007). Esto concuerda con lo observado por González-Vera (2006), quien comparó la cristalinidad de dos tipos de harina nixtamalizada, una obtenida por extrusión y otra por el proceso tradicional. Sus mediciones indicaron una disminución en las distancias interplanares de 4.29 y 4.59 Å (17 y 18° aproximadamente), lo que se relaciona con una disminución en el porcentaje de cristalinidad.

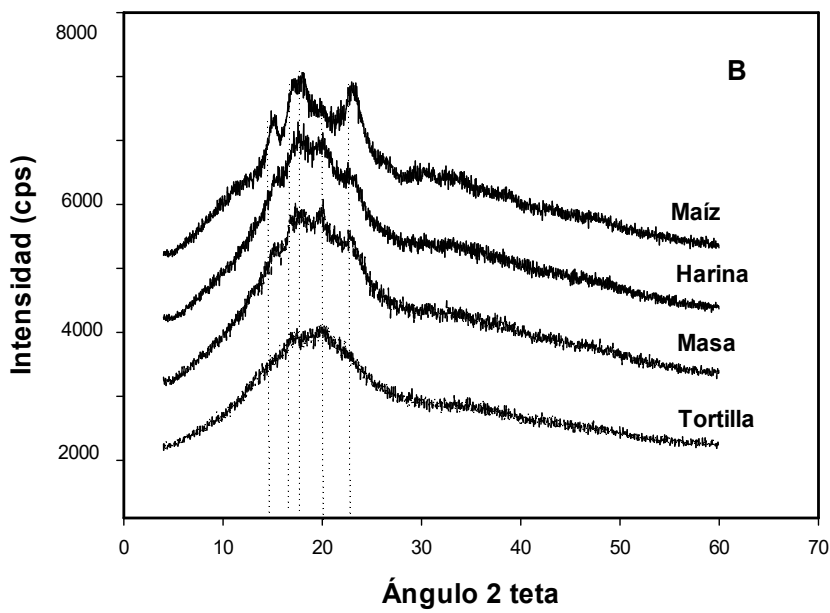
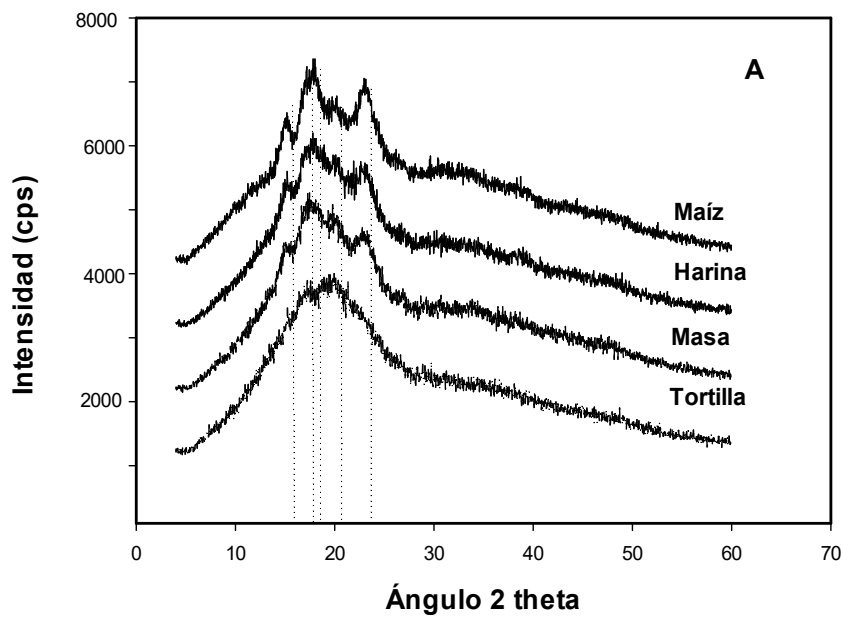


Figura 16. Patrones de difracción para maíz y productos nixtamalizados en: **A.** Proceso de nixtamalización por extrusión. **B.** Nixtamalización tradicional

La producción de harina nixtamalizada por la vía tradicional implica una disminución de la cristalinidad, aunque no tan notoria como en la nixtamalización por extrusión, ocurriendo un corrimiento a la izquierda de los picos localizados a $2\Theta = 18^\circ$, 20° y 23° (Figura 16-B). Esto es consecuencia de la cocción alcalina y el reposo (Castillo *et al.* 2009; Villada *et al.* 2017). Un desplazamiento en el ángulo 2Θ indica la formación del complejo amilosa-lípido, tanto para la nixtamalización por extrusión como en la nixtamalización tradicional. El patrón de difracción tipo A se transforma en tipo V, lo cual se relaciona con una disminución de la cristalinidad como se puede observar en la Figura 16-A (von Borries-Medrano *et al.* 2016; Liang y King, 2003).

La Tabla 11 presenta el índice de cristalinidad de maíz, harina, masa y tortilla en ambos procesos de nixtamalización. Durante la formación de la masa ocurre un aumento de la cristalinidad como consecuencia del cocimiento alcalino y reposo del maíz (annealing) que se da a temperaturas inferiores a la gelatinización (Santiago-Ramos *et al.* 2018). Esto se reflejó en un aumento del 3.6% para la masa alcalina. La obtención de masa con harina extrudida no muestra una disminución de área en la señal, pues los picos permanecen similares a los de la nixtamalización tradicional. Sin embargo, el índice de cristalinidad disminuyó en comparación con el proceso tradicional.

El proceso de horneado de la tortilla involucra la destrucción de la estructura cristalina del gránulo de almidón. Para ambos procesos, se observó una drástica disminución de los patrones de difracción (Figura 16). En la extrusión, el daño por efecto de la molienda y el proceso termo-mecánico fue mayor que lo observado en la nixtamalización tradicional. La formación del complejo amilosa-lípido tipo I, ocurre en ambos procesos, aunque en la extrusión no hay una pérdida de componentes, como en el proceso tradicional, en donde es desechado el nejayote (Santiago-Ramos *et al.* 2015). Se da, además, el rompimiento de los enlaces de hidrógeno entre las moléculas de almidón y agua, la fusión térmica y la degradación molecular de componentes principales (Chiu y Solarek, 2009; Singh *et al.* 2007).

Tabla 11. Índice de cristalinidad para maíz, harina, masa y tortilla en los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Etapa	PNE	PNT
Maíz	22.8 ¹ ± 0.27	22.08 ± 0.29
Harina	20.63 ± 0.78	20.2 ± 0.26
Masa	20.11 ± 0.46	20.95 ± 0.62
Tortilla	16.71 ± 0.36	17.8 ± 0.094

¹ Valores medios ± desviación estándar

Es durante el proceso de horneado donde ocurren los mayores cambios pues las elevadas temperaturas convierten la estructura cristalina en una zona amorfa. El índice de cristalinidad para los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional mostró una pérdida de 26.7 y 19.38% respecto del grano de maíz respectivamente (Tabla 11). Es por ello que para el caso de la tortilla solo permanecieron dos picos 2θ a 18° y 20° .

Villada *et al.* (2017) al analizar los cambios estructurales que ocurren en el maíz sometido al proceso de nixtamalización, concluyeron que los puntos críticos del proceso son la cocción, la molienda húmeda y horneado, y el porcentaje de gelatinización se relaciona con los cambios observados en este trabajo. Aun cuando el grano de maíz había sufrido diversas transformaciones durante cada una de estas etapas, una pequeña fracción del almidón nativo estaba presente en forma de almidón resistente. Esto se relaciona con el complejo amilosa-lípido tipo II, ya que se detectaron pequeños picos en la escala 2θ a 15.2° , 17.04° y 20.04° .

Evaluaciones de Masa de Maíz

Contenido de humedad, pH y almidón resistente

El ANDEVA del contenido de humedad fue significativamente diferente ($P < 0.05$) para cada proceso (Tabla 12), ya que la cantidad de agua en la masa para cada proceso fue ajustada de acuerdo a la capacidad de absorción de agua empírica. El tiempo de transporte de la masa al local comercial sirvió como periodo de acondicionamiento, donde posteriormente el operador introdujo la masa a la máquina tortilladora. La masa elaborada con harina extrudida absorbió menos agua ya que el almidón extrudido en presencia de proteínas y β -glucanos se comporta de manera diferente al entrar en contacto con el agua, y por ello el comportamiento es diferente al del almidón procesado de manera tradicional (Atwell *et al.* 1988).

Tabla 12. Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades fisicoquímicas de la masa obtenida de los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV	GL	CH ¹	AR ²
Proceso	1	65.14**	3.39 ^s
Error	4	0.147	0.556
Total	5		

¹ Contenido de humedad

² Almidón resistente

** Muy significativo (P<0.01)

^s Significativo (P<0.05)

La obtención de la masa a partir de HENM se ve fuertemente influenciada por el tiempo de mezclado, ya que se ejerce un esfuerzo de corte adicional que daña la estructura del gránulo de almidón (Chaidez-Laguna *et al.* 2016). De igual modo, como lo muestra la Tabla 13, la cantidad de agua añadida no debe exceder la capacidad de absorción calculada de manera empírica, lo que podría aumentar su adhesividad. Una mayor cantidad de agua presente en la masa de nixtamal es posible gracias a la liberación de gránulos de almidón nativos de la matriz proteica que no han gelatinizado durante la molienda (Bello-Pérez *et al.* 2003).

El pH en la masa fue ligeramente superior en el proceso de nixtamalización tradicional, aunque estadísticamente diferente ($P < 0.05$) al obtenido en el proceso de extrusión. La obtención de masa para ambos procesos es diferente, por lo que el proceso de gelatinización que ocurre en cada proceso está fuertemente influenciado por el contenido de cal usada. En el PNT están presentes gránulos de almidón intactos o parcialmente fragmentados que gelatinizan durante el proceso de formación de la masa. A diferencia del PNT; en el PNE se encuentra una mayor cantidad de almidón pre-gelatinizado, con lo cual, la masa obtenida es resultado de un periodo de hidratación de la harina después de la molienda del extrudido.

El almidón resistente es la fracción de fibra dietética presente después de una hidrólisis enzimática. En la Tabla 13 se observan diferencias significativas ($P < 0.05$) entre los valores obtenidos de AR para PNE y PNT, y que varían dependiendo de las condiciones del proceso. Esto puede deberse a la forma en que se obtiene el AR. La nixtamalización por extrusión se relaciona con el contenido de almidón retrogradado debido al manejo de altas temperaturas y bajo contenido de humedad. Esto se relaciona también con la formación de componentes adicionales resistentes a la digestión enzimática debido a la transglucosidación y/o la formación de amilosa retrogradada (Reyes-Moreno *et al.* 2018; Perera *et al.* 2010).

Tabla 13. Características fisicoquímicas y texturales de la masa obtenida por los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Característica	PNE	PNT
Contenido de humedad (%)	53.1±0.13a ¹	57.4±0.68b
Almidón resistente (g/100 g)	1.43 ±0.053a	0.85 ±0.073b
pH	8.2a	8.4b
Características texturales		
Dureza (N)	26.6 ¹ ±0.81a ²	16.1 ±2.69b
Adhesividad (g-s)	54.5±7.91a	273.4±11.2b
Cohesividad	0.22±0.02a	0.25±0.03b

¹Media ± desviación estándar

²Medias con el mismo valor entre renglones no son significativamente diferentes (P<0.05)

En la nixtamalización tradicional los cambios son similares, aunque también es cierto que el almidón resistente puede disminuir debido a las pérdidas de pericarpio en el nejayote y agua de lavado, pues los efluentes llevan un gran contenido de fibra y otros componentes que se solubilizan (Gutiérrez-Dorado *et al.* 2008). Los valores obtenidos concuerdan con lo reportado por otros investigadores (Faraj *et al.* 2004; Villada *et al.* 2017; Tribess *et al.* 2009; y Gutiérrez-Dorado *et al.* 2008) los cuales oscilan entre 0.92% y 2.05%.

Análisis de perfil de textura

El Análisis de perfil de textura o TPA (por sus siglas en inglés) es una técnica instrumental que mide las propiedades texturales de la masa usando un analizador de textura. En este se incluyen parámetros tales como dureza, elasticidad, cohesión y masticabilidad (Sahai *et al.*, 2001).

La Tabla 13 muestra los valores de adhesividad, cohesividad y dureza para ambos tipos de masa. El ANDEVA de la adhesividad en ambos procesos no presentó diferencias significativas ($P > 0.05$) como se muestra en la Tabla 14. Un aumento en la adhesividad se relaciona con mayor contenido de almidón dañado. Debe existir un equilibrio en esta variable para que la masa se pueda adherir durante el proceso de cocción y desprender adecuadamente al término del mismo (Ramírez-Wong *et al.* 1994). El manejo adecuado de las variables de proceso permite moderar el daño en el almidón y, por tanto, preservar las propiedades texturales de la masa. Al ser la extrusión un proceso que genera almidones con un alto grado de gelatinización en las etapas previas a la obtención de la harina, las masas obtenidas pueden originar una mayor adhesividad (Contreras-Jiménez *et al.* 2014). Para el caso de la masa alcalina, el grado de cocción define sus características texturales (Ramírez-Wong; 1993).

El ANDEVA de la cohesividad fue significativamente diferente ($P < 0.05$) para ambos procesos (Tabla 14). Esta diferencia se relaciona con el manejo de las condiciones de operación durante el proceso de formación de la masa, generando una mayor aglutinación de proteínas en la masa obtenida con HENM (Chaidez-Laguna *et al.*, 2016). Una textura adecuada en la masa permite el equilibrio entre cohesividad y adhesividad (Quintanar-Guzmán *et al.* 2009) lo que retrasa el proceso de retrogradación en la tortilla (Arámbula *et al.* 2002). En esta investigación se pudo constatar que uno de los parámetros que más impactó fue el proceso de molienda para la obtención de harina extrudida, y su repercusión sobre la capacidad de absorción de agua (Li *et al.* 2014).

A pesar de que la formación de la masa se ve afectada de manera importante por el tamaño de partícula, la humedad y la temperatura de cocción (Gaytán-Martínez *et al.* 2011) el ANDEVA de la dureza no mostró diferencias significativas ($P > 0.05$) en ambos procesos (Tabla 14). Una harina extrudida con un mayor contenido de humedad puede incrementar la adhesividad, generando una masa más compacta. Es por ello importante mantener un equilibrio entre dureza y adhesividad.

Algunos investigadores coinciden en que la dureza de la masa es atribuible a la metodología usada e inclusive al tipo de grano usado (Gaytán-Martínez *et al.* 2011; Rangel-Meza *et al.* 2004). Contreras-Jiménez *et al.* (2014) elaboraron harina extrudida y la compararon con la harina nixtamalizada. Ellos obtuvieron valores de dureza en harina extrudida que fluctuó entre 1.01 y 3.15 N, contra 1.79 N en la harina nixtamalizada. Este tipo de mediciones generalmente se comparan con la masa preparada por el método tradicional ya que el nixtamal presenta valores más bajos de dureza. Durante el proceso de nixtamalización tradicional se observó que este comportamiento es debido a una adecuada gelatinización de los gránulos de almidón, la hidrólisis del pericarpio y la presencia de lípidos saponificados en el germen (Flores-Farías *et al.* 2000).

Tabla 14. Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades texturales de la masa para los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV	GL	Adhesividad	Cohesividad	Dureza
Proceso	1	25411.68 ^{NS}	0.1145 ^S	25.95 ^{NS}
Error	8	1317.55	0.00409	2.54
Total	9			

^{NS} No significativo (P>0.05)

* Significativo (P<0.05)

Evaluaciones Reológicas

Barrido de frecuencia

La masa posee propiedades viscoelásticas porque puede fluir y deformarse (Contreras-Jiménez *et al.* 2017). La Figura 17 muestra el comportamiento viscoelástico de masas obtenido de los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional. El módulo de almacenamiento (G'), el cual representa la parte elástica, fue más bajo en PNE que PNT (Figura 17A). De igual forma, el módulo viscoso (G'') fue menor en las muestras de harina extrudida, como se observa en la Figura 17B. Esto es posiblemente debido a que en la extrusión la gelatinización del almidón se completó en su mayoría, mientras que esta fue gradual en el proceso tradicional (Méndez-Montealvo *et al.* 2008). Esto debido probablemente a que la interacción entre los iones de calcio y los gránulos de almidón en el remojo efectuado durante la cocción tradicional fue mayor a la observada en la extrusión, lo que promueve una mayor resistencia y elasticidad de la masa (Quintanar-Guzmán *et al.* 2011).

Por otro lado, la masa obtenida con la harina extrudida originó una mayor firmeza y, por tanto, un comportamiento viscoelástico sólido y compacto; lo cual es debido probablemente a la baja diferencia entre los módulos elástico y viscoso. La harina nixtamalizada de maíz, al absorber más agua, presenta un comportamiento más elástico (Mondragón *et al.* 2006), por ello; las diferencias entre los módulos viscoelásticos del proceso tradicional fueron altas; opuesto a lo observado en el proceso de nixtamalización por extrusión. Por esta razón, el módulo elástico se usa como una medida de la estabilidad de la estructura de la masa, lo cual es útil para explicar la relación entre las propiedades estructurales y elásticas de los materiales (Mariotti *et al.* 2009). Los resultados obtenidos aquí concuerdan a lo obtenido por Platt-Lucero *et al.* (2010) y Quintanar-Guzmán *et al.* (2009).

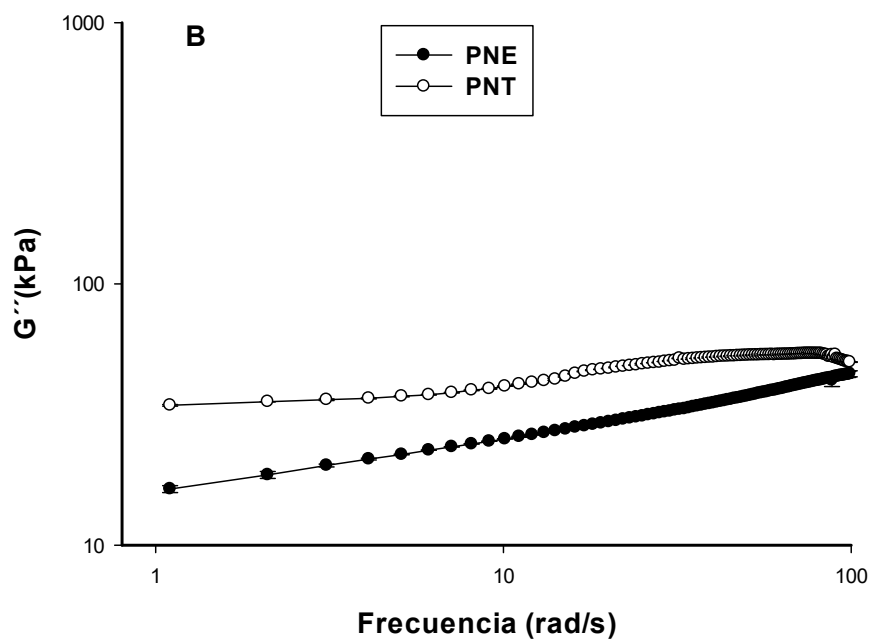
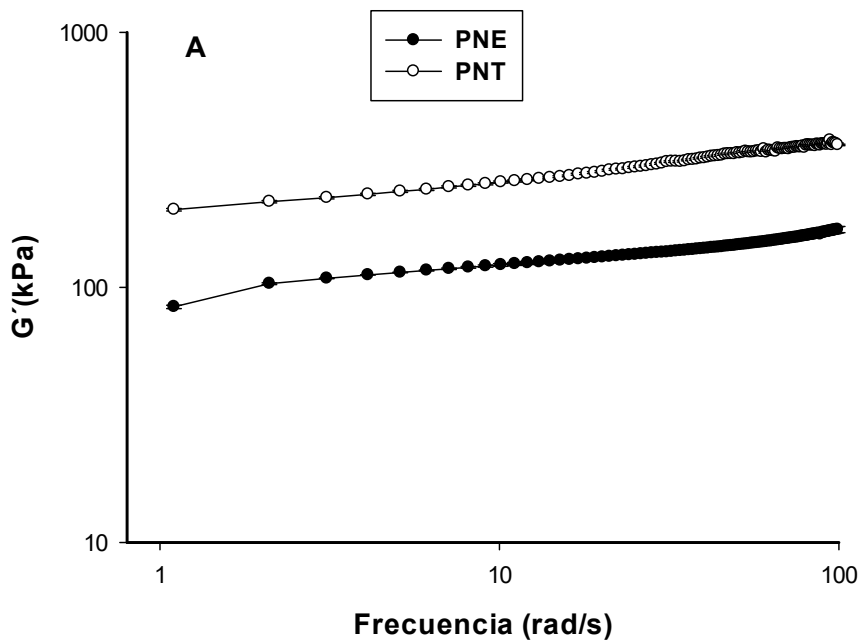


Figura 17. A. Módulo elástico (G') y **B.** Módulo viscoso para masa como función de la frecuencia en nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Barrido de temperatura

El barrido de temperatura es útil para medir el grado de gelatinización del almidón. La Figura 18 muestra G' y G'' en función de la temperatura. Similar a la Figura 17, se observó una respuesta predominantemente elástica ($G' > G''$). La temperatura en la cual la relación $\tan \delta$ es máxima se considera la temperatura en donde el almidón alcanza su punto máximo de gelatinización. A mayor temperatura, mayor es el contacto entre los gránulos de almidón, lo que incrementa la fricción. Esto crea una red tridimensional y que se observa cuando G' alcanza el valor máximo de 129 kPa (Figura 16-A). Esta red se forma por los gránulos de almidón y las cadenas lineales del almidón que fueron previamente lixiviados (amilosa) en el proceso de nixtamalización (Sajeev *et al.* 2010). Cuando $\tan \delta$ disminuye, hasta obtener un valor mínimo, se destruye la red polimérica. Esto es probablemente debido a la ruptura de los gránulos de almidón y desnaturalización de proteínas, ya que un aumento en la temperatura origina una disminución en el volumen de la masa. Este cambio también causa que, al ser expulsada la amilosa de la matriz polimérica, ocasione una disminución de la viscosidad (Rao, 2010).

En la nixtamalización por extrusión, una disminución de G' evidenció un debilitamiento en la estructura polimérica de la harina extruida nixtamalizada de maíz (Figura 18-A). A cualquier temperatura, G' tuvo una tendencia descendente. Aunado a esto, debe considerarse una gelatinización previa del almidón durante la cocción-extrusión (Méndez-Montevalvo *et al.* 2008). Por otro lado, G'' tuvo una fluctuación en la temperatura de gelatinización entre 76 y 80 °C, lo que reveló un valor máximo de 32 kPa para el proceso tradicional de nixtamalización (Figura 18B). El G'' en la nixtamalización por extrusión disminuyó con el aumento de la temperatura, presentando un pico de gelatinización en 12.6 kPa y a 38 °C. Esto representa una menor cantidad de almidón que gelatinizó, o un mayor contenido de almidón dañado previamente por la molienda, el secado o la extrusión.

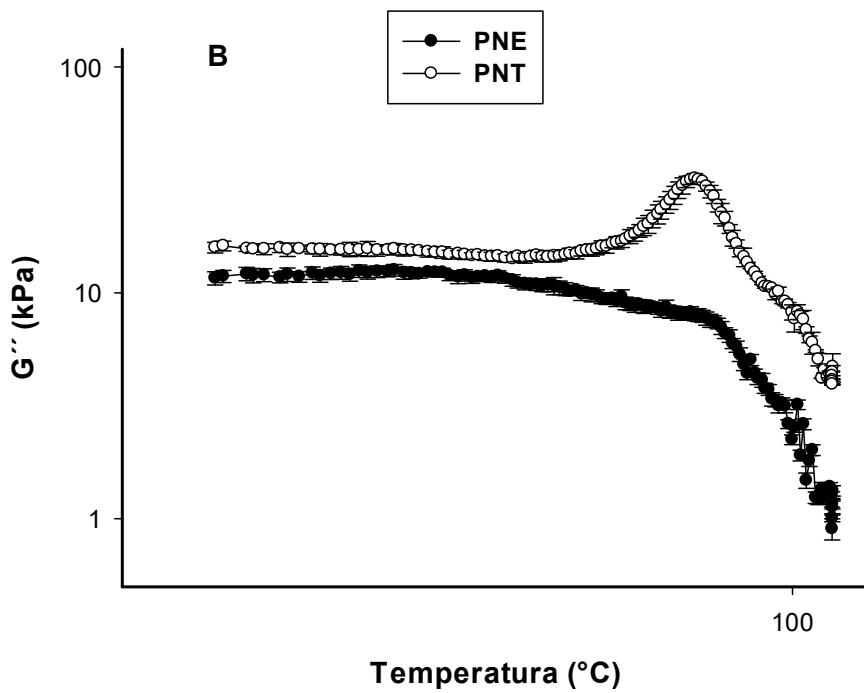
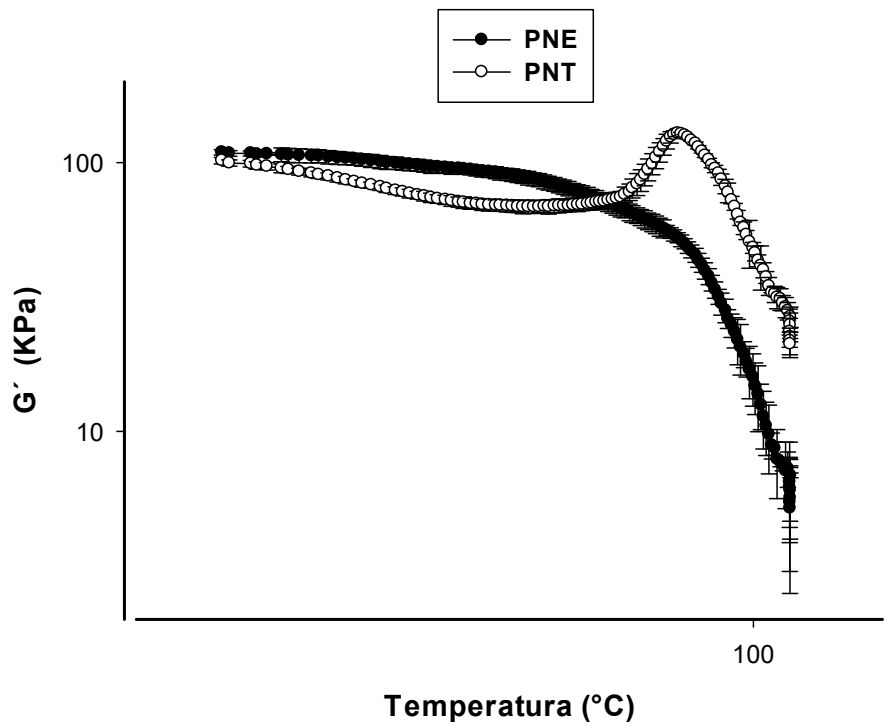


Figura 18. A. Módulo elástico (G') y **B.** Módulo viscoso para masa como función de la temperatura en nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Un aumento en G' y G'' representa mayores valores de elasticidad y resistencia a la deformación en masa de maíz (Santana-Gálvez *et al.* 2016). Se concluye que $G' > G''$, indicando así el predominio de la contribución elástica sobre la viscosa para ambos procesos (Platt-Lucero *et al.* 2010).

Tan delta

Cuando la relación (G''/G') se incrementa, como se observa en la Figura 19A, se obtiene un comportamiento más viscoso, como sucedió con el proceso de nixtamalización por extrusión (PNE). Puede apreciarse en la Figura 19A un valor más pequeño de tan delta, indicando un comportamiento más elástico ($n < 1$), lo cual pasó con el proceso de nixtamalización tradicional (PNT). Así, el almidón presente en la masa de nixtamal termina de gelatinizar, mientras que el almidón extrudido previamente gelatinizado da valores en el índice de comportamiento “n” cercanos a 1. El comportamiento de tan δ coincide con el trabajo de Estrada-Girón *et al.* (2014), quienes encontraron una respuesta predominantemente elástica ($G' > G''$) de la masa y una dependencia del módulo de frecuencia, sin que las rectas de G' y G'' se intersectaran. En este estudio, G' , G'' , así como tan δ se vieron fuertemente afectados por la frecuencia y la temperatura. El comportamiento viscoelástico de la masa cambió cuando la temperatura aumentó de 30 a 50 °C, debilitando la estructura de la molécula de almidón y facilitando el rompimiento de los enlaces en los puentes de hidrógeno.

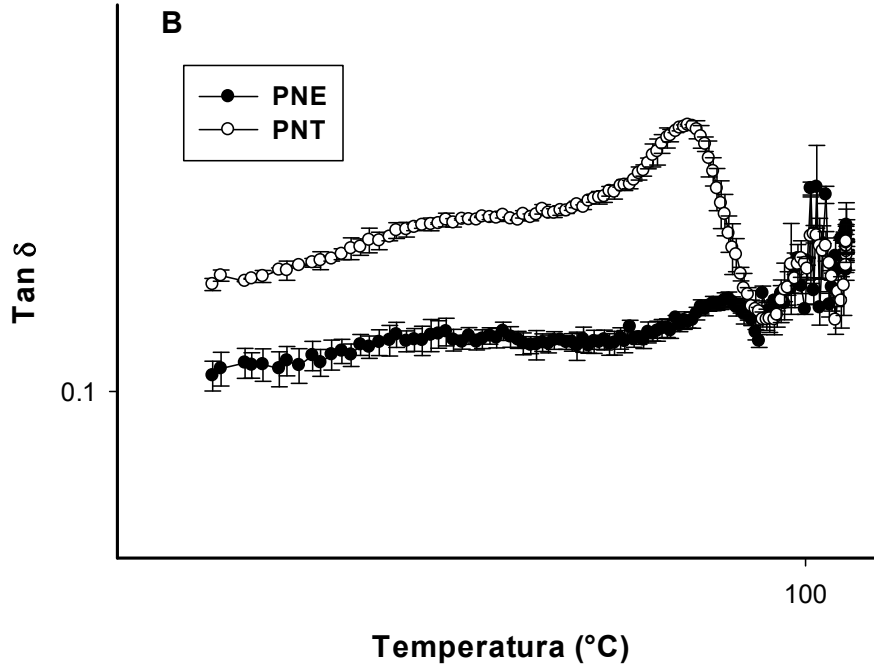
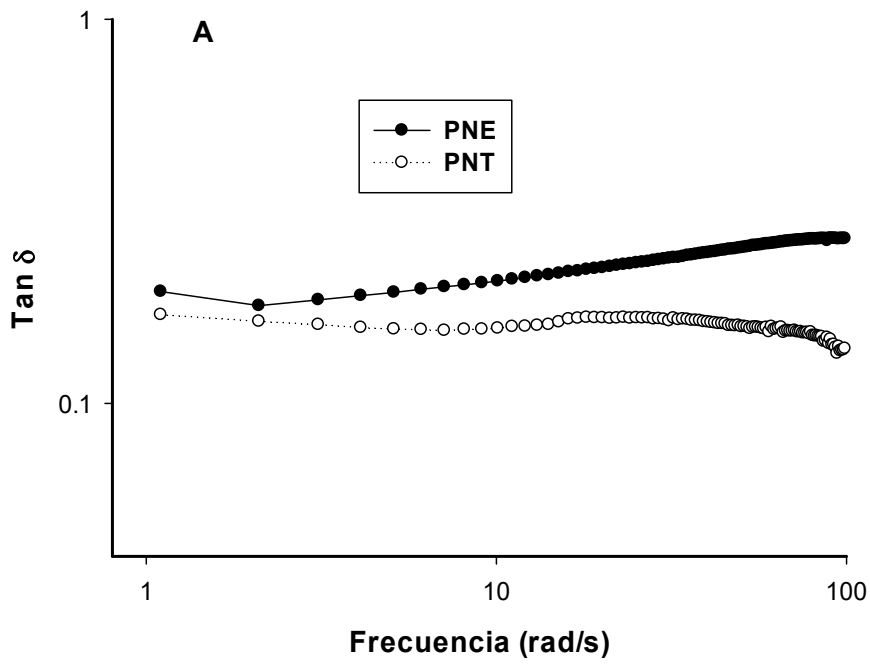


Figura 19. Tan delta (G'' / G') para masa como función de la frecuencia (**A**) y temperatura (**B**) para la nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Método de compresión biaxial con lubricación

Curvas de esfuerzo vs deformación. La viscosimetría de compresión biaxial permite analizar materiales usando un esfuerzo de corte y aplicando una deformación pequeña (Corradini *et al.* 2005). Se utilizó viscosimetría de flujo biaxial para determinar la resistencia a la deformación midiendo la tensión a cualquier altura de una muestra de harina extrudida y masa de nixtamal. Se usaron tres contenidos de humedad, de tal forma que, a la humedad evaluada, las masas tuvieran las mismas características texturales. Cuando se realizaron las pruebas de compresión con el texturómetro Instron, se manejaron dos condiciones diferentes en la interface masa-plato: con lubricación y sin lubricación. Para propósitos de esta investigación solo se hizo el análisis de los datos con lubricación. Las gráficas de fuerza-tiempo se obtuvieron a partir de varios puntos evaluados y se transformaron en curvas de esfuerzo-deformación según la metodología de Ramírez-Wong *et al.* (1996).

Las curvas de esfuerzo vs deformación para ambos procesos presentaron un comportamiento no newtoniano que se caracterizó por tres zonas diferentes: una región newtoniana a velocidades de corte bajas, una región no lineal a velocidades de corte intermedias, y una región newtoniana a velocidades de corte altas (Darby *et al.* 1976). Tanto para el proceso de nixtamalización por extrusión (PNE) como tradicional (PNT), las masas con menor contenido de humedad presentaron un mayor esfuerzo, es decir; a mayor dureza se requiere un esfuerzo de corte mayor. Por tanto, la deformación aplicada se relaciona con una menor relación de altura (h_0/h). Esto concuerda con los valores obtenidos de textura en el TPA. Al observar las curvas de esfuerzo obtenidas con un contenido de humedad óptimo, esto es, 55% y 62% para nixtamalización por extrusión y nixtamalización tradicional respectivamente; PNT es ligeramente superior a PNE. Con una máxima humedad, PNT presenta un esfuerzo mucho menor al observado en PNE (Figura 20).

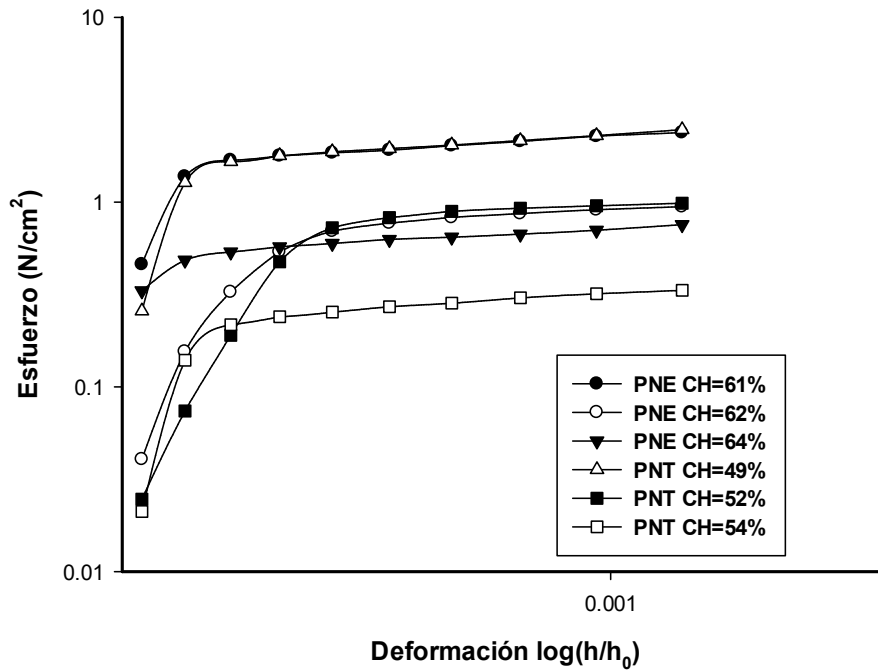


Figura 20. Esfuerzo vs deformación en masa obtenida por nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT) usando tres contenidos de humedad (CH) y una velocidad de compresión de 0.2 mm/min

Viscosidad elongacional. El uso de la compresión biaxial con lubricación permite conocer la viscosidad de alimentos semisólidos que exhiben deslizamiento, el cual no sólo es un requisito para usar dicho método, sino que es considerado un requisito para la realización de los cálculos (Campanella *et al.* 1987). La medición de la viscosidad es posible a partir de la información obtenida de las curvas de esfuerzo de corte vs deformación. La presencia de una capa lubricante facilita la obtención de la viscosidad, ya que el efecto de la fricción disminuye. Si la muestra se desliza en las superficies sólidas debido a la cinemática de la prueba, ésta se regirá por un flujo elongacional. Por el contrario, si el material se adhiere a las superficies, la presencia de fricción inducirá un flujo de corte, que se analizará considerando un equilibrio entre la fuerza de compresión y las fuerzas que se oponen al flujo debido a la viscosidad de la muestra. La viscosidad elongacional (η_b) se calculó con la ecuación 11 y la velocidad extensional biaxial ($\dot{\epsilon}_r$) con la ecuación 10. Tomando en consideración las curvas de esfuerzo vs deformación, es que se construyó la curva de velocidad extensional radial vs viscosidad elongacional.

De la Figura 21 se observa que las viscosidades elongacionales a cualquier contenido de humedad presentan un comportamiento similar a las de un fluido no newtoniano de tipo estructural. Este tipo de curvas se caracterizan por la presencia de tres distintas regiones: la primera es una región newtoniana a bajas velocidades de corte; la segunda es una región no lineal a velocidades intermedias; y una tercera región no newtoniana a velocidades de corte altas. Cada una de las regiones provoca un cambio en la estructura de la masa como función de la velocidad de corte (Darby, 1976).

A un contenido de humedad (CH) ideal, la harina extrudida es más viscosa, y su viscosidad disminuye más rápido que lo observado en la masa de nixtamal. A un CH bajo, la harina extrudida aumenta su viscosidad y la masa de nixtamal mantiene un rango de viscosidad óptimo gracias a una mayor capacidad de absorción.

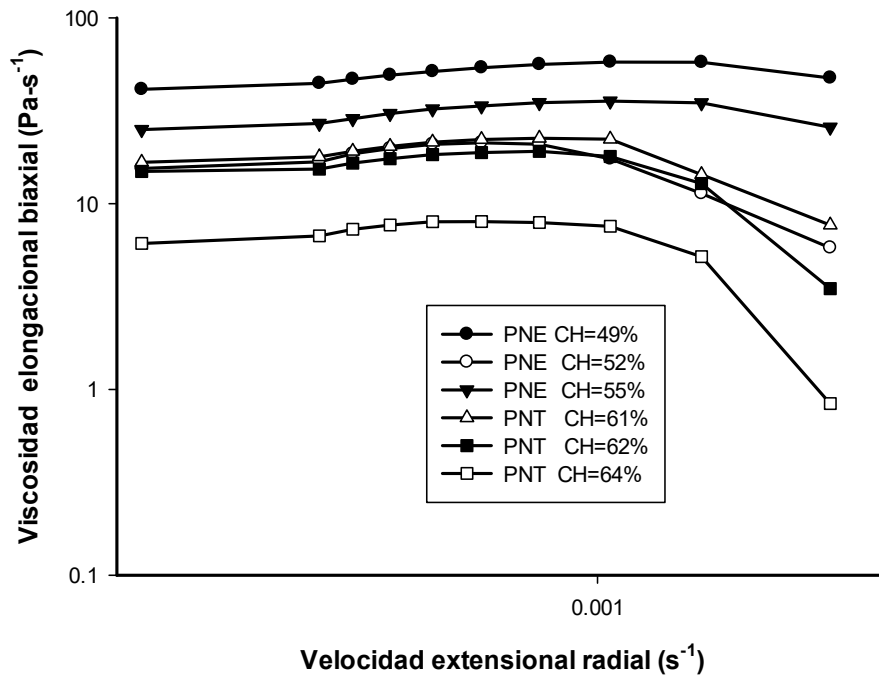


Figura 21. Viscosidad elongacional biaxial vs velocidad extensional radial en masa obtenida por nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT) usando tres contenidos de humedad (CH) y velocidad de compresión de 0.2 mm/min

Al aumentar el CH, la harina extrudida mantiene una viscosidad alta, mientras que la masa fresca se vuelve más fluida. Por ello, la viscosidad de la masa es un parámetro usado para controlar el proceso de elaboración de la tortilla.

Ortega-Ramírez (1992) encontró que la viscosidad de la masa de maíz aumentaba a medida que pasaban los días de muestreo, y observó que las condiciones experimentales tenían una influencia directa en las mediciones de viscosidad. Gracia-Amaya (1992) utilizó la viscosidad elongacional para medir las propiedades reológicas de las masas de maíz con diferentes tiempos de cocción. La viscosidad elongacional se graficó vs la velocidad extensional radial, y observó que, sin importar la concentración de cal utilizada, las curvas se mantenían en el mismo rango de viscosidad. Por lo tanto, era posible hacer tortillas con mejores propiedades texturales cuando la viscosidad de la masa era la apropiada.

Ramírez-Wong *et al.* (1996) usaron la compresión biaxial con lubricación para procesar maíz fresco con diferentes tiempos de cocción (20, 55 y 80 min) y dos tamaños de partícula en el nixtamal (mediano y grueso). Los valores obtenidos del esfuerzo de corte y viscosidad elongacional biaxial permitieron predecir las características de la masa usada en la preparación de tortillas. La viscosidad de una masa cocida adecuadamente permite mejorar su maniobrabilidad durante el proceso de horneado y producción de tortillas.

Limanond *et al.* (1999) evaluaron el efecto de las condiciones de almacenamiento sobre las propiedades reológicas de la masa de maíz y las tortillas. Ellos encontraron una relación entre la viscosidad extensional biaxial y el tiempo de reposo de la masa fresca de maíz. Silva-Espinoza (1998) observó un comportamiento similar al evaluar algunos cambios fisicoquímicos, reológicos y texturales de la masa de maíz.

Evaluaciones de Tortilla

Propiedades físicas

El ANDEVA del peso, diámetro y grosor mostró diferencias significativas ($P < 0.05$) en ambos procesos, como se aprecia en la Tabla 15. Las características físicas de la tortilla se presentan en la Tabla 17. Este contraste es debido muy probablemente a que las tortillas obtenidas con harina extrudida presentan una mayor densidad a las obtenidas con masa fresca, pues al moler el grano de maíz entero se retiene el pericarpio, lo que se relaciona con un aumento en el contenido de fibra y que puede ser expresado como almidón resistente. Por tanto, la densidad de las mismas es mayor. El diámetro de las tortillas es un parámetro que no puede controlarse pues el molde usado para procesar la masa se ajusta a las condiciones de operación de la harina nixtamalizada instantánea. Al realizar la corrida, se observó que la maniobrabilidad de la masa es distinta y la variabilidad en el diámetro es inminente.

Contenido de humedad

El ANDEVA del contenido de humedad en la tortilla hecha con harina extrudida nixtamalizada de maíz, muestra diferencias significativamente mayores ($P < 0.05$) a lo observado en harina nixtamalizada de maíz (Tabla 16). El contenido de humedad de la tortilla en ambos procesos se presenta en la Tabla 17. Esta diferencia es difícil de explicar debido a que el manejo de la masa usada en la elaboración de las tortillas fue establecido previamente en el laboratorio, pero al llegar al local es completa responsabilidad del operador por cuestiones de maniobrabilidad y que se basa en una estimación empírica. No podemos saber si un mayor contenido de humedad en la tortilla se haya debido a las condiciones de operación o porque la masa retuvo mayor cantidad de agua al momento de elaborar las tortillas.

Tabla 15. Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades físicas de la tortilla de maíz almacenada

FV	GL	Espesor	Diámetro	Peso
Proceso	1	6.38**	16.038 ^{NS}	164.45**
Error	18	0.01291	1.424	1.086
Total	19			

** Muy significativo (P<0.01)

^{NS} No significativo (P>0.05)

Tabla 16. Análisis de varianza, cuadrados medios, de las propiedades fisicoquímicas de la tortilla de maíz almacenada.

FV	GL	CH ¹	AR ²
Proceso	1	29.39*	7.17*
Error	4	1.35	0.186
Total	5		

¹ Contenido de humedad

² Almidón resistente

* Significativo (P<0.05)

Tabla 17. Características fisicoquímicas y físicas de la tortilla de maíz para el proceso de nixtamalización por extrusión (PNE) y proceso tradicional (PNT).

Característica	PNE	PNT
Contenido de humedad (%)	45.0 ¹ ±0.18a ²	40.7±1.63b
Almidón resistente (g/100 g harina)	1.64 ±0.06a	0.90 ±0.04b
Propiedades físicas		
Peso (g)	26.8 ¹ ±1.0a	20.3±1.57b
Diámetro (cm)	14.0±0.14a	13.9±0.09b
Espesor (mm)	2.5±0.1a	1.4±0.11b

¹Media ± desviación estándar

²Medias con la misma letra entre renglones no son significativamente diferentes (P<0.05)

El contenido de humedad es un parámetro que se relaciona con el daño que sufre el gránulo de almidón. La molienda es uno de los principales factores que modifica las características de la masa, incrementando la capacidad de absorber agua y el contenido de material soluble (Li *et al.* 2014). De igual manera, los discos de masa son altamente susceptibles a la pérdida de humedad debido a un área expuesta grande, pues casi el 50% del peso en una tortilla está ocupado por agua y esto se relaciona con el rendimiento de la tortilla (Arámbula *et al.* 2002).

Almidón resistente (AR)

El ANDEVA mostró diferencias significativas ($P < 0.05$) en el contenido de almidón resistente (AR) para cada proceso (Tabla 16). Los valores de AR para tortilla se muestran en la tabla 17. El AR obtenido en la harina extrudida nixtamalizada de maíz indica que la extrusión pudo haber generado mayor contenido de almidón retrogradado como consecuencia del contenido de humedad, de las altas temperaturas o el posterior enfriamiento, lo que produjo un choque térmico en la estructura del almidón (Perera *et al.* 2010). Asimismo, uno de los cambios más representativos durante el proceso de retrogradación es la formación del complejo amilosa-lípido, lo que genera un mayor contenido de almidón resistente tipo III (Islas-Hernández *et al.* 2002).

En el proceso de nixtamalización tradicional, la mayor producción de almidón resistente se produjo durante el remojo, la formación de masa y el procesamiento de la tortilla, pudiendo disminuir o aumentar de acuerdo al proceso de gelatinización efectuado y la remoción del pericarpio (Santiago-Ramos *et al.* 2015). El AR se maximiza durante el proceso de horneado de la tortilla, ya que el almidón nativo residual termina de gelatinizarse (Santiago-Ramos *et al.* 2015; Tribess *et al.* 2009; Gutiérrez-Dorado *et al.* 2008).

Firmeza

El ANDEVA indicó que las tortillas hechas por extrusión fueron significativamente más duras ($P < 0.05$) que las elaboradas con el proceso tradicional de nixtamalización (Tabla 18). Esto se debió probablemente a las condiciones de procesamiento utilizadas durante la extrusión y los cambios que afectaron directamente la textura de los geles de almidón, como lo son la gelatinización, la fusión y la degradación del almidón (Ye *et al.* 2018). Se puede observar un efecto muy significativo ($P < 0.05$) debido al tipo de proceso, el tiempo de almacenamiento y la interacción que ocurre entre ambos factores como se muestra en la Tabla 19.

La Figura 22 A presenta la firmeza de la tortilla evaluada a las 2, 24 y 48 h a temperatura ambiente (25 °C). El almacenamiento genera un incremento en la recristalización de la amilopectina, fenómeno que se acentúa más en las tortillas hechas con harina extrudida nixtamalizada de maíz (Clubs *et al.* 2007). Cuando se realizaron las mediciones de firmeza, las tortillas almacenadas durante 24 h y 48 h, se precalentaron (55-60 °C) durante 15 s y a 100% de la potencia en un horno de microondas y luego se enfriaron a 25°C. El precalentamiento fue útil para obtener tortillas más suaves cuando se realizó la prueba, aunque esta etapa tiende a incrementar el proceso de retrogradación del almidón cuando se enfría la tortilla.

Es probable que las tortillas producidas con nixtamal fueran más blandas porque el proceso de retrogradación inicia exclusivamente con amilopectina, mientras que las tortillas hechas con harina extrudida poseen en su estructura mayor cantidad de moléculas de amilosa, además de poseer amilopectina, que son las que se encargan del proceso de endurecimiento rápido. La dureza es uno de los atributos sensoriales más afectados por la extrusión y se asocia directamente con la textura de las tortillas. Por lo tanto; cuanto mayor sea el tiempo de almacenamiento, mayor será la retrogradación (Campas-Baypoli *et al.* 1999).

Tabla 18. Análisis de varianza, cuadrados medios, de la firmeza de las tortillas de maíz para los procesos de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV	GL	F2 ¹	F24 ²	F48 ³
Proceso	1	10.02**	33.16**	244.03**
Error	8	0.022	0.00368	0.01327
Total	9			

¹ F2= Firmeza a las 2 h

² F24= Firmeza a las 24 h

³ F48= Firmeza a las 48 h

** Muy significativo (P<0.01)

Tabla 19. Análisis de varianza, cuadrados medios, efecto del tipo de proceso y tiempo de almacenamiento sobre la firmeza de las tortillas de maíz

FV	GL	Firmeza
Proceso (Pro)	1	200.82**
Tiempo (Tie)	2	100.23**
Pro*Tie	2	43.19**
Error	24	0.013
Total	29	

** Muy significativo (P<0.01)

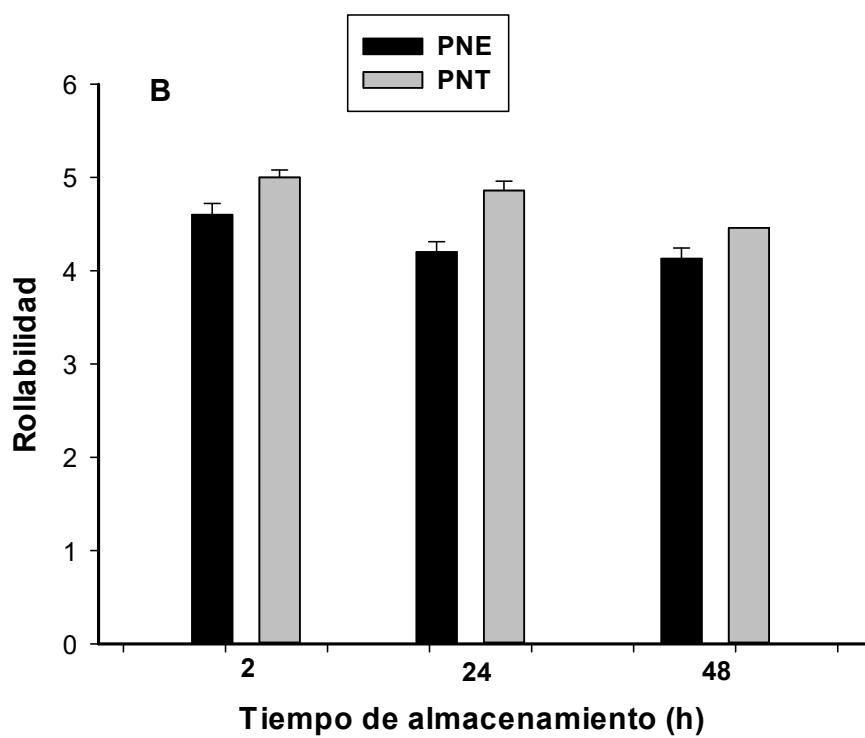
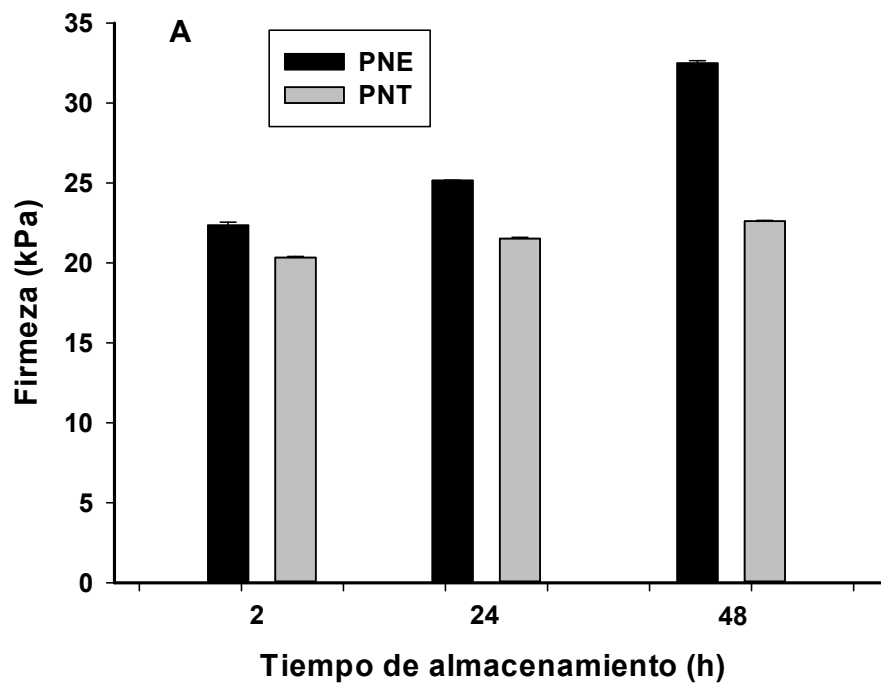


Figura 22. A. Firmeza y **B.** Rollabilidad para tortilla elaborada por el proceso de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT)

Las tortillas hechas con nixtamal presentan comúnmente un contenido de agua mayor, lo que permite que la tortilla incremente sus características texturales (Bedolla y Rooney., 1984). Sin embargo, en nuestro caso las tortillas hechas por extrusión presentaron mayor cantidad de agua. Este tipo de tortillas puede perder más rápido agua, ya que los espacios intermoleculares son más grandes, lo que permite una mayor migración de agua durante el enfriamiento. Islas-Hernández *et al.* (2006) observaron que las tortillas de maíz almacenadas se van endureciendo conforme pasa el tiempo, lo que se relaciona con una mayor retrogradación. Una degradación previa de las moléculas de amilopectina durante el proceso de nixtamalización por extrusión se refleja comúnmente en la obtención de parámetros de menor calidad de las tortillas (Thymi *et al.* 2005).

Rollabilidad

La Tabla 20 muestra el ANDEVA realizado a la rollabilidad de tortillas elaboradas por extrusión y proceso tradicional a las 2, 24 y 48 h de almacenamiento. A las 2 h se observan diferencias ($P < 0.05$) por el tipo de proceso usado, a las 24 h las diferencias ($P < 0.05$) se acentúan más porque se considera importante el tiempo de almacenamiento. A las 48 h no se encontraron diferencias significativas ($P > 0.05$) debido a que la mayor parte de los cambios se han realizado en las primeras 24 h.

El efecto del tipo de proceso, así como del tiempo de almacenamiento fueron muy significativos ($P < 0.05$) en la medición de la rollabilidad (Tabla 21), pero la interacción proceso-tiempo de almacenamiento no lo fue ($P > 0.05$). Esto debido a que las características texturales obtenidas en cada tipo de tortilla se relacionan directamente con el tipo de proceso, mientras que el tiempo es un factor que siempre tendrá importancia debido a la retrogradación observada en el almidón.

Tabla 20. Análisis de varianza, cuadrados medios, de la rollabilidad de la tortilla elaborada por el proceso de nixtamalización por extrusión y tradicional

FV	GL	R2 ¹	R24 ²	R48 ³
Proceso	1	1.20*	3.38**	0.083 ^{NS}
Error	28	0.128	0.148	0.195
Total	29			

¹ Rollabilidad a las 2 h

² Rollabilidad a las 24 h

³ Rollabilidad a las 48 h

* Significativo (P<0.05)

** Muy significativo (P<0.01)

^{NS} No significativo (P>0.05)

Tabla 21. Análisis de varianza, cuadrados medios, efecto del tipo de proceso y tiempo de almacenamiento sobre la rollabilidad de la tortilla de maíz

FV	GL	Rollabilidad
Proceso (Pro)	1	4.9**
Tiempo (Tie)	2	1.877**
Pro x Tie	2	0.233 ^{NS}
Error	84	0.1571
Total	89	

** Muy significativo (P<0.01)

^{NS} No significativo (P<0.05)

La Figura 22-B muestra la “rollabilidad” de las tortillas a las 2, 24 y 48 h de almacenamiento a 25 °C. Ambos tipos de tortillas se precalentaron y luego se enfriaron como se describió previamente en la evaluación de la firmeza. Esto debido a que los productores de la industria de la tortilla recomiendan usar condiciones similares a las observadas en la tortilla recién horneada cada vez que la prueba subjetiva sea realizada.

Los puntajes de rollabilidad de las tortillas elaboradas con harina extrudida a las 2 y 24 h fueron aceptables; sin embargo, presentaron menor flexibilidad después de 24 y 48 h de almacenamiento (Reyes-Moreno *et al.* 2013; Platt-Lucero *et al.* 2010). Las tortillas obtenidas con harinas extrudidas se endurecen fácilmente después de 48 h debido a una mayor tasa de retrogradación. Se pueden almacenar en refrigeración (5 °C) durante periodo mayores a lo establecido (hasta 10 días) sin ser susceptibles al ataque microbiano (datos no publicados). Esto facilita su disponibilidad para ser consumidas después del recalentamiento.

Otros investigadores han medido la rollabilidad sin un tratamiento de calentamiento previo; obteniendo valores más bajos que los observados en este estudio (Reyes-Moreno *et al.* 2013, Platt-Lucero *et al.* 2010). Esto sugiere que la prueba de rollabilidad debería ser importante solo si la tortilla se va a consumir fresca.

Evaluación Sensorial

El análisis sensorial realizado en la tortilla consistió en evaluar cinco atributos: sabor, olor, color, textura y evaluación global. Para ello se consideraron tres procesos: nixtamalización comercial (PNC), nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT). A continuación, se compararon las calificaciones obtenidas en

cada proceso, haciendo uso de la prueba de Kruskal-Wallis, que se usa para observaciones no paramétricas.

La Figura 23 muestra la evaluación sensorial del sabor para las tortillas hechas por PNC, PNE y PNT. A pesar de que las tortillas hechas por PNC presentaron una calificación mayor que los otros procesos, el análisis estadístico no mostró diferencias significativas ($P > 0.05$) entre procesos.

El olor fue un atributo que los jueces pudieron percibir de manera más acentuada en la tortilla elaborada con harina extrudida. El valor observado de P (0.025) para el PNE fue menor al de alfa (0.05), lo que indicó diferencias significativas ($P < 0.05$) entre procesos.

El juez otorgó una calificación más elevada al atributo de color para la tortilla hecha con harina extrudida nixtamalizada de maíz. Esto radica en el hecho de que el consumidor al observar las tortillas, puedan presentar un color llamativo. Esto probablemente sea debido a la formulación de la harina integral. Aun así, el análisis estadístico no mostró diferencias significativas ($P > 0.05$) entre procesos.

El análisis estadístico mostró diferencias significativas ($P < 0.05$) en la textura de la tortilla hecha con harina nixtamalizada comercial al compararse con la extrusión y el proceso tradicional. Un valor más alto indicó que las tortillas hechas con nixtamal fueron más suaves al momento de consumirlas, lo cual corrobora los valores obtenidos en la medición instrumental de la textura. Esto es debido a la adición de agentes químicos como la carboximetil-celulosa (CMC) y goma xantana (XG) en la elaboración de las tortillas. Platt-Lucero *et al.*, (2013) usó xilanasa para obtener tortillas más suaves y concluyó que el uso de la enzima y las condiciones del horneado influyen en la calidad textural del producto terminado.

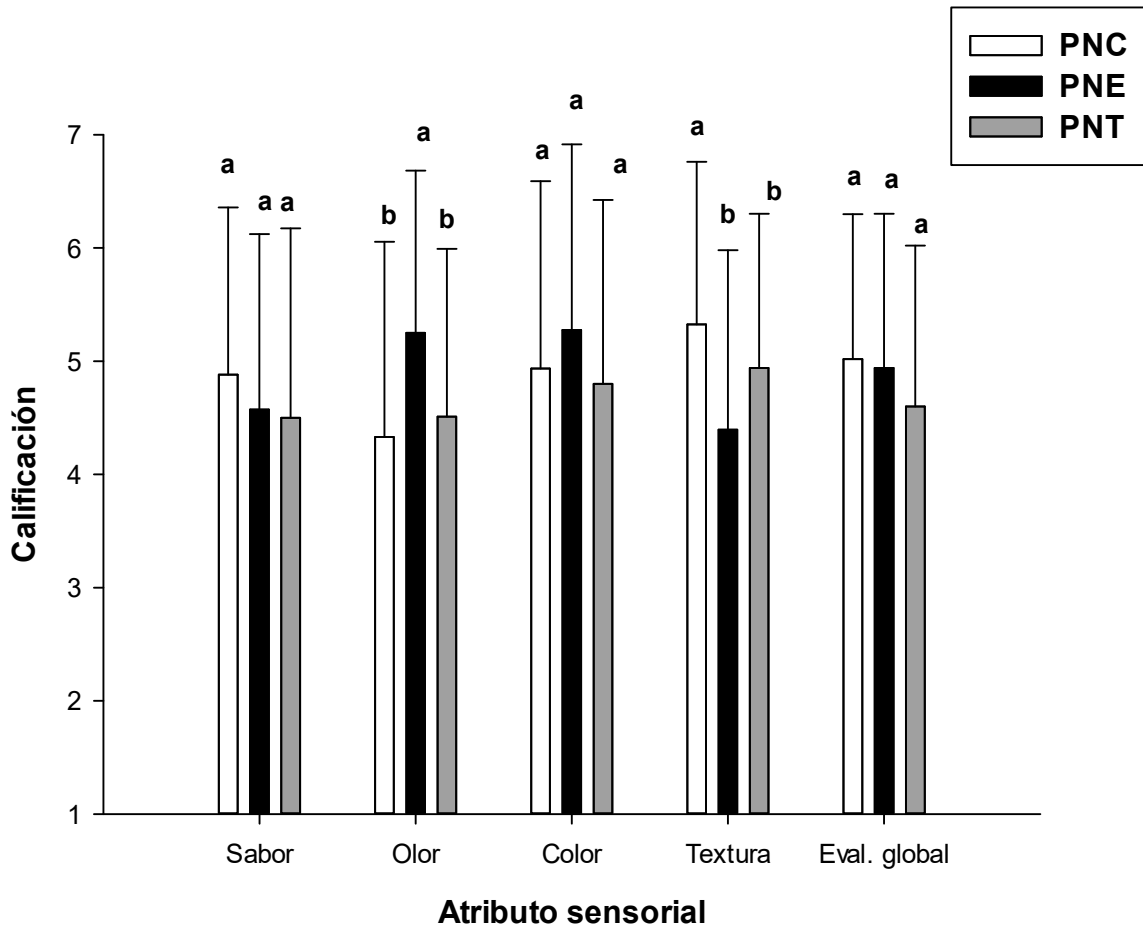


Figura 23. Calificaciones de la evaluación sensorial realizado en tortilla elaborada por el proceso de nixtamalización comercial (**PNC**), extrusión (**PNE**) y tradicional (**PNT**)

Escala hedónica: 1. Disgusta mucho; 2. Disgusta; 3. Disgusta poco; 4. Ni me disgusta ni me gusta; 5. Me gusta ligeramente; 6. Me gusta mucho
 Columnas con letras diferentes entre barras son significativamente diferentes ($P < 0.05$)
 Las barras indican la desviación estándar

Los aditivos CMC y XG permiten incrementar la elasticidad del producto y la capacidad de absorción de agua en harinas nixtamalizadas de maíz (HMN) comerciales (Arámbula *et al.* 1999). Platt-Lucero *et al.* (2010) combinó el uso de XG y CMC en la elaboración de harinas extrudidas y comparó dichas formulaciones con HMN comercial. El resultado inmediato fue un incremento de hasta 33% en el índice de absorción de agua (IAA), así como una disminución en la medición de la firmeza en las tortillas elaboradas con harina extrudida. Pineda-Gómez *et al.* (2011) observaron que la HMN comercial puede incrementar ligeramente la viscosidad aparente cuando se añaden gomas al momento de elaborar la masa. De igual forma, es posible incrementar el IAA.

Según Jeyakumri *et al.* (2016) la textura es uno de los atributos más importantes en la evaluación de productos extrudidos. De ahí que el valor obtenido para las tortillas hechas con harina extrudida ($\bar{x} = 4.39$) fuera menor al observado en las tortillas hechas con harina nixtamalizada comercial ($\bar{x} = 5.32$) lo que indica que un valor mayor en la firmeza del producto se relaciona con una menor aceptación del producto.

La Tabla 22 presenta un resumen de los valores de P según la prueba de Kruskal-Wallis. En ella se observa que el olor y la textura fueron los atributos donde los jueces pudieron observar diferencias significativas. La tortilla hecha con harina comercial fue la que presentó el valor más alto ($\bar{x} = 5.01$) mientras que la tortilla hecha por extrusión presentó una calificación de 4.94. Actualmente, el consumo de la tortilla hecha con nixtamal compite con el uso de las harinas nixtamalizadas, pues cada día se populariza más este producto. La aceptación de la tortilla hecha con harina extrudida fue más alta que la elaborada con nixtamal de acuerdo al gusto del consumidor, y su formulación es similar a la de las harinas nixtamalizadas instantáneas. Esto puede ser aprovechado como un nicho de mercado para la introducción de tortillas hechas a partir de harinas extrudidas.

Tabla 22. Valores de P para la evaluación sensorial realizada en tortilla de maíz por tres diferentes procesos de nixtamalización

Atributo	Kruskal-Wallis (valor de p)
Sabor	0.377
Olor	0.025 ¹
Color	0.317
Textura	0.003 ¹
Evaluación global	0.316

¹ Significativo para $P < 0.05$

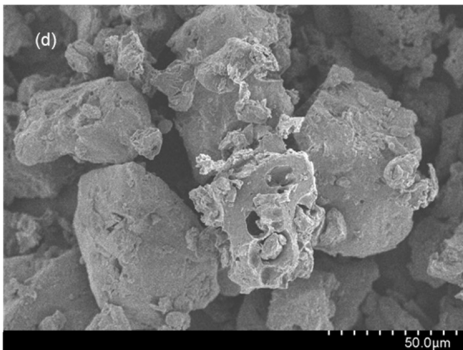
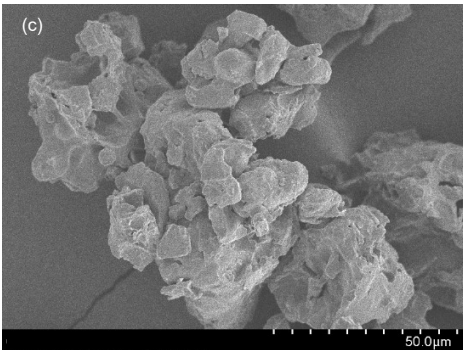
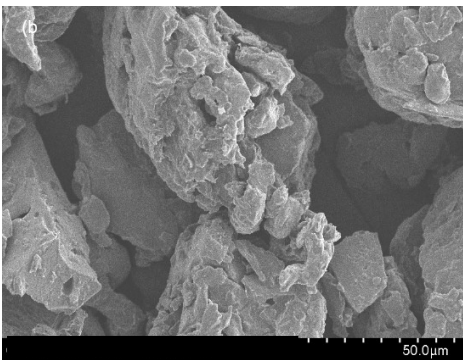
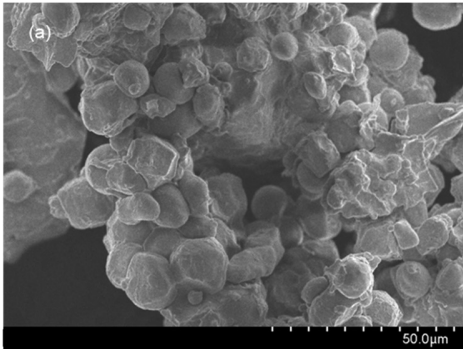
La evaluación global de la tortilla no mostró diferencias significativas ($P > 0.05$). Esto muestra que: primero, el juez otorga la misma valoración a cada tortilla, y segundo; es posible establecer condiciones de operación idóneas para elaborar harina extrudida. Esto sugiere que el proceso de elaboración de la harina extrudida fue aceptado por el consumidor, con lo cual puede fomentarse su uso y difusión.

Evaluaciones Morfológicas

La Figura 24 muestra el barrido de las micrografías electrónicas obtenidas a partir de la nixtamalización por extrusión (PNE) y nixtamalización tradicional (PNT). El maíz mostró gránulos de almidón redondos y de forma poliédrica con endospermo duro (tamaño mayor a $12 \mu\text{m}$) antes del procesamiento (Figuras 24a y 24e para extrusión y nixtamalización tradicional respectivamente). Se observó una superficie lisa con algunas depresiones en la estructura de los gránulos de almidón.

La molienda del grano de maíz origina que una gran cantidad de los gránulos de almidón se fragmenten e incrusten en la matriz del endospermo, así como el que algunos se dispersen fuera de ella. La superficie de los gránulos de almidón de maíz extruidos presenta un mayor tamaño de poro, debido probablemente a una mayor actividad enzimática de la amilasa, lo que favorece la hidrólisis del almidón (Rocha *et al.* 2012). La producción de harina extruida provocó una gelatinización súbita de los gránulos de almidón y el aumento de volumen, regido por las condiciones de procesamiento. También se observó la aglomeración de algunos gránulos de almidón pre-gelatinizados y otros completamente gelatinizados, lo que originó estructuras amorfas (Figuras. 24b, 24d). En la harina nixtamalizada liofilizada, aún se observan gránulos de almidón en estado nativo y sin fragmentar por efecto de la molienda húmeda.

PNE



PNT

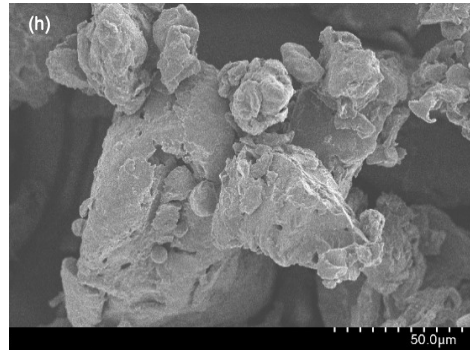
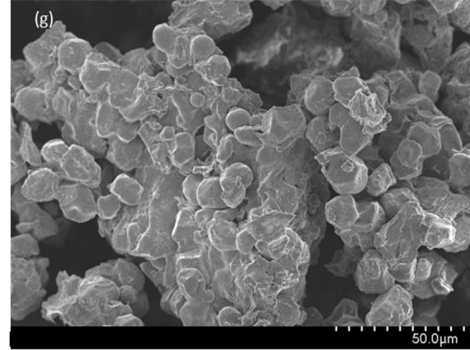
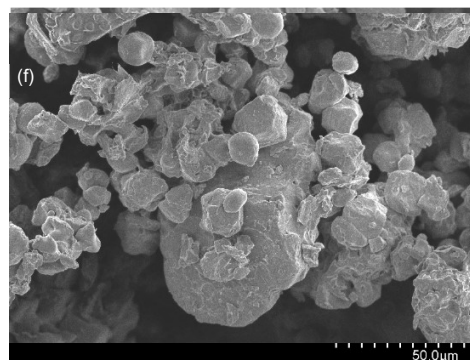
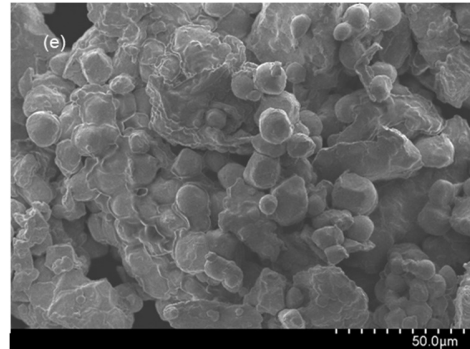


Figura 24. Micrografías de maíz (a, e), harina (b, f), masa (c, g), tortilla (d, h). 1000x

El proceso de gelatinización de la harina extruida se lleva a cabo con un bajo contenido de humedad y alto esfuerzo de corte. Por lo tanto, la presencia de los gránulos de almidón fragmentados es inminente (Figura 24 b). La reducción del tamaño de partícula aumenta la porosidad y reduce la conectividad celular, lo que afecta directamente los parámetros de textura de la masa y tortillas (Alam *et al.* 2014). Sánchez-Madrigal *et al.* (2014) observaron una extensa área de gránulos de almidón dañados en las harinas de maíz durante el proceso de extrusión. En contraste, una mayor cantidad de gránulos nativos y sin fragmentar está presente en la harina de maíz obtenida por la nixtamalización tradicional (Figura 24 f).

La dextrinización es un cambio fisicoquímico que los gránulos de almidón experimentan durante la extrusión. La digestibilidad del almidón aumenta y una alta fragmentación está presente (Figura 24 c). La cantidad de agua agregada durante el proceso de amasado es importante para disminuir la alta adhesividad que se genera. Durante la formación de masa de nixtamal se observaron gránulos de almidón fragmentados y algunos sin fragmentar en el estado nativo. Estas estructuras son más definidas como consecuencia de una gelatinización parcial que experimenta el gránulo durante el remojo en solución alcalina (Figura 24 g). Esta es la principal diferencia con la harina extruida, donde el proceso de gelatinización se realiza de manera acelerada, y es necesario realizar una disminución de tamaño, lo que genera mayor daño mecánico en el gránulo de almidón.

La producción de tortillas presentó estructuras amorfas continuas en forma de aglomerados tanto en extrusión como en nixtamalización tradicional. Esto es una consecuencia de la fusión que experimentan los gránulos de almidón debido a las altas temperaturas observadas (270-290 °C) en el procesamiento térmico. En esta etapa, se produce la gelatinización completa de los gránulos de almidón, y solo está presente un pequeño número de gránulos de almidón nativo (Figuras 24d y 24h).

CONCLUSIONES

Las características fisicoquímicas, reológicas, térmicas, estructurales y texturales en los procesos de nixtamalización por extrusión (PNE) y tradicional (PNT) fueron afectadas principalmente por el proceso de molienda, seguido por el proceso de cocción y finalmente el horneado y secado. El PNE generó una harina con un tamaño de partícula pequeño y de estructura amorfa debido al esfuerzo aplicado durante la molienda seca y el proceso de extrusión. Esto aumentó el contenido de material soluble. La molienda húmeda en el PNT, al usar un exceso de agua, preservó las características del gránulo de almidón. Esto generó un tamaño de partícula de mediano a grande, y mayor número de gránulos nativos intactos o fragmentados, que originalmente eran de forma esférica y ovalada; así como lo reveló la microscopía de barrido electrónico.

El proceso termo-mecánico para obtener harina extrudida daña más la estructura cristalina nativa del almidón, a diferencia del daño térmico y mecánico que se aplica para la obtención de nixtamal. Es tal vez por ello que las masas obtenidas con harina extrudida absorban menor cantidad de agua, y ocurra una mayor disminución de las propiedades de viscosidad, estructurales, térmicas y morfológicas.

El contenido de AR fue mayor en PNE debido a la molienda integral del grano de maíz, permitiendo la retención del pericarpio y otros componentes como lípidos y proteínas. Las condiciones extremas en PNE aumentan el contenido de AR durante cada una de las etapas. Por otro lado, durante el lavado del nixtamal y la descarga del licor de cocción, algunos de los componentes se pierden en el PNT, por lo que el AR disminuye.

El barrido de frecuencia mostró que la masa obtenida por PNT presenta características viscoelásticas superiores a las obtenidas en el PNE, ya que G' y G'' son mayores; y se requiere un mayor esfuerzo para romper la microestructura del gránulo de almidón. Esto permitió la gelatinización gradual del gránulo de almidón a lo largo de cada etapa, lo que se corroboró en el barrido de temperatura. El PNE origina una rápida gelatinización al obtener la harina extrudida y una disminución de

sus propiedades funcionales. En el barrido de temperatura, la ausencia de picos de gelatinización se relacionó con una mayor cantidad de almidón pre-gelatinizado.

Las tortillas elaboradas con harina extrudida incrementaron su dureza, tuvieron una menor flexibilidad y una mayor retrogradación. El proceso de horneado de la masa destruyó la estructura cristalina original y originó la formación de una estructura amorfa.

La información generada en este estudio de investigación demuestra que uno de los factores que más influye en la obtención de harinas nixtamalizadas es el tamaño de partícula. Este parámetro se relaciona directamente con el daño al almidón; lo cual se acentúa más al usar la molienda seca.

REFERENCIAS

AACC. (2000). *Approved Methods of Analysis* (American Association of Cereal Chemists). 10th ed. St. Paul, Minnesota.

Abang Zaidel, D. N., Chin, N. L., & Yusof, Y. A. (2010). A Review on Rheological Properties and Measurements of Dough and Gluten. *Journal of Applied Sciences*, 10, 2478-2490.

Acosta-Estrada, B. A., Lazo-Vélez, M. A., Nava-Valdez, Y., Gutiérrez-Urbe, J. A., & Serna-Saldívar, S. O. (2014). Improvement of dietary fiber, ferulic acid and calcium contents in pan bread enriched with nejayote food additive from white maize (*Zea mays*). *Journal of Cereal Science*, 60(1), 264-269.

Agustiniano-Osornio, J. C., González-Soto, R. A., Flores-Huicochea, E., Manrique-Quevedo, N., Sánchez-Hernández, L., & Bello-Pérez, L. A. (2005). Resistant starch production from mango starch using a single-screw extruder. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85(12), 2105-2110.

Alam, M. S., Kaur, J., Khaira, H., & Gupta, K. (2016). Extrusion and extruded products: changes in quality attributes as affected by extrusion process parameters: a review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 56(3), 445-473.

Alam, S. A., Järvinen, J., Kirjoranta, S., Jouppila, K., Poutanen, K., & Sozer, N. (2014). Influence of particle size reduction on structural and mechanical properties of extruded rye bran. *Food Bioprocess Tech.*, 7(7), 2121-2133.

Alexander, R. J. (1987). *Corn dry milling: processes, products, and applications*.

Almeida Domínguez, H. D., Suhendro, E. L., & Rooney, L. W. (1997). Factors affecting rapid visco analyser curves for the determination of maize kernel hardness. *Journal of Cereal Science*, 25(1), 93-102.

Almeida-Domínguez H. D., Domínguez-Cepeda M, Rooney L.W. (1996). Properties of commercial nixtamalized corn flours. *Cereal Foods World*, 41:624-630.

Altay, F., & Gunasekaran, S. (2006). Influence of drying temperature, water content, and heating rate on gelatinization of corn starches. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(12), 4235-4245.

Anderson, R. A., Conway, H. F., Pfeifer, V. F., & Griffin, E. L. (1969). Roll and extrusion-cooking of grain sorghum grits. *Cereal Science Today*.

AOAC. (1984). Official Methods of Analysis (14th ed.). VA, USA: *Association of Official Analytical Chemists*.

Arámbula-Villa, G., Figueroa-Cárdenas, J.D., Martínez-Bustos, F., Ordorica, F.C.A., & González-Hernández. (1998). J. Milling and processing parameters for corn tortillas from extruded instant dry masa flour. *J. Food Sc.* 63(2), 338-341.

Arámbula-Villa, G., Mauricio, S. R. A., Figueroa, C. J. D., González-Hernández, J., & Ordorica, F. C. A. (1999). Corn masa and tortillas from extruded instant corn flour containing hydrocolloids and lime. *Journal of Food Science*, 64(1), 120-124.

Arámbula-Villa G., González-Hernández J., Moreno M,E., Ordorica Falomir C,A. (2002). Characteristics of tortillas prepared from dry extruded masa flour added with maize pericarp. *Journal of Food Science*, 67: 1444-1448.

Arámbula-Villa, G., Barrón-Ávila, L., González-Hernández, J., Moreno-Martínez, E., & Luna-Bárceñas, G. (2004). Efecto del tiempo de cocimiento y reposo del grano de

maíz (*Zea mays* L.) nixtamalizado, sobre las características fisicoquímicas, reológicas, estructurales y texturales del grano, masa y tortillas de maíz. In M. Á. Asturias (Ed.), *Maíz. De alimento sagrado a negocio del hambre*. (Vol. 51): Red por una América Latina libre de transgénicos.

Atwell, W. A., Hood, L. F., Lineback, D. R., Varriano-Marston, E., & Zobel, H. F. (1988). The terminology and methodology associated with basic starch phenomena. *Cereal Foods World* (USA).

Badui-Dergal, S. (2013). *Química de los alimentos* (p. 46). Editorial Pearson, 5ª edición; Naucalpan de Juárez, México.

Balandrán-Quintana, R. R., Barbosa-Canovas, G. V., Zazueta-Morales, J. J., Anzaldúa-Morales, A., & Quintero-Ramos, A. (1998). Functional and nutritional properties of extruded whole pinto bean meal (*Phaseolus vulgaris* L.). *Journal of Food Science*, 63(1), 113-116.

Bartolo Pérez, P., Peña, J. L., Cruz Orea, A., Calderón, A. (2013). Estudio de la composición química de pericarpio de maíz con las técnicas XPS y EDAX. *Revista de la Sociedad Mexicana de Ciencias de Superficie y Vacío*, 8, 64-68.

Bedolla S., & Rooney, L. W. (1982). Cooking maize for masa production. *Cereal Foods World*, 27(5), 219-222.

Bedolla, S., & Rooney, L. W. (1984). Characteristics of US and Mexican instant maize flours for tortilla and snack preparation. *Cereal foods world*.

Bello-Pérez L.A., Paredes-López, O. (2009). Starches of some food crops, changes during processing and their nutraceutical potential. *Food Engineering Reviews*, 1: 50-65.

Bello-Pérez L. A., Osorio-Díaz P., Agama-Acevedo E., Solorza-Feria J., Toro-Vázquez J., Paredes-López O. (2003). Chemical and physicochemical properties of

dried wet masa and dry masa flour. *Journal of Food Science and Agriculture*, 83: 408-412.

Berry, C. S. (1986). Resistant starch: formation and measurement of starch that survives exhaustive digestion with amylolytic enzymes during the determination of dietary fibre. *Journal of Cereal Science*, 4(4), 301-314.

Bertolini, A. C. (2010). *Starches: characterization, properties, and applications*. Boca Raton: Taylor & Francis.

Bonifacio Vázquez, E. I., Salinas Moreno, Y., Ramos Rodríguez, A., & Carrillo Ocampo, A. (2005). Calidad pozolera en colectas de maíz cacahuacintle. *Revista Fitotecnia Mexicana*, 28(3).

Bressani, R. (1990). Chemistry, technology, and nutritive value of maize tortillas. *Food Reviews International*, 6(2), 225-264.

Bryant C.M., and Hamaker B.R. (1997). Effect of lime on gelatinization of corn flour and starch. *Cereal Chemistry*, 74: 171-175.

Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 23(2), 85-112.

Cabrera-Soto, M. L., Salinas-Moreno, Y., Velázquez-Cardelas, G. A., & Espinosa Trujillo, E. (2009). Contenido de fenoles solubles e insolubles en las estructuras del grano de maíz y su relación con propiedades físicas. *Agrociencia*, 43(8), 827-839.

Camacho-Hernández, I. L., Zazueta-Morales, J. J., Gallegos-Infante, J. A., Aguilar-Palazuelos, E., Rocha-Guzmán, N. E., Navarro-Cortez, R. O., ... & Gómez-Aldapa, C. A. (2014). Effect of extrusion conditions on physicochemical characteristics and anthocyanin content of blue corn third-generation snacks. *CyTA-Journal of Food*, 12(4), 320-330.

Camire M.E., Camire A., Krumhar K. (1990). Chemical and nutritional changes in foods during extrusion. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*; 29: 35-57.

Campanella, O. H., & Peleg, M. (1987). Squeezing flow viscosimetry of peanut butter. *Journal of Food Science*, 52(1), 180-184.

Campas-Baypoli, O. N., Rosas-Burgos, E. C., Torres-Chávez, P. I., Ramírez-Wong, B., & Serna-Saldivar, S. O. (1999). Physicochemical changes of starch during maize tortilla production. *Starch-Stärke*, 51(5), 173-176.

Campas-Baypoli, O. N., Rosas-Burgos, E. C., Torres-Chávez, P. I., Ramírez-Wong, B., & Serna-Saldivar, S. O. (2002). Physicochemical changes of starch in maize tortillas during storage at room and refrigeration temperatures. *Starch-Stärke*, 54, 358-363.

Carvajal-Millán E., Rascón-Chu A., Márquez-Escalante J. A., Micard V., Ponce de León N., Gardea, A. (2007). Maize bran gum: extraction, characterization and functional properties. *Carbohydrate Polymers*, 69: 280-285.

Carvalho, C. W., Takeiti, C. Y., Onwulata, C. I., & Pordesimo, L. O. (2010). Relative effect of particle size on the physical properties of corn meal extrudates: Effect of particle size on the extrusion of corn meal. *Journal of food engineering*, 98(1), 103-109.

Castillo, V. K. C., Ochoa, M. L. A., Figueroa, C. J. D., Delgado, L. E., Gallegos, I. J. A., & Morales, C. J. (2009). Efecto de la concentración de hidróxido de calcio y tiempo de cocción del grano de maíz (*Zea mays* L.) nixtamalizado, sobre las características fisicoquímicas y reológicas del nixtamal. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*, 59(4), 425-432.

Chaidez-Laguna L. D., Torres-Chávez P. I., Ramírez-Wong B., Márquez-Ríos E., Islas-Rubio A. R., Carvajal-Millan E. (2016). Corn proteins solubility changes during extrusion and traditional nixtamalization for tortilla processing: a study using size exclusion chromatography. *Journal of Cereal Science*, 69: 351-357.

Chinnaswamy R., Hanna M.A. 1990. Macromolecular and functional properties of native and extrusion-cooked corn starch. *Cereal Chemistry*, 67, 490-499.

Chung, C.I. (2011). *Extrusion of polymers-Theory and Practice*. Hanser Gardner Publishing, Inc. Cincinnati, Ohio.

Colonna, P. (1989). Extrusion cooking of starch and starchy products. *Extrusion Cooking*, 247-319.

Consejo Regulador de la Masa y la Tortilla A.C. Accesado en línea el 24-04-2019. <http://www.caj.org.mx/membresia/crmt.html>

Contreras-Jiménez, B., Gaytán-Martínez, M., Morales-Sánchez, E., Figueroa-Cardenas, J. D. D., Pless, R., González-Jasso, E., ... & Velazquez, G. (2017). Effects of tempering time, Ca (OH)₂ concentration, and particle size on the rheological properties of extruded corn flour. *Cereal Chemistry*, 94(2), 230-236.

Contreras-Jiménez, B., Morales-Sánchez, E., Reyes-Vega, M. L., Gaytán-Martínez, M. (2014). Functional properties of extruded corn flour obtained at low temperature. *CYTA-Journal of Food*, 12(3), 263-270.

Corradini M. G., Peleg M. (2005). Consistency of dispersed food systems and its evaluation by squeezing flow viscometry. *Journal of Texture Studies*, 36: 605-629.

Cowieson, A. J. (2005). Factors that affect the nutritional value of maize for broilers. *Animal Feed Science and Technology*, 119(3), 293-305.

Curic D., Novotni D., Bauman I., Kricka T., and Dugum J. (2009). Optimization of extrusion cooking of cornmeal as raw material for bakery products. *Journal of Food Process Engineering*, 32: 294-317.

Darby, R. (1976). *Viscoelastic fluids: an introduction to their properties and behavior*. New York, Dekker.

Departamento de Agricultura de los Estados Unidos. Maíz: Producción mundial 2015/2016. www.produccionmundialmaiz.com. Accesado en línea: Agosto 15 de 2017.

Ditudompo S., Takhar P. S., Ganjyal G. M., Hanna M. A. (2013). The effect of temperature and moisture on the mechanical properties of extruded corn starch. *Journal of Texture Studies*, 44(3): 225-237.

Dorsey-Redding, C., Hurburgh, C. R., Johnson, L. A., & Fox, S. R. (1991). Relationships among maize quality factors. *Cereal Chemistry*, 68(6), 602-605.

Eastman, J., & Lee, G. (2005). Whole grains in extruded products. *Cereal foods world*, 50(4), 168.

Eliasson, A. C. (2004). *Starch in food structure, function and applications*. Cambridge: WoodHead Pub.

Engmann, J., Servais, C., & Burbidge, A. S. (2005). Squeeze flow theory and applications to rheometry: A review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 132(1-3), 1-27.

Enríquez-Castro, C. M., Torres-Chávez, P. I., Ramírez-Wong, B., Ledezma-Osuna, A. I., Quintero-Ramos, A., López-Cervantes, J., & Silvas-García, M. I. (2018). Physicochemical and rheological changes of starch in nixtamalization processes: extrusion as an alternative to produce corn flour. In: *Extrusion of Metals, Polymers and Food Products*. InTech.

Enríquez-Ramos J. 2004. Evaluación de los cambios fisicoquímicos del almidón extraído de las etapas del proceso tradicional de elaboración y durante el

almacenamiento de la tortilla de maíz. Tesis de maestría. Universidad de Sonora. Hermosillo, Sonora, México.

Escalante-Aburto, A., Ramírez-Wong, B., Torres-Chávez, P. I., Figueroa-Cárdenas, J. D., López-Cervantes, J., Barrón-Hoyos, J. M., & Morales-Rosas, I. (2013). Effect of extrusion processing parameters on anthocyanin content and physicochemical properties of nixtamalized blue corn expanded extrudates. *CyTA-Journal of Food*, 11, 29-37.

Estrada-Girón Y., Aguilar J., Morales-del Rio J. A., Valencia-Botín A. J., Guerrero-Beltrán J. A., Martínez-Preciado A. H., Fernández V. V. A. (2014). Effect of moisture content and temperature on the rheological, microstructural and thermal properties of masa (dough) from a hybrid corn (*Zea Mays sp.*) variety. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*. 13: 429-446.

Faraj, A., Vasanthan, T., & Hoover, R. (2004). The effect of extrusion cooking on resistant starch formation in waxy and regular barley flours. *Food Research International*, 37(5), 517-525.

Fernández-Muñoz, J. L., Acosta-Osorio, A. A., Zelaya-Angel, O., & Rodríguez-García, M. E. (2011). Effect of calcium content in the corn flour on RVA profiles. *Journal of food engineering*, 102(1), 100-103.

Figueroa-Cárdenas J. D., Véles-Medina J. J., Hernández-Landaverde M. A., Aragón-Cuevas F., Gaytán-Martínez, M., Chávez-Martínez E., Palacios N., Willcox M. (2013). Effect of annealing from traditional nixtamalisation process on the microstructural, thermal, and rheological properties of starch and quality of pozole. *Journal of Cereal Science*; 58: 457-464.

Flores-Farías R., Martínez-Bustos, F., Salinas-Moreno, Y., & Ríos, E. (2002). Caracterización de harinas comerciales de maíz nixtamalizado. *Agrociencia*, 36, 558-567.

Gaytán-Martínez, M., Figueroa-Cárdenas J.D., Morales-Sánchez, E., Vázquez-Landaverde, P.A., Martínez-Flores, H.E. (2011). Physicochemical properties of

masa and corn tortilla made by ohmic Heating. *African Journal of Biotechnology*, 10: 16028-16036.

Genovese, D. B., Rao, M. A. (2003). Role of starch granule characteristics (volume fraction, rigidity, and fractal dimension) on rheology of starch dispersions with and without amylose. *Cereal Chemistry*, 80(3), 350-355.

Gómez M. H., McDonough C. M., Rooney L. W., Waniska R. D. (1989). Changes in corn and sorghum during nixtamalization and tortilla baking. *Journal of Food Science*, 54: 330-336.

Gómez, M. H., Lee, J. K., McDonough, C. M., Waniska, R. D., & Rooney, L. W. (1992). Corn starch changes during tortilla and tortilla chip processing. *Cereal Chemistry*, 69(3), 275-279.

Gómez-Aldapa C., Martínez-Bustos F., Figueroa-Cárdenas J.D., Ordorica F.C.A.. 1999. A comparison of the quality of whole corn tortillas made from instant corn flours by traditional or extrusion processing. *International Journal of Food Science and Technology*, 34: 391-399.

Gómez-Aldapa C., Martínez-Bustos F., Figueroa-Cárdenas J. D., Ordorica-Falomir C. A., González Hernández J. (1996). Chemical and nutritional changes during preparation of whole corn tortillas prepared with instant flour obtained by extrusion process. *Archivo Latinoamericano de Nutrición*, 46: 315-319.

González-Vera I. (2006). Evaluación de cambios fisicoquímicos que sufre el almidón en el proceso de elaboración de tortillas, utilizando harinas nixtamalizadas por extrusión de maíz de alta calidad proteica (Tesis). Hermosillo, Sonora, México: Universidad de Sonora.

Gracia-Amaya R. (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. Departamento de Ciencias Químico-Biológicas, Hermosillo, Sonora.

Gunasekaran, S., & Ak, M. M. (2000). Dynamic oscillatory shear testing of foods: selected applications. *Trends in Food Science & Technology*, 11(3), 115-127.

Gutiérrez-Cortez, E., Rojas, A., Cornejo-Villegas, M. A., Zepeda-Benitez, Y., & Rodríguez-García, M. E. (2010). Microstructural changes in the maize kernel pericarp during cooking stage in nixtamalization process. *Cereal Science*, 51(1), 81-88.

Gutiérrez-Dorado, R., Ayala-Rodríguez, A. E., Milán-Carrillo, J., López-Cervantes, J., Garzón-Tiznado, J. A., López-Valenzuela, J. A., . . . Reyes-Moreno, C. (2008). Technological and nutritional properties of flours and tortillas from nixtamalized and extruded quality protein maize (*Zea mays* L.). *Cereal Chemistry*, 85(6), 808-816.

Gutiérrez-Urbe, J. A., Rojas-García, C., García-Lara, S., & Serna-Saldivar, S. O. (2014). Effects of Lime-Cooking on Carotenoids Present in Masa and Tortillas Produced from Different Types of Maize. *Cereal Chemistry*, 91(5), 508-512.

Gutiérrez-Urbe, J. A., Rojas-García, C., García-Lara, S., & Serna-Saldivar, S. O. (2010). Phytochemical analysis of wastewater (nejayote) obtained after lime-cooking of different types of maize kernels processed into masa for tortillas. *Journal of Cereal Science*, 52(3), 410-416.

Guy, R. C. E. (2001). Extrusion cooking technologies and applications. Boca Raton, Fla; CRC Press.

Harper J. M. (1981). Extrusion of foods. Boca Raton, Fla; CRC Press.

Hasjim J., Li, E., Dhital S. (2012). Milling of rice grains: The roles of starch structures in the solubility and swelling properties of rice flour. *Starch-Stärke*, 64: 631-645.

Hasjim, J., Srichuwong, S., Scott, M. P., & Jane, J. L. (2009). Kernel composition, starch structure, and enzyme digestibility of opaque-2 maize and quality protein maize. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(5), 2049-2055.

Hemminger, W., & Sarge, S. M. (1998). Definitions, nomenclature, terms and literature Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, vol 1 ed M.E. Brown: Amsterdam: Elsevier.

Huijbrechts, A. M., Desse, M., Budtova, T., Franssen, M. C., Visser, G. M., Boeriu, C. G., & Sudhölter, E. J. (2008). Physicochemical properties of etherified maize starches. *Carbohydrate Polymers*, 74(2), 170-184.

Ignacio, R. M., & Lannes, S. C. D. S. (2013). Rheological characterization and texture of commercial mayonnaise using back extrusion. *African Journal of Agricultural Research*, 8(31), 4262-4268.

Islas-Hernández, J. J., Rendón-Villalobos, R., Agama-Acevedo, E., Gutiérrez-Meraz, F., Tovar, J., Arámbula-Villa, G., & Bello-Pérez, L. A. (2006). In vitro digestion rate and resistant starch content of tortillas stored at two different temperatures. *LWT-Food Science and Technology*, 39(8), 947-951.

Jiménez-Juárez, J., Arámbula- Villa, G., de la Cruz-Lázaro, E., & Trapala, M. A. (2012). Characteristics of the grain, dough and tortilla produced from different maize genotypes in the Mexicantropics. *Universidad y Ciencia*, 28(2), 145-152.

Jobling, S. (2004). Improving starch for food and industrial applications. *Current opinion in plant biology*, 7(2), 210-218. Karim, A. A., Norziah, M. H., & Seow, C. C. (2000). Methods for the study of starch retrogradation. *Food Chemistry*, 71(1), 9-36.

Kinsella, J. E., & Whitehead, D. M. (1989). Proteins in whey: chemical, physical, and functional properties. In: *“Advances in Food and Nutrition Research”* (Vol. 33, pp. 343-438). Academic Press.

Lai, L. S., & Kokini, J. L. (1991). Physicochemical changes and rheological properties of starch during extrusion.(A review). *Biotechnology Progress*, 7(3), 251-266.

Leewatchararongjaroen, J., & Anuntagool, J. (2016). Effects of dry-milling and wet-milling on chemical, physical and gelatinization properties of rice flour. *Rice Science*, 23(5), 274-281.

Li, E., Dhital, S., & Hasjim, J. (2014). Effects of grain milling on starch structures and flour/starch properties. *Starch-Stärke*, 66(1-2), 15-27.

Liang, X., & King, J. M. (2003). Pasting and crystalline property differences of commercial and isolated rice starch with added amino acids. *Journal of Food Science*, 68(3), 832-838.

Limanond, B., Castell-Pérez, E., & Moreira, R. G. (1999). Effect of time and storage conditions on the rheological properties of masa for corn tortillas. *LWT-Food Science and Technology*, 32(6), 344-348.

Marcilla-Gomis, M., Beltrán-Rico, A. (2012). Tecnología de polímeros: procesado y propiedades. Publicaciones de la Universidad de Alicante, España. Editorial San Vicente Raspeig, pp.103-139.

Martín-Martínez, E. S., Jaime-Fonseca, M. R., Martínez-Bustos, F., Martínez-Montes, J. L. (2003). Selective nixtamalisation of fractions of maize grain (*Zea mays* L.) and their use in the preparation of instant tortilla flours analyzed using response surface methodology. *Cereal Chemistry*, 80: 13-19.

Martínez-Bustos, F., Martínez-Flores, H. E., Sanmartín-Martínez, E., Sánchez-Sinencio, F., Chang, Y. K., Barrera-Arellano, D., & Rios, E. (2001). Effect of the components of maize on the quality of masa and tortillas during the traditional nixtamalisation process. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(15), 1455-1462.

Martínez-Flores, H. E., Figueroa, J. D. C., Martinez-Bustos, F., Gonzalez-Hernández, J., García, M. E. R., López, A. M. L. B., & Garnica-Romo, M. G. (2002). Physical properties and composition of femurs of rat fed with diets based on corn tortillas made from different processes. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 53(2), 155-162.

Martinez-Flores, H. E., Martinez-Bustos, F., Figueroa, C. J. D., & Gonzalez-Hernandez, J. (1998). Tortillas from extruded masa as related to corn genotype and milling process. *Journal of Food Science*, 63(1), 130-133.

Méndez-Montealvo G., Bello-Pérez L. A., Solorza-Feria J., Velázquez-del Valle M., Montiel N., Paredes-López O. (2005). Composición química y caracterización calorimétrica de híbridos y variedades de maíz cultivadas en México. *Agrociencia*, 39: 267-274.

Méndez-Montealvo G., Sánchez-Rivera M. M., Paredes-López O., Bello-Pérez L. A. (2006). Thermal and rheological properties of nixtamalised maize starch. *International Journal of Biological Macromolecules*, 40: 59-63.

Méndez-Montealvo, G., García-Suárez, F. J., Paredes-López, O., & Bello-Pérez, L. A. (2008). Effect of nixtamalization on morphological and rheological characteristics of maize starch. *Journal of Cereal Science*, 48(2), 420-425.

Milán-Carrillo J., Gutiérrez-Dorado R., Perales-Sánchez J. X. K., Cuevas-Rodríguez E. O., Ramírez-Wong B., Reyes-Moreno C. (2006). The optimization of the extrusion process when using maize flour with a modified amino acid profile for making tortillas. *International Journal of Food Science and Technology*, 41, 727-736.

Miao, M., Jiang, B., Cui, S. W., Zhang, T., & Jin, Z. (2015). Slowly digestible starch—a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 55(12), 1642-1657.

Mondragón, M., Bello-Pérez, L.A., Agama-Acevedo, E., Betancourt-Ancona, D., Peña, J. L. (2004). Effect of cooking time, steeping and lime concentration on starch gelatinization of corn during nixtamalization. *Starch-Stärke*, 56: 248-253.

Mondragón, M., Mendoza-Martínez, A. M., Bello-Perez, L. A., & Peña, J. L. (2006). Viscoelastic behavior of nixtamalized maize starch gels. *Carbohydrate Polymers*, 65(3), 314-320.

Moreira, R. G., Sun, X., & Chen, Y. (1997). Factors affecting oil uptake in tortilla chips in deep-fat frying. *Journal of Food Engineering*, 31(4), 485-498.

Murray, E. D., Arntfield, S. D., & Ismond, M. A. H. (1985). The influence of processing parameters on food protein functionality II. Factors affecting thermal properties as analyzed by differential scanning calorimetry. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 18(2), 158-162.

Niño-Medina, G., Carvajal-Millán, E., Lizardi, J., Rascon-Chu, A., Marquez-Escalante, J. A., Gardea, A., ... & Guerrero, V. (2009). Maize processing waste water arabinoxylans: Gelling capability and cross-linking content. *Food Chemistry*, 115(4), 1286-1290.

Ortega-Ramírez, 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. Departamento de Ciencias Químico-Biológicas, Hermosillo, Sonora.

Palacios-Fonseca, A. J., Vazquez-Ramos, C., & Rodríguez-García, M. E. (2009). Physicochemical characterizing of industrial and traditional nixtamalized corn flours. *Journal of Food Engineering*, 93, 45-51.

Palacios-Fonseca, A. J., Castro-Rosas, J., Gómez-Aldapa, C. A., Tovar-Benítez, T., Millán-Malo, B. M., Del Real, A., & Rodríguez-García, M. E. (2013). Effect of the alkaline and acid treatments on the physicochemical properties of corn starch. *CyTA-Journal of Food*, 11(sup1), 67-74.

Paliwal, R. (2001b). Morfología del maíz tropical. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO).

Paredes-López, O., Guevara Lara, F., & Bello Pérez, L. A. (2009). La nixtamalización y el valor nutritivo del maíz. *Ciencias*, 92(092).

Pedrero, F., Daniel, L., & Pangborn, R. M. (1989). *Evaluación sensorial de los alimentos; métodos analíticos* (No. 641.1 P43).

Pérez-Navarrete, C., González, R., Chel-Guerrero, L., & Betancur-Ancona, D. (2006). Effect of extrusion on nutritional quality of maize and Lima bean flour blends. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86(14), 2477-2484.

Pflugfelder, R. L., Rooney, L. W., & Waniska, R. D. (1988). Dry matter losses in commercial corn masa production. *Cereal Chemistry*, 65(2), 127-132.

Pineda-Gómez, P., Coral, D. F., Ramos-Rivera, D., & Rosales-Rivera, A. (2011). Estudio de las propiedades térmicas de harinas de maíz producidas por tratamiento térmico-alcalino. *Ingeniería y Ciencia*, 7(14), 119-142.

Platt-Lucero, L. C., Ramírez-Wong, B., Torres-Chávez, P. I., López-Cervantes, J., Sánchez-Machado, D. I., Reyes-Moreno, C., . . . Morales-Rosas, I. (2010). Improving textural characteristics of tortillas by adding gums during extrusion to obtain nixtamalized corn flour. *Journal of Texture Studies*, 41(5), 736-755.

Platt-Lucero, L. C., Ramírez-Wong, B., Torres-Chávez, P. I., López-Cervantes, J., Sánchez-Machado, D. I., Carvajal-Millan, E., . . . Morales-Rosas, I. (2013). Effect of xylanase on extruded nixtamalized corn flour and tortilla: physicochemical and rheological characteristics. *Journal of Food Process Engineering*, 36(2), 179-186.

Preciado-Ortíz R.E.; Vázquez-Carrillo, M.G.; Figueroa-Cárdenas, J.D.; Guzmán-Maldonado, S.H.; Santiago-Ramos, D.; Topete-Betancourt, A.; (2018). Fatty acids and starch properties of high-oil corn hybrids during nixtamalization and tortilla-making process. *Journal of Cereal Science* (In Press).

Protonotariou, S., Drakos, A., Evageliou, V., Ritzoulis, C., & Mandala, I. (2014). Sieving fractionation and jet mill micronization affect the functional properties of wheat flour. *Journal of Food Engineering*, 134, 24-29.

Quintanar-Guzmán A., Flores M. E. J., Escobedo, R. M., Guerrero, L. C., Feria, J. S. (2009). Changes on the structure, consistency, physicochemical and viscoelastic properties of corn (*Zea mays* sp.) under different nixtamalisation conditions. *Carbohydrate Polymers*, 78: 908-916.

Quintanar-Guzmán, A., Jaramillo-Flores, M. E., Solorza-Feria, J., Méndez-Montevalvo, M. G., & Wang, Y. J. (2011). Rheological and thermal properties of masa as related to changes in corn protein during nixtamalization. *Journal of cereal science*, 53(1), 139-147.

Ramaswamy, H. S., Singh, A., & Sharma, M. (2015). Back extrusion rheology for evaluating the transitional effects of high pressure processing of egg components. *Journal of Texture Studies*, 46(1), 34-45.

Ramírez-Wong, B., Walker, C. E., Ledesma-Osuna, A. I., Torres, P. I., Medina-Rodríguez, C. L., López-Ahumada, G. A., . . . Flores, R. A. (2007). Effect of flour extraction rate on white and red winter wheat flour compositions and tortilla texture. *Cereal Chemistry*, 84(3), 207-213.

Ramírez-Wong, B., Sweat, V. E., Torres, P. I., & Rooney, L. W. (1996). Evaluation of the rheological properties of fresh corn masa using Squeezing Flow Viscometry: Biaxial Extensional Viscosity. *Journal of Texture Studies*, 27(2), 185-198.

Ramirez-Wong, B., Sweat, V. E., Torres, P. I., & Rooney, L. W. (1994). Cooking time, grinding, and moisture content effect on fresh corn masa texture. *Cereal Chemistry*, 71, 337-337.

Ramírez-Wong, B., Sweat, V. E., Torres, P. I., & Rooney, L. W. (1993). Development of two instrumental methods for corn masa texture evaluation. *Cereal Chemistry*, 70(3), 286-290.

Ramírez-Wong, B. (1989). Measurement and evaluation of textural and rheological properties of fresh corn masa. Texas A&M University, PhD dissertation.

Rao, M. A. (2010). *Rheology of fluid and semisolid foods: principles and applications*. Springer Science & Business Media.

Ratnayake W.S., Wassinger A. B., Jackson D. S. Extraction and characterization of starch from alkaline cooked corn masa. *Cereal Chemistry*, 2007; 84: 415-422.

Reyes-Moreno, C., Fernández, P. C. R., Rodríguez, E. O. C., Carrillo, J. M., & Rochín, S. M. (2018). Changes in Nutritional Properties and Bioactive Compounds in Cereals During Extrusion Cooking. In *Extrusion of Metals, Polymers and Food Products*. InTech.

Reyes-Moreno, C., Ayala-Rodríguez, A. E., Milán-Carrillo, J., Mora-Rochín, S., López-Valenzuela, J. A., Valdez-Ortiz, A., . . . Gutiérrez-Dorado, R. (2013). Production of nixtamalized flour and tortillas from amarantin transgenic maize lime-cooked in a thermoplastic extruder. *Journal of Cereal Science*, 58, 465-471.

Reyes-Moreno, C., Milán-Carrillo, J., Gutiérrez-Dorado, R., Paredes-López, O., Cuevas-Rodríguez, E. O., & Garzón-Tiznado, J. A. (2003). Instant flour from quality protein maize (*Zea mays* L). Optimization of extrusion process. *LWT-Food Science and Technology*, 36(7), 685-695.

Rincón-Londoño, N., Vega-Rojas, L. J., Contreras-Padilla, M., Acosta-Osorio, A. A., & Rodríguez-García, M. E. (2016). Analysis of the pasting profile in corn starch: Structural, morphological, and thermal transformations, Part I. *International Journal of Biological Macromolecules*, 91, 106-114.

Rocha, T. S., Felizardo, S. G., Jane, J. L., & Franco, C. M. (2012). Effect of annealing on the semicrystalline structure of normal and waxy corn starches. *Food Hydrocolloids*, 29(1), 93-99.

Rodríguez-Miranda, J., Ruiz-López, II, Herman-Lara, E., Martínez-Sánchez, C. E., Delgado-Licon, E., & Vivar-Vera, M. A. (2011). Development of extruded snacks using taro (*Colocasia esculenta*) and nixtamalized maize (*Zea mays*) flour blends. *LWT-Food Science and Technology*, 44(3), 673-680.

Rojas-Molina, I., Gutiérrez-Cortez, E., Palacios-Fonseca, A., Baños, L., Pons-Hernández, J. L., Guzmán-Maldonado, S. H. . . . Rodríguez, M. E. (2007). Study of structural and thermal changes in endosperm of quality protein maize during traditional nixtamalization process. *Cereal Chemistry*, 84(4), 304-312.

Rooney, L. W., & Suhendro, E. L. (2001). Food quality of corn. *Snack Foods Processing*. EW Lusas and LW Rooney (eds.). Technomic Publishing Co., Inc., Lancaster, PA, 39-71.

Rooney, L. W., & Suhendro, E. L. (1999). Perspectives on nixtamalization (alkaline cooking) of maize for tortillas and snacks. *Cereal Foods World*.

Roos, Y. H. (2007). Chapter 3. Phase Transitions and Transformations in Food Systems. *Food Science and Technology*, New York Marcel Dekker, 162, 287.

Rosentrater K A. (2006). A review of corn masa processing residues: generation, properties, and potential utilization. *Waste Manage*, 26: 284-292.

Ruiz-Gutiérrez, M. G., Quintero-Ramos, A., Meléndez-Pizarro, C. O., Talamás-Abbud, R., Barnard, J., Márquez-Meléndez, R., & Lardizábal-Gutiérrez, D. (2012). Nixtamalization in two steps with different calcium salts and the relationship with chemical, texture and thermal properties in masa and tortilla. *Journal of Food Process Engineering*, 35(5), 772-783.

SAGARPA, Secretaría de Desarrollo Agropecuario, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación. (2014). Anuario de Sistema-Producto Maíz.

Sahai D, Mua J. P., Surjewan I., Buendía M. O., Rowe M., Jackson D. S. (2001). Alkaline Processing (Nixtamalization) of White Mexican Corn Hybrids for Tortilla Production: Significance of Corn Physicochemical Characteristics and Process Conditions 1. *Cereal Chemistry*, 78: 116-120.

Sajeev, M. S., Sreekumar, J., Unnikrishnan, M., Moorthy, S. N., & Shanavas, S. (2010). Kinetics of thermal softening of cassava tubers and rheological modeling of the starch. *Journal of Food Science and Technology*, 47(5), 507-518.

Sajilata, M. G., Singhal, R. S., & Kulkarni, P. R. (2006). Resistant starch—a review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 5(1), 1-17.

Salmerón-Alcocer, A., Rodríguez-Mendoza, N., Pineda-Santiago, V., Cristiani-Urbina, E., Juárez-Ramírez, C., Ruiz-Ordaz, N., ... and Galíndez-Mayer, J. (2003). Aerobic treatment of maize-processing wastewater (nejayote) in a single-stream multi-stage bioreactor. *J. Environ. Eng. Sc.* 2, 401-406.

Sánchez-Madrigal, M.A., Meléndez-Pizarro, C.O., Martínez-Bustos, M.G., Quintero-Ramos A., Márquez-Meléndez R., Lardizábal-Gutiérrez, D., & Campos-Venegas K. (2014). Structural, functional, thermal and rheological properties of nixtamalized and extruded blue maize (*Zea mays L.*) flour with different calcium sources. *Int'l. J. Food Sc. Tech.* 49, 578-586.

Sandhu, K. S., & Singh, N. (2007). Some properties of corn starches II: Physicochemical, gelatinization, retrogradation, pasting and gel textural properties. *Food Chemistry*, 101(4), 1499-1507.

Santiago-Ramos D., Figueroa-Cárdenas J. D., Véles-Medina J.J., Mariscal-Moreno R.M., Reynoso-Camacho R., Ramos-Gómez M., & Morales-Sánchez E. (2015). Resistant starch formation in tortillas from an ecological nixtamalization process. *Cereal Chemistry*, 92, 185-192.

Saura-Calixto, F., Goñi, I., Bravo, L., & Mañas, E. (1993). Resistant starch in foods: modified method for dietary fiber residues. *Journal of Food Science*, 58(3), 642-643.

Serna-Saldívar, S. O. (2003). *Manufactura y Control de Calidad en Productos Basados en Cereales*. México, D.F. AGT Editor.

Serna-Saldívar, S. O. (2009). *Química, almacenamiento e industrialización de los cereales*. (pp. 521). AGT Editor, SA México, DF.

Serna-Saldívar, S. O. (2016). *Cereal grains: properties, processing, and nutritional attributes*. CRC Press.

Shaw, M. T., & MacKnight, W. J. (2005). *Introduction to Polymer Viscoelasticity*: John Wiley & Sons.

Sievert, D., & Pomeranz, Y. (1989). Enzyme-resistant starch. I. Characterization and evaluation by enzymatic, thermoanalytical, and microscopic methods. *Cereal Chemistry*, 66(4), 342-347.

Silva-Espinoza, B.A. (1998). Evaluación de algunos cambios físicos, químicos, texturales y reológicos durante la formación de la masa de maíz. Tesis de Posgrado. Universidad de Sonora. Departamento de Investigación y Posgrado en Alimentos. Hermosillo, Sonora.

Singh, S., Gamlath, S., & Wakeling, L. (2007). Nutritional aspects of food extrusion: a review. *International Journal of Food Science & Technology*, 42(8), 916-929.

Steffe, J. F. (1996). *Rheological methods in food process engineering*: Freeman Press.

Suhendro, E. L., Almeida-Dominguez, H. D., Rooney, L. W., & Waniska, R. D. (1998). Objective rollability method for corn tortilla texture measurement. *Cereal Chemistry*, 75(3), 320-324.

Syahriza, Z. A., Li, E., & Hasjim, J. (2010). Extraction and dissolution of starch from rice and sorghum grains for accurate structural analysis. *Carbohydrate Polymers*, 82(1), 14-20.

Tester, R. F., & Debon, S. J. J. (2000). Annealing of starch—a review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 27(1), 1-12.

Tian, Y., Xu, X., Xie, Z., Zhao, J., & Jin, Z. (2011). Starch retrogradation determined by differential thermal analysis (DTA). *Food Hydrocolloids*, 25(6), 1637-1639.

Thomas, D. J., & Atwell, W. A. (1999). Starches. Eagan Press handbook series.

Tortilla Industry Association [Internet]. 2016. Disponible de: <http://tortilla-info.com> [Accesado: 20-09-2016].

Tribess, T. B., Hernández-Urbe, J. P., Méndez-Montealvo, M. G. C., Menezes, E. W. D., Bello-Perez, L. A., & Tadini, C. C. (2009). Thermal properties and resistant starch content of green banana flour (*Musa cavendishii*) produced at different drying conditions. *LWT-Food Science and Technology*, 42(5), 1022-1025.

Utrilla-Coello, R. G., Bello-Perez, L. A., Vernon-Carter, E. J., Rodriguez, E., & Alvarez-Ramirez, J. (2013). Microstructure of retrograded starch: Quantification from lacunarity analysis of SEM micrographs. *Journal of Food Engineering*, 116(4), 775-781.

Vega-Rojas, L. J., Rojas-Molina, I., Gutiérrez-Cortez, E., Rincón-Londoño, N., Acosta Osorio, A. A. ... Rodríguez García, M. E. (2017). Physicochemical properties of nixtamalized corn flours with and without germ. *Food Chemistry*, 220, 490-497.

Villada, J. A., Sánchez-Sinencio, F., Zelaya-Ángel, O., Gutierrez-Cortez, E., & Rodríguez-García, M. E. (2017). Study of the morphological, structural, thermal, and pasting corn transformation during the traditional nixtamalization process: From corn to tortilla. *Journal of Food Engineering*, 212, 242-251.

von Borries-Medrano, E., Jaime-Fonseca, M. R., & Aguilar-Mendez, M. A. (2016). Starch-guar gum extrudates: Microstructure, physicochemical properties and in-vitro digestion. *Food Chemistry*, 194, 891-899.

Ye, J., Hu, X., Luo, S., Liu, W., Chen, J., Zeng, Z., & Liu, C. (2018). Properties of starch after extrusion: a review. *Starch-Stärke* 70(11-12), 1700110.

Wang, S., Li, C., Copeland, L., Niu, Q., & Wang, S. (2015). Starch retrogradation: A comprehensive review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 14(5), 568-585.

Wang, S., Liu, H., Gao, W., Chen, H., Yu, J., & Xiao, P. (2006). Characterization of new starches separated from different Chinese yam (*Dioscorea opposita* Thunb.) cultivars. *Food Chemistry* (99), 30-37.

Wang, S. Copeland, L. (2013). Molecular disassembly of starch granules during gelatinization and its effects on starch digestibility: a review. *Food Function* 4(11), 1564-1580.

Waniska, R. D. (1976). *Methods to assess quality of boiled sorghum, gruel and chapaties from sorghums with different kernel characteristics* (Doctoral dissertation, Texas A&M University). Watson, S. A. (1988). Corn marketing, processing, and utilization. *Corn and corn improvement*, 881-940.

Wrigley, C. W., Corke, H., & Walker, C. E. (2004). *Encyclopedia of grain science*. Riccarton, Edinburg, UK.

Yang, H., Irudayaraj, J., Otgonchimeg, S., & Walsh, M. (2004). Rheological study of starch and dairy ingredient-based food systems. *Food Chemistry*, 86(4), 571-578.

Ye, J., Hu, X., Luo, S., Liu, W., Chen, J., Zeng, Z., & Liu, C. (2018). Properties of starch after extrusion: a review. *Starch-Stärke*, 70(11-12), 1700110.

Xie, X. S., Liu, Q., & Cui, S. W. (2006). Studies on the granular structure of resistant starches (type 4) from normal, high amylose and waxy corn starch citrates. *Food Research International*, 39(3), 332-341.

Xie, X.S. Liu, Q., & Cui, S.W. (2005). Starch modification and applications. In: Food Carbohydrates: physical properties, and applications. Cui, S.W. Taylor & Francis Group. Boca Raton, FL.

Xu, J., Fan, X., Ning, Y., Wang, P., Jin, Z., Lv, H., ... & Xu, X. (2013). Effect of spring dextrin on retrogradation of wheat and corn starch gels. *Food Hydrocolloids*, 33(2), 361-367.

Zazueta-Morales, J. J., Martínez-Bustos, F., Jacobo-Valenzuela, N., Ordorica-Falomir, C., & Paredes-López, O. (2001). Effect of the addition of calcium hydroxide on some characteristics of extruded products from blue maize (*Zea mays* L) using response surface methodology. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(14), 1379-1386.

Zobel, H. F., Young, S. N., & Rocca, L. A. (1988). Starch gelatinization: An X-ray diffraction study. *Cereal Chemistry*, 65(6), 443-446

ANEXO 1

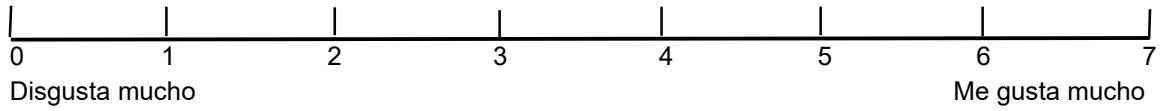
Prueba de Análisis Descriptivo Cuantitativo (QDA)

Nombre: _____ Fecha: _____

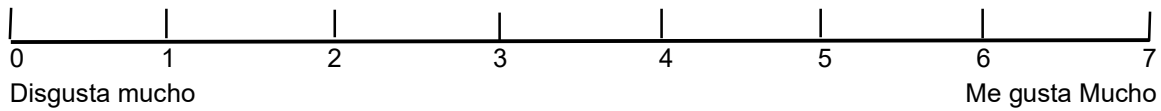
Clave de la muestra: _____

INSTRUCCIONES: Favor de marcar con una línea vertical sobre la línea horizontal, el punto que mejor describa el atributo de la muestra. La escala indica de izquierda a derecha en menor o mayor grado la magnitud del atributo medido.

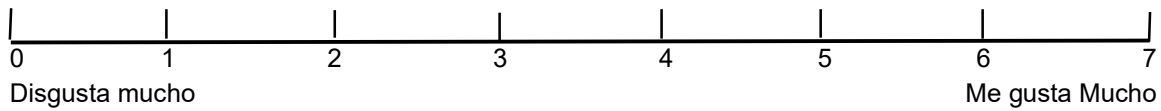
SABOR



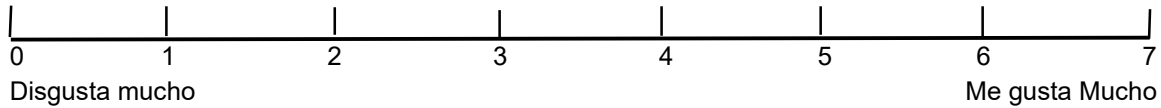
OLOR



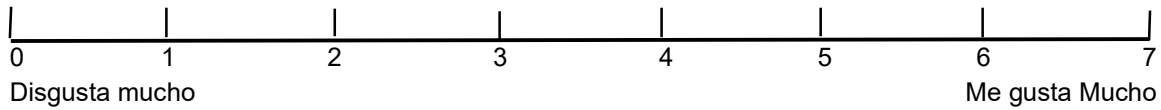
COLOR



TEXTURA



EVALUACION GLOBAL



Observaciones: _____