



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO
(NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DEL MAÍZ BLANCO**

María Fernanda Terraza Pira

Asesorado por el Dr. Juan de Dios Figueroa Cárdenas e

Ing. César Alfonso García Guerra

Guatemala, junio de 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO
(NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DEL MAÍZ BLANCO**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

MARÍA FERNANDA TERRAZA PIRA

ASESORADO POR DR. JUAN DE DIOS FIGUEROA CÁRDENAS E
ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, JUNIO DE 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Walter Rafael Véliz Muñoz
VOCAL V	Br. Sergio Alejandro Donis Soto
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. Adolfo Narciso Gramajo Antonio
EXAMINADOR	Ing. José Manuel Tay Oroxom
EXAMINADOR	Ing. Renato Ponciano Sandoval
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO
(NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DEL MAÍZ BLANCO**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha mayo de 2012.



María Fernanda Terraza Pira



**CENTRO DE INVESTIGACION Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL I.P.N.
UNIDAD QUERÉTARO**

Querétaro, Qro., a 7 de marzo de 2013


Ing. Víctor Manuel Monzón
Director
Escuela de Ingeniería Química, USAC

Respetable Ingeniero Monzón:

Me es grato saludarlo e informarle que he asesorado y aprobado el Informe Final del Trabajo de Graduación titulado: **“RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO (NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DEL MAÍZ BLANCO”**, elaborado por la estudiante de Ingeniería Química María Fernanda Terraza Pira, quien se identifica con número de carné 200815318. Considero que el Informe Final de Trabajo de Graduación desarrollado por la estudiante Terraza Pira, satisface los requisitos exigidos; por lo que solicito se sirva remitirlo para su respectiva revisión.

Agradezco a usted la atención a la presente.

Atentamente,


Dr. Juan de Dios Figueroa Cárdenas
ASESOR
Investigador Titular Nivel III del SIN
CINVESTAV Unidad Querétaro, México
e-mail jfigueroa@qro.cinvestav.mx

Guatemala, 07 de marzo de 2013

Ingeniero
Víctor Manuel Monzón
Director
Escuela de Ingeniería Química, USAC

Respetable Ingeniero Monzón:

Con un cordial saludo me dirijo a usted para informarle que he asesorado y aprobado el Informe Final del Trabajo de Graduación titulado: **“RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO (NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DEL MAÍZ BLANCO”**; elaborado por la estudiante de Ingeniería Química María Fernanda Terraza Pira, quien se identifica con número de carné 200815318. Considero que el Informe Final de Trabajo de Graduación desarrollado por la estudiante Terraza Pira, satisface los requisitos exigidos; por lo que solicito se sirva remitirlo para su respectiva revisión.

Agradezco a usted la atención a la presente.

Atentamente,



César Alfonso García Guerra
INGENIERO QUIMICO
COLEGIADO No. 145

Ing. César Alfonso García Guerra
ASESOR



Guatemala, 28 de mayo de 2013
Ref. EI.Q.TG-IF.035.2013

Ingeniero
Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Monzón:

Como consta en el Acta TG-021-2012-IF le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

Solicitado por la estudiante universitaria: **María Fernanda Terraza Pira.**

Identificada con número de carné: **2008-15318.**

Previo a optar al título de **INGENIERA QUÍMICA.**


Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO (NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DEL MAÍZ BLANCO

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por el Ingeniero Químico: **César Alfonso García Guerra.**

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

“ID Y ENSEÑAD A TODOS”


Inga. Hilda Piedad Palma de Martini
COORDINADORA DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo

PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
ACREDITADO POR
Agencia Centroamericana de Acreditación de
Programas de Arquitectura y de Ingeniería
Período 2013 - 2015





El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación de la estudiante, **MARÍA FERNANDA TERRAZA PIRA** titulado: **"RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO (NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DEL MAÍZ BLANCO"**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química

Guatemala, junio 2013

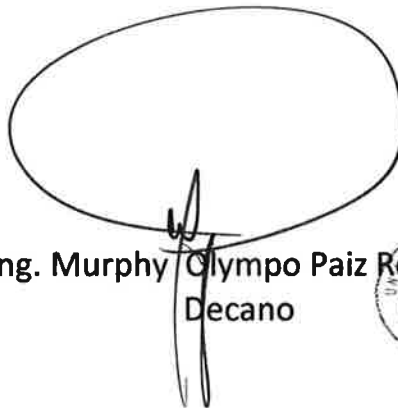


Cc: Archivo
VMMV/ale



El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: **RECUPERACIÓN DE ÁCIDO FERÚLICO A PARTIR DEL LICOR DE COCIMIENTO (NEJAYOTE) DEL PROCESO TRADICIONAL DE NIXTAMALIZACIÓN DE MAÍZ BLANCO**, presentado por la estudiante universitaria **María Fernanda Terraza Pira**, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
Decano



Guatemala, 26 de junio de 2013

/gdech

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	El centro y fundamento de mi existencia, mi creador, fuente de todo amor.
Mis padres	Rolando Terraza y Anastasia de Terraza, por trazar y vivir junto a mí el camino que Dios planeó para nuestra felicidad.
Mis hermanos	Ana María, Mario Rolando Terraza y Lucy Robles. Por ser pilares fundamentales en mi vida, y muestras incondicionales del amor de Dios.
Mis abuelos	Thelma Ochoa, Mario Terraza, Ana María Ortega y Carlos Pira (q.e.p.d.), por ser ejemplos de vida a seguir.
Mi familia	Tíos, tías, primos y primas; por regalarme siempre la alegría de vivir en familia.
La memoria de	Olga Leticia Ochoa (q.e.p.d.) y Eva Alicia Álvarez (q.e.p.d.); por la esperanza de reencontrarnos en la vida eterna.

A mis amigas

Compañeras de vida, presentes en buenos y malos momentos, siempre apoyándonos y ayudándonos a ser mejores mujeres.

AGRADECIMIENTOS A:

Dios	Por regalarme la vida maravillosa que tengo, y haberme dado tantos dones que puedo poner a su disposición.
Mis padres	Porque soy fruto de su amor, esfuerzo y sacrificios. Estaré eternamente agradecida por el ejemplo de vida que son para mí.
Mi familia	A mis hermanos, abuelos, primos, tíos. Por apoyarme siempre y estar en buenos y malos momentos junto a mí.
Universidad de San Carlos de Guatemala	Por formarme en el ámbito profesional y darme herramientas para conseguir mi realización personal.
Escuela de Ingeniería Química, FIUSAC	Por formarme en la profesión que elegí para mi desempeño profesional.
Hermanas de la Sagrada Familia y Colegio Belga	Por hacer de mí una mujer portadora de valores, y enseñarme el camino que Dios trazó para mi vida. Gracias por el lema que me acompaña siempre: “ <i>Non Fallit te Deus</i> ”.

A mis profesores

Mayra Castillo, Ingrid Benítez, César García, Susana Arrechea, Federico Salazar, Adolfo Gramajo, Otto Raúl De León, Manuel Tay, Orlando Posadas, Jorge Godínez; por haber marcado mi formación con sus enseñanzas.

Dr. Carlos Aldana

Por el cariño, la confianza y la fe que nos tiene a los jóvenes universitarios. Gracias por su inmenso apoyo durante su gestión en la DIGED.

**Ing. César García y
Licda. Ingrid Benítez**

Por haberme apoyado y enseñado mucho de lo que sé, y por el cariño tan grande que compartimos.

**Dr. Juan de Dios
Figueroa**

Por brindarme la oportunidad de trabajar en su equipo de investigación, por compartir sus conocimientos y por su apoyo incondicional.

CINVESTAV, Querétaro

Por abrirme las puertas de la institución y permitirme trabajar y desarrollarme en ella. Gracias especiales a Dra. Marcela Gaytan, Maestro Juan Velez, Maestro Edmundo Gutiérrez, y todos los auxiliares y compañeros que me apoyaron en mi trabajo de investigación.

Compañeros de carrera

Por acompañarme en el camino de mi formación como ingeniera, y por hacer de los 5 años de carrera una aventura maravillosa.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	VII
LISTA DE SÍMBOLOS	XI
GLOSARIO	XIII
RESUMEN.....	XVII
OBJETIVOS.....	XIX
INTRODUCCIÓN	XXI
1. MARCO CONCEPTUAL.....	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Justificación	3
1.3. Determinación del problema.....	5
1.3.1. Definición	5
1.3.2. Delimitación	5
1.3.3. Alcance geográfico de la investigación	6
2. MARCO TEÓRICO.....	7
2.1. Maíz (Zea Mays, L).....	7
2.1.1. Descripción general del grano	8
2.1.2. Contenido de compuestos fenólicos en el grano de maíz	10
2.1.3. Situación del maíz blanco en Guatemala	10
2.2. Proceso de nixtamalización	11
2.2.1. Productos del proceso de nixtamalización.....	13
2.3. Ácido ferúlico	13

2.3.1.	Localización del ácido ferúlico en el grano de maíz	16
2.3.2.	Hidrólisis alcalina de ésteres y proceso de nixtamalización	18
2.3.3.	Aplicaciones del ácido ferúlico	19
2.4.	Operación unitaria de adsorción	21
2.4.1.	Mecanismos de transferencia de masa en la adsorción.....	22
2.4.2.	Adsorbentes y proceso de adsorción	22
2.4.2.1.	Resinas fenólicas como adsorbentes... 23	
2.4.2.1.1.	Nylon 66	24
2.4.2.1.2.	Polivinil- Polipirrolidona (PVPP) ..	25
2.4.3.	Equilibrios e isothermas de adsorción	26
2.4.4.	Fundamentos de la adsorción dinámica	29
2.4.5.	Adsorción en sistemas intermitentes	32
2.5.	Técnicas analíticas instrumentales	34
2.5.1.	Microscopía electrónica de barrido.....	34
2.5.2.	Espectroscopía infrarroja.....	35
3.	MARCO METODOLÓGICO	37
3.1.	Variables	37
3.1.1.	Variables de control.....	37
3.1.2.	Variables independientes y variables respuesta	40
3.2.	Delimitación del campo de estudio.....	40
3.2.1.	Materia prima	41
3.2.2.	Reactivos en el proceso de adsorción y desorción.....	41
3.2.3.	Recursos humanos disponibles.....	42

3.2.4.	Recursos materiales disponibles	42
3.2.4.1.	Localización	42
3.2.4.2.	Equipo	42
3.2.4.3.	Reactivos y materiales.....	44
3.3.	Técnicas cuantitativas	44
3.3.1.	Técnicas cuantitativas de análisis fisicoquímico del <i>Nejayote</i>	44
3.3.2.	Medición del pericarpio de maíces crudos y nixtamalizados por microscopía electrónica de barrido	46
3.3.3.	Técnica cuantitativa de recuperación de ácido ferúlico	46
3.3.4.	Cuantificación de ácido ferúlico por el método de Folin- Ciocalteu (FC).....	47
3.3.5.	Técnicas instrumentales	48
3.3.5.1.	Espectroscopía infrarroja	48
3.4.	Procesamiento de la información	49
3.4.1.	Rendimiento de la recuperación de ácido ferúlico ..	49
3.4.2.	Carga de ácido ferúlico adsorbido	49
3.4.3.	Porcentaje de pureza de ácido ferúlico por método de Follin-Coteau	50
4.	RESULTADOS	51
4.1.	Características fisicoquímicas del licor de cocimiento (<i>Nejayote</i>) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales.....	51
4.2.	Rendimiento de 2 resinas de adsorción en la recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (<i>Nejayote</i>)	

	del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales.....	53
4.3.	Procedimiento experimental para purificar el ácido ferúlico obtenido de la recuperación	59
4.4.	Características del ácido ferúlico purificado	60
	4.4.1. Identificación de grupos funcionales	60
	4.4.2. Capacidad antioxidante.....	66
4.5.	Relación entre el grosor del pericarpio de los granos de maíz y el rendimiento de recuperación de ácido ferúlico.....	67
5.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO	69
5.1.	Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en la caracterización fisicoquímica del <i>Nejayote</i> de cuatro variedades de maíz	69
5.2.	Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en el rendimiento de ácido ferúlico con 2 factores (resina y dosis).....	75
5.3.	Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en el rendimiento de ácido ferúlico bajo el tratamiento óptimo para cuatro variedades de maíz	78
5.4.	Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en el porcentaje de pureza del ácido ferúlico por el ensayo de Follin-Coteau.....	80
6.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	81
6.1.	Características fisicoquímicas del licor de cocimiento (<i>Nejayote</i>) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales	81

6.2.	Rendimiento de 2 resinas de adsorción en la recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (<i>Nejayote</i>) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales	84
6.3.	Procedimiento experimental para purificar el ácido ferúlico obtenido de la recuperación	86
6.4.	Características del ácido ferúlico purificado	87
6.4.1.	Identificación de grupos funcionales.....	88
6.4.2.	Capacidad antioxidante	90
6.4.3.	Propiedades térmicas	91
6.5.	Relación entre el grosor del pericarpio de los granos de maíz y el rendimiento de recuperación de ácido ferúlico	93
CONCLUSIONES		95
RECOMENDACIONES.....		97
BIBLIOGRAFÍA.....		99
APÉNDICES		103
ANEXOS		107

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Estructura del grano de maíz: corte longitudinal aumentado aproximadamente 30 veces	9
2.	Estructura molecular de los ácidos hidroxicinámicos	14
3.	Estructura molecular del ácido ferúlico [ácido 3-(4-hidroxi-3-metoxifenil)propil-2-enoico)].....	15
4.	Estructura general de la arabinoxilana, el componente principal de la hemicelulosa de la pared celular del maíz.....	17
5.	Reacción general de hidrólisis alcalina de ésteres.....	19
6.	Estructura molecular del Nylon 66.....	25
7.	Estructura molecular de la Polivinil-Polipirrolidona (PVPP).....	26
8.	Tipos de isothermas de adsorción	28
9.	Frente de onda de adosorción	30
10.	Curva de rotura para una columna de adsorción	31
11.	Sistema intermitente de adsorción	33
12.	Curva de calibración y modelo matemático para la determinación de capacidad antioxidante por FC.....	50
13.	Rendimiento de ácido feúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] a partir del <i>Nejayote</i> del maíz criollo Celaya	54
14.	Rendimiento de ácido feúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] a partir del <i>Nejayote</i> del maíz híbrido 30G54.....	55
15.	Rendimiento de ácido feúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] de 2 variedades de maíz utilizando PVPP como resina adsorbente	56

16.	Rendimiento de ácido ferúlico de 2 variedades de maíz utilizando Nylon 66 como resina adsorbente	57
17.	Rendimiento de ácido ferúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] de 4 variedades de maíz utilizando el tratamiento óptimo	58
18.	Procedimiento experimental para purificar el ácido ferúlico	60
19.	Espectro infrarrojo del ácido ferúlico estándar	61
20.	Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad Huimilpan	62
21.	Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad Celaya	62
22.	Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad 30G54	63
23.	Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad H3745	63
24.	Huella digital del ácido ferúlico de la variedad Huimilpan	64
25.	Huella digital del ácido ferúlico de la variedad Celaya	64
26.	Huella digital del ácido ferúlico de la variedad 30G54	65
27.	Huella digital del ácido ferúlico de la variedad H3745.....	65
28.	Capacidad antioxidante del ácido ferúlico recuperado para cada tratamiento.....	66
29.	Relación entre el grosor del pericarpio del grano de maíz y el rendimiento de ácido ferúlico recuperado	68

TABLAS

I.	Clasificación científica del maíz.....	7
II.	Distribución ponderal de las estructuras del grano de maíz	8
III.	Propiedades físicas de las resinas fenólicas	24
IV.	Variables de control en el proceso de nixtamalización	38
V.	Variables de control en la recuperación de ácido ferúlico	39
VI.	Variables de control en la caracterización del ácido ferúlico	40
VII.	Equipo disponible para la investigación.....	43

VIII.	Técnicas cuantitativas de análisis del <i>Nejayote</i> a partir de los métodos de la AACC.	45
IX.	Dosificaciones de resinas evaluadas	47
X.	Características fisicoquímicas del <i>Nejayote</i> del proceso tradicional de nixtamalización de 4 variedades de maíz	52
XI.	Grosor de pericarpio y rendimiento de ácido ferúlico para cuatro variedades de maíz blanco	67
XII.	ANOVA para el pH del <i>Nejayote</i> de 4 variedades de maíz	70
XIII.	Prueba de Tukey para el pH del <i>Nejayote</i> de 4 variedades de maíz	70
XIV.	ANOVA para el porcentaje de fibra insoluble del <i>Nejayote</i> de 4 variedades de maíz.....	71
XV.	ANOVA para el porcentaje de fibra soluble del <i>Nejayote</i> de 4 variedades de maíz.....	71
XVI.	ANOVA para el porcentaje de proteína del <i>Nejayote</i> de 4 variedades de maíz.....	72
XVII.	Prueba de Tukey de los valores de porcentaje de proteína del <i>Nejayote</i> para 4 variedades de maíz	72
XVIII.	ANOVA de los valores de porcentaje de fracción lipídica del <i>Nejayote</i> para 4 variedades de maíz	73
XIX.	Prueba de Tukey de los valores de porcentaje de fracción lipídica del <i>Nejayote</i> para 4 variedades de maíz.....	73
XX.	ANOVA de los valores de porcentaje de ceniza del <i>Nejayote</i> para 4 variedades de maíz	74
XXI.	ANOVA de valores de porcentaje de sólidos del <i>Nejayote</i> para 4 variedades de maíz.....	74
XXII.	Prueba de Tukey de valores de porcentaje de sólidos del <i>Nejayote</i> para 4 variedades de maíz	75

XXIII.	ANOVA con 2 factores del rendimiento de ácido ferúlico a partir del <i>Nejayote</i> del maíz criollo Celaya.....	76
XXIV.	Prueba de Tukey (respecto a la resina) del rendimiento de ácido ferúlico partir del <i>Nejayote</i> del maíz criollo Celaya	77
XXV.	Prueba de Tukey (respecto a la dosis) del rendimiento de ácido ferúlico partir del <i>Nejayote</i> del maíz criollo Celaya	77
XXVI.	ANOVA con 2 factores del rendimiento de ácido ferúlico a partir del <i>Nejayote</i> del maíz híbrido 30G54	78
XXVII.	ANOVA para los valores de rendimiento de ácido ferúlico para 4 variedades de maíz	79
XXVIII.	ANOVA para los valores de pureza de ácido ferúlico para cada tratamiento.....	80

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
W	Carga de adsorbato
S_a	Desviación estándar
°C	Grado Celsius
g	Gramo
h	Hora
kg	Kilogramo
kJ	Kilojules
kV	Kilovoltios
L	Litro
mA	Miliamperios
mBar	Milibar
mm	Milímetro
min	Minuto
% (p/p)	Porcentaje de concentración peso/peso
%FI	Porcentaje de fibra insoluble
%FS	Porcentaje de fibra soluble
%FT	Porcentaje de fibra total
%H	Porcentaje de humedad
%P	Porcentaje de proteína
pH	Potencial de hidrógeno
ā	Promedio estadístico
R	Rendimiento de recuperación

GLOSARIO

Ácido ferúlico	Ácido (E)-3-(4-hidroxi-3-metoxi-fenil) propil-2-enoico. Compuesto fenólico presente de forma natural en la pared celular de varias plantas de forma libre o esterificada a las hemicelulosas.
Á. hidroxicinámicos	Ácidos formados por un anillo aromático, un grupo alifático y un ácido carboxílico en el extremo. Son denominados hidroxicinámicos por la sustitución del grupo -OH en el anillo aromático.
Adsorción	Operación de transferencia de masa de una sustancia (adsorbato) desde una fase hacia una superficie (adsorbente).
Aleurona	Conjunto de gránulos protéicos presentes en las semillas de diversas plantas, generalmente localizados en la parte externa del endospermo.
Antioxidantes	Molécula capaz de retardar o prevenir la oxidación de otras moléculas.
Arabinoxilanos	Polisacáridos componentes de la hemicelulosa de la pared celular. arabinoxilanos tienen un esqueleto químico de xilana (un pentosano que consiste de unidades de D-xilosa conectadas por enlaces $1\beta\rightarrow4$)

con unidades de L-arabinofuranosa (L-arabinosa en su estructura pentagonal) distribuidas al azar con enlaces $1\alpha\rightarrow 2$ y $1\alpha\rightarrow 3$ a lo largo de la cadena de xilosas.

Desorción

Proceso opuesto a la adsorción, en el cual moléculas de un material (el adsorbato) son transferidas desde una superficie (el adsorbente) hacia una fase móvil.

Endospermo

Parte de la estructura del grano de maíz compuesta principalmente de gránulos de almidón y proteína. Se encuentra cubierto por el pericarpio y protegiendo el germen del grano. Representa cerca del 85% de la masa total del grano.

Germen

Parte de la estructura del grano de maíz compuesta principalmente de material graso. Se encuentra en el interior del grano cubierto por el endospermo y el pericarpio. Representa cerca del 10% de la masa total del grano.

Hemicelulosa

Polisacáridos compuestos por más de un tipo de monómeros que son constituyentes primarios de las paredes de las células vegetales.

Nejayote

De origen Náhuatl, se refiere al licor procedente del proceso de la cocción alcalina del maíz, considerado como un subproducto.

<i>Nixtamal</i>	De origen Náhuatl, se refiere en al grano de maíz cocido en medio alcalino y ablandado, que posteriormente se utiliza para la elaboración de harinas y masas de maíz
Nylon-66	Polímero artificial que pertenece al grupo de las poliamidas. Resulta como producto de la reacción de ácido adípico (diácido) con hexametilenediamina (diamina).
Pericarpio	Parte estructural del grano de maíz que se encuentra en la parte más superficial del mismo. Constituye aproximadamente un 5% del total de la masa del grano.
PVPP	Polivinil-Polipirrolidona. Es una poliamida que se fabrica por polimerización de la N-vinil-2-pirrolidona en presencia de diversos catalizadores (por ejemplo hidróxido de sodio).

RESUMEN

El trabajo de investigación tiene como objetivo general, evaluar el rendimiento de la recuperación de ácido ferúlico mediante resinas de adsorción, a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*), del proceso tradicional de nixtamalización de maíz blanco; y caracterizar fisicoquímicamente el licor de cocimiento y el ácido ferúlico purificado.

El ácido ferúlico está presente en el *Nejayote* debido a que, tras el proceso de cocción alcalina, se hidroliza de la pared celular del pericarpio del grano de maíz, quedando libre en el licor de desecho del proceso industrial. El ácido ferúlico es un compuesto muy valioso con alto potencial industrial por su carácter antioxidante.

Para su recuperación, se elige la técnica de adsorción con resinas de poliamidas por la afinidad que tiene el enlace amida con el grupo hidroxifenil de la molécula de ácido ferúlico. La adsorción se evalúa en tanques agitados a nivel laboratorio.

En la primera fase de la investigación, se procesan 4 variedades de maíz blanco (2 criollas y 2 híbridas) para caracterizar fisicoquímicamente el *Nejayote*. Los resultados muestran variabilidad en las características fisicoquímicas, y se concluye que las propiedades del licor de cocimiento dependen de la variedad de maíz procesada.

Para evaluar el rendimiento de ácido ferúlico a partir del *Nejayote*, se evalúan 2 resinas de adsorción (PVPP y Nylon 66) a 3 dosificaciones cada una, utilizando una variedad criolla y una variedad híbrida de maíz. Los resultados muestran que el tratamiento óptimo corresponde al uso de la resina PVPP a una dosificación de 1 gramo de resina por cada 10 mililitros de *Nejayote*, con el que se obtiene el mayor rendimiento que corresponde a 1,6 gramos de ácido ferúlico por kilogramo de maíz procesado.

Este tratamiento óptimo se replica para 2 variedades más de maíz, para determinar si el rendimiento varía estadísticamente. Los resultados muestran que el rendimiento de ácido ferúlico a partir del *Nejayote*, es independiente de la variedad de maíz procesada.

Como parte del trabajo de investigación se determina un procedimiento para purificar el ácido ferúlico recuperado, basándose en la dilución de las impurezas de naturaleza cerosa en solventes con constantes dieléctricas bajas (éter etílico y benceno), que no solubilizan el ácido ferúlico y permiten separarlo por filtración.

El ácido ferúlico purificado se comparó con un estándar al 99 por ciento de pureza para comprobar su identidad mediante la técnica de espectroscopía infrarroja, obteniendo resultado de identidad satisfactorio. Se determina su capacidad antioxidante y se obtiene un valor promedio del 82 por ciento. Las impurezas del material se estiman por medio de la diferencia en temperatura de fusión respecto al estándar, obteniendo una diferencia promedio de 28 por ciento.

OBJETIVOS

General

Evaluar el rendimiento de la recuperación del ácido ferúlico mediante resinas de adsorción, a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización de maíz blanco; y caracterizar fisicoquímicamente el licor de cocimiento y el ácido ferúlico purificado.

Específicos

1. Determinar las características fisicoquímicas (pH, humedad, cenizas, fracción lipídica y proteínas) del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales, según los métodos de American Association of Cereal Chemists (AACC).
2. Comparar el rendimiento de 2 resinas de adsorción (Nylon 66 y Polivinilpolipirrolidona (PVPP) en la recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*), del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales, evaluando distintas dosificaciones.
3. Determinar un procedimiento experimental para purificar el ácido ferúlico obtenido de la recuperación.

4. Determinar las características del ácido ferúlico purificado, tomando como parámetros la identificación de grupos funcionales con la técnica de espectroscopía infrarroja y la capacidad antioxidante mediante el método de Follin-Coteau.

5. Analizar la relación entre el grosor del pericarpio de 4 variedades de maíz con el rendimiento de recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización.

INTRODUCCIÓN

La palabra nixtamal proviene del náhuatl *nextli*, que significa cenizas de cal, y *tamalli*, que significa masa de maíz cocida. De aquí, que el proceso de nixtamalización se refiere a la cocción alcalina del maíz, utilizando hidróxido de calcio para tal efecto.

Como subproducto del proceso de nixtamalización, se obtiene el licor de cocimiento, también conocido como Nejayote (palabra de origen náhuatl que significa caldo de cal). Este licor de cocimiento representa una fuente de contaminación para los cuerpos receptores de agua, por su carga orgánica e inorgánica, y tradicionalmente se ha tomado como un desecho no aprovechable.

Investigaciones previas en la ciencia y tecnología del procesamiento del maíz, han demostrado que compuestos fenólicos antioxidantes con fuerte potencial industrial se encuentran esterificados a polisacáridos en la pared celular del pericarpio del grano; y que el proceso de cocción alcalina hiroliza dichos compuestos y se pierden disueltos en el licor de cocimiento. El ácido ferúlico es el compuesto más abundante de estos antioxidantes fenólicos.

La técnica de adsorción, utilizando adsorbentes afines, resulta como propuesta de recuperación del ácido ferúlico a partir del Nejayote, ya que éste compuesto purificado puede utilizarse como antioxidante en la industria de alimentos, como aditivo en productos cosméticos y farmacéuticos, y como precursor de la vainillina, el saborizante más utilizado a nivel mundial.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. Antecedentes

El contenido de compuestos fenólicos en el grano de maíz ha sido estudiado desde hace algunos años. En 2007 se realizó un estudio (De la Parra et al.) sobre el efecto del procesamiento del maíz en los perfiles fitoquímicos y en la actividad antioxidante para la elaboración de masa, tortillas y tortilla chips. El estudio concluye que el principal fenol en el grano de maíz es el ácido ferúlico (ácido (E)-3-(4-hidroxi-3-metoxi-fenil)propil-2-enoico), ya que representa alrededor del 85 por ciento de los fenoles totales y se concentra en el pericarpio del grano en forma libre o esterificado a las heteroxilanas que constituyen la hemicelulosa de la pared celular.

Un estudio de la cuantificación del contenido de fenoles solubles e insolubles en las estructuras del grano de maíz, realizado por Cabrera Soto et al. en 2009, concluye que los fenoles insolubles (dentro de los que se clasifica al ácido ferúlico) son los más abundantes en las tres estructuras del grano, siendo el pericarpio la parte que representa un mayor contenido, seguido por el germen y el endospermo. Los autores indican que los fenoles insolubles de las estructuras del grano de maíz se encuentran ligados a los componentes de la pared celular.

El ácido ferúlico, que es el fenol más abundante en esta fracción, forma conexiones entre los fragmentos de lignina a través de enlaces éter, y con las arabinoxilanas por medio e enlaces éster. Este ácido también forma puentes diferúlico entre las heteroxilanas que constituyen la hemicelulosa de la pared celular.

Dado en cifras, los fenoles insolubles en el pericarpio tuvieron un intervalo de 872,2 a 1 037,8 microgramos por gramo de masa seca, lo que en promedio significa un gramo de fenoles insolubles por kilogramo de pericarpio de maíz; de lo cual un 74,5 por ciento son ácidos fenólicos, principalmente ferúlico, y el resto son diferulatos.

También se han hecho estudios a nivel laboratorio utilizando tecnologías químico-enzimáticas aplicadas al grano de maíz sin procesar para extraer el ácido ferúlico en distintas variedades de maíz comercial. Gámez y Sánchez-González, de la Universidad de Nuevo León, extrajeron ácido ferúlico utilizando amilasa e hidróxido de sodio para hidrolizar el ácido ferúlico presente en la fracción celulósica y hemicelulósica de diferentes variedades de maíz; obteniendo rendimientos semejantes a los citados en otros estudios. Los valores determinados en diferentes tipos de maíz oscilan entre 0,45 y 2,21 gramos de ácido ferúlico por kilogramo de maíz.

Otros estudios enzimáticos se han realizado para la extracción del ácido ferúlico a partir del pericarpio de maíz. En un estudio (Sandoval et al.) se utilizó la cepa atípica *Bacillus megaterium* para sintetizar feruloil esterasas y xilanasas, enzimas que ocasionan la liberación del ácido ferúlico a través del enlace éster. A pesar de que las tecnologías enzimáticas presentan altos rendimientos, resultan costosas y con altos requerimientos técnicos.

El uso de resinas de adsorción para la recuperación de ácido ferúlico se ha iniciado utilizando poliestirenodivinilbenceno (Amberlita XAD 16), aplicando la resina en distintas concentraciones a soluciones sintéticas de ácido ferúlico. Los resultados de estas investigaciones, realizadas en la Universidad Autónoma de Nuevo León, muestran porcentajes de recuperación del 90 por ciento utilizando hidróxido de sodio en el proceso de desorción. Sin embargo, solamente se ha evaluado esta resina, que puede resultar costosa, y no se ha hecho el estudio de aplicar la técnica directamente a los desechos industriales del proceso de nixtamalización.

1.2. Justificación

En la industria del nixtamal se vierten grandes cantidades de agua de desecho. Se estima que por cada tonelada de maíz se consumen de tres mil a diez mil litros de agua para cocer, lavar y enjuagar el nixtamal. Este licor es denominado como “*Nejayote*” (palabra de origen náhuatl que significa caldo de cal)¹. Estas grandes cantidades de agua generalmente pasan a ser un fuerte contaminante de cuerpos receptores impactando negativamente el medio ambiente.

Este efluente es considerado altamente contaminante debido a su carga inorgánica y orgánica elevada que genera demandas bioquímicas de oxígeno (DBO) del orden de 7 000 a 10 000 miligramos por litro ². En Guatemala, el límite máximo permisible de DBO para descargas de aguas residuales a

¹ Figueroa, J. *Tecnología de la Tortilla*. [en línea]. Querétaro, México; enero 2005. [ref. 10 de enero de 2012]. Disponible en Web: <http://www.maiztortilla.com/es/introduccion/limitantes.htm>.

² Torres, A. *Transformando riesgos en oportunidades: del nejayote a la vainillina*. [en línea]. Revista PCTI No. 4, ISSN 2007-1310, Jul-Dic 2010. México: Nolasco, H., 29 de agosto de 2010 [ref. 10 de enero de 2012]. Disponible en Web: http://www.pcti.mx/tesis-de-posgrado-en-mexico/cat_view/1-historial-y-descarga-de-numeros

cuerpos receptores es de 200 miligramos por litro, según el Reglamento de las Descargas y Reuso de Aguas Residuales y de la Disposición de Lodos.

El material contenido en el *Nejayote* está compuesto principalmente por residuos de pericarpio del maíz, sólidos en solución entre los que se incluyen arabinoxilanos, almidones, dextrinas, calcio y compuestos fenólicos antioxidantes, como el ácido ferúlico. La recuperación de estos compuestos, que al ser purificados se convierten en productos de alto valor comercial, no solo reduce la carga orgánica de los efluentes, sino que expande comercialmente los límites de la industria del nixtamal al innovar procesos para la reutilización integral de desechos.

Con este trabajo de investigación se pretende diseñar una metodología de recuperación del ácido ferúlico proveniente de los desechos de la industria de nixtamal, industria de gran importancia en Guatemala por el nivel de consumo de maíz en la población. Además, se pretende utilizar materiales no patentados y de costos accesibles, de manera que sean tecnologías prácticas y utilizables en el entorno y la realidad socioeconómica del país.

El ácido ferúlico, como producto final del proceso, puede ser utilizado en la elaboración de productos nutracéuticos para seres humanos y animales, gracias a sus propiedades antioxidantes, anticancerígenas y antiinflamatorias; además puede ser utilizado en la industria cosmética y como precursor de la vainillina, un saborizante de gran consumo a nivel mundial.

1.3. Determinación del problema

Para la determinación del problema de investigación, se plantearon preguntas que responden si actualmente existe una metodología que se emplee en Guatemala para la recuperación del ácido ferúlico a partir del *Nejayote*. Así mismo, para se limitan los alcances del trabajo de investigación y los recursos que se emplearon para responderlas.

1.3.1. Definición

En Guatemala no existe una metodología que permita recuperar el ácido ferúlico de las aguas de *Nejayote* que resultan como subproducto del proceso tradicional de nixtamalización del maíz. Este efluente representa una fuente de contaminación de los cuerpos de agua por su carga orgánica, y contiene disueltos compuestos fenólicos antioxidantes con potencial industrial.

1.3.2. Delimitación

La investigación se realizó con muestras diferentes de maíces blancos comerciales (*Zea mays* L) criollos e híbridos, que se obtuvieron en un mercado de la Ciudad de Querétaro. Los maíces se procesaron por el método tradicional de nixtamalización en un laboratorio con condiciones controladas de temperatura, tiempo, volumen de agua y concentración de cal.

Se evaluaron los rendimientos de ácido ferúlico extraído por adsorción utilizando dos resinas de poliamidas no patentadas, Nylon 66 (Polihexametileneadipamida) y PVPP (Polivinilpolipirrolidona). Para el proceso de desorción se utilizó acetato de etilo como disolvente.

La caracterización fisicoquímica del producto extraído se realizó en los laboratorios de análisis del Centro de Investigación y Estudios Avanzados (CINVESTAV) Unidad Querétaro.

1.3.3. Alcance geográfico de la investigación

Con el trabajo de investigación realizado se pretende desarrollar un procedimiento de recuperación del ácido ferúlico a partir de los desechos del *Nejayote* para que pueda aplicarse en Guatemala, tomando en cuenta los altos niveles de producción de *Nixtamal* que se manejan en éste país. Se pretende que los métodos y materiales empleados en la investigación sean reproducibles a nivel de pequeñas industrias, para aprovechar de una forma integral el subproducto del proceso tradicional de Nixtamalización.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Maíz (*Zea Mays*, L)

El maíz (*Zea Mays* L.) es una planta gramínea originaria del continente americano. Actualmente, es el cereal con mayor volumen de producción en el mundo, superando al trigo y al arroz. La tabla I muestra la clasificación científica del maíz, y la figura 1 muestra una ilustración de las estructuras de la planta.

Tabla I. **Clasificación científica del maíz**

Reino	Plantae
Clase	Liliopsida
Subclase	Commelinidae
Orden	Poales
Familia	Poaceae
Subfamilia	Panicoideae
Género	<i>Zea</i>
Especie	<i>Z. mays</i>
Nombre binomial	<i>Zea mays</i> L.

Fuente: THOMÉ, Otto Wilhelm. *Flora von Deutschland, Österreich und der Schweiz*. p. 185.

2.1.1. Descripción general del grano

Los granos de maíz se desarrollan mediante la acumulación de los productos de la fotosíntesis, la absorción a través de las raíces y el metabolismo de la planta de maíz en la inflorescencia femenina denominada espiga. Esta estructura puede contener de 300 a 1 000 granos según el número de hileras y el diámetro y longitud de la mazorca. El grano está compuesto por cuatro partes fundamentales:

- Pericarpio, cáscara o salvado
- Endospermo
- Germen o embrión
- Aleurona (tejido inerte en que se unen el grano y la mazorca)

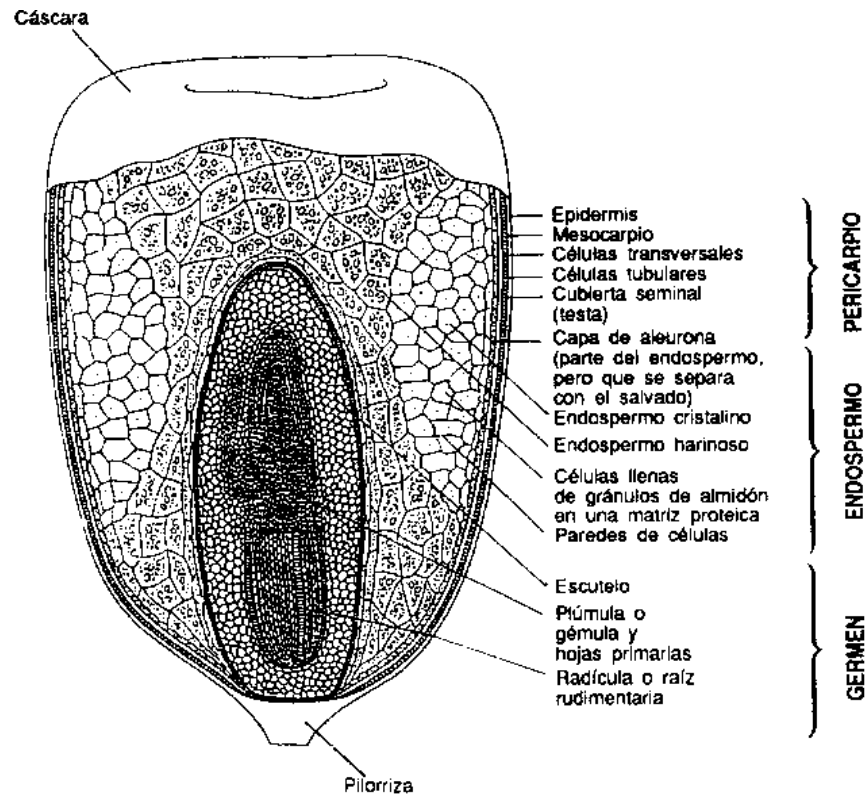
Tabla II. **Distribución ponderal de las estructuras del grano de maíz**

Pericarpio	05 – 06 %
Endospermo	80 – 85 %
Germen	10 – 12 %
Aleurona	02 – 03 %

Fuente: departamento de Agricultura, FAO. El maíz en la nutrición humana.

<http://www.fao.org/docrep/T0395S/T0395S00.htm>. Consulta: 13 de febrero de 2012.

Figura 1. Estructura del grano de maíz: corte longitudinal aumentado aproximadamente 30 veces



Fuente: departamento de Agricultura, FAO. El maíz en la nutrición humana.

<http://www.fao.org/docrep/T0395S/T0395S00.htm>. Consulta: 13 de febrero de 2012.

2.1.2. Contenido de compuestos fenólicos en el grano de maíz

Los fenoles son compuestos químicos ampliamente distribuidos en las plantas como producto de su metabolismo secundario, algunos de los cuales son indispensables para su funcionamiento y otros son útiles en los mecanismos de defensa ante situaciones de tensión (Kim et al., 2003).

En los cereales los fenoles se agrupan en solubles e insolubles o ligados. En el primer grupo están los fenoles libres, glucosilados y esterificados que se ubican en mayor cantidad en las capas periféricas de los granos, mientras que su concentración es menor en el endospermo (Yu et al., 2001). El maíz (*Zea mays*, L.) contiene más fenoles totales y en mayor poder antioxidante que los demás cereales. El principal fenol es el ácido ferúlico, que representa alrededor de 85 por ciento de los fenoles totales y se concentra en el pericarpio del grano en forma libre o esterificada a las heteroxilanas que constituyen la hemicelulosa de la pared celular (De la Parra et al., 2007).

2.1.3. Situación del maíz blanco en Guatemala

Según el Ministerio de Agricultura, Ganadería y Alimentación (MAGA), el maíz es el principal cultivo anual en Guatemala. Para el año agrícola 2010/2011 (mayo 2010 a abril 2011) se estima una producción de 35,8 millones de quintales, de los cuales 32,2 millones corresponden a maíz blanco.

De acuerdo con el IV Censo Nacional Agropecuario 2003, el 62,3 por ciento del área sembrada a nivel nacional se encuentra concentrada en 7 departamentos: Petén (18,4 por ciento). Alta Verapaz (13,1 por ciento), Quiché

(8,1 por ciento), Huehuetenango (7,5 por ciento), Jutiapa (6,6 por ciento), San Marcos (4,7 por ciento) e Izabal (4,0 por ciento).

El consumo aparente de maíz blanco cosechado en el país es de 2,7 millones de quintales mensuales (datos obtenidos del MAGA, mayo 2011), lo que corresponde a 3,24 millones de toneladas de maíz anuales. Para el maíz de consumo humano existen requerimientos de calidad más exigentes que para el de consumo animal. La demanda de maíz blanco y amarillo para la industria de productos de consumo humano es más reducida que la demanda del sector avícola.

2.2. Proceso de nixtamalización

El maíz es el cereal básico en la alimentación de grandes sectores de la población urbana y rural de varios países, principalmente México y Centro América; siendo la tortilla la forma más importante y común de consumo. La forma de procesamiento del maíz para la elaboración de la tortilla, incluye la nixtamalización, molienda, torteado y cocción de la masa.

Históricamente, se estudia que el proceso de nixtamalización ha tenido presencia desde hace aproximadamente 3 500 años. El método tradicional de procesamiento del maíz en Guatemala, consiste en cocer el maíz en una solución de hidróxido de calcio con una concentración variable de entre 0,1 y 1 por ciento, en relación al peso del maíz, el tiempo de cocción varía de 46 a 67 minutos a temperatura de ebullición del agua.

Después de la cocción el grano permanece en reposo durante 12 a 16 horas, posteriormente se decanta el líquido llamado *Nejayote* y el maíz cocido llamado Nixtamal.

El nixtamal se lava dos o tres veces con agua para eliminar las cubiertas seminales, pilorizas, exceso de cal e impurezas del grano. El grano nixtamalizado se muele, operación que se realiza con una piedra de moler o un molino de cuchillas, agregando un poco más de agua.

El proceso de nixtamalización hace que la tortilla tenga mayor calidad nutricional comparada con el maíz crudo. La nixtamalización implica un tratamiento selectivo de las proteínas del maíz. Durante el proceso de cocimiento alcalino la zeína, una proteína nutricionalmente pobre reduce su solubilidad, mientras que la glutelina, de mayor valor nutricional, incrementa su solubilidad y con ello la disponibilidad de aminoácidos esenciales.

Desde el punto de vista nutricional, el aumento en el contenido de calcio es de mucho interés, ya que las comunidades rurales de Guatemala, generalmente no tienen acceso a otras fuentes de dicho mineral, por lo tanto la tortilla es el alimento que aporta este nutriente y no permite la aparición de síntomas de deficiencia del mismo, ya que la absorción de calcio en la tortilla es tan alta como la de la leche.

La adición de cal en el proceso de nixtamalización mantiene un pH alcalino, el cual es necesario para hidrolizar las hemicelulosas del pericarpio. El grano absorbe la cal después del agua, pero a un ritmo menor, dando como resultado el desprendimiento del pericarpio y el reblandecimiento del endospermo. La cal debilita las paredes celulares, solubiliza la pared celular del endospermo periférico, da lugar a una hinchazón y destrucción parcial de los granos de almidón.

2.2.1. Productos del proceso de nixtamalización

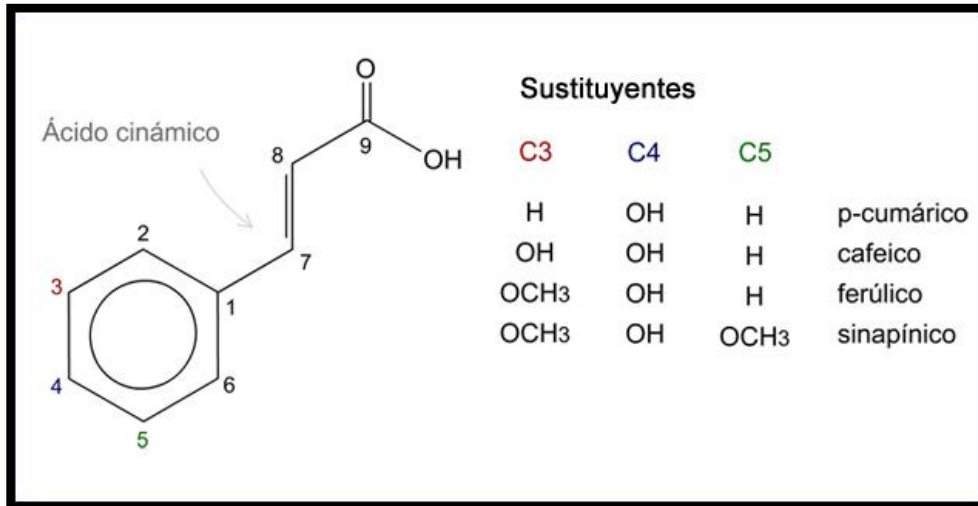
Los dos principales productos de este proceso son el Nixtamal y el *Nejayote*. El Nixtamal se refiere en sí al grano de maíz cocido y ablandado, que posteriormente se utiliza para la elaboración de harinas y masas de maíz. El *Nejayote* se refiere al licor procedente del proceso, considerado como un subproducto.

El material contenido en el *Nejayote* está compuesto principalmente por residuos de pericarpio de maíz, sólidos en solución entre los que se incluyen arabinoxilanas, almidones, dextrinas, calcio y compuestos fenólicos antioxidantes, como el ácido p-cumárico y el ácido ferúlico, por citar algunos (Torres, 2010).

2.3. Ácido ferúlico

El ácido ferúlico (ácido (E)-3-(4-hidroxi-3-metoxi-fenil)propil-2-enoico) está presente en concentraciones altas en la pared celular de varias plantas, entre las que se incluye al maíz. Forma parte de los ácidos hidroxicinámicos. Además del ácido ferúlico, en este grupo se clasifican los ácidos p-cumárico, cafeico y sinápico; los cuales están formados básicamente por un anillo aromático, un grupo alifático y un ácido carboxílico en el extremo. Son denominados hidroxicinámicos por la sustitución del grupo -OH en el anillo aromático.

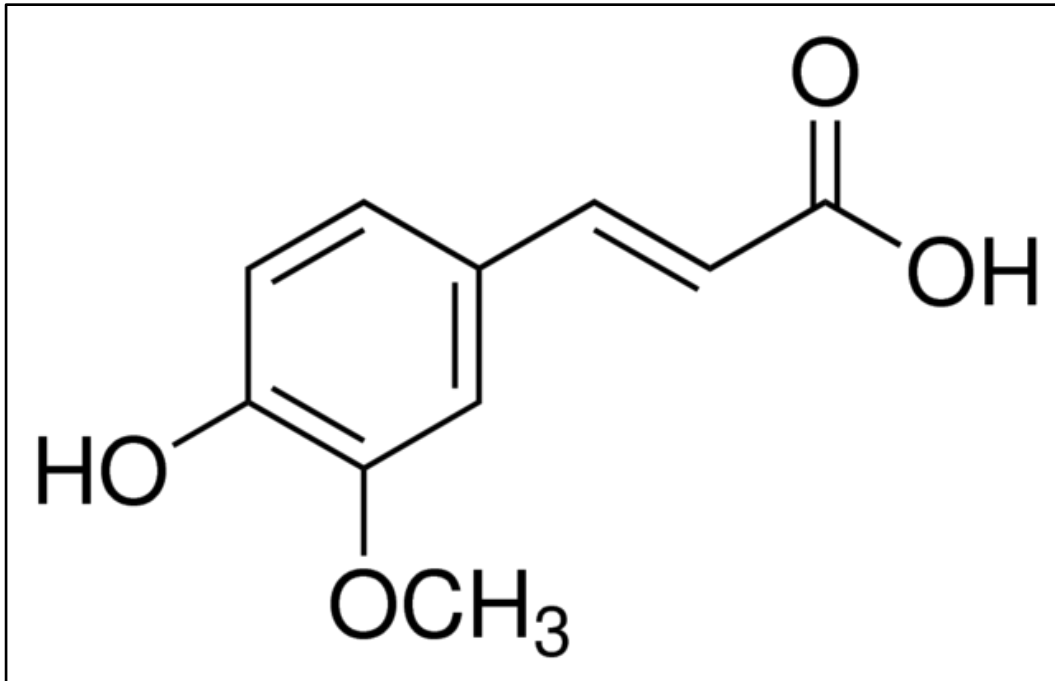
Figura 2. Estructura molecular de los ácidos hidroxicinámicos



Fuente: Ácido hidroxicinámico. http://es.wikipedia.org/wiki/%C3%81cido_hidroxicin%C3%A1mico.
 Consulta: 15 de febrero de 2012.

El ácido ferúlico, el más abundante de los ácidos hidroxicinámicos en la pared celular vegetal, se encuentra presente en frutas, vegetales, granos de maíz, trigo, frijol, nueces, pastos, flores y otros tipos variados de vegetación. Es muy abundante en cereales como el maíz (1 gramo por kilogramo) y el trigo (0,5 gramos por kilogramo). (Gámez De León, N. *et.al.*).

Figura 3. Estructura molecular del ácido ferúlico [ácido 3-(4-hidroxi-3-metoxi-fenil)propil-2-enoico]



Fuente: SIGMA-ALDRICH. trans-Ferulic acid.

<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/128708>.

Consulta: 15 de febrero 2012.

2.3.1. Localización del ácido ferúlico en el grano de maíz

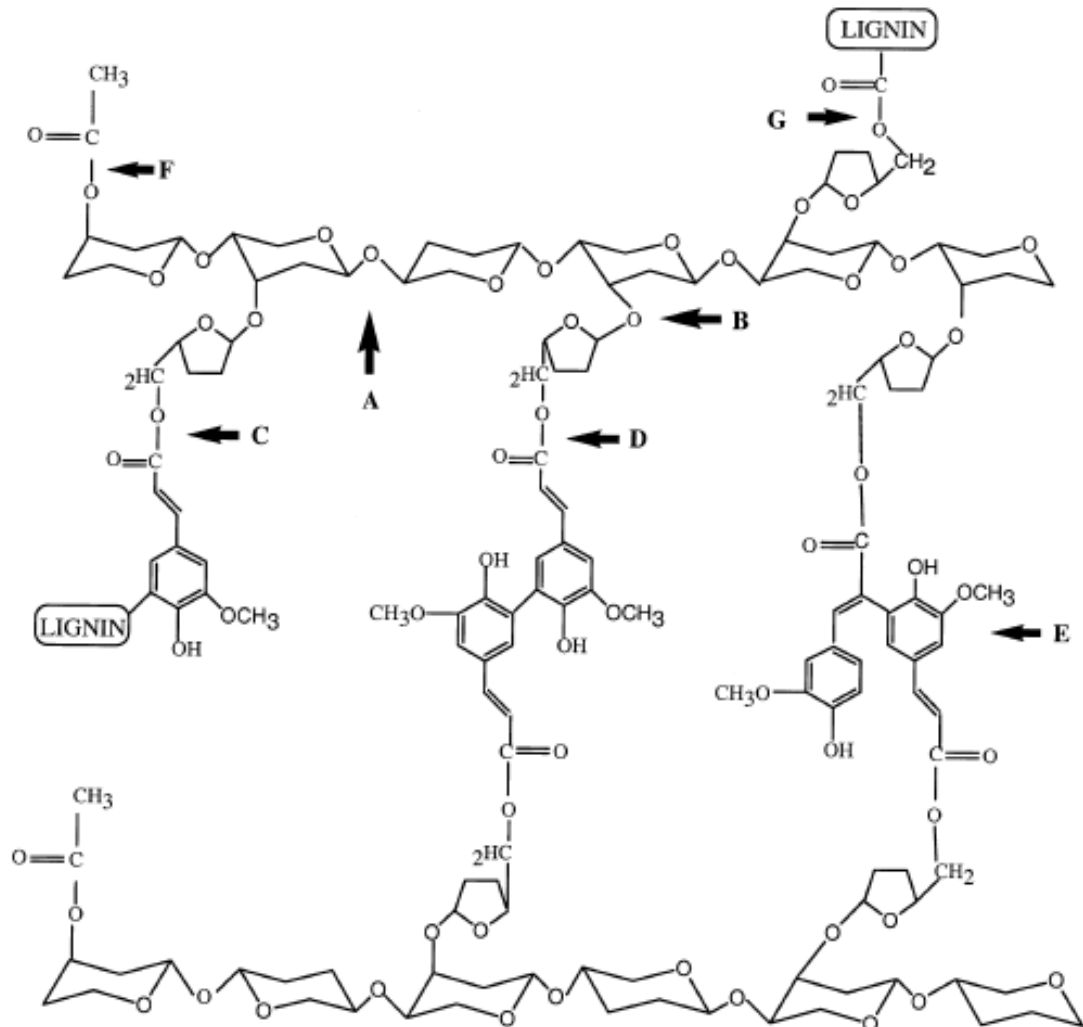
En plantas, el ácido ferúlico se encuentra enlazado covalentemente a polisacáridos, incluyendo arabinoxilanos y pectinas, a través de enlaces ésteres. Una proporción considerable del ferulato forma dímeros (dehidrodímeros y ciclodímeros) a través de su anillo aromático o del grupo alifático, resultando en una unión polisacárido-polisacárido y polisacárido-lignina.

El salvado de maíz es rico en arabinoxilanos. Los arabinoxilanos tienen un esqueleto químico de xilana (un pentosano que consiste de unidades de D-xilosa conectadas por enlaces $1\beta\rightarrow4$) con unidades de L-arabinofuranosa (L-arabinosa en su estructura pentagonal) distribuidas al azar con enlaces $1\alpha\rightarrow2$ y $1\alpha\rightarrow3$ a lo largo de la cadena de xilosas. Los arabinoxilanos son el principal componente de la hemicelulosa de la pared celular.

El ácido ferúlico está enlazado en el O-5 de los residuos de arabinosa de la arabinoxilana (Wende et al., 1997). Las células del salvado de maíz son muy resistentes a la degradación enzimática, probablemente por el alto contenido de ácido ferúlico esterificado en su pared celular.

En la figura 5 se muestra la estructura general de la arabinoxilana, que es el componente principal de la hemicelulosa de la pared celular del maíz. La letra A, señala la cadena principal de xilanas en uniones β -(1-4); la letra B señala el enlace Xilosa-arabinosa; la letra C señala la 5-O-feruloil lignina; la letra D señala el grupo 5-O-diferuloil (5-5 dímero); la letra E señala el grupo 5-O-diferuloil (8-5 dímero); el grupo F señala el grupo 3-O-acetil; y finalmente la letra G señala la unión arabinosa-lignina.

Figura 4. Estructura general de la arabinoxilana, el componente principal de la hemicelulosa de la pared celular del maíz



Fuente: MATHEW, S. *et al.* *Ferulic Acid: An Antioxidant Found Naturally in Plant Cell Walls and Feruloyl Esterases Involved in its Release and Their Applications.* p 61.

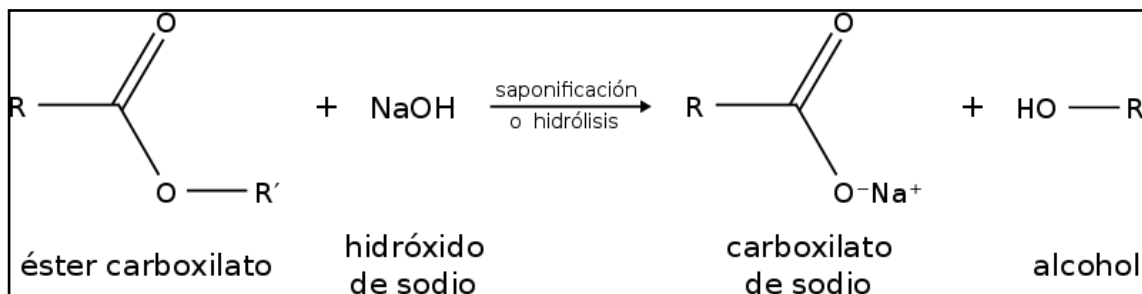
El ácido ferúlico se encuentra unido covalentemente a polisacáridos en uniones éster (Mueller Harvey et al., 1986) y a componentes de lignina en uniones éter o éster (Scalbert et al., 1985). A partir de esto, la saponificación de la pared celular libera cinco dímeros de ferulato (Bartolome et al., 1997).

2.3.2. Hidrólisis alcalina de ésteres y proceso de nixtamalización

La pared celular de las plantas puede ser expuesta a condiciones extremas de pH para romper ciertos enlaces de los componentes de la pared celular. Los tratamientos alcalinos rompen las uniones éster de los ácidos fenólicos unidos a moléculas de polisacáridos de la hemicelulosa.

La figura 6 muestra la reacción general de un éster en reacción con un álcali, para producir la sal del ácido carboxílico y un alcohol. En el caso del proceso tradicional de nixtamalización, el grano de maíz se pone en contacto con hidróxido de calcio (Ca(OH)_2), y éste causa la saponificación o hidrólisis alcalina de los ésteres del ácido ferúlico unidos a las moléculas de arabinoxilana; esto produce la liberación del ácido ferúlico en su forma de base conjugada.

Figura 5. **Reacción general de hidrólisis alcalina de ésteres**



Fuente: File: Esterification.png, <http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Esterification.png>

Consulta: 15 de ebrero 2012.

2.3.3. Aplicaciones del ácido ferúlico

El ácido ferúlico y sus derivados son miembros reconocidos del grupo de antioxidantes fenólicos naturales. Estudios clínicos y epidemiológicos han mostrado evidencias de que los antioxidantes fenólicos de cereales, frutas y vegetales son los principales factores que contribuyen en la disminución de la incidencia de enfermedades crónicas y degenerativas encontradas en poblaciones cuyas dietas son altas en el consumo de estos alimentos.

Debido a su núcleo fenólico y a la conjugación de su cadena lateral, forma fácilmente un radical fenoxi estabilizado por resonancia que representa su potencial antioxidante. La absorción de radiación UV por el ácido ferúlico cataliza la formación de radicales fenoxi estables y con ello potencia su capacidad de terminar reacciones de radicales libres. El ácido ferúlico desarrolla una función antioxidante importante en la preservación de la integridad fisiológica de las células expuestas al aire y la radiación UV.

El ácido ferúlico y cafeico (ácidos hidroxicinámicos) actúan previniendo la formación de carcinógenos a partir de precursores y bloquean la reacción de los carcinógenos con las macromoléculas celulares. El ácido ferúlico compuesto ofrece protección antioxidante para la piel al utilizarse como aditivo disuelto en productos cosméticos. Su adición en alimentos inhibe la peroxidación lipídica y el deterioro posterior oxidativo.

Por el mismo mecanismo, el ácido ferúlico tiene la capacidad de proteger contra varias enfermedades inflamatorias, por lo que puede ser utilizado también en la industria farmacéutica. Además, también es utilizado como materia prima en la producción de vainillina y preservantes, como agente enlazante en la preparación de geles de alimentos y películas comestibles.

Una revisión en bancos de patentes muestra que existen más de 800 solicitudes y patentes otorgadas relacionadas con el uso y aplicaciones del ácido ferúlico, lo que habla de su gran potencial. Una de las aplicaciones comerciales más importantes es como precursor de la vainillina, el saborizante de mayor consumo mundial.

La industria actual obtiene el ácido ferúlico por síntesis química y a través de transformaciones biológicas, y últimamente se han utilizado métodos enzimáticos para extraerlo de la pared celular de los materiales biológicos en los que se encuentra en mayor abundancia (Torres, 2010).

2.4. Operación unitaria de adsorción

La adsorción consiste en la transferencia de material desde una fase hacia una superficie, donde se enlaza mediante fuerzas intermoleculares. La sustancia que se concentra en la superficie se define como el adsorbato y el material sobre el cual éste se acumula se define como el adsorbente.

La cantidad de adsorbato que se puede coleccionar en una unidad de área superficial es pequeña. Por esto se utilizan comúnmente adsorbentes porosos que tengan una amplia área superficial.

A partir de las curvas de avance se obtiene una descripción de la velocidad de transferencia de masa al adsorbente. Estas curvas se logran pasando un fluido que contenga el adsorbato, a través de una columna llena con el adsorbente seleccionado y midiendo la concentración de salida.

El grado de adsorción depende de los siguientes factores fundamentalmente:

- La composición química del material adsorbente.
- Las condiciones superficiales del material adsorbente, incluyendo el área superficial expuesta (porosidad inclusive) y sus características físicas y geométricas.
- La naturaleza del material que se desea adsorber.
- La temperatura.
- El tiempo de contacto adsorbato-adsorbente.
- Relación volumétrica solución de adsorbato respecto al volumen de la columna de adsorbente.

2.4.1. Mecanismos de transferencia de masa en la adsorción

La transferencia del soluto hacia el adsorbente se controla por uno o por la combinación de los siguientes mecanismos:

- Transferencia de masa externa.
- Adsorción sobre la superficie del adsorbente.
- Transferencia de masa interna a través de la fase del fluido que ocupa los poros del adsorbente.
- Transferencia de masa interna a lo largo de las superficies sólidas de los poros del adsorbente.

2.4.2. Adsorbentes y proceso de adsorción

La mayor parte de los adsorbentes son materiales altamente porosos y la adsorción tiene lugar fundamentalmente en el interior de las partículas sobre las paredes de los poros en puntos específicos.

La separación se produce debido a que diferencias de peso molecular o de polaridad dan lugar a que algunas moléculas se adhieren más fuertemente a la superficie que otras. En muchos casos el componente que se adsorbe (adsorbato) se fija tan fuertemente que permite una separación completa de dicho componente desde un fluido sin apenas adsorción de otros componentes. El adsorbente puede regenerarse con el fin de obtener el adsorbato en forma concentrada o prácticamente pura.

La adsorción a partir de una fase líquida se utiliza para separar componentes orgánicos de aguas residuales, impurezas coloreadas de disoluciones de azúcar y aceites vegetales, así como también agua de líquidos orgánicos. La adsorción se utiliza también para recuperar productos de reacción que no son fácilmente separables por destilación o cristalización.

La selección de un adsorbente incluye una consideración del área superficial, así como del tipo de soluto y solvente que actúa en proceso de adsorción, ya que éstos se relacionan con los tipos de enlaces que se forman entre el sólido y el fluido. Dependiendo de dichos enlaces, la adsorción se describe ya sea como física o química.

La adsorción física se presenta cuando el adsorbato se adhiere a la superficie mediante fuerzas de Van der Waals (fuerzas de dispersión o coulómbicas). Durante el proceso de adsorción se libera una cantidad de calor, llamada calor de adsorción. Por lo tanto, la cantidad de materia adsorbida aumenta conforme disminuye la temperatura de adsorción. La naturaleza de las fuerzas de adsorción física es tal que se acumularán capas múltiples de adsorbato (coalescencia) sobre la superficie del adsorbente.

2.4.2.1. Resinas fenólicas como adsorbentes

Los adsorbentes comúnmente se clasifican según el tipo de estructura y las características de adsorción de agua. Los adsorbentes estructurados se benefician de su estructura cristalina y/o de sus propiedades de tamizado molecular. Según las características de adsorción del agua, pueden clasificarse como hidrófobos (superficie no polar) o hidrofílicos (superficie polar).

Las resinas fenólicas (también aminas fenólicas) son adsorbentes comunes que se utilizan en procesos de decoloración y deodorización de disoluciones. La Tabla III muestra valores característicos de las propiedades físicas de este tipo de adsorbentes.

Tabla III. **Propiedades físicas de las resinas fenólicas**

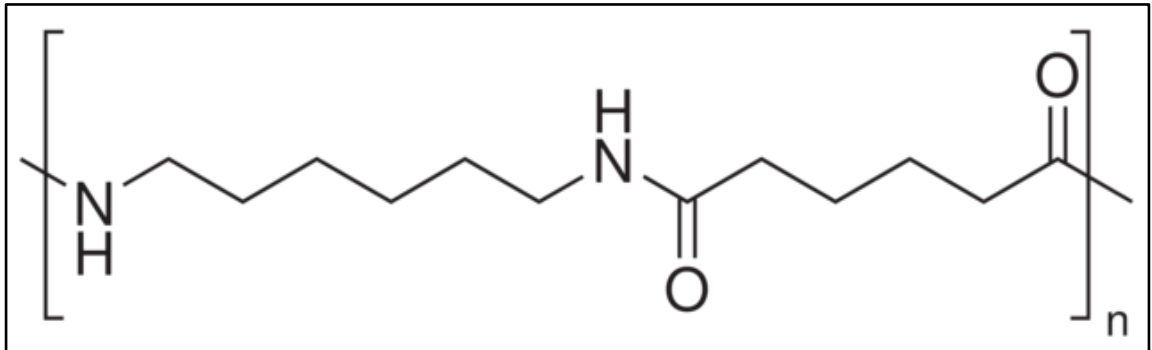
Forma de las partículas	Gránulos
Rango de tamaño (diámetro en mm)	1,19 – 0,297
Porosidad interna (%)	45
Densidad seca aparente (kg/L)	0,42
Área superficial (km ² /kg)	0,08 – 0,12
Capacidad de sorción (kg/kg)(seco)	0,45 – 0,55

Fuente: PERRY. Manual del Ingeniero Químico. Tabla 16.5.

2.4.2.1.1. Nylon 66

El Nylon 66 es un polímero artificial que pertenece al grupo de las poliamidas. Resulta como producto de la reacción de ácido adípico (diácido) con hexametilenediamina (diamina).

Figura 6. Estructura molecular del Nylon 66



Fuente: SIGMA-ALDRICH. Nylon 6/6 pellets.

<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/429201>.

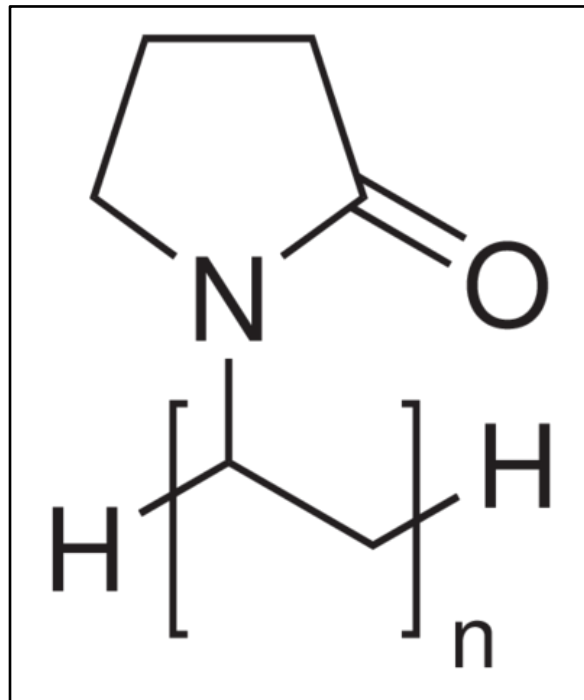
Consulta: 15 de febrero de 2012.

2.4.2.1.2. Polivinil-Polipirrolidona (PVPP)

La polivinil-pirrolidona se fabrica por polimerización de la N-vinil-2-pirrolidona en presencia de diversos catalizadores (por ejemplo hidróxido de sodio). Es un polvo ligero, entre blanco y blanco crema, insoluble en el agua y en los solventes orgánicos, e insoluble en los ácidos minerales fuertes y álcalis.

Adsorbe selectivamente los compuestos fenólicos por formación de puentes de hidrógeno entre el grupo hidroxifenólico y el enlace amida de la PVPP.

Figura 7. Estructura molecular de la Polivinil-Polipirrolidona (PVPP)



Fuente: SIGMA-ALDRICH. mPoly(vinylpyrrolidone) ~110 μm particles.

<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/fluka/77627>. Consulta: 15 de febrero de 2012.

2.4.3. Equilibrios e isothermas de adsorción

La isoterma de adsorción es la relación de equilibrio entre la concentración en la fase fluida y la concentración en las partículas de adsorbente a una temperatura determinada. Para líquidos la concentración se expresa habitualmente en unidades de masa, tales como partes por millón. La concentración de adsorbato sobre el sólido viene dada como masa adsorbida por unidad de masa de adsorbente original.

Existen varios tipos de isothermas, entre las que se pueden distinguir las lineales, las favorables y desfavorables. La isoterma lineal pasa por el origen de coordenadas y la cantidad adsorbida es proporcional a la concentración en el fluido. Las isothermas que son convexas hacia arriba se denominan favorables, debido a que puede obtenerse una carga relativamente elevada del sólido para una baja concentración en el fluido.

La isoterma de Langmuir se describe con la siguiente ecuación:

$$W = \frac{b \cdot c}{1 + K \cdot c} \quad [\text{Ecuación 1}]$$

Donde W es la carga de adsorbato, c es la concentración en el fluido y b y K son constantes. Esta isoterma es del tipo favorable; cuando $K \cdot c \gg 1$, la isoterma es altamente favorable, mientras que cuando $K \cdot c < 1$ la isoterma es prácticamente lineal. La isoterma de Langmuir, a pesar de tener una base teórica sencilla, no permite ajustar bien un elevado número de sistemas de adsorción física.

La ecuación empírica de Freundlich (ecuación 2, donde $m < 1$), conduce generalmente a un mejor ajuste, especialmente para la adsorción a partir de líquidos.

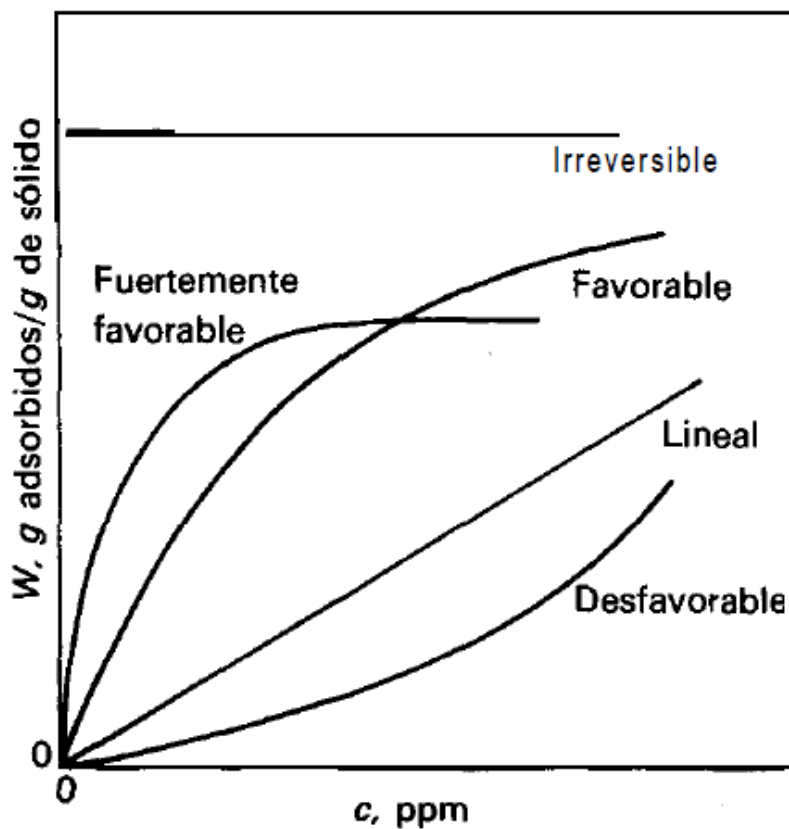
$$W = b \cdot c^m \quad [\text{Ecuación 2}]$$

El caso límite de una isoterma muy favorable es la adsorción irreversible, donde la cantidad adsorbida es independiente de la disminución de concentración hasta valores muy bajos. Todos los sistemas presentan una disminución de la cantidad adsorbida al aumentar la temperatura y el adsorbato puede desorberse aumentando la temperatura.

Una isoterma que es cóncava hacia arriba recibe el nombre de desfavorable debido a que se obtienen cargas del sólido relativamente bajas y a que conducen a largas zonas de transferencia de materia en el lecho.

La figura 8 muestra ilustra el comportamiento gráfico entre la carga de adsorbato en función de la concentración de la solución, para cada tipo de isoterma.

Figura 8. Tipos de isotermas de adsorción



Fuente: MCCABE, Smith. *et al.* Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. p 891.

2.4.4. Fundamentos de la adsorción dinámica

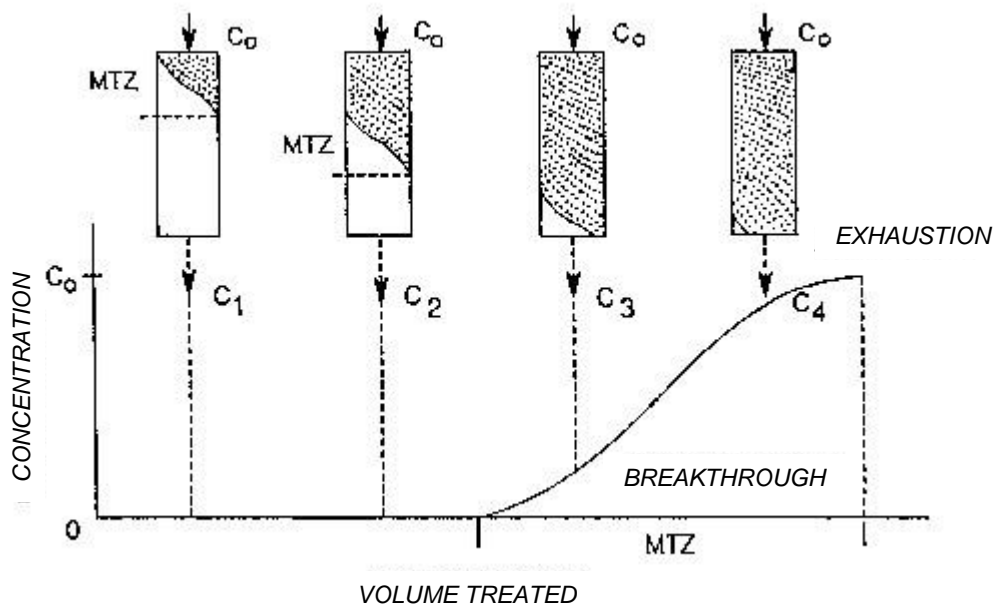
El análisis de adsorbentes de lechos fijos se basa en la construcción de las curvas de concentración del efluente a la salida de la columna en función del tiempo y los ciclos de adsorción, los cuales son función de la geometría del adsorbente y de las condiciones de operación (caudal, temperatura, tiempo de residencia).

La curva de concentración del efluente en función del tiempo se obtiene haciendo fluir un fluido que contenga un soluto adsorbible con una concentración inicial C_0 a través de un lecho fijo con un adsorbente limpio o regenerado. Como el flujo de dicho fluido continúa, el lecho se llega a saturar en una posición determinada y se establece una distribución de la concentración dentro del lecho como se muestra en la figura 9. Esta figura muestra el agotamiento durante el uso de una columna. En el punto C3 la columna empieza a saturarse y cerca del punto C4 la columna ya no tiene capacidad de adsorción.

Cuando el líquido con el adsorbato disuelto fluye a través de una columna de adsorción, el soluto se separará gradualmente y el efluente va disminuyendo su concentración progresivamente. Se forma una zona de transición en la cual la concentración de soluto varía desde un máximo, al final de la zona, hasta prácticamente cero en la parte inicial de la misma. Esta zona es la porción activa de la columna, y se denomina zona de adsorción. El movimiento progresivo de esta zona de adsorción puede verse mediante la representación de las llamadas curvas de rotura (figura 10).

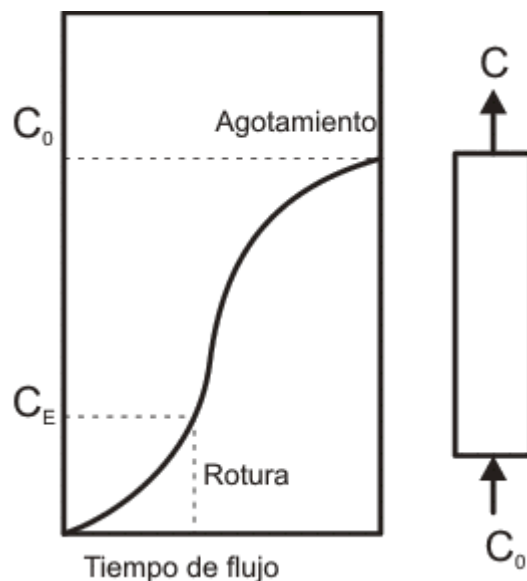
Las ordenadas de una curva de rotura corresponden a la concentración del efluente, y las abscisas corresponden a la duración del flujo a través de la columna; por ejemplo, en horas de flujo. Con frecuencia las abscisas se expresan también en función de los volúmenes de lecho de flujo total; por ejemplo, en cientos de volúmenes de lecho (BV).

Figura 9. Frente de onda de adsorción



Fuente: METCALF, Eddy. *Wastewater Engineering*. p 317.

Figura 10. Curva de rotura para una columna de adsorción



Fuente: curvas de Rotura. Textos Científicos. <http://www.textoscientificos.com/quimica/carbon-activo/curvas-rotura>. Consulta: 15 de febrero de 2012.

Normalmente, la operación de una columna de adsorción no se prolonga hasta su agotamiento. Puede decidirse parar la operación cuando la concentración del efluente alcanza un valor dado. Esta concentración se denomina concentración de rotura (C_E). Si la concentración del efluente alcanza el valor de rotura y ésta corresponde a un tiempo de flujo que dista mucho del correspondiente a la concentración del soluto en el efluente (tiempo necesario para el agotamiento), no resulta económico en esas condiciones enviar el contenido de la columna a la sección de regeneración. Se evita este inconveniente utilizando varias columnas operando en serie, de forma que el efluente de una columna sea la alimentación de la siguiente.

En la mayoría de las ocasiones, la adsorción se realiza en columnas sin que se establezcan las condiciones de equilibrio ni de estado estacionario. La capacidad de adsorción obtenida en ensayos discontinuos en condiciones de equilibrio no puede aplicarse a la operación en columnas.

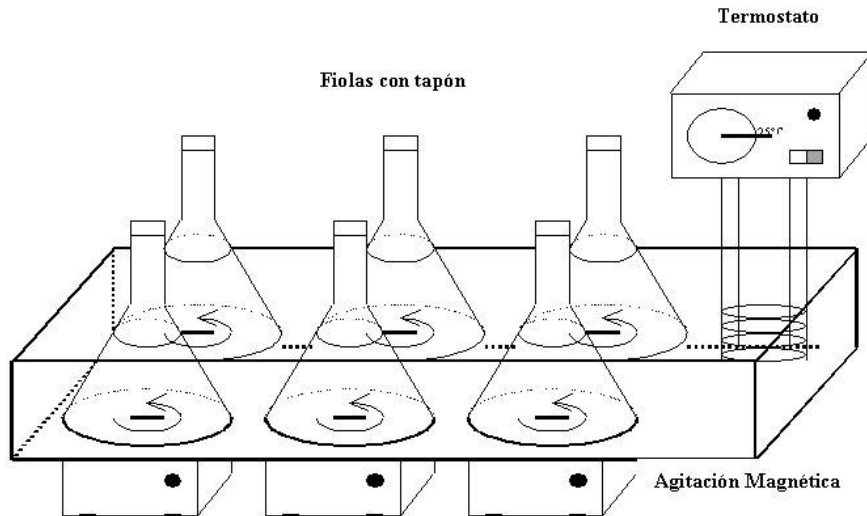
2.4.5. Adsorción en sistemas intermitentes

La recuperación de un soluto por adsorción también puede realizarse en sistemas intermitentes a nivel laboratorio poniendo en contacto el adsorbente con la fase líquida en vasos de precipitado a una temperatura dada y un nivel de agitación controlado. Después de un tiempo de contacto establecido, pueden utilizarse parámetros cualitativos para determinar la saturación del adsorbente y proceder a filtrar la solución. Después del filtrado, el adsorbente puede lavarse con un solvente afín al soluto que se pretende recuperar para recuperar el producto. La figura 10 ilustra el equipo que puede utilizarse para el proceso de adsorción en sistemas intermitentes a nivel laboratorio.

A nivel industrial los tanques agitados se utilizan para poner en contacto ambas fases móviles (el adsorbente y la solución con adsorbato). A la salida del tanque se utiliza una unidad de filtración para separar la resina, y posteriormente se lava la resina para recuperar el soluto adsorbido.

En el trabajo de investigación se evaluarán las dos alternativas para delimitar factores favorables y desfavorables de las técnicas de adsorción en lecho fijo de adsorbente (columna) y en lecho suspendido de adsorbente (tanque agitado). Esto con el fin de determinar qué operación unitaria será más adecuada a nivel industrial para el tratamiento de los efluentes de *Nejayote*.

Figura 11. Sistema intermitente de adsorción



Fuente: la adsorción de micropoluentes orgánicos sobre carbón activo en el tratamiento de agua potable. <http://tierra.rediris.es/hidrored/ebooks/ripda/contenido/capitulo06.html>.
Consulta: 15 de febrero de 2012.

2.5. Técnicas analíticas instrumentales

Las técnicas analíticas son métodos que utiliza la Química Analítica para la caracterización de la materia. Los métodos instrumentales están basados en interacciones materia-energía y utilizan un instrumento más o menos complejo para evaluar una propiedad física o físico-química del sistema objeto de análisis.

2.5.1. Microscopía electrónica de barrido

En la microscopía electrónica de barrido la muestra se irradia con un haz electrónico enfocado muy precisamente que emite varias clases de electrones y otros tipos de radiación de una porción de la muestra. La intensidad de estas radiaciones (señales) depende de la forma y de la composición química del objeto irradiado. Estas señales se registran en un monitor que produce una imagen con una notable impresión tridimensional.

Ésta técnica pone de manifiesto la topografía superficial de una muestra con una claridad y profundidad de campo que no es posible obtener por otro método. Los microscopios electrónicos sólo pueden ofrecer imágenes en blanco y negro puesto que no utilizan la luz.

Para obtener una imagen por microscopía electrónica, la superficie de una muestra sólida es barrida según un modelo raster con un haz de electrones muy fino. Un raster es un un modelo de barrido similar al utilizado en un tubo de rayos catódicos en el que un haz de electrones barre la superficie en línea recta, vuelve a la posición inicial y es desplazado hacia abajo una distancia establecida. Este proceso se repite hasta que el área deseada de la superficie ha sido barrida.

Al barrer la superficie con una pistola de electrones de energía elevada se producen diversos tipos de señales. Estas señales incluyen electrones retrodispersados, secundarios y de Auger, además, fluorescencia de rayos X y otros fotones de diversas energías.

2.5.2. Espectroscopía infrarroja

La región infrarroja del espectro incluye la radiación con longitudes de onda comprendidas entre los 12 800 y los 10 centímetros a la menos 1. La espectroscopía infrarroja tiene grandes aplicaciones en el análisis cualitativo y cuantitativo, sobre todo en la identificación de compuestos orgánicos, que por lo general presentan espectros complejos en el infrarrojo medio.

Por lo general, la radiación infrarroja no es suficientemente energética como para producir las transiciones electrónicas que se dan cuando se trabaja con radiación UV y visible. Por lo tanto, se limita a la identificación de especies moleculares para las cuales existen pequeñas diferencias de energía entre los distintos estados vibracionales y rotacionales.

Para absorber radiación infrarroja, una molécula debe experimentar un cambio neto en el momento dipolar como consecuencia de su movimiento de vibración o de rotación. Solo en estas circunstancias, el campo eléctrico alternante de la radiación puede interactuar con la molécula, y causar así cambios en la amplitud de alguno de sus movimientos.

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Variables

Las variables del trabajo de investigación se clasificaron como variables de control, variables independientes y variables respuesta. Las variables de control se refieren a los parámetros que, pudiendo tener diversos valores asignados, se mantuvieron en ciertos rangos o valores puntuales controlados, para monitorear las variables independientes y dependientes. Las variables independientes se refieren a aquellos parámetros de los que dependen directamente los resultados, y las variables respuesta son precisamente dichos resultados.

3.1.1. Variables de control

La tabla IV muestra una descripción de las variables de control en el proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales. La tabla V muestra una descripción de las variables de control en el proceso de recuperación de ácido ferúlico por adsorción. La tabla VI muestra una descripción de las variables de control en el proceso de caracterización del ácido ferúlico recuperado.

Tabla IV. **Variables de control en el proceso de nixtamalización**

No.	Variable	Unidades	Descripción
1	Masa de granos de maíz	kg	Se trabajó con lotes de 1 kg de maíz blanco para procesarlos y obtener el licor de <i>Nejayote</i> .
2	Volumen de agua	L	Para cada lote se utilizaron 2 L de agua para la cocción alcalina.
3	Concentración de hidróxido de calcio	% (p/p)	Se trabajó con una concentración de 1% (p/p).
4	Temperatura de cocción	°C	Se trabajó con una temperatura de 90°C.
5	Tiempo de cocción	min	Se trabajó con tiempos de cocción de 23 min. por lote.
6	Tiempo de reposo	h	Después del tiempo de cocción se requiere un tiempo de reposo de aproximadamente 16 h.

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Variables de control en la recuperación de ácido ferúlico**

No.	Variable	Unidades	Descripción
1	pH	adimensional	Se necesita acidificar el licor de Nejayote hasta un pH = 4.
2	Masa de fase fija (resina)	g/L	Se utilizaron 2 tipos de resinas de poliamidas no patentadas, y 3 dosificaciones para cada una.
3	Volumen de fase móvil (Nejayote)	L	Se fijó un volumen determinado para la recuperación por lotes.
4	Tamaño de partícula de adsorbentes	mm, μ m	Pellets de tamaño x mm promedio, y partículas de tamaño y μ m promedio.
5	Tiempo de lavado de resina con solvente	s	Tiempo necesario para que, por descenso en polaridad del solvente, se debiliten las interacciones polímero-adsorbato, para desligar el ácido ferúlico y solubilizarlo en el solvente.

Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. **Variables de control en la caracterización del ácido ferúlico**

No.	Variable	Unidades	Descripción
ESPECTROSCOPIA INFRARROJA			
1	Longitud de onda	cm ⁻¹	Se trabajará con intervalos de 400 – 4000 cm ⁻¹ .
2	Resolución	cm ⁻¹	Se trabajará con una resolución de 4 cm ⁻¹ .

Fuente: elaboración propia.

3.1.2. Variables independientes y variables respuesta

Como variables independientes del trabajo de investigación se consideran principalmente las dosificaciones de resina adsorbente en el proceso de recuperación de ácido ferúlico, y la variedad de maíz utilizada en el proceso de nixtamalización.

Se fijaron tres valores de dosificación, para los cuales se obtuvieron distintos rendimientos de recuperación, los cuales se consideran variables respuesta. Asimismo, se evaluaron cuatro diferentes variedades de maíz y se obtuvieron igualmente rendimientos distintos, así como características fisicoquímicas diferentes para el ácido recuperado a partir de cada variedad.

3.2. Delimitación del campo de estudio

La delimitación del campo de estudio, se refiere a la clasificación del trabajo de investigación según el área, la industria, el proceso y la etapa del proceso en que se enfoca el estudio.

- Área: aprovechamiento de residuos industriales.
- Industria: nixtamalización de maíz blanco.
- Proceso: aprovechamiento de los constituyentes presentes en las aguas residuales del proceso de nixtamalización (*Nejayote*).
- Etapa del proceso: recuperación y purificación del ácido ferúlico por medio de resinas de adsorción.

3.2.1. Materia prima

Se utilizaron cuatro especies de maíces blancos comerciales (*Zea Mays* L.), dos criollos y dos híbridos, adquiridos en un mercado de la ciudad de Querétaro, México. Se almacenaron a 4 grados Celsius, a una humedad relativa de 65 – 100 por ciento previo a ser procesados. Para la cocción del maíz se utilizó cal hidratada (hidróxido de calcio) Ca(OH)_2 ; para obtener el licor de cocción (*Nejayote*) y evaluar los rendimientos de recuperación de ácido ferúlico.

3.2.2. Reactivos en el proceso de adsorción y desorción

Se utilizaron dos resinas de poliamidas como adsorbentes. Se seleccionaron el Nylon 66 y el PVPP (Polivinilpolipirrolidona), por la afinidad que tienen hacia adsorber compuestos fenólicos por su naturaleza química. Para el proceso de desorción se utilizó un solvente de baja constante dieléctrica, el acetato de etilo; en el cual el ácido ferúlico es preferiblemente soluble.

3.2.3. Recursos humanos disponibles

Los recursos humanos disponibles, se refieren a las personas que desempeñan el trabajo de investigación, que participan como asesores y ejecutores del proyecto.

- Investigadora: Br. María Fernanda Terraza Pira
- Asesor CINVESTAV: Dr. Juan de Dios Figueroa Cárdenas
- Asesor Escuela de Ingeniería Química, USAC: Ing. César Alfonso García

3.2.4. Recursos materiales disponibles

Los recursos materiales disponibles, se refieren a las instalaciones (laboratorios), equipo, reactivos, materiales e insumos con los que fue posible realiza el trabajo de investigación.

3.2.4.1. Localización

El trabajo de investigación se realizó en los laboratorios del Centro de Investigación y Estudios Avanzados (CINVESTAV) Unidad Querétaro, estando disponibles los laboratorios de propiedades estructurales y microscopía, propiedades fisicoquímicas, y procesamiento de materiales orgánicos.

3.2.4.2. Equipo

Dentro de los laboratorios disponibles para el desarrollo del trabajo de investigación, se cuenta con el equipo de laboratorio y análisis que muestra la tabla VII.

Tabla VII. **Equipo disponible para la investigación**

EQUIPO	MODELO	ESPECIFICACIONES
Hornos y estufas de Secado	—	Para el procesamiento de maíz.
Liofilizadora	Labconco freeZone	Vacío 0,090 mBar, cámara a -52°C.
Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental	ESEM; XL30 Philips	Utiliza un detector GSE y un haz de electrones de 20 kV.
Difractómetro de Rayos X	Rigaku (Dmax2100)	Monocromador de LiF
Espectrofotómetro	Perkin Elmer Spectrum GX	Con un accesorio <i>Easi Diff diffuse reflectance (Pike Technology model)</i>

Fuente: elaboración propia.

3.2.4.3. Reactivos y materiales

Los reactivos y materiales que se utilizaron en la etapa de preparación del *Nejayote*, recuperación de ácido ferúlico (adsorción y desorción), purificación y caracterización fueron los siguientes:

- Muestras de maíces blancos comerciales de endospermo duro y suave
- Hidróxido de calcio Ca(OH)_2
- Resinas de poliamidas (Nylon 66 y PVPP)
- Solventes orgánicos
- Bromuro de potasio KBr
- Reactivo de Follin
- Estándar de ácido ferúlico al 99 por ciento de pureza

3.3. Técnicas cuantitativas

Las técnicas cuantitativas se refieren a los métodos utilizados en el trabajo de investigación para el análisis fisicoquímico del *Nejayote*, y en los procesos de recuperación, purificación y caracterización del ácido ferúlico.

3.3.1. Técnicas cuantitativas de análisis fisicoquímico del *Nejayote*

Para el análisis fisicoquímico del *Nejayote* se utilizaron los métodos propuestos por la AACCC (American Association of Cereal Chemists) según lo muestra la tabla VIII.

Tabla VIII. **Técnicas cuantitativas de análisis del *Nejayote* a partir de los métodos de la AACC**

PARÁMETRO	MÉTODO	DESCRIPCIÓN
pH	02-52	Actividad del ion hidrógeno –pH-; método electrométrico. Para determinar la actividad de iones hidrógeno (pH) de harina y pan, galletas, pasteles y productos de pastelería que no liberan gases que pueden cambiar el pH, en suspensión en agua.
Humedad	44-19	Humedad; método de horno de convección (secado a 135°C). Este método se utiliza principalmente para determinar el contenido de humedad en el alimento. No se recomienda cuando la determinación de grasa se hizo sobre una misma muestra. El método no es aplicable a los materiales que contengan urea o altos contenidos de azúcar.
Cenizas	08-03	Ceniza total (método de 2 horas a 600 °C). Este método rápido determina cenizas (residuo inorgánico) contenido en los alimentos en aproximadamente 2 horas a una temperatura de 600 °C.
Fracción lipídica	30-25	Grasas crudas: en el trigo, maíz y harina de soja y alimentos mixtos. De la muestra seca se extrae por <i>Soxhlet</i> o extracción continua (<i>Goldfish</i>), utilizando éter de petróleo como disolvente. Se evapora el disolvente, y el residuo se seca hasta peso constante a 100°C.

Continuación de la tabla VIII.

		El residuo se expresa como % de grasa cruda o extracto de éter.
Proteínas	46-13	Proteína cruda; Método de Micro-Kjeldahl. Este método determina nitrógeno total en muestras muy pequeñas de material. La muestra se digiere, y el N se convierte en NH ₃ , que se destila y se titula.

Fuente: elaboración propia.

3.3.2. Medición del pericarpio de maíces crudos y nixtamalizados por microscopía electrónica de barrido

Se elaboraron pastillas de acrílico con granos incrustados de los maíces crudos y nixtamalizados que se utilizaron. Los granos nixtamalizados se secaron previamente para eliminar la humedad. Las pastillas de acrílico se cortaron transversalmente y se pulieron para observar la capa de pericarpio al microscopio electrónico de barrido. Utilizando el software ImageJ se midió el pericarpio de las imágenes obtenidas en el microscopio.

3.3.3. Técnica cuantitativa de recuperación de ácido ferúlico

El líquido de cocimiento se acidificó a pH menor de 4 utilizando una solución de ácido clorhídrico al 30 por ciento. El *Nejayote* acidificado se centrifugó a 2500 revoluciones por minuto durante 12 minutos para precipitar los sólidos en suspensión.

El sobrenadante se puso en contacto con la resina para adsorber el ácido ferúlico, en un tanque bajo agitación constante. Se evaluaron tres distintas dosificaciones de ambas resinas, tal como lo muestra la tabla IX. De la resina se des-adsorbió el ácido ferúlico con acetato de etilo, a una temperatura de 40 grados Celsius bajo agitación constante.

El solvente se filtró y se evaporó hasta sequedad. El residuo sólido se lavó con éter y hexano para recristalizar el ácido ferúlico y disolver el material ceroso que se adsorbió junto con el ácido ferúlico. El ácido ferúlico purificado se filtró y se cuantificó.

Tabla IX. **Dosificaciones de resinas evaluadas**

Dosificación 1 (1:30)	5 g resina / 150 ml Nejayote
Dosificación 2 (1:15)	10 g resina / 150 ml Nejayote
Dosificación 3 (1:10)	15 g resina / 150 ml Nejayote

Fuente: elaboración propia.

3.3.4. Cuantificación de ácido ferúlico por el método de Folin-Ciocalteu (FC)

Este ensayo consiste en que los compuestos fenólicos de la muestra se oxidan por el reactivo Folin-Ciocalteu el cual está formado por mezcla de ácido fosfotúngstico ($H_3HW_{12}O_{40}$) y ácido fosfomolibdico ($H_3PMo_{12}O_{40}$) que se reduce, por acción de los fenoles, en una mezcla de óxidos azules de tungsteno (W_8O_{23}) y de molibdeno (Mo_8O_{23}). La oxidación de los fenoles presentes en la muestra causa la aparición de una coloración azul que presenta un máximo de

absorción a 750 nanómetros, y se cuantifica por espectrofotometría con base a una curva patrón de ácido ferúlico.

Se preparó una batería de soluciones de ácido ferúlico estándar por dilución. De cada solución se tomó 0,2 mililitros y se agregó 0,2 mililitros de reactivo Folin – Ciocalteu y se agitó. Luego se añaden mililitros de Na_2CO_3 al 7 por ciento, se agita y se agregan 2,6 mililitros de agua. Se dejó incubar por una hora, y se leyó la absorbancia a 750 nanómetros en el espectrómetro. De la misma manera se prepararon las diluciones de las muestras para determinar su concentración real de ácido ferúlico.

3.3.5. Técnicas instrumentales

Se trabajó con la técnica analítica instrumental de espectroscopía infrarroja para la identificación de grupos funcionales del ácido ferúlico recuperado comparado con un estándar al 99 por ciento de pureza.

3.3.5.1. Espectroscopía infrarroja

El espectro de transmisión infrarroja será obtenida utilizando un ATR (reflectancia totalmente atenuada) de diamante con prensa y de una sola reflexión. En el caso de los polvos de ácido ferúlico se analizarán después de haber permanecido 48 horas en un desecador que contenga sílica gel para evitar el intercambio de humedad con el ambiente. Se utilizarán 12 miligramos de polvo mezclados con 204 miligramos de bromuro de potasio. El espectro será medido con resolución de 4 centímetros a la menos 1 a un rango de longitud de onda de 400 – 4 000 centímetros a la menos 1. El espectro del bromuro de potasio se sustrae del espectro de la muestra.

3.4. Procesamiento de la información

La información recopilada mediante las técnicas cuantitativas utilizadas en cada etapa del trabajo de investigación, se procesó bajo criterios y ecuaciones matemáticas que condujeron a los resultados de la investigación.

3.4.1. Rendimiento de la recuperación de ácido ferúlico

El rendimiento en la recuperación de ácido ferúlico se calculará como la razón entre la masa de ácido ferúlico recuperada por adsorción y el volumen de *Nejayote* que se trató.

$$R = \frac{\text{masa}_{AF}}{\text{vol}_{NEJAYOTE}} \quad [\text{Ecuación 4}]$$

Donde: R = rendimiento de la recuperación [gramos/mililitro]
 masa_{AF} = masa de ácido ferúlico recuperado [gramos]
 $\text{vol}_{NEJAYOTE}$ = volumen de *Nejayote* tratado [mililitros]

3.4.2. Carga de ácido ferúlico adsorbido

La carga de ácido ferúlico adsorbido representa la cantidad másica de ácido ferúlico que la resina es capaz de adsorber. Se calcula como una razón entre la masa adsorbida y la masa de adsorbente utilizada.

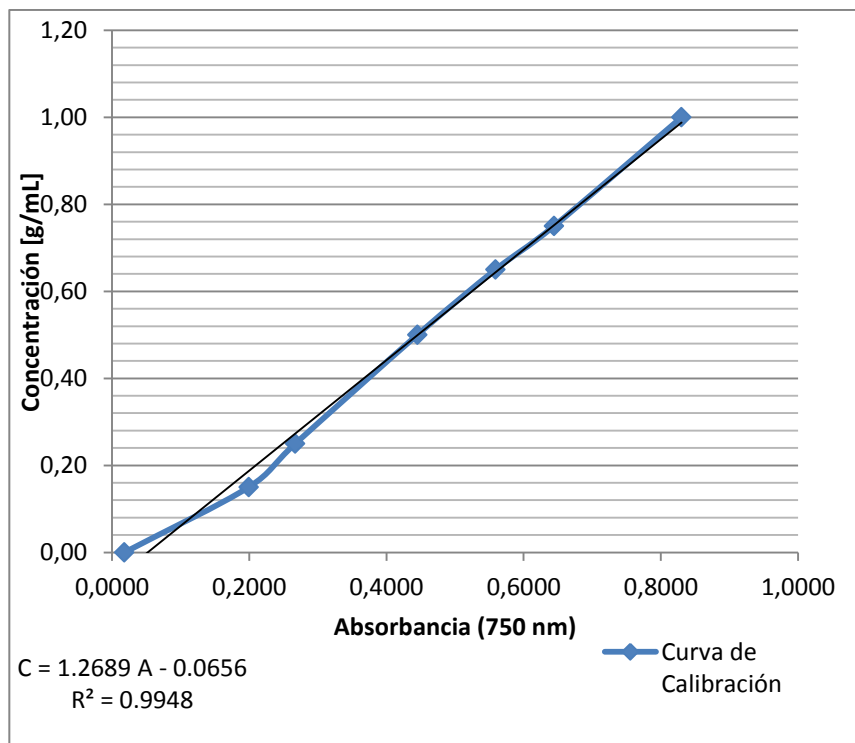
$$W = \frac{\text{masa}_{AF}}{\text{masa}_{RESINA}} \quad [\text{Ecuación 5}]$$

Donde: W = carga de adsorbato [adimensional]
 masa_{RESINA} = masa de resina utilizada [gramos]

3.4.3. Porcentaje de pureza de ácido ferúlico por método de Follin-Coteau

Según el método de Follin-Coteau, se elaboró una curva de calibración con la batería de soluciones estándar de ácido ferúlico. La curva representa la concentración en gramos de ácido ferúlico por mililitro, en función de la absorbancia a 750 nanómetros. Este es un ensayo que mide la pureza del material recuperado por medio de su capacidad antioxidante. La figura 12 muestra la curva de calibración obtenida y el modelo matemático respectivo.

Figura 12. **Curva de calibración y modelo matemático para la determinación de capacidad antioxidante por FC**



Fuente: elaboración propia.

4. RESULTADOS

4.1. Características fisicoquímicas del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales

Las características fisicoquímicas del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales se determinaron según los métodos de *American Association of Cereal Chemists* (AACC).

Se trabajó con cuatro variedades de maíz blanco, dos maíces criollos (Huimilpan y Celaya) y dos maíces híbridos (30G54 y H3745). Estos maíces se procesaron según el método tradicional bajo condiciones controladas según se explica en el marco metodológico. Los resultados para los parámetros medidos (pH, porcentaje de sólidos (%S), porcentaje de ceniza (%C), porcentaje de fracción lipídica (%FL), porcentaje de proteína (%P), porcentaje de fibra dietética total (%FDT), porcentaje de fibra insoluble (%FI) y porcentaje de fibra soluble (%FS), se muestran en la tabla X.

Tabla X. **Características fisicoquímicas del *Nejayote* del proceso tradicional de nixtamalización de 4 variedades de maíz**

PARÁMETRO	MAÍCES CRIOLLOS		MAÍCES HÍBRIDOS	
	Huimilpan	Celaya	30G34	H3745
pH	11,750 ± 0,03	11,670 ± 0,05	12,010 ± 0,03	11,680 ± 0,05
Sólidos (%)	3,574 ± 0,02	2,151 ± 0,04	3,429 ± 0,05	2,712 ± 0,07
Ceniza (%) *	27,974 ± 1,324	31,763 ± 2,409	30,189 ± 0,433	32,208 ± 0,934
Fracción Lipídica (%)*	0,552 ± 0,022	0,541 ± 0,000	0,326 ± 0,043	0,333 ± 0,012
Proteína (%)*	2,80 ± 0,279	2,054 ± 0,131	3,262 ± 0,280	3,492 ± 0,477
Fibra dietética total (%)**	54,363 ± 2,889	62,084 ± 1,132	59,371 ± 7,074	57,530 ± 1,071
Fibra insoluble (%)*	30,029 ± 0,805	32,842 ± 0,849	33,085 ± 4,426	30,912 ± 0,044
Fibra soluble (%)*	24,334 ± 2,08	29,242 ± 0,282	26,286 ± 2,647	26,617 ± 1,026

* Porcentaje del peso seco de los sólidos del *Nejayote*

** Fibra dietética total = Fibra soluble + Fibra insoluble

Fuente: elaboración propia.

4.2. Rendimiento de 2 resinas de adsorción en la recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales

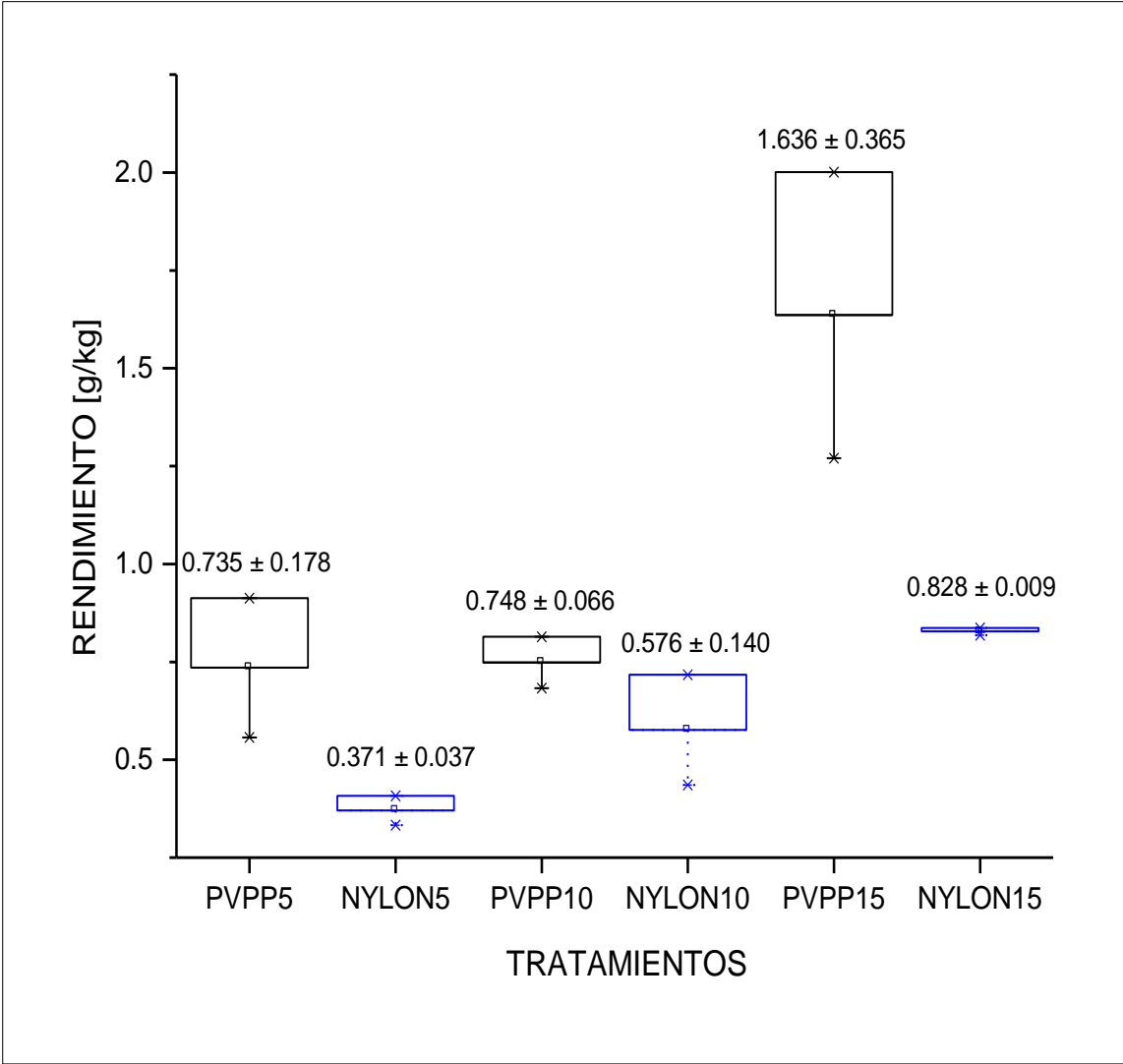
Se evaluaron dos poliamidas como resinas de adsorción en el proceso de recuperación de ácido ferúlico. Las resinas seleccionadas fueron el Nylon 66 y la Polivinil-Polipirrolidona (PVPP). Ambas resinas se evaluaron en tres dosificaciones distintas (según lo muestra la tabla IX), utilizando una variedad de maíz criollo (Celaya) y una variedad de maíz híbrido (30G54).

La figura 13 muestra los rendimientos obtenidos con cada resina y cada dosificación para la variedad criolla Celaya. La figura 14 muestra los rendimientos obtenidos con cada resina y cada dosificación para la variedad híbrida 30G54.

La figura 15 muestra una comparación entre los rendimientos que se obtuvieron para la especie criolla y la especie híbrida con las tres dosificaciones de PVPP. La figura 16 muestra una comparación entre los rendimientos que se obtuvieron para la especie criolla y la especie híbrida con las tres dosificaciones de Nylon 66.

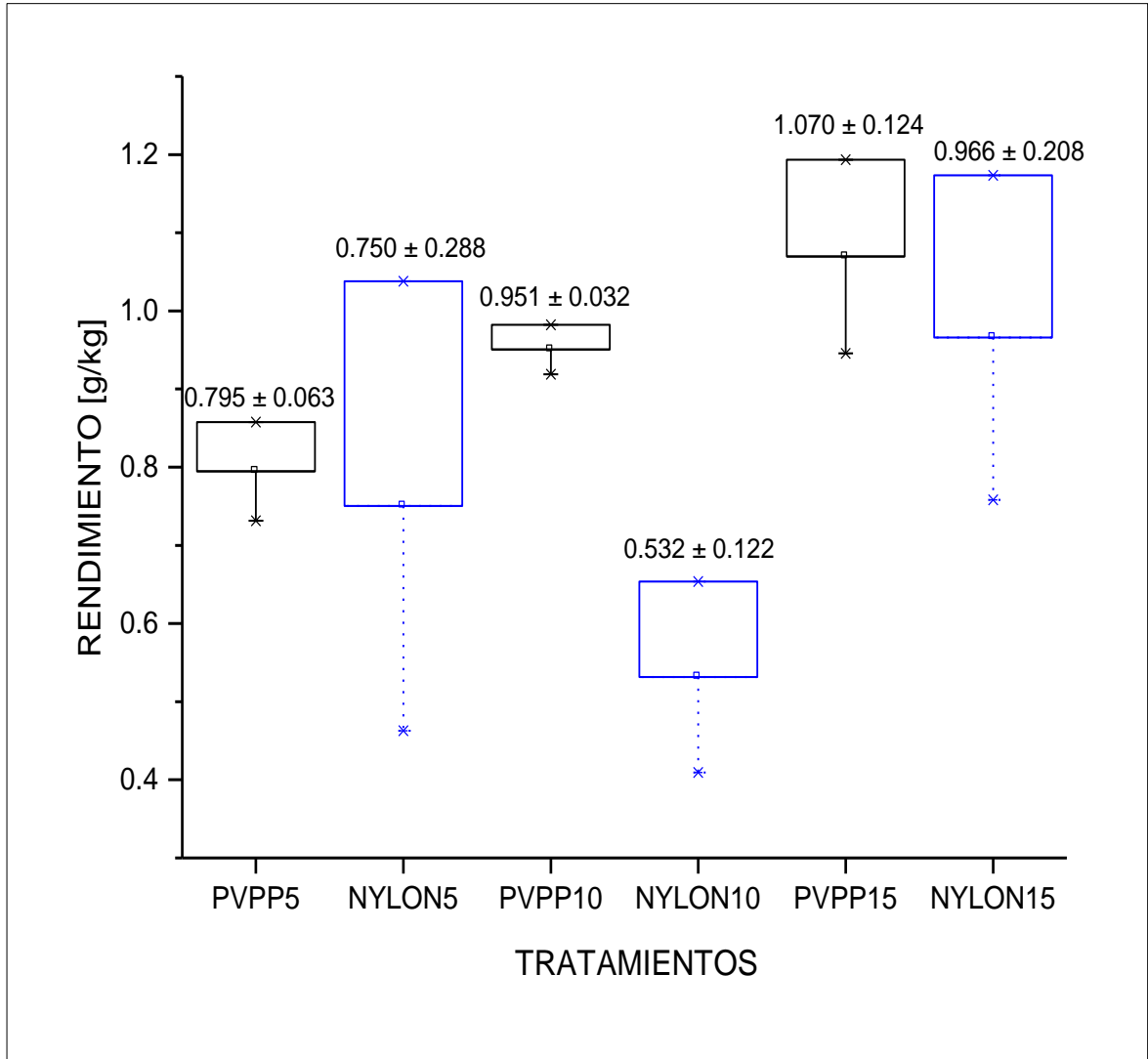
De los tratamientos evaluados, se eligió aquel que presentó un mayor rendimiento y se repicó el experimento para dos variedades más de maíz (criollo Huimilpan e híbrido H3745). El tratamiento con el mayor rendimiento fue en el que se empleó PVPP a una dosificación de 15 gramos de resina por cada 150 mililitros de *Nejayote*. La figura 17 muestra los rendimientos comparativos para las cuatro variedades de maíz, utilizando el tratamiento con el mayor rendimiento.

Figura 13. Rendimiento de ácido feúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] a partir del *Nejayote* del maíz criollo Celaya



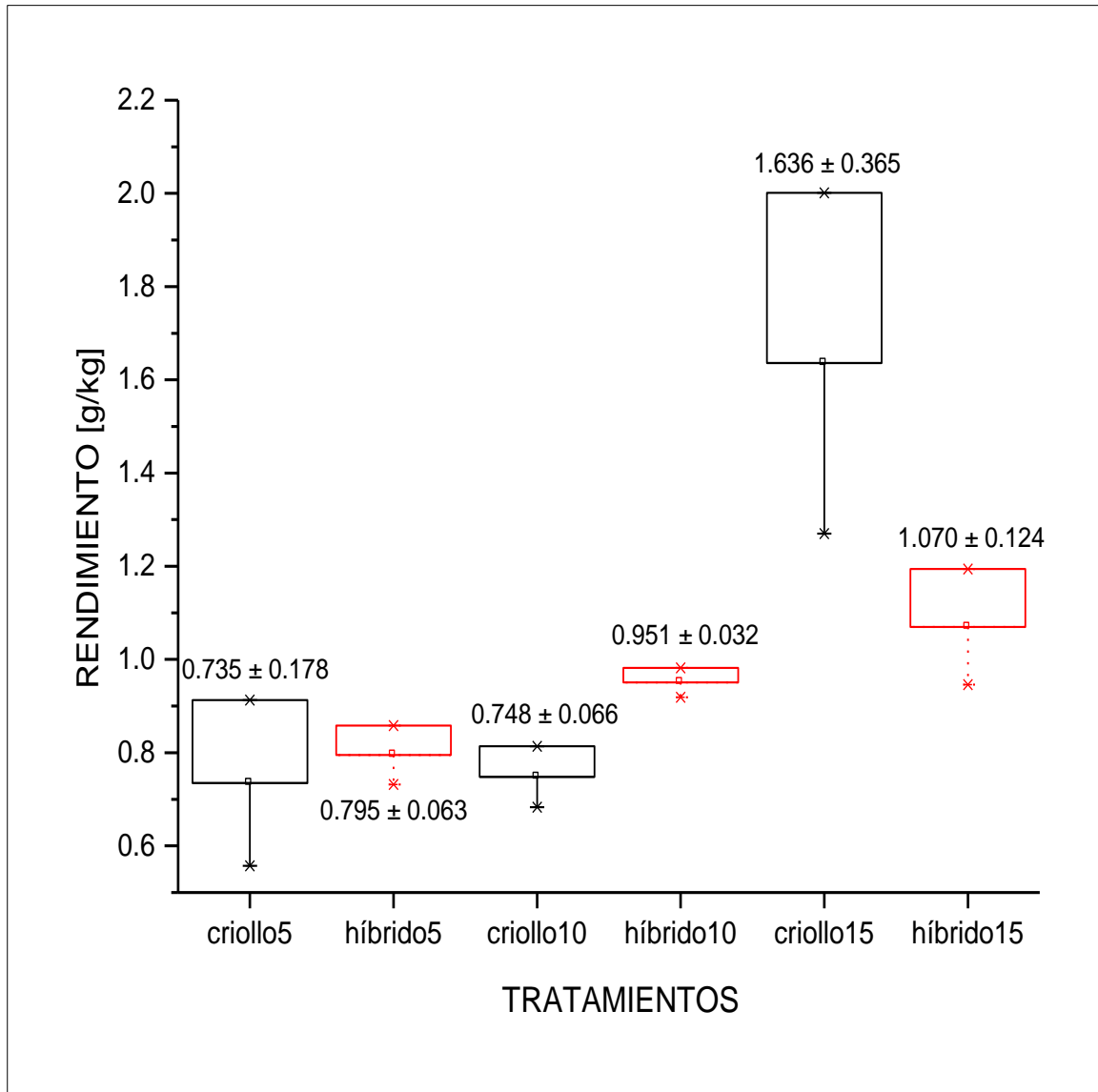
Fuente: elaboración propia.

Figura 14. Rendimiento de ácido feúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] a partir del *Nejayote* del maíz híbrido 30G54



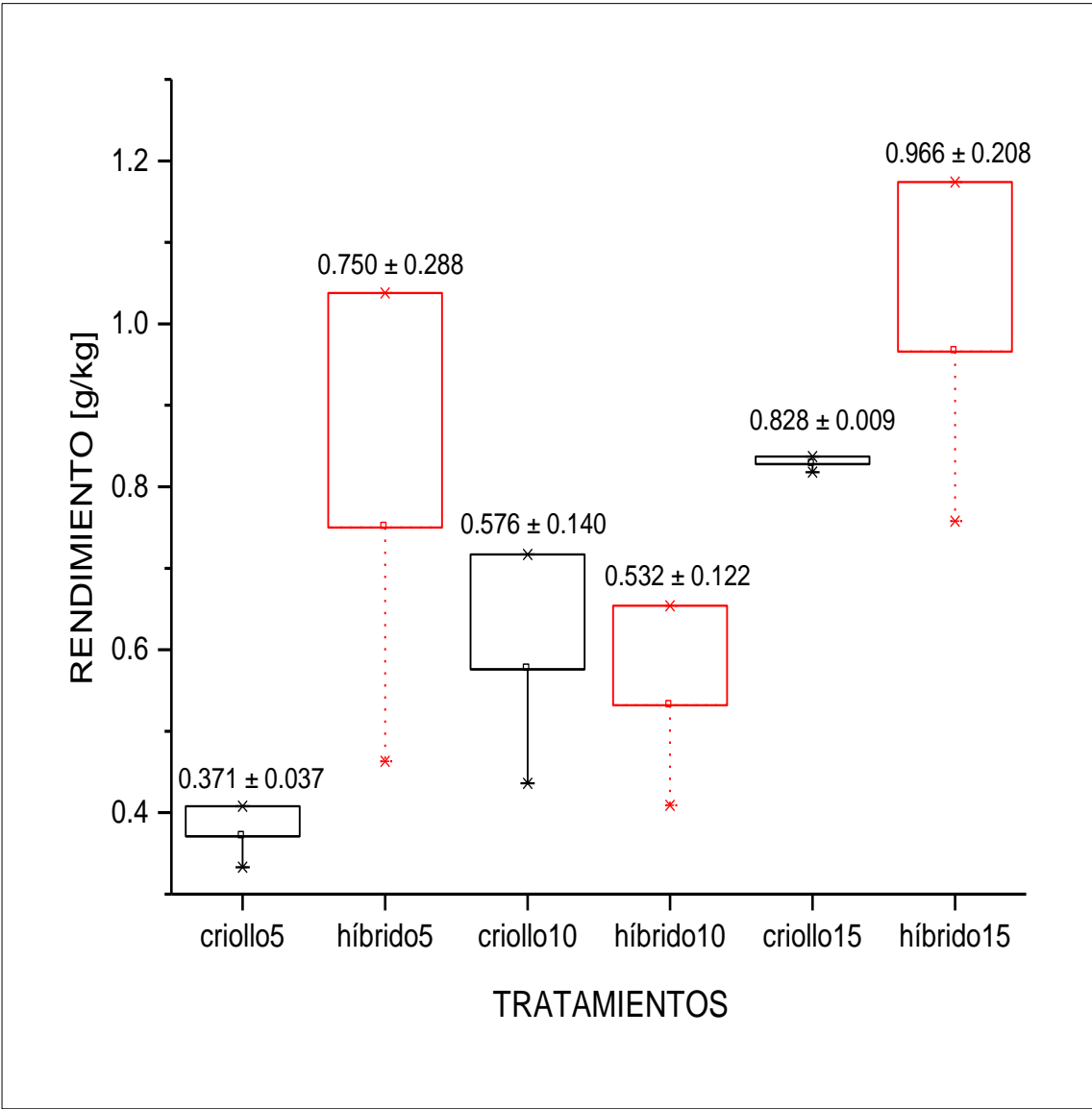
Fuente: elaboración propia.

Figura 15. Rendimiento de ácido feúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] de 2 variedades de maíz utilizando PVPP como resina adsorbente



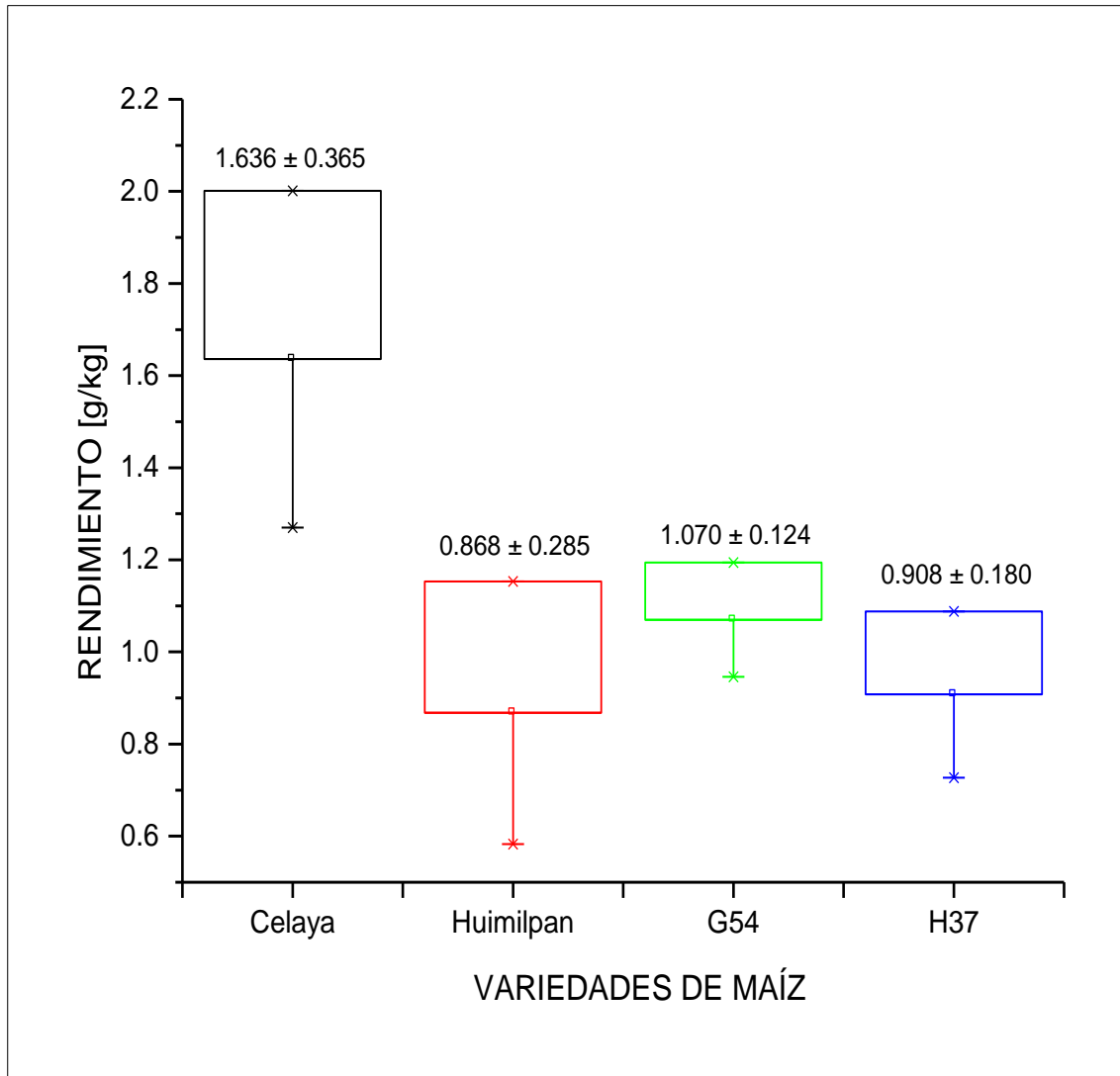
Fuente: elaboración propia.

Figura 16. Rendimiento de ácido feúlico de 2 variedades de maíz utilizando Nylon 66 como resina adsorbente



Fuente: elaboración propia.

Figura 17. Rendimiento de ácido feúlico [g ácido ferúlico / kg maíz] de 4 variedades de maíz utilizando el tratamiento óptimo



Fuente: elaboración propia.

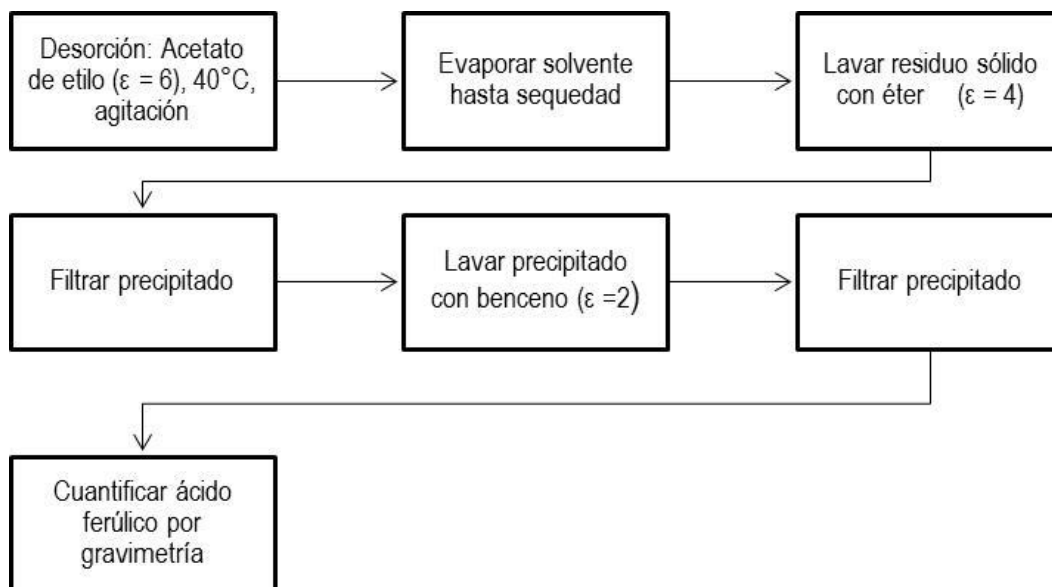
4.3. Procedimiento experimental para purificar el ácido ferúlico obtenido de la recuperación

Después de realizado el proceso de adsorción por medio de resinas, se determinó experimentalmente un procedimiento para la purificación del ácido ferúlico obtenido. Dicho procedimiento se presenta en la figura 18.

Como primer paso, se eligió el acetato de etilo como solvente de desorción por ser el solvente más afín al ácido ferúlico debido al valor de su constante dieléctrica ($\epsilon = 6$). Se fijó una temperatura de 40 grados Celsius y condición de agitación constante en el proceso de desorción para optimizar la transferencia de masa de ácido ferúlico de la resina hacia la fase móvil.

Seguidamente, el solvente se filtró y se evaporó hasta sequedad, obteniendo como resultado un sólido de aspecto ceroso. Se eligieron dos solventes con constantes dieléctricas más bajas para precipitar el ácido ferúlico del residuo ceroso y disolvieran las grasas que constituyen la contaminación del producto. Los solventes elegidos fueron éter ($\epsilon = 4$) en un primer paso de recristalización, y benceno ($\epsilon = 2$) en un segundo paso de recristalización. Después de cada etapa de recristalización, el ácido ferúlico precipitado se filtró y se cuantificó por gravimetría.

Figura 18. **Procedimiento experimental para purificar el ácido ferúlico**



Fuente: elaboración propia.

4.4. **Características del ácido ferúlico purificado**

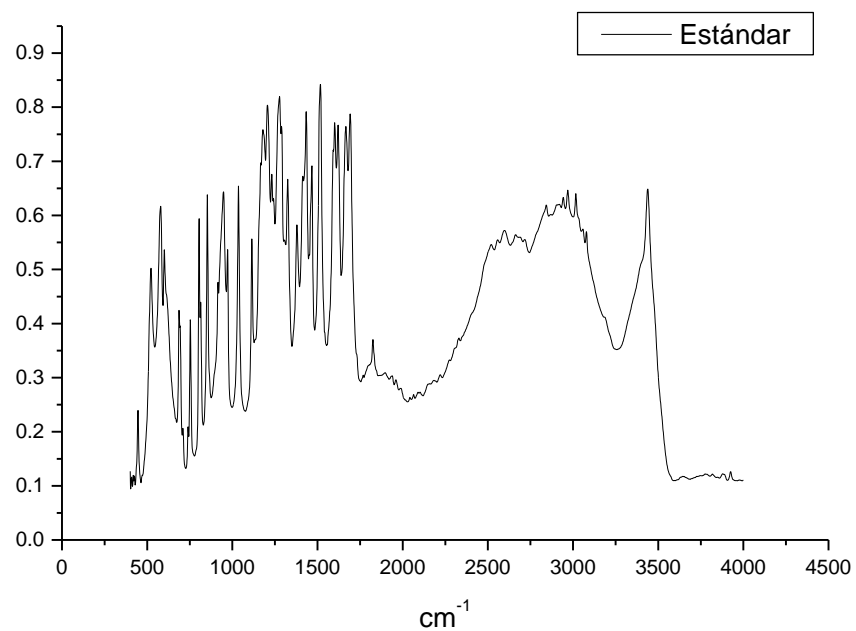
El ácido ferúlico purificado se sometió a un proceso de caracterización para la identificación de sus grupos funcionales con la técnica de espectroscopía infrarroja y la determinación de su capacidad antioxidante mediante el método de Follin Cicolteau (FC).

4.4.1. **Identificación de grupos funcionales**

La identificación de grupos funcionales del ácido ferúlico recuperado se realizó mediante la técnica instrumental de espectroscopía infrarroja, FT-IR por sus siglas en inglés (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*). Se comparó el espectro del ácido ferúlico estándar con los espectros obtenidos para el ácido ferúlico recuperado con cada variedad de maíz.

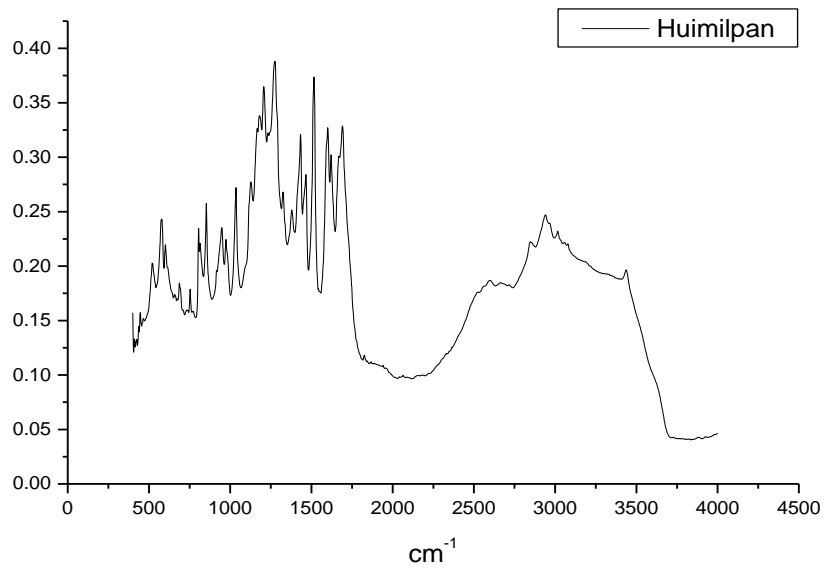
La identidad de la sustancia química se determinó por la comparación de la huella digital comparando el producto obtenido con el estándar. Los espectros obtenidos para el estándar, ácido ferúlico recuperado de las variedades Huimilpan, Celaya, 30G54 y H3745 se muestran en las figuras 19 a 23, respectivamente. La comparación de huellas del ácido ferúlico recuperado de cada variedad con respecto al estándar, se muestran en las figuras 24 a 27.

Figura 19. **Espectro infrarrojo del ácido ferúlico estándar**



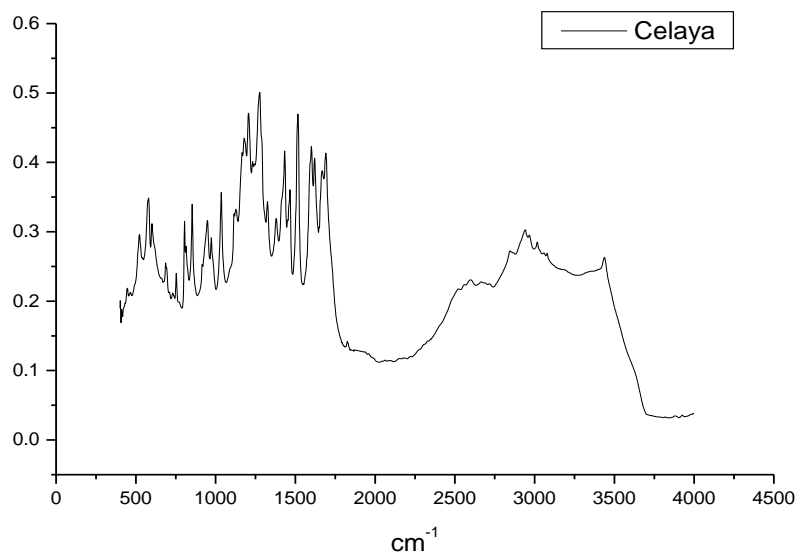
Fuente: elaboración propia.

Figura 20. **Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad Huimilpan**



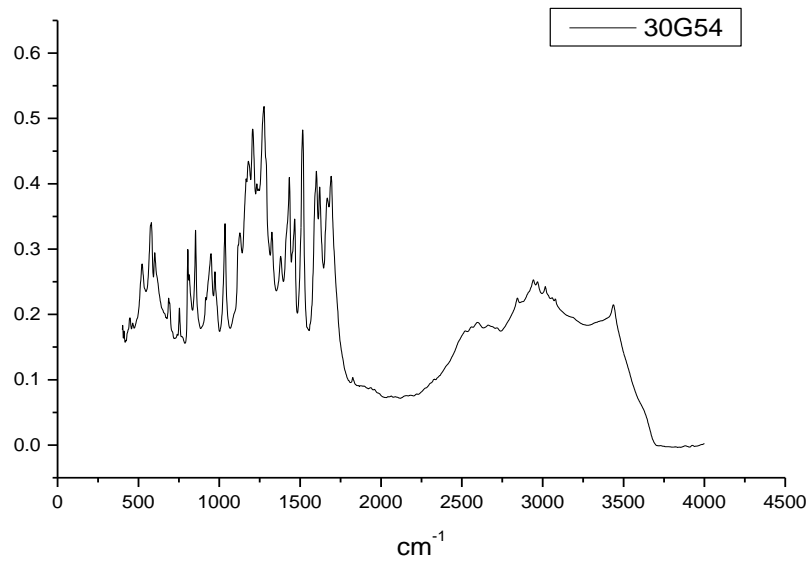
Fuente: elaboración propia.

Figura 21. **Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad Celaya**



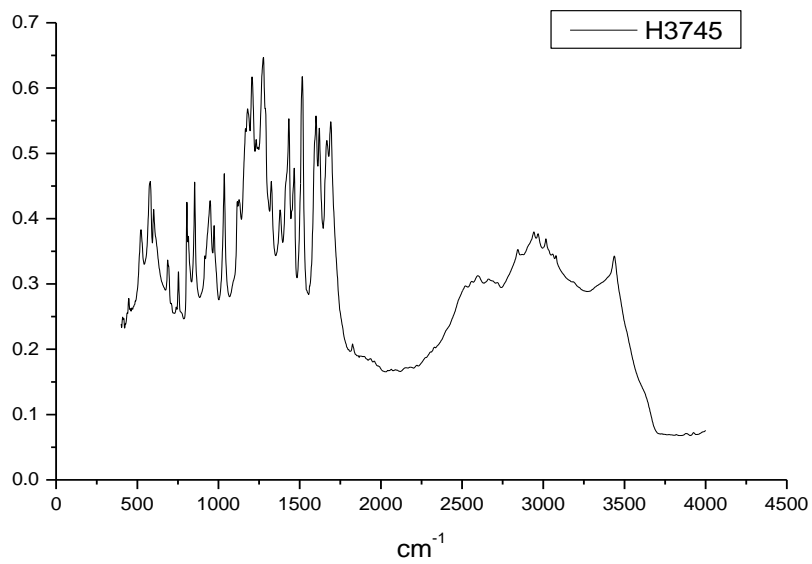
Fuente: elaboración propia.

Figura 22. **Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad 30G54**



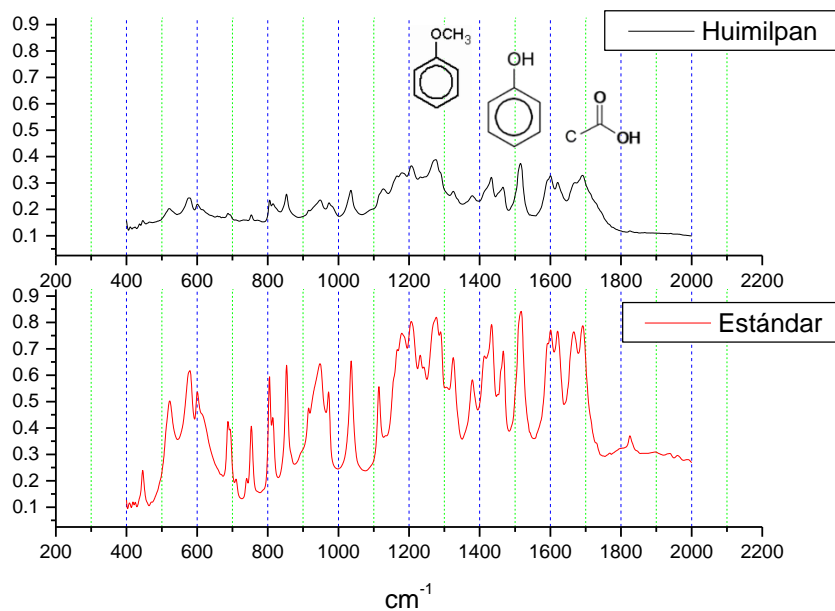
Fuente: elaboración propia.

Figura 23. **Espectro IR del ácido ferúlico de la variedad H3745**



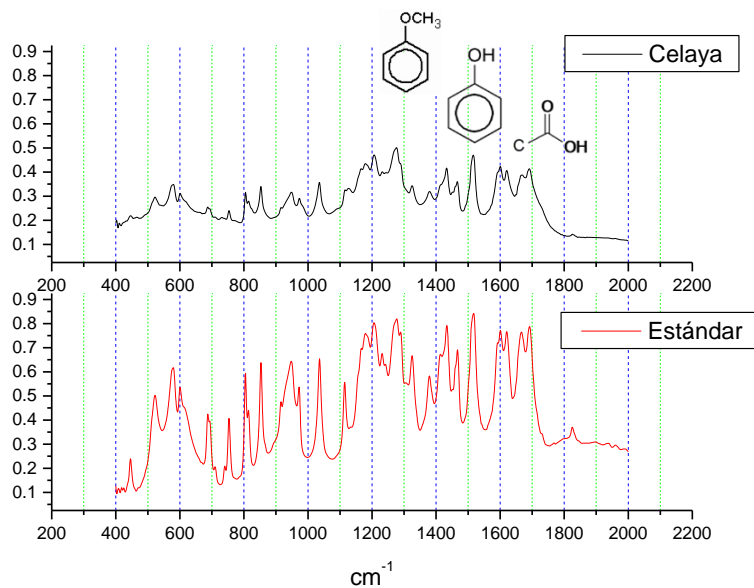
Fuente: Elaboración propia.

Figura 24. **Huella digital del ácido ferúlico de la variedad Huimilpan**



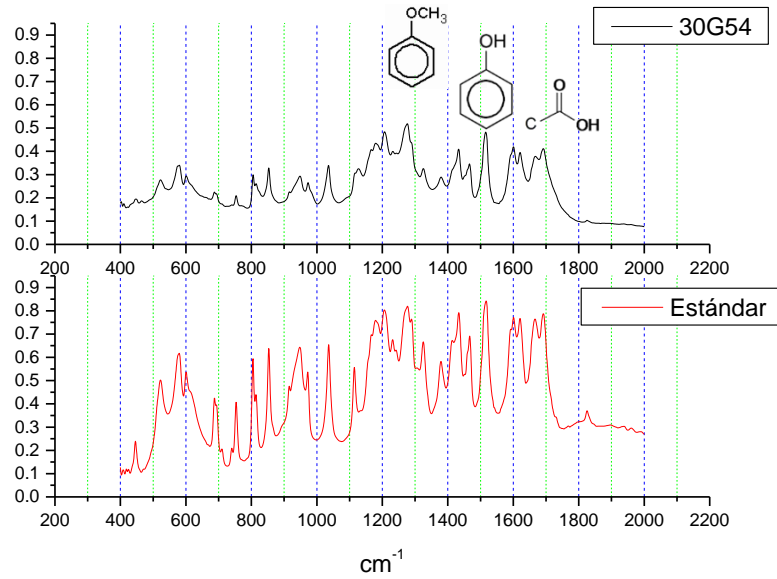
Fuente: elaboración propia.

Figura 25. **Huella digital del ácido ferúlico de la variedad Celaya**



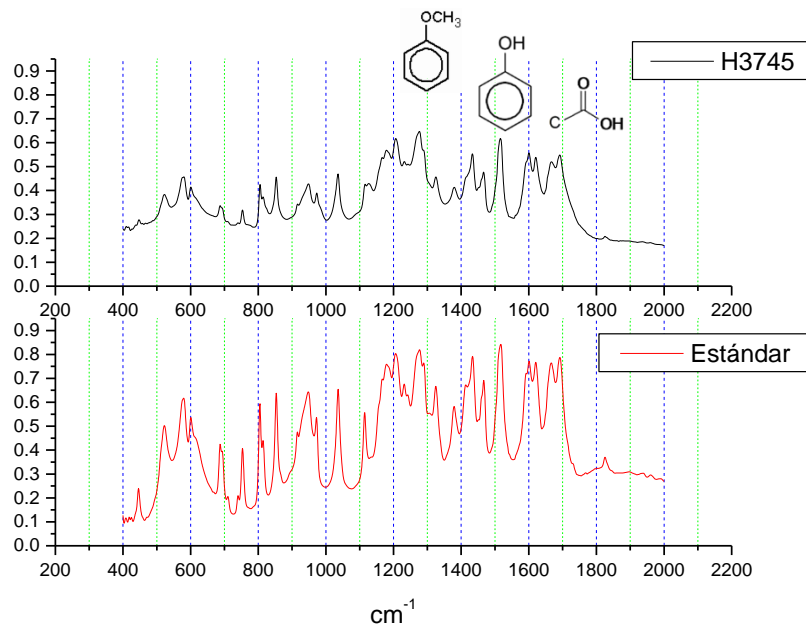
Fuente: elaboración propia.

Figura 26. **Huella digital del ácido ferúlico de la variedad 30G54**



Fuente: elaboración propia.

Figura 27. **Huella digital del ácido ferúlico de la variedad H3745**

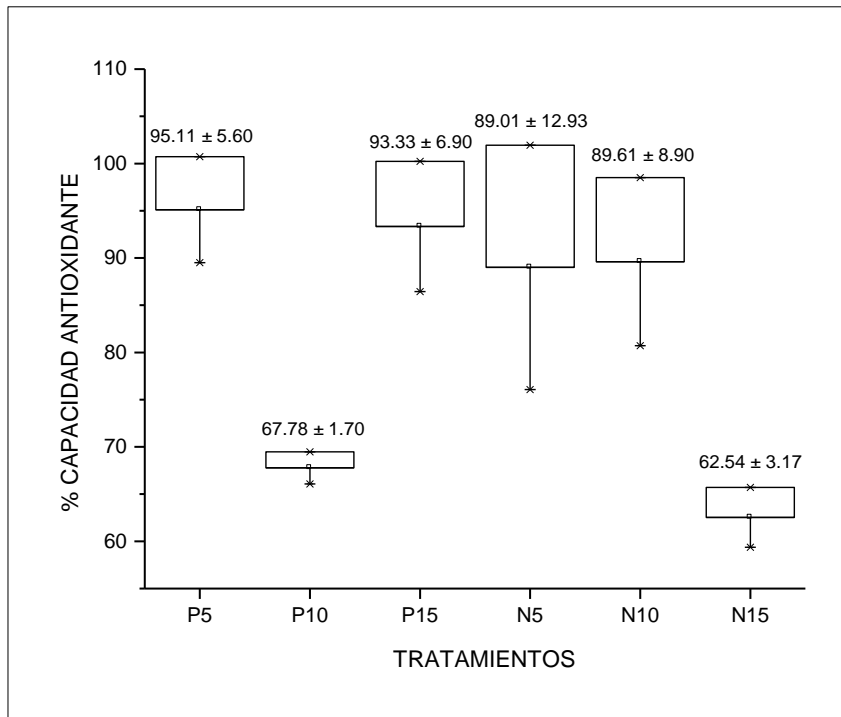


Fuente: elaboración propia.

4.4.2. Capacidad antioxidante

La capacidad antioxidante se determinó mediante el ensayo de Folin-Ciocalteu, que cuantifica el contenido de compuestos fenoles antioxidantes respecto a una curva de calibración. En la figura 12 se muestra la curva de calibración elaborada para cuantificar la capacidad antioxidante a partir del estándar de ácido ferúlico. Según el modelo matemático que se muestra en esa figura se calcularon las capacidades antioxidantes para el ácido ferúlico recuperado en cada tratamiento, expresadas como contenido porcentual de fenoles en el producto recuperado. Estos valores se muestran en la figura 28.

Figura 28. **Capacidad antioxidante del ácido ferúlico recuperado para cada tratamiento**



Fuente: elaboración propia.

4.5. Relación entre el grosor del pericarpio de los granos de maíz y el rendimiento de recuperación de ácido ferúlico

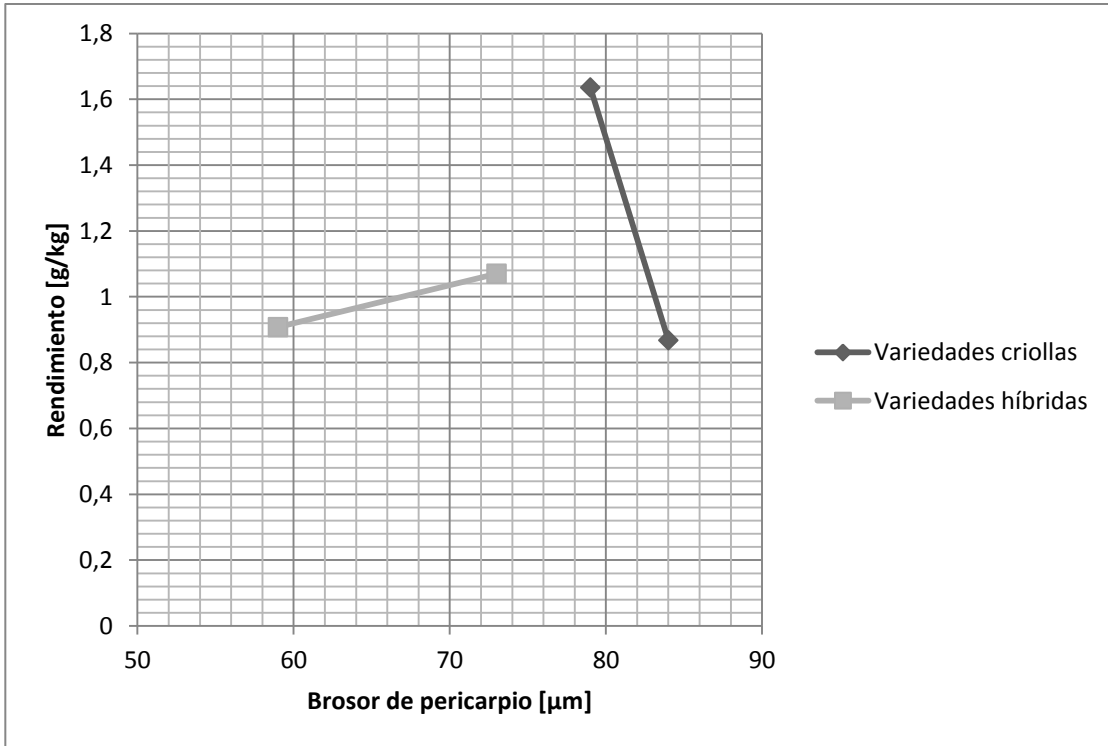
El grosor del pericarpio de las variedades criollas e híbridas que se evaluaron se midió mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido. La tabla XIII muestra los valores en micrómetros para el espesor del pericarpio, y la figura 29 muestra un gráfico que contrasta el rendimiento de ácido ferúlico a partir del *Nejayote* como variable respuesta, frente al grosor del pericarpio como variable independiente.

Tabla XI. Grosor de pericarpio y rendimiento de ácido ferúlico para cuatro variedades de maíz blanco

VARIEDAD DE MAÍZ	GROSOR DE PERICARPIO [μm]	RENDIMIENTO DE ÁCIDO FERÚLICO (g/kg)
Huimilpan	84	0,868
Celaya	79	1,636
30G54	73	1,070
H3745	59	0,908

Fuente: elaboración propia.

Figura 29. **Relación entre el grosor del pericarpio del grano de maíz y el rendimiento de ácido ferúlico recuperado**



Fuente: elaboración propia.

5. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

5.1. Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en la caracterización fisicoquímica del *Nejayote* de cuatro variedades de maíz

Se realizó un análisis de varianza (ANOVA, por sus siglas en inglés) utilizando como variable respuesta cada parámetro medido en el análisis proximal del *Nejayote*. La variable de clasificación corresponde a la variedad de maíz tratada. Se utiliza un nivel de significancia del 5 por ciento.

En el ANOVA un valor de F significativo indica que no todas las condiciones producen el mismo efecto sobre la variable dependiente. Con el fin de identificar dichas diferencias significativas y determinar si éstas siguen una tendencia, se realiza una prueba de comparación de medias, la prueba de Tukey, para los casos en los que el ANOVA indica diferencias significativas para los valores de las variables respuesta.

Esta prueba mide la diferencia de los valores de la medias de dos grupos en términos de la varianza intragrupal. Los resultados de esta prueba proporcionan elementos que ayudan la toma de decisiones al momento de determinar tratamientos óptimos, basándose en las diferencias encontradas entre las medias de los valores experimentales.

Las tablas XIV a XXIV muestran los resultados del análisis de varianza (ANOVA) y de la prueba de Tukey, ambas realizadas por medio del software *InfoStat*, versión estudiantil.

Tabla XII. **ANOVA para el pH del *Nejayote* de 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	0,39	3	0,12849	76,37048	1,07E-09
VARIEDAD	0,39	3	0,12849	76,37048	1,07E-09
Error	0,03	16	0,00168		
Total	0,41	19			

CONCLUSIÓN: Dado que $p < 0,05$, sí existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de pH del *Nejayote* proveniente de diferentes variedades de maíz.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII. **Prueba de Tukey para el pH del *Nejayote* de 4 variedades de maíz**

Variedad	medias	n	E.E.	
Celaya	11,67	5	0,02	A
H3745	11,68	5	0,02	A B
Huimilpan	11,75	5	0,02	B
30G54	12,01	5	0,02	C

Medias con una letra común no son significativamente diferentes ($p > 0,05$).

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIV. **ANOVA para el porcentaje de fibra insoluble del *Nejayote* de 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	13,27	3	4,4218	0,8437	0,54
VARIEDAD	13,27	3	4,4218	0,8437	0,54
Error	20,96	4	5,2411		
Total	34,23	7			

CONCLUSIÓN: Dado que $p > 0,05$, no existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de fibra insoluble del *Nejayote* proveniente de diferentes variedades de maíz.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **ANOVA para el porcentaje de fibra soluble del *Nejayote* de 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	24,42	3	8,1413	2,6084	0,19
VARIEDAD	24,42	3	8,1413	2,6084	0,19
Error	12,48	4	3,1211		
Total	36,91	7			

CONCLUSIÓN: Dado que $p > 0,05$, no existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de fibra soluble del *Nejayote* proveniente de diferentes variedades de maíz.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVI. **ANOVA para el porcentaje de proteína del *Nejayote* de 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	2,42	3	0,8051	8,0296	0,04
VARIEDAD	2,42	3	0,8051	8,0296	0,04
Error	0,4	4	0,1003		
Total	2,82	7			

CONCLUSIÓN: Dado que $p < 0,05$, sí existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de proteína del *Nejayote* proveniente de diferentes variedades de maíz.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. **Prueba de Tukey de los valores de porcentaje de proteína del *Nejayote* para 4 variedades de maíz**

Variedad	medias	n	E.E.	
Celaya	2,05	2	0,22	A
Huimilpan	2,8	2	0,22	A B
30G54	3,26	2	0,22	A B
H3745	3,49	2	0,22	B

Medias con una letra común no son significativamente diferentes ($p > 0,05$).

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. **ANOVA de los valores de porcentaje de fracción lipídica del *Nejayote* para 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	0,09	3	0,0314	49,5925	0,001
VARIEDAD	0,09	3	0,0314	49,5925	0,001
Error	0	4	0,0006		
Total	0,1	7			

CONCLUSIÓN: Dado que $p < 0,05$, sí existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de fracción lipídica del *Nejayote* proveniente de diferentes variedades de maíz.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Prueba de Tukey de los valores de porcentaje de fracción lipídica del *Nejayote* para 4 variedades de maíz**

Variedad	medias	n	E.E.	
30G54	0,33	2	0,02	A
H3745	0,33	2	0,02	A
Celaya	0,54	2	0,02	B
Huimilpan	0,55	2	0,02	B

Medias con una letra común no son significativamente diferentes ($p > 0,05$).

Fuente: elaboración propia.

Tabla XX. **ANOVA de los valores de porcentaje de ceniza del *Nejayote* para 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	21,97	3	7,3222	3,3987	0,134
VARIEDAD	21,97	3	7,3222	3,3987	0,134
Error	8,62	4	2,1544		
Total	30,58	7			

CONCLUSIÓN: Dado que $p > 0,05$, no existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de porcentaje de cenizas del *Nejayote* proveniente de diferentes variedades de maíz.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXI. **ANOVA de valores de porcentaje de sólidos del *Nejayote* para 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	6,57	3	2,1890	919,9300	0,000
VARIEDAD	6,57	3	2,1890	919,9300	0,000
Error	0,04	16	0,0024		
Total	6,61	19			

CONCLUSIÓN: Dado que $p < 0,05$, sí existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de porcentaje de sólidos del *Nejayote* proveniente de diferentes variedades de maíz.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXII. **Prueba de Tukey de valores de porcentaje de sólidos del *Nejayote* para 4 variedades de maíz**

Variedad	medias	n	E.E.	
Celaya	2,15	5	0,02	A
H3745	2,71	5	0,02	B
30G54	3,43	5	0,02	C
Huimilpan	3,57	5	0,02	D
Medias con una letra común no son significativamente diferentes ($p > 0,05$).				

Fuente: elaboración propia

5.2. **Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en el rendimiento de ácido ferúlico con 2 factores (resina y dosis)**

Para la segunda parte del experimento, se realizó un análisis de varianza (ANOVA) para un arreglo factorial que involucra dos variables de clasificación, siendo estas el tipo de resina y la dosis aplicada a un volumen de *Nejayote*; y una variable dependiente, que es el rendimiento de ácido ferúlico. Las dos resinas son la PVPP y el Nylon 66. Ambas se evaluaron en tres niveles de dosificación, que corresponden a 5, 10 y 15 gramos de resina por cada 150 mililitros de *Nejayote*.

Al igual que en el análisis de varianza para los resultados de la caracterización del *Nejayote*, se realizó una prueba de Tukey en los casos en los que existen diferencias significativas; para determinar el origen y la tendencia de las diferencias y determinar cuál es el tratamiento óptimo. Se utilizó un nivel de significancia del 5 por ciento.

El arreglo factorial se realizó independientemente para dos variedades de maíz, una criolla (Celaya) y una híbrida (30G54). Las tablas XXV a XXVIII muestran los resultados de dichos análisis.

Tabla XXIII. **ANOVA con 2 factores del rendimiento de ácido ferúlico a partir del *Nejayote* del maíz criollo Celaya**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	1,67	3	0,5551	11,0118	0,003
Resina	0,6	1	0,6030	11,9620	0,009
Dosis	1,06	2	0,5312	10,53665	0,006
Error	0,4	8	0,0504		
Total	2,07	11			

CONCLUSIÓN: Dado que $p < 0,05$, sí existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de rendimiento de ácido ferúlico a partir del *Nejayote* para cada resina y cada dosificación.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIV. **Prueba de Tukey (respecto a la resina) del rendimiento de ácido ferúlico partir del *Nejayote* del maíz criollo Celaya**

Resina	medias	n	E.E.	
PVPP	1,04	6	0,09	A
Ny66	0,59	6	0,09	B
Medias con una letra común no son significativamente diferentes ($p > 0,05$).				

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXV. **Prueba de Tukey (respecto a la dosis) del rendimiento de ácido ferúlico partir del *Nejayote* del maíz criollo Celaya**

Dosis PVPP	medias	n	E.E.	
15	1,23	4	0,11	A
10	0,66	4	0,11	B
5	0,55	4	0,11	B
Medias con una letra común no son significativamente diferentes ($p > 0,05$).				

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVI. **ANOVA con 2 factores del rendimiento de ácido ferúlico a partir del *Nejayote* del maíz híbrido 30G54**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	0,29	3	0,0969	3,195	0,084
Resina	0,11	1	0,1070	3,529	0,097
Dosis	0,18	2	0,0918	3,029	0,105
Error	0,24	8	0,0303		
Total	0,53	11			

CONCLUSIÓN: Dado que $p > 0,05$, no existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de rendimiento de ácido ferúlico a partir del *Nejayote* para cada resina y cada dosificación.

Fuente: elaboración propia.

5.3. Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en el rendimiento de ácido ferúlico bajo el tratamiento óptimo para cuatro variedades de maíz

El análisis de varianza concluye que sí existe diferencia significativa entre los rendimientos de ácido ferúlico utilizando distinta resina y distinta dosis. Además, la prueba de Tukey concluye que el tratamiento óptimo es aquel en el que se utiliza la resina PVPP a una dosis de 15 gramos por 150 mililitros de *Nejayote*. Con este tratamiento óptimo se evaluó el rendimiento de ácido ferúlico para cuatro variedades de maíz, siendo estas: dos criollas (Celaya, Huimilpan), y dos híbridas (30G54, H3745).

Se realizaron análisis de varianza con una variable de clasificación, que es la variedad de maíz; y una variable dependiente que es el rendimiento de ácido ferúlico. Los resultados de este análisis se muestran en la tabla XXIX.

Tabla XXVII. **ANOVA para los valores de rendimiento de ácido ferúlico para 4 variedades de maíz**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	0,75	3	0,2513	3,821	0,114
VARIEDAD	0,75	3	0,2513	3,821	0,114
Error	0,26	4	0,0658		
Total	1,02	7			
CONCLUSIÓN: Dado que $p > 0.05$, no existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de rendimiento de ácido ferúlico a partir del <i>Nejayote</i> de cada variedad de maíz.					

Fuente: elaboración propia.

5.4. Análisis de varianza y prueba de Tukey de los datos obtenidos en el porcentaje de pureza del ácido ferúlico por el ensayo de Follin-Coteau

El porcentaje de pureza del ácido ferúlico recuperado se midió utilizando como parámetro su capacidad antioxidante, medida por el ensayo de Follin-Coteau. Se determinó un porcentaje de pureza para cada tratamiento resina-dosis. A estos datos se les realizó un análisis de varianza para determinar si existe diferencia significativa entre los porcentajes de pureza obtenidos al utilizar diferente resina y diferente dosis en la recuperación. Los resultados se muestran en la tabla XXX.

Tabla XXVIII. **ANOVA para los valores de pureza de ácido ferúlico para cada tratamiento**

	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F	Probabilidad
Modelo.	870,88	3	290,2917	1,474	0,264
Resina	113,55	1	113,5474	0,577	0,460
Dosis	757,33	2	378,6638	1,923	0,183
Error	2756,59	14	196,8991		
Total	3627,46	17			
CONCLUSIÓN: Dado que $p > 0,05$, no existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de pureza del ácido ferúlico recuperado en cada tratamiento.					

Fuente: elaboración propia.

6. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

6.1. Características fisicoquímicas del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales

Las cuatro variedades de maíz blanco que se evaluaron muestran tendencias distintas en la caracterización del *Nejayote*, aún y cuando en todos los casos se utilizó la misma técnica de nixtamalización. Esto indica que, aunque el maíz tenga un proceso de cocción constante, las características del licor de cocimiento serán variables según sea el maíz utilizado.

En el caso del pH del *Nejayote*, el análisis de varianza muestra que el valor más alto corresponde a una variedad híbrida, la 30G54; y el valor más bajo corresponde a una variedad criolla, la Celaya. El pH es una medida de la alcalinidad del medio. Como se plantea en la Figura 5 del Marco Teórico, los iones oxidrilo (OH^-), se consumen en la reacción de hidrólisis de los ésteres de ácidos carboxílicos. Una mayor presencia de dichos iones, lo que implica un aumento de alcalinidad, indica que no se han hidrolizado tantos ésteres como en los casos en los que la alcalinidad es menor.

Esto debido a que se ha agregado la misma cantidad de hidróxido de calcio al momento de procesar el maíz. Por lo tanto, puede inferirse que hay una menor presencia de ésteres hidrolizables en la variedad híbrida 30G54 y una mayor presencia de ésteres hidrolizables en la variedad criolla Celaya.

Al suponerse que existen más ésteres hidrolizables en la variedad criolla Celaya, el rendimiento de ácido ferúlico recuperado para dicha variedad debería ser mayor al rendimiento obtenido para la variedad híbrida 30G54. Los resultados sí muestran un mayor rendimiento para la variedad Celaya, sin embargo, el análisis estadístico muestra que esta diferencia en rendimiento no es estadísticamente significativa, y que puede deberse solamente a efectos de azar.

Los valores de porcentaje de fibra insoluble, fibra soluble y fibra dietética total no son significativamente diferentes entre las distintas variedades de maíz evaluadas. Puede decirse que, bajo el mismo proceso de nixtamalización se obtendrán mismas cantidades de fibra en el licor de cocimiento proveniente de distintas variedades de maíz blanco.

Este parámetro es importante debido a que el *Nejayote* puede aprovecharse como una fuente útil de fibra para comercializarse como alimento para animales, en el caso de la fibra insoluble, y como gomas en la industria de alimentos, en el caso de la fibra soluble. Es necesario hacer una evaluación económica del proceso de separación de dichas porciones fibrosas del licor de cocimiento, para determinar si es factible recuperarlas individualmente para su aprovechamiento posterior.

El contenido de proteínas en el *Nejayote* resulta como un factor negativo en el proceso de nixtamalización tradicional, ya que significa que el grano de maíz pierde parte de su contenido nutricional al momento de ser procesado en medio alcalino. Los resultados muestran que sí existen diferencias significativas entre los porcentajes de proteína en el *Nejayote* proveniente de diversos maíces. Se observa que, para las variedades híbridas hay un mayor contenido de proteína en el *Nejayote* que para las variedades criollas.

Esto puede atribuirse al hecho de que las variedades híbridas han sido modificadas genéticamente para obtener mayores contenidos proteicos en el grano, de manera que los híbridos evaluados tienen un contenido mayor de proteína que los maíces criollos utilizados en el experimento.

Sin embargo, estas diferencias no muestran una tendencia marcada. El contenido proteico que pierden por nixtamalización las dos variedades criollas y una de las variedades híbridas (30G54) no difiere significativamente, y muestra valores bajos. Los valores para las dos variedades híbridas y una variedad criolla (Huimilpan) tampoco son estadísticamente diferentes, y muestran valores altos.

Para los valores de fracción lipídica en el *Nejayote*, los resultados muestran que para las dos variedades híbridas los valores son bajos y similares entre sí. A la vez son significativamente distintos con los valores de fracción lipídica de las variedades criollas, que son altos y equivalentes en términos estadísticos.

Tomando en cuenta que los aceites están contenidos en el germen y que constituyen la parte más rica del grano, se ve como positivo el hecho de que su contenido sea bajo en el licor de cocimiento, ya que esto significa que se ha conservado mejor en la parte que servirá como alimento, en este caso, el nixtamal. Por lo tanto, puede concluirse que los maíces híbridos procesados tendrán un mejor contenido lipídico que los maíces criollos procesados, ya que estos últimos pierden más contenido graso durante su cocción alcalina.

Por último, los valores de porcentaje de ceniza para los sólidos del *Nejayote* son estadísticamente iguales, y no cambian con respecto a la variedad de maíz utilizada. Con esto se puede concluir que la cantidad de materia orgánica, es decir, los minerales, es constante para las cuatro variedades de maíz evaluadas.

6.2. Rendimiento de 2 resinas de adsorción en la recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización de maíces blancos comerciales

Las variables evaluadas en el rendimiento de ácido ferúlico fueron la resina utilizada y su dosificación. El experimento se realizó independientemente para dos variedades de maíz, la criolla Celaya, y la híbrida 30G54. Los resultados para la variedad híbrida no son significativamente distintos entre sí. Sin embargo, en el caso de la variedad criolla, sí existen diferencias para cada tratamiento.

La prueba de comparación de medias para los resultados en la variedad criolla, muestra que el rendimiento obtenido con la resina PVPP es significativamente mayor que el rendimiento obtenido con Nylon 66. Al evaluar las dosificaciones, la prueba muestra que utilizar 15 gramos de resina por cada 150 mililitros de *Nejayote* es significativamente mejor que utilizar 10 y 5 gramos de resina en el mismo volumen de *Nejayote*. De esta manera, se determina que sí existe un tratamiento óptimo; y este corresponde a la utilización de PVPP a una dosificación de 15 gramos de resina por cada 150 mililitros de *Nejayote*.

Como puede observarse en las figuras 6 y 7 en el marco teórico, las estructuras moleculares de las resinas seleccionadas son muy diferentes. La cadena carbonada del Nylon 66 marca una distancia de seis átomos de carbono entre cada enlace amida, mientras que la naturaleza cíclica de la PVPP marca una distancia de dos átomos de carbono entre cada enlace amida. Esta naturaleza molecular de ambos polímeros sugiere que existe una mayor densidad de enlaces amida en la PVPP que en el Nylon 66. Esta es la razón química por la cual la PVPP muestra una afinidad más intensa hacia el ácido ferúlico como compuesto fenólico, que el Nylon 66.

Además de esta diferencia a nivel molecular entre ambas resinas, también debe hablarse de las propiedades físicas de las resinas utilizadas. Las partículas de PVPP utilizadas durante el experimento tienen un tamaño promedio de 110 micrómetros, mientras que los pelets de Nylon 66 tienen un diámetro aproximado de un milímetro. Estos tamaños de partícula le confieren una mayor área superficial al PVPP, y como el fenómeno de adsorción es eminentemente superficial, es razonable obtener rendimientos más altos para esta resina.

Un aspecto que debe tomarse en cuenta es que, a pesar de que la PVPP brinda mayores rendimientos, el costo y la disponibilidad del Nylon 66 lo hacen ser más favorable en estos aspectos. Por lo tanto, no se recomienda desaprobar el uso de Nylon 66 como adsorbente en el proceso de recuperación del ácido ferúlico a partir del *Nejayote*, a pesar de no ser el tratamiento óptimo.

Al determinar el tratamiento óptimo, en el experimento se evaluó el rendimiento de cuatro variedades de maíz bajo estas condiciones. Los resultados muestran que no existen diferencias significativas entre los

rendimientos para variedades distintas de maíz, y que pueden atribuirse al azar las diferencias observadas en la figura 17 del capítulo de resultados.

6.3. Procedimiento experimental para purificar el ácido ferúlico obtenido de la recuperación

La figura 18 en el capítulo de resultados muestra el procedimiento experimental determinado para la purificación del ácido ferúlico recuperado. Se considera como primera etapa del procedimiento la fase de desorción, posterior a la fase de adsorción; ya que las condiciones de operación se eligieron para favorecer la completa disolución del producto objetivo en el solvente elegido.

La temperatura de operación se fijó mayor a la temperatura ambiente (a la cual se hizo el proceso de adsorción) y suficientemente baja para evitar la pérdida no controlada de solvente por evaporación. El motivo de utilizar la temperatura grados arriba de la temperatura ambiente es que el proceso de adsorción se considera un proceso exotérmico y por lo tanto, el proceso inverso de desorción es un proceso endotérmico. Al calentar el medio se está favoreciendo al proceso de desorción del ácido ferúlico, es decir, a la transferencia de masa entre la fase sólida (superficie de la resina) hacia la fase líquida (solvente elegido).

Las condiciones de agitación son indispensables en el proceso de desorción debido a que se trabajó en sistemas intermitentes, y la agitación es necesaria para hacer contacto óptimo entre la resina y el disolvente, y para mantener el lecho en suspensión. El solvente se eligió según la afinidad con el ácido ferúlico, el cual es preferiblemente soluble en acetato de etilo. Esta elección se hizo con base en el descenso de la constante dieléctrica del medio,

de manera que la afinidad de las moléculas de ácido ferúlico, mueva la transferencia desde la superficie de la resina hacia la fase líquida.

Una vez que ha finalizado el proceso de desorción, se ha logrado la transferencia de la mayor cantidad de ácido ferúlico hacia el acetato de etilo. Debido a que hay más compuestos orgánicos afines tanto a la resina como al disolvente, al evaporar a sequedad el acetato de etilo se obtiene más que solamente ácido ferúlico.

El producto obtenido es un sólido con aspecto ceroso, en el cual se encuentra el ácido ferúlico. A partir de este sólido ceroso, fue necesario disolver las grasas que contaminan el producto final buscado, y esto se logró nuevamente utilizando descensos en la constante dieléctrica del medio. Se eligen entonces el éter etílico (con una constante dieléctrica $\epsilon = 4$) en una primera fase, y el benceno (con una constante dieléctrica $\epsilon = 2$) en una segunda fase de precipitación. Tras cada una de las fases, el precipitado se filtra y finalmente se cuantifica por gravimetría.

6.4. Características del ácido ferúlico purificado

Después del proceso de purificación del ácido ferúlico recuperado, se determinaron 2 características del producto obtenido para identificar su identidad. Se identificaron los grupos funcionales de la molécula por medio de la técnica de espectroscopía infrarroja y la capacidad antioxidante representada como porcentaje de pureza. Ambas técnicas se utilizaron para comparar el compuesto recuperado contra un estándar al 99 por ciento de pureza.

6.4.1. Identificación de grupos funcionales

Para cada variedad de maíz procesada, se realizó una identificación de grupos funcionales y confirmación de identidad de especie a partir de los espectros bajo la técnica de FT-IR, contrastando el producto recuperado del *Nejayote* contra un estándar de ácido ferúlico al 99 por ciento.

En la figura 19 del capítulo de resultados se observa el espectro obtenido para el estándar. La interpretación del espectro infrarrojo obtenido se realizó bajo criterios de la técnica, que indican a qué números de onda se observan las vibraciones entre los átomos y enlaces de cada grupo funcional. Los grupos funcionales identificados son los siguientes:

- Anillo aromático
 - Las vibraciones de estiramiento del doble enlace carbono-carbono se detectaron en las bandas presentes entre 1 600 y 1 450 centímetros a la menos 1.

- Grupo funcional fenol (R-OH).
 - Las vibraciones de estiramiento del enlace oxígeno-hidrógeno se detectaron en las bandas presentes entre 3 650 – 3 200 centímetros a la menos 1.

 - Las vibraciones de torsión del enlace oxígeno-hidrógeno se identifican en las bandas presentes entre 1 500 – 1 300 y las observadas en 650 centímetros a la menos 1.

- Las vibraciones de estiramiento en el enlace carbono-hidroxilo (C-OH) se identifican en las bandas presentes a 1 200 centímetros a la menos 1, correspondiente a fenoles.
- Grupo funcional metoxi (CH₃ – O – R).
 - Se identifican las vibraciones de estiramiento en las bandas comprendidas en 2 820, y entre 1 380 – 1 350 centímetros a la menos 1.
- Grupo funcional carbonilo (R-COOH).
 - Se identificaron las vibraciones del enlace oxígeno-hidrógeno en las bandas entre 3 500 – 2 500 centímetros a la menos 1, muy parecidas a las del grupo fenol.
 - Las vibraciones de estiramiento del enlace doble carbono-oxígeno se detectan en las bandas comprendidas entre 1 725 – 1 700 centímetros a la menos 1.

La zona del espectro llamada de las huellas digitales, está comprendida entre los 1 500 y 200 centímetros a la menos 1. Como puede verse en las figuras 24 a 27, se han identificado todos los picos de la huella digital del ácido ferúlico en el producto recuperado a partir del *Nejayote*, por lo tanto puede concluirse que pasa exitosamente la prueba de identidad bajo la metodología de espectro FT-IR.

6.4.2. Capacidad antioxidante

Los resultados obtenidos para la capacidad antioxidante del ácido ferúlico recuperado a partir del *Nejayote* varían desde un 62 por ciento hasta un 95 por ciento, teniendo un valor promedio del 82 por ciento. El análisis de varianza concluye que no existen diferencias estadísticamente significativas entre dichos valores, para un nivel de significancia del 5 por ciento. Con esto se puede concluir que las diferencias se generaron por azar y que todo el producto recuperado en el experimento tiene una capacidad antioxidante aceptable, y que puede utilizarse como tal en diversas aplicaciones industriales.

La capacidad antioxidante del ácido ferúlico se debe su núcleo fenólico y a la conjugación de su cadena lateral, forma fácilmente un radical fenoxi estabilizado por resonancia que representa su potencial antioxidante. Además, la molécula absorbe radiación ultravioleta, con lo que cataliza la formación de radicales fenoxi y así potencia su capacidad de terminar reacciones de cadena de los radicales.

Como aplicaciones del potencial antioxidante del ácido ferúlico a nivel industrial puede hablarse de aditivos en la industria de alimentos, tanto para la preservación de los mismos como para elaborar alimentos funcionales preventivos de enfermedades degenerativas. En los alimentos, el ácido ferúlico inhibe la peroxidación lipídica y el deterioro posterior oxidativo.

También puede utilizarse como aditivo disuelto en productos cosméticos para la protección de la piel contra la radiación ultravioleta y otros factores de envejecimiento.

También puede utilizarse en la industria farmacéutica por su capacidad de proteger contra enfermedades inflamatorias, y como materia prima en la producción de vainillina. Para la utilización del ácido ferúlico recuperado a partir del *Nejayote*, es necesario hacer trabajos de investigación más exhaustivos en la purificación y la caracterización del producto; de manera que cumpla con todos los requerimientos técnicos de calidad para poder ser tomado en cuenta como materia prima en cada uno de los procesos mencionados.

6.4.3. Propiedades térmicas

Las propiedades térmicas del ácido ferúlico recuperado se evaluaron bajo la técnica de calorimetría diferencial de barrido. Los termogramas obtenidos para el estándar y el ácido ferúlico recuperado para cada variedad de maíz pueden observarse en la sección de anexos. De estos termogramas, se determina la temperatura de fusión del sólido como el valor de temperatura en el punto mínimo, mientras que la entalpía de fusión es el valor del área sobre la curva de mili watts (mW) en función de temperatura.

Como puede observarse en la tabla XI, el ácido ferúlico recuperado a partir del *Nejayote* tiene puntos de fusión más bajos que el ácido ferúlico estándar. Estas diferencias se deben a la presencia de impurezas provenientes del proceso de recuperación. A pesar de que se elaboró un procedimiento experimental para purificar el producto, no se consiguió alcanzar el punto de fusión del compuesto al 99 por ciento de pureza.

Tomando la diferencia porcentual entre las temperaturas de fusión determinadas como una métrica de porcentaje de pureza, se puede decir que el promedio de impurezas alcanzado fue de 28 por ciento. También debe tomarse en cuenta que el ácido ferúlico presente en el *Nejayote* existe en tres formas

moleculares, siendo estas el monómero (ácido ferúlico), el dímero (ácido biferúlico), y el trímero (ácido triferúlico). El estándar utilizado es del monómero de ácido ferúlico, y existen diferencias entre la descomposición térmica de las otras dos especies que pueden contribuir en la temperatura final de fusión del producto obtenido.

Las principales impurezas que pueden encontrarse en el ácido ferúlico recuperado son materiales cerosos que han sido adsorbidas a la resina, solubilizadas en el acetato de etilo, y posteriormente no disueltas en el éter y en el benceno en el proceso de purificación; y que quedan en fase sólida junto con el producto final. Estos materiales cerosos por su naturaleza fisicoquímica necesitan cantidades relativamente bajas de calor para fundirse. Esta es la razón por la que la tabla XII muestra entalpías de fusión mucho más bajas para el ácido ferúlico recuperado que para el estándar.

Las entalpías de fusión reportadas como el área sobre la curva del termograma, guardan una relación con los valores porcentuales de impurezas que reflejan los puntos de fusión. Puede observarse que, en el caso de la variedad Celaya, reporta un mínimo de impurezas y la entalpía de fusión más alta, respecto al estándar. Esto confirma que la presencia de impurezas se puede relacionar con la diferencia porcentual del punto de fusión y la entalpía de fusión respecto a un estándar.

6.5. Relación entre el grosor del pericarpio de los granos de maíz y el rendimiento de recuperación de ácido ferúlico

Como puede observarse en la tabla XIII y en la figura 29, el grosor del pericarpio del grano de maíz y el rendimiento de ácido ferúlico tiene una tendencia distinta entre maíces híbridos y criollos. En general, las variedades criollas tienen un pericarpio más grueso que las variedades híbridas. Sin embargo, este aumento en el grosor del pericarpio no implica un mayor rendimiento de ácido ferúlico. Con esto puede concluirse que para variedades criollas, el aumento en el grosor del pericarpio puede deberse a mayor cantidad de contenido fibroso, mas no a mayor cantidad de contenido de compuestos fenólicos antioxidantes.

En el caso de las variedades híbridas se observa que, cuanto mayor es el grosor del pericarpio también es mayor el rendimiento en la recuperación de ácido ferúlico. Esto quiere decir que en estas variedades no aumenta solamente la cantidad de material fibroso, sino también el contenido de compuestos antioxidantes de naturaleza fenólica. Según los datos obtenidos, se puede concluir que el mayor rendimiento se obtuvo para la variedad criolla Celaya, a pesar de que esta no presentó el mayor grosor de la capa de pericarpio.

En la sección de anexos pueden observarse las micrografías obtenidas para los granos de maíz crudos y nixtamalizados. En todos los casos puede observarse cómo la capa del pericarpio desaparece por completo en los granos ya procesados, dejando como capa más externa la aleurona. Esto confirma que el proceso de nixtamalización tradicional elimina toda la capa de pericarpio, perdiendo así fibra soluble e insoluble, así como los compuestos antioxidantes fenólicos que se encuentran en la hemicelulosa principalmente en la pared celular en esta porción del grano.

CONCLUSIONES

1. Es posible recuperar ácido ferúlico con resinas de adsorción a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización, y el rendimiento máximo obtenido es de 1,6 gramos por kilogramo de maíz procesado.
2. El licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización tiene altos contenidos de fibra dietética total y bajos contenidos de proteína y fracción lipídica debido a la pérdida total del pericarpio durante el proceso de cocción alcalina.
3. El mayor rendimiento en la recuperación de ácido ferúlico por adsorción se obtuvo al utilizar la resina PVPP en el tratamiento estudiado correspondiente a la proporción resina: licor de cocimiento 1:10 (masa: volumen).
4. El mejor procedimiento experimental para reducir el material ceroso interferente en la purificación del ácido ferúlico recuperado corresponde a la utilización de solventes con baja constante dieléctrica.
5. La identidad plena del ácido ferúlico recuperado se verificó satisfactoriamente mediante la técnica instrumental de espectroscopía infrarroja.

6. La capacidad antioxidante del ácido ferúlico recuperado evaluada mediante el método de Follin-Coteau reporta un promedio del 82 por ciento de efectividad respecto al estándar.

7. Para las cuatro variedades de maíz estudiadas, la relación entre el espesor del pericarpio y el rendimiento de ácido ferúlico es inversamente proporcional para las dos variedades criollas, y directamente proporcional para las dos variedades híbridas.

RECOMENDACIONES

1. Proponer un trabajo de investigación que tenga por objetivo el análisis económico del proceso de recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización; tomando en cuenta la valorización de los productos recuperados, la inversión en equipo y materiales, y el costo de operación.
2. Proponer un trabajo de investigación que tenga por objetivo evaluar nuevos materiales como resinas adsorbentes, por ejemplo el Nylon 6, en el proceso de recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización.
3. Proponer un trabajo de investigación que tenga por objetivo evaluar el proceso de recuperación de ácido ferúlico a partir del licor de cocimiento (*Nejayote*) del proceso tradicional de nixtamalización a nivel planta piloto.
4. Proponer un trabajo de investigación que tenga por objetivo la purificación del ácido ferúlico recuperado y su utilización en aplicaciones industriales.

BIBLIOGRAFÍA

1. American Association of Cereal Chemists. *Approved Methods of the American Association of Cereal Chemists*. N° 02-52, 44-19, 08-03, 30-25, 46-13. 9th. ed. Saint Paul, Minnesota, USA: AACC, 1995. 499 p.
2. BARTOLOME, B., et al. “: Changes in phenolic compounds in lentils (*Lens culinaris*) during germination and fermentation”. *Z. Lebensm.-Unters. U. Forsch. U. Forsch.* 1997, vol. 205, p. 290-294.
3. CABRERA-SOTO, M. Luisa, et al. 2009. “Contenido de fenoles solubles e insolubles en las estructuras del grano de maíz y su relación con propiedades físicas”. *AGROCIENCIA (México)*. 2011, vol 43, num. 8, p. 827-839.
4. CONSIDINE, Douglas. *Chemical and Process Technology Encyclopedia*. New York: McGraw-Hill, 1974. 1261 p. ISBN: 007012423X.
5. DE LA PARRA, Columba, et al. 2007. “Effect of processing on the phytochemical profiles and antioxidant activity of corn for production of masa, tortillas, and tortilla chips”. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 2007, vol 55, num. 10, p. 4177-4183.

6. FIGUEROA, Juan de Dios. *Tecnología de la Tortilla* [en línea]. Querétaro, México: [ref. de enero 2005]. Disponible en Web: <<http://www.maiztortilla.com/es/introduccion/limitantes.htm>>
7. GÁMEZ DE LEÓN, N., et al. "Extracción química enzimática del ácido ferúlico presente en diferentes variedades de maíz mexicano". En: *Revista de Salud Pública y Nutrición, II Congreso de Ciencias Farmacéuticas de la Conferencia Hispanoamericana de Facultades de Farmacia (COHIFFA) y el VIII Congreso Regional de Químicos FÁrmaco Biólogos*. Edición No. 11. México: 2006.
8. HINES, Anthony, et al. *Transferencia de masa: Fundamentos y Aplicaciones*. Rodríguez Huerta, José Luis (ed). México: Prentice-Hall Hispanoamericana, 1987. 586 p. ISBN 9688801127.
9. KIM, D., et al. "Antioxidant capacity of phenolic phytochemicals from various cultivars of plums". *Food Chemistry*. 2003 vol. 81, p. 321-326.
10. MATHEW, S., et al. "Ferulic Acid: an antioxidant found naturally in plant cell walls and feruloyl esterases involved in its release and their applications". *Critical Reviews in Biotechnology*. 2004 vol. 24, num. 2-3, p. 59-83.
11. MCCABE, Smith, et al. *Operaciones unitarias en ingeniería química*. Cuarta edición. México: McGraw-Hill, 1991. 891 p. ISBN: 9701036484.

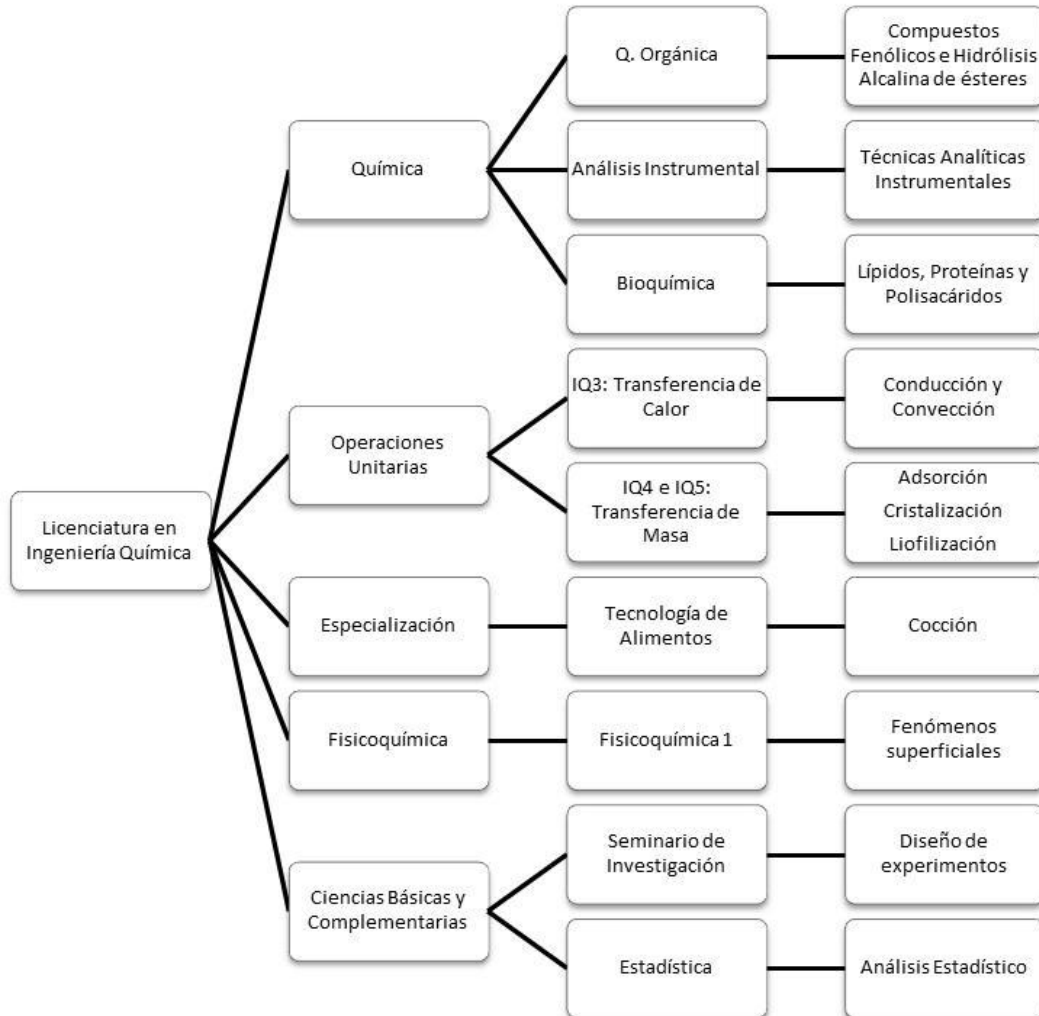
12. MUELLER-HARVEY, I., et al. "Linkage of p-coumaroyl and feruloyl groups to cell wall polysaccharides of barley straw". *Carbohydrate Research*. 1986, vol. 148, p. 71-85.
13. NÁRVEZ-GONZÁLEZ Ernesto, et al. "Kernel microstructure of Latin American races of maize and their thermal and rheological properties". American Association of Cereal Chemists. *Cereal Chemistry Journal*. 2006, vol. 83, num. 6, p. 605-610.
14. NÁRVEZ-GONZÁLEZ Ernesto, et al. "Relationship between microstructure, physical features and chemical composition of different maize accessions from Latin America". American Association of Cereal Chemists. *Cereal Chemistry Journal*. 2006, vol. 83, num. 6, p. 595-604.
15. Organización de las Naciones Unidas para la alimentación y la agricultura. *El maíz en la nutrición humana* [en línea]. Departamento de Agricultura, FAO. Roma, Italia: Fao Inter-Departmental Working Group, 1993 [ref. 15 de febrero de 2012]. <<http://www.fao.org/docrep/t0395s/t0395s00.htm>.> ISBN: 92-5-303013-5. [consulta: 15 de febrero de 2012].
16. PERRY, Robert, et al. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. Green, Don (editor). 8a ed. USA: McGraw-Hill, 2008, 2753 p. ISBN: 0-07-142294-3.
17. RODRÍGUEZ, M., et al. "Influence of the Structural Changes During Alkaline Cooking on the Thermal Rheological, and Dielectric Properties of Corn Tortillas". American Association of Cereal

Chemists. *Cereal Chemistry Back Issues*. 1996, vol. 73, num. 5, p. 593-600.

18. SANDOVAL GONZÁLEZ, R., et al. "Recuperación de ácido ferúlico proveniente de desechos de la industria de la tortilla por medio de la Amberlita XAD16". En: *Revista de Salud Pública y Nutrición, II Congreso de Ciencias Farmacéuticas de la Conferencia Hispanoamericana de Facultades de Farmacia (COHIFFA) y el VIII Congreso Regional de Químicos Fármaco Biólogos*. Edición No. 11. México: 2006
19. SCALBERT, A., et al. "Ether linkage between phenolic acids and lignin fractions from wheat straw". *Journal of Phytochemistry*. 1985, vol. 24, no. 6, p. 1359-1362.
20. SKOOG, Douglas, et al. *Principios de análisis instrumental*. 4a ed. México: McGraw-Hill, 1994. 935 p. ISBN: 9788448127756.
21. TORRES, A. *Transformando riesgos en oportunidades: del nejayote a la vainillina* [en línea]. Revista PCTI No. 4, ISSN 2007-1310, Jul-Dic 2010. México: Nolasco, H., 29 de agosto de 2010. <http://www.pcti.mx/tesis-de-posgrado-en-mexico/cat_view/1-historial-y-descarga-de-numeros> [consulta: 10 de enero de 2012].
22. YU, L., et al. "Antioxidant properties of cereal products". *Journal of Food Sciences*. 2002, vol. 67, p. 2600-2603.

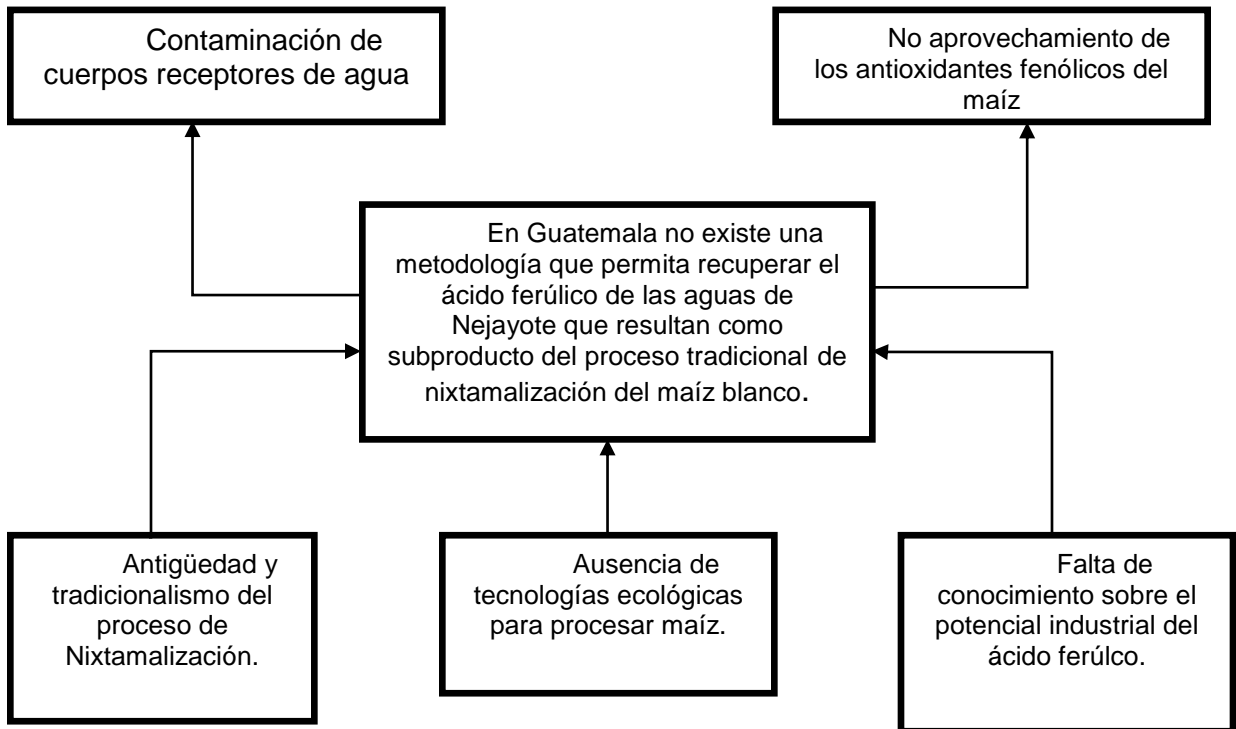
APÉNDICES

Tabla de requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

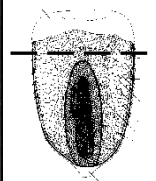
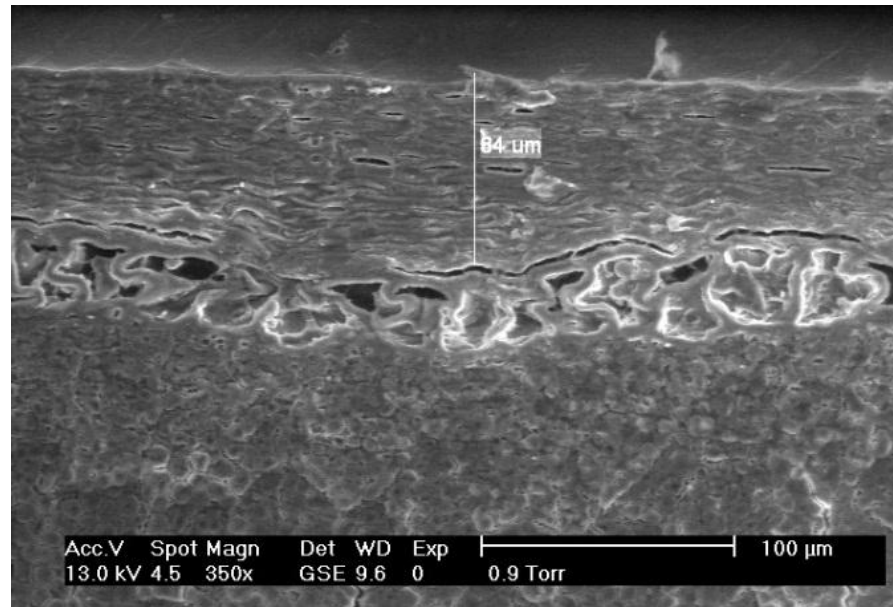
Árbol de problemas



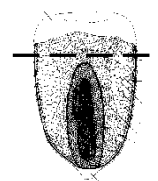
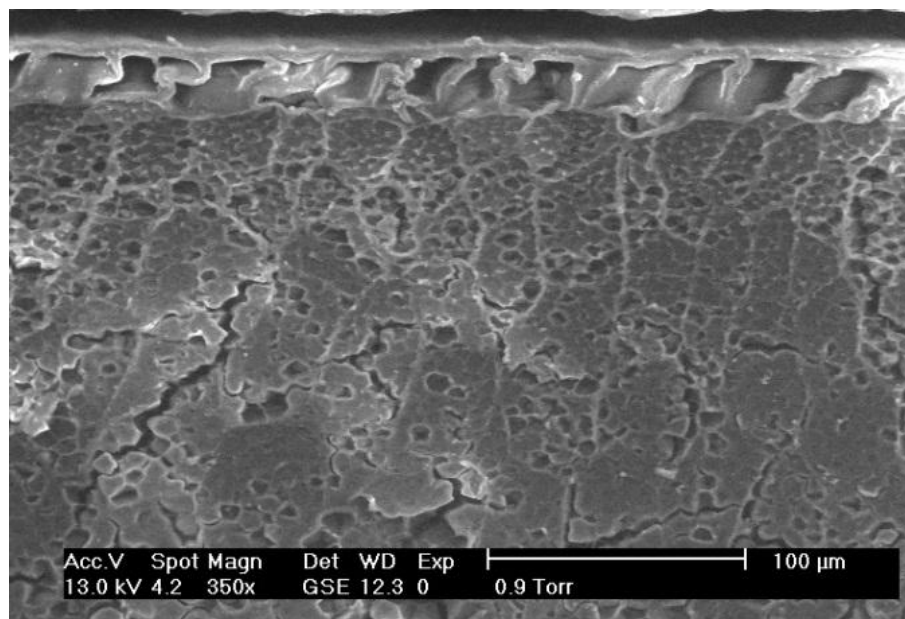
Fuente: elaboración propia.

ANEXOS

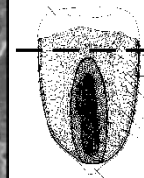
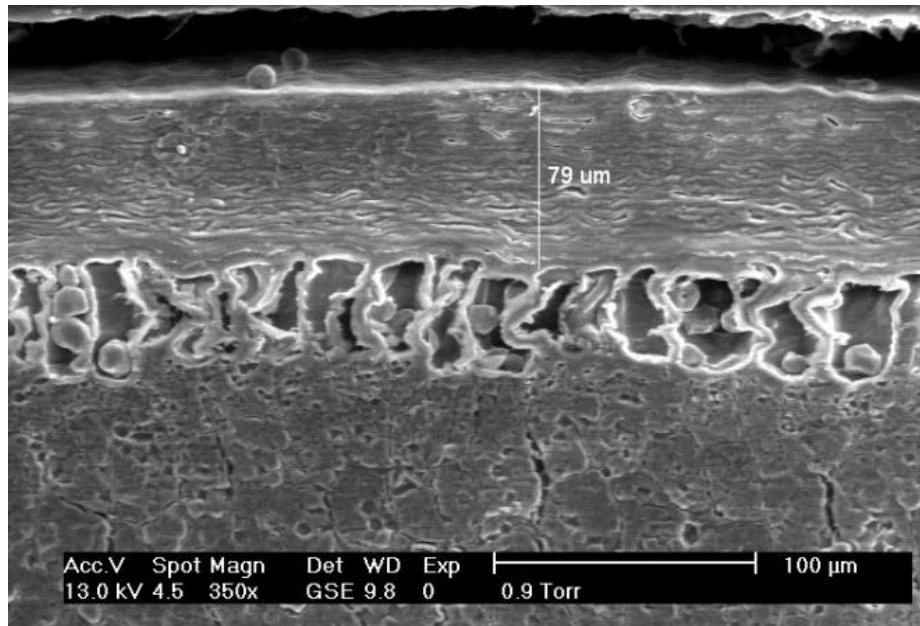
Micrografías de maíces crudos y nixtamalizados.



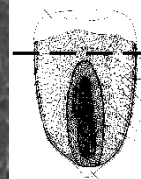
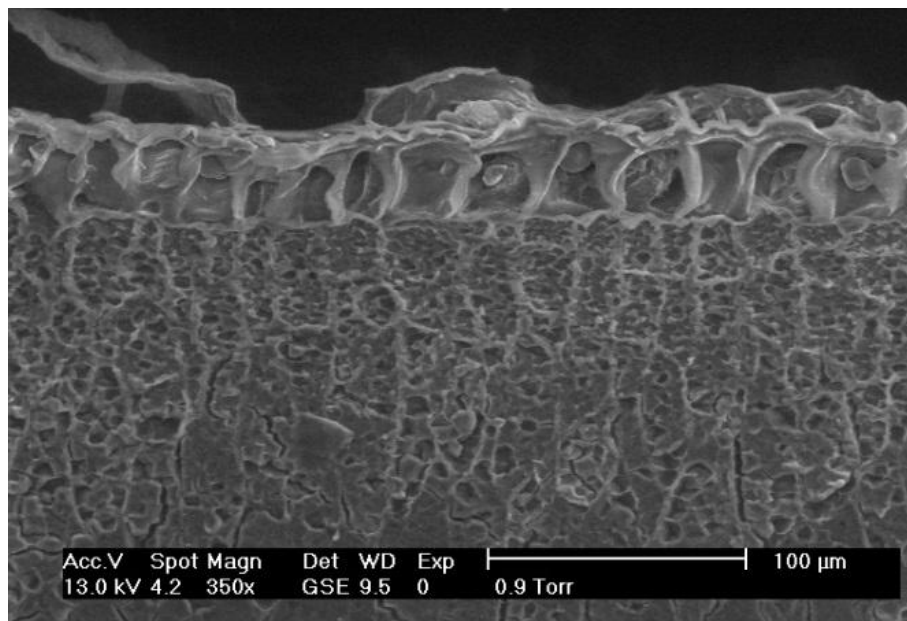
Micrografía del pericarpio del maíz criollo Huimilpan crudo.



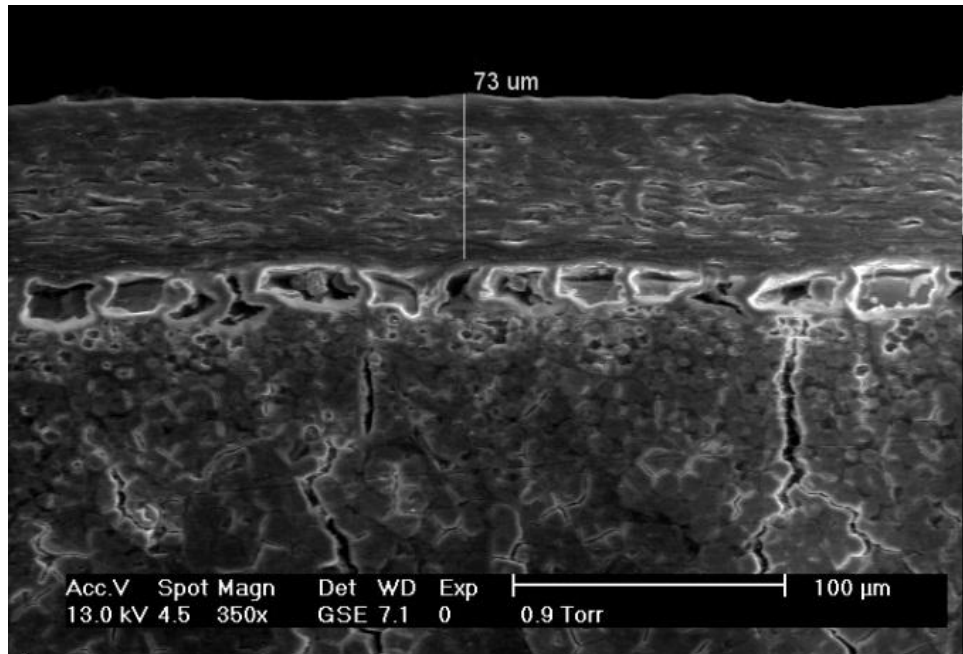
Micrografía de la ausencia de pericarpio en maíz criollo Huimilpan nixtamalizado.



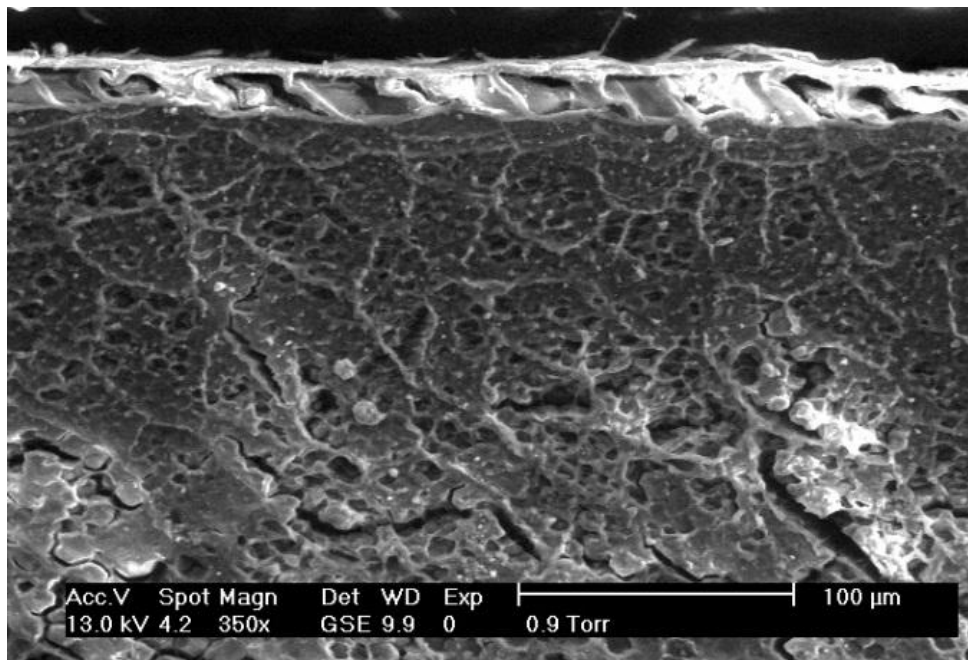
Micrografía del pericarpio del maíz criollo Celaya crudo.



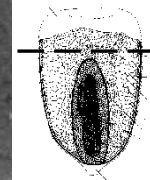
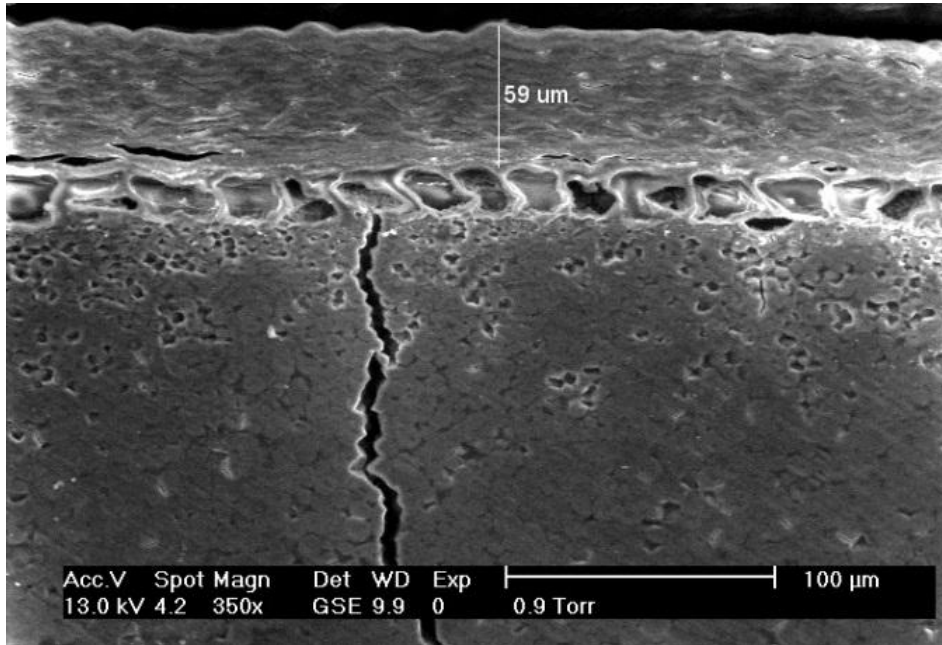
Micrografía de la ausencia de pericarpio en maíz criollo Celaya nixtamalizado.



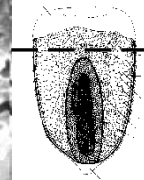
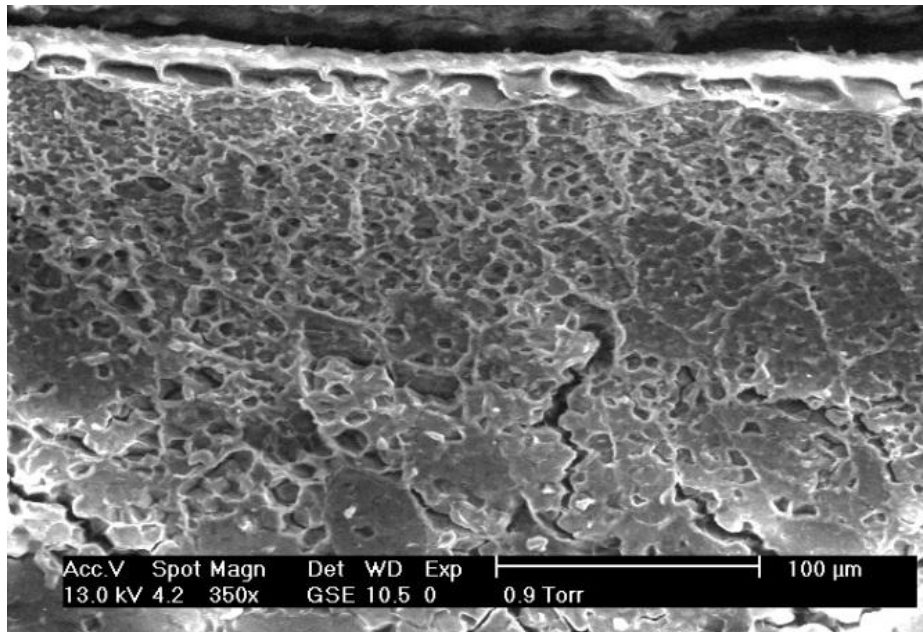
Micrografía del pericarpio del maíz híbrido 30G54 crudo.



Micrografía de la ausencia de pericarpio en maíz híbrido 30G54 nixtamalizado.



Micrografía del pericarpio del maíz híbrido H3745 crudo.



Micrografía de la ausencia de pericarpio en maíz híbrido H3745 nixtamalizado