



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE CIENCIAS AGROPECUARIAS**

**MAESTRÍA EN CIENCIA DE LOS ALIMENTOS**

**TESIS**

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE  
CARBONATO DE CALCIO ( $\text{CaCO}_3$ ) Y SU APLICACIÓN PARA LA  
ADSORCIÓN DE OCRATOXINA A EN LA CERVEZA.**

**Para obtener el grado de  
Maestra en Ciencia de los Alimentos**

**PRESENTA**

LBT. Lisseth Lozano Contreras

**Director**

Dr. Gabriel Aguirre Álvarez

**Codirectora**

Dra. Alma Vázquez Durán

**Comité tutorial**

Dr. Abraham Méndez Albores

Dr. Rubén Jiménez Alvarado

Tulancingo de Bravo, Hgo., México., septiembre 2024



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO  
Instituto de Ciencias Agropecuarias  
School of Forestry and Environmental Studies  
Maestría en Ciencia de los Alimentos

COORDINACION DE INVESTIGACION Y POSGRADO DEL ICAP

Actas de la reunión del Comité de Tesis de Maestría en Ciencia de los Alimentos  
Apertura:

La reunión ordinaria para evaluar los avances de la tesis intitulada: "Síntesis y caracterización de nanopartículas de carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) y su aplicación para la adsorción de ocratoxina A en la cerveza", que desarrolla la estudiante Lisseth Lozano Contreras

Asistentes:

Dr. Gabriel Aguirre Álvarez  
Dra. Alma Guadalupe Vázquez Durán  
Dr. Jesús Abraham Méndez Albores  
Dr. Rubén Jiménez Alvarado

A. Revisión de Trabajo de Tesis

Observaciones:

El comité revisó con antelación el trabajo de tesis en extenso propuesto por la estudiante, comunicando a la estudiante, Lisseth Lozano Contreras, oportunamente las correcciones, adiciones y/o modificaciones que debería considerar para mejorar su trabajo y poder continuar con el proceso de obtención de grado. La estudiante atendió de forma conveniente las sugerencias del comité.

B. Acuerdos

En esta fecha, se comunica atentamente que el comité conformado por los profesores firmantes, otorgamos nuestra autorización para que el estudiante imprima su trabajo final de tesis, y continúe con los trámites necesarios para la obtención del grado de maestría respectivo.

ATENTAMENTE  
"AMOR, ORDEN Y PROGRESO"  
Tulancingo de Bravo, Hidalgo a 30 de septiembre de 2024

Dr. Gabriel Aguirre Álvarez

Dra. Alma Guadalupe Vázquez Durán

Dr. Jesús Abraham Méndez Albores

Dr. Rubén Jiménez Alvarado



*JA*  
\_\_\_\_\_  
*A. G. Aguirre*  
\_\_\_\_\_  
*J. A. Méndez*  
\_\_\_\_\_  
*R. J. Alvarado*

Avenida Universidad Km. 1 s/n, Exhacienda Aquetzalpa,  
Tulancingo de Bravo, Hidalgo, México; C.P. 43600  
Teléfono +52 (771) 71 72000 ext. 2425  
[maestria\\_alimentos@uaeh.edu.mx](mailto:maestria_alimentos@uaeh.edu.mx)

Teléfono: +52 (771) 71 72000 ext 2461  
[migueze@uaeh.edu.mx](mailto:migueze@uaeh.edu.mx)



[www.uaeh.edu.mx](http://www.uaeh.edu.mx)

## **AGRADECIMIENTOS**

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por la beca otorgada durante el posgrado y para la realización de este proyecto.

A la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo por la oportunidad de estudiar el posgrado en dicha institución, así como el apoyo dado a lo largo de este.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán por ser mi segunda casa durante toda esta aventura, donde adquirí experiencia tanto académica como personal.

Al Dr. Gabriel Aguirre Álvarez por su voto de confianza desde mi entrevista y apoyo en este camino.

A la Dra. Alma Vázquez Durán y al Dr. Abraham Méndez Albores por su caluroso recibimiento, por el apoyo en el ámbito académico y personal durante estos dos años; así como también por las experiencias, los conocimientos adquiridos y las sonrisas brindadas.

A todos los integrantes del laboratorio 14, por su apoyo incondicional y comprensión desde el primer día. Comenzamos como compañeros y terminamos como amigos, cada uno hizo de este camino una experiencia más amena y feliz, y sin ustedes no lo hubiera logrado.

## DEDICATORIA

Todos mis logros siempre serán dedicados a Dios por estar presente en cada momento, por no soltarme y ser una luz en las situaciones difíciles.

A mi mamá, mi fuente de inspiración y perseverancia. Las palabras no alcanzarían para todo lo quiero expresarte... Gracias por todo el amor, por ser el pilar que me sostiene, por creer y apoyar mis sueños. No tengo cómo pagarte todo, soy lo que soy gracias a ti. Mi amor hacia ti siempre será infinito.

A Pinkie, desvelarnos desde el 2014 ya es una tradición. Eres el hermano que siempre quise y que ha estado para mi en la enfermedad, alegría y tristeza. No recuerdo cómo era la vida sin ti.

Dios ha sido muy bueno conmigo, me dio una familia que ha hecho lo mejor para mí y me ha dado todo desde su corazón. Nunca olvidaré todos los buenos recuerdos que tengo, soy así porque mi vida siempre ha estado rodeada de amor, y sin ustedes este sueño nunca hubiera sido posible, los amo y les aseguro que mejor familia no me pudo tocar.

A mis niñas, Yare e Ilsa, la vida nos hizo primas, pero nosotras decidimos ser hermanas. Desde su llegada fui la persona más feliz, y han llenado mi vida de alegría constante. Me han enseñado que la distancia no separa corazones. Dani, tu también entras aquí, no importa el destino, tu eres mi primer prima.

Una dedicatoria especial hasta el cielo para mi abuelita. Mi infancia lleva tu nombre, hubo un antes y un después cuando partiste. Sin embargo, siempre estuviste orgullosa de cada uno de mis logros, y sé que lo sigues estando. El cielo es más precioso desde que estás ahí.

Y una mención especial para esa Liss del pasado, cuya vida no ha sido fácil, pero ha sabido sobreponerse a cada una de las dificultades y enfermedades con una sonrisa ante el mundo. Cada sacrificio y lágrima han valido la pena, te mereces cosas hermosas en esta vida y siéntete orgullosa de poder ver a tu Liss de ocho años y decirle que lograste el sueño de tener una maestría.

# ÍNDICE

ÍNDICE DE TABLAS .....	I
ÍNDICE DE FIGURAS .....	II
RESUMEN .....	1
ABSTRACT .....	2
1. INTRODUCCIÓN .....	3
2. ANTECEDENTES .....	5
3. MARCO TEÓRICO.....	7
3.1 Cerveza .....	7
3.1.1 Aspectos generales, impacto social y económico.....	7
3.1.2 Contaminación de la cerveza por micotoxinas .....	7
3.2 Ocratoxina A (OTA).....	8
3.2.1 Toxicidad de la ocratoxina A .....	10
3.2.2 Legislación de ocratoxina A en alimentos .....	10
3.2.3 Presencia de ocratoxina A en granos y cereales.....	11
3.3 Remoción de ocratoxina A .....	13
3.4 Nanotecnología.....	14
3.5 Nanopartículas de carbonato de calcio (CaCO <sub>3</sub> ).....	14
3.5.1 Síntesis de nanopartículas de CaCO <sub>3</sub> .....	15
3.5.2 Nanopartículas de CaCO <sub>3</sub> como adsorbente.....	17
4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACIÓN.....	18
5. OBJETIVOS .....	20
5.1 Objetivo general.....	20
5.2 Objetivos específicos.....	20

<b>6. HIPÓTESIS</b> .....	21
<b>7. MARCO METODOLÓGICO</b> .....	22
<b>7.1 Materiales</b> .....	22
<b>7.2 Métodos</b> .....	22
<b>7.2.1 Síntesis de nanopartículas de carbonato de calcio</b> .....	22
<b>7.2.2 Caracterización de las nanopartículas de carbonato de calcio</b> .....	23
<b>Espectroscopía de infrarrojo transformado de Fourier (FT-IR)</b> .....	23
<b>Difracción de Rayos X (XRD)</b> .....	23
<b>Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)</b> .....	23
<b>Análisis del punto de carga cero (PZC)</b> .....	24
<b>Análisis del potencial zeta y análisis del tamaño de partícula</b> .....	24
<b>7.2.3 Estudios de adsorción in vitro</b> .....	25
<b>Inoculación de medio acuoso</b> .....	25
<b>Estudios de adsorción</b> .....	25
<b>Condiciones óptimas de adsorción en medio acuoso</b> .....	25
<b>Inoculación de cerveza</b> .....	26
<b>Estudios de adsorción en cerveza (condiciones óptimas)</b> .....	27
<b>Estudios de desorción</b> .....	27
<b>8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	28
<b>8.1 Caracterización de nanopartículas de CaCO<sub>3</sub></b> .....	28
<b>8.1.1 Caracterización mediante espectroscopía infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR)</b> .....	28
<b>8.1.2 Caracterización de Difracción de Rayos X (XRD)</b> .....	31
<b>8.1.3 Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido (SEM)</b> .....	35
<b>8.1.4 Determinación del punto de carga cero (PZC)</b> .....	40

8.1.5	Determinación del potencial zeta, tamaño de partícula e índice de polidispersidad .....	42
8.2	Estudios de adsorción de OTA en medio acuoso .....	44
8.2.1	Efecto de la temperatura en la adsorción de OTA en medio acuoso .....	44
8.2.2	Efecto de la dosis del adsorbente en la adsorción de OTA en medio acuoso	45
8.2.3	Efecto del tiempo de contacto en medio acuoso .....	46
8.2.4	Efecto de la dosis del adsorbato en la adsorción de OTA en medio acuoso .	48
8.3	Estudios de adsorción de OTA en cerveza .....	49
8.3.1	Efecto de la temperatura en la adsorción de OTA en cerveza .....	49
8.3.2	Efecto de la dosis del adsorbente (CaCO <sub>3</sub> ) en la adsorción de OTA en cerveza .....	50
8.3.3	Efecto del tiempo de contacto en la adsorción de OTA en cerveza.....	52
8.3.4	Efecto de la concentración inicial de adsorbato en la adsorción de OTA en cerveza .....	54
9.	CONCLUSIONES .....	57
10.	BIBLIOGRAFÍA .....	58
11.	ANEXOS .....	69

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1. Concentración de OTA en diferentes granos de cereal.....</b>	<b>12</b>
<b>Tabla 2. Concentración de OTA en diferentes cervezas. ....</b>	<b>12</b>
<b>Tabla 3. Configuración experimental para la adsorción de ocratoxina A mediante CaCO<sub>3</sub> en medio acuoso.....</b>	<b>26</b>
<b>Tabla 4. Configuración experimental para la adsorción de ocratoxina A mediante CaCO<sub>3</sub> en cerveza.....</b>	<b>27</b>
<b>Tabla 5. Tamaño de cristal obtenido de las diferentes muestras de CaCO<sub>3</sub>.....</b>	<b>35</b>
<b>Tabla 6. Morfología y tamaño de partícula obtenido mediante SEM de las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub>.....</b>	<b>39</b>
<b>Tabla 7. Potencial zeta, tamaño promedio e índice de polidispersión de las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub>.....</b>	<b>43</b>
<b>Tabla 8. Porcentaje de adsorción de OTA mediante las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub> en medio acuoso, pH 4, temperatura 30°C y 100 µg/L.....</b>	<b>44</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1. Estructura química de Ocratoxina A (Zapašnik et al., 2022).....</b>	<b>9</b>
<b>Figura 2. Espectros FT-IR de las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub>.....</b>	<b>29</b>
<b>Figura 3. Espectros FT-IR de las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> con tratamiento térmico. .....</b>	<b>31</b>
<b>Figura 4. Espectros XRD de las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub>.....</b>	<b>33</b>
<b>Figura 5. Espectros XRD de las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> sometidas a tratamiento térmico. ....</b>	<b>34</b>
<b>Figura 6. Imágenes SEM de nanopartículas de CaCO<sub>3</sub>.....</b>	<b>36</b>
<b>Figura 7. Imágenes SEM de nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> sometidas a tratamiento térmico. .....</b>	<b>37</b>
<b>Figura 8. Punto de carga cero de las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub>.....</b>	<b>40</b>
<b>Figura 9. Punto de carga cero de las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub> con tratamiento térmico. ....</b>	<b>41</b>
<b>Figura 10. Efecto de la temperatura en la eliminación de ocratoxina A .....</b>	<b>45</b>
<b>Figura 11. Efecto de la dosis de adsorbente en la eliminación de ocratoxina A .....</b>	<b>46</b>
<b>Figura 12. Efecto del tiempo de contacto en la eliminación de ocratoxina A .....</b>	<b>47</b>
<b>Figura 13. Efecto de la dosis de adsorbato en la eliminación de ocratoxina A .....</b>	<b>48</b>
<b>Figura 14. Efecto de la temperatura en la eliminación de ocratoxina A en cerveza. ...</b>	<b>50</b>
<b>Figura 15. Efecto de la dosis de adsorbente (CaCO<sub>3</sub>) en la eliminación de ocratoxina A .....</b>	<b>51</b>
<b>Figura 16. Efecto del tiempo de contacto en la eliminación de ocratoxina A. ....</b>	<b>53</b>
<b>Figura 17. Efecto de la dosis de adsorbato en la eliminación de ocratoxina A .....</b>	<b>54</b>
<b>Figura 18. Desorción de ocratoxina A utilizando distintos eluyentes .....</b>	<b>55</b>
<b>Figura 19. Efecto del tiempo en la desorción de ocratoxina A utilizando etanol como eluyente .....</b>	<b>56</b>

## RESUMEN

La cerveza, considerada la bebida alcohólica más consumida a nivel mundial, puede estar contaminada con ocratoxina A, una toxina que es producida por hongos filamentosos, los cuales pueden crecer en los granos de cereales utilizados para su producción. En este trabajo las nanopartículas de carbonato de calcio fueron utilizadas para la remoción de esta micotoxina en la cerveza. Las nanopartículas de carbonato de calcio se sintetizaron por el método de precipitación, evaluando el efecto de la temperatura de síntesis (30 y 80 °C), la incorporación de un agente estabilizante (amilopectina), y el tratamiento térmico (350 °C/2 h). La caracterización se realizó por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (SEM), punto de carga cero, potencial zeta, y dispersión de luz dinámica (DLS). Los estudios de adsorción se realizaron en medio acuoso y en la cerveza; evaluando la temperatura, la dosis de adsorbente, el tiempo de contacto, y la concentración de adsorbato.

Se determinó que la temperatura de síntesis permitió el control del polimorfismo del carbonato de calcio, formando calcita a temperatura ambiente y aragonita a 80°C, resultados obtenidos por FTIR y DRX. La adición de amilopectina no afectó el polimorfismo, pero redujo el tamaño de la partícula. El tratamiento térmico provocó que la estructura cristalina de todas las muestras sintetizadas se transformara a calcita. Para los estudios de adsorción, las nanopartículas sintetizadas a 80 °C, en presencia de amilopectina, fueron seleccionadas debido a sus altos valores de adsorción de OTA en agua.

Mediante SEM se revelaron tamaños de 0.200  $\mu\text{m}$  hasta 5  $\mu\text{m}$ . Con lo que se evaluó el hecho de tener presente microestructuras. Por su parte, el potencial zeta se mantuvo en un rango de -8 mV a -27.9 mV.

El porcentaje de adsorción promedio en medio acuoso fue de 79% usando 0.125 g/L de  $\text{CaCO}_3$ , en 5 minutos de contacto, a 30 °C. Mientras que en cerveza fue de 60% con la misma dosis y tiempo, a 4 °C. Dichos porcentajes son más altos en comparación con otros materiales reportados para la misma función.

Los estudios de desorción mostraron que el etanol es el mejor eluyente, teniendo una eficiencia de 37% en 90 minutos.

## ABSTRACT

Beer, considered the most consumed alcoholic beverage worldwide, can be contaminated with ochratoxin A, a toxin that is produced by filamentous fungi, which can grow in the cereal grains used for its production. In this work, calcium carbonate nanoparticles were used for the removal of this mycotoxin in beer. Calcium carbonate nanoparticles were synthesized by the precipitation method, evaluating the effect of the synthesis temperature (30 and 80 °C), the incorporation of a stabilizing agent (amylopectin), and the heat treatment (350 °C/2 h). Characterization was performed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Zero Charge Point, zeta potential, and Dynamic Light Scattering (DLS). Adsorption studies were performed in aqueous medium and in beer; evaluating temperature, adsorbent dosage, contact time, and adsorbate concentration.

It was determined that the synthesis temperature allowed the control of calcium carbonate polymorphism, forming calcite at room temperature and aragonite at 80°C, results obtained by FTIR and XRD. The addition of amylopectin did not affect the polymorphism but reduced the particle size. The heat treatment caused the crystalline structure of all the synthesized samples to be transformed to calcite. For adsorption studies, the nanoparticles synthesized at 80 °C, in the presence of amylopectin, were selected due to their high adsorption values of OTA in water.

SEM revealed sizes from 0.200 µm to 5 µm. Thus, the presence of microstructures was evaluated. On the other hand, the Zeta Potential was maintained in a range of -8 mV to -27.9 mV.

The average adsorption percentage in aqueous medium was 79% using 0.125 g/L of CaCO<sub>3</sub>, in 5 minutes of contact, at 30 °C. While in beer it was 60% with the same dose and time, at 4 °C. These percentages are higher compared to other materials reported for the same function.

Desorption studies showed that ethanol is the best eluent, having an efficiency of 37% in 90 minutes.

## 1. INTRODUCCIÓN

La cerveza es una de las bebidas alcohólicas más consumidas y vendidas a nivel mundial. Como consecuencia de su alto comercio, las materias primas para su elaboración también presentan altas demandas de producción (Campone et al., 2020).

Durante su producción, almacenamiento o transporte, los granos para la elaboración de la cerveza pueden contaminarse con diversos géneros de hongos como *Aspergillus* y *Penicillium*, los cuales son capaces de producir micotoxinas. Una de estas micotoxinas es la Ocratoxina A (OTA) (Márquez-Benavides et al., 2022).

La ocratoxina A ha sido detectada en ciertos alimentos como granos de café, carne, uvas, vino, legumbres, cereales y cerveza. Esta situación plantea una problemática relevante debido a que se han demostrado sus efectos en la salud. Debido a ellos, fue catalogada en el 2003 como un posible carcinógeno humano por la Agencia Internacional de Investigación contra el Cáncer (IARC) (Ravelo Abreu et al., 2011).

Aunado a ello, la existencia de poca normatividad que indique los límites máximos de ocratoxina A que una persona puede ingerir sin riesgos agrava aún más la situación. En la cerveza, por ejemplo, se han reportado concentraciones de OTA de hasta 75.10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , lo cual sobrepasa el consumo permitido por ciertas entidades (Schabo et al., 2021).

Para abordar este problema, se ha investigado la eliminación de la OTA en los distintos alimentos contaminados. No obstante, la solución a este desafío ha sido poco estudiado en cerveza, y el procedimiento más frecuente para la remoción es modificar ciertos factores en la producción de dicha bebida. Sin embargo, es necesario la creación de nuevas alternativas que solucionen dicho contratiempo, entre estas se destaca el uso de nanopartículas.

Las nanopartículas son catalogadas como estructuras de un tamaño que va entre 1 y 100 nanómetros. Entre sus principales aplicaciones se encuentra el diagnóstico de enfermedades, encapsulaciones, restauraciones dentales y eliminación de contaminantes mediante adsorción (Najahi-Missaoui et al., 2021).

En este contexto, el presente trabajo propone la síntesis y caracterización de nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$ , las cuales serán utilizadas para adsorber la OTA presente en la cerveza, dar solución a dicha problemática y de esta manera lograr una inocuidad alimentaria para los

consumidores al ofrecer un producto en particular muy consumido sin sustancias externas que puedan causar un problema de salud en las personas.

## 2. ANTECEDENTES

La ocratoxina A (OTA) es una micotoxina que puede estar presente en diversos productos alimenticios (incluyendo la cerveza), debido a que gran parte de los productos agrícolas son utilizados como materias primas. Ésta es considerada tóxica y posible cancerígeno para los humanos, causando distintas afecciones. La OTA es un compuesto químico muy estable; por tal motivo, el procesamiento ordinario de los alimentos no logra su eliminación. Es por ello que se han estado investigando distintos métodos para removerla (Bui-Klimke & Wu, 2015).

Para la remoción de OTA en cerveza se han evaluado diversas estrategias que incluyen métodos biológicos, químicos y físicos. Dentro de los métodos biológicos se encuentra la degradación por la enzima peroxidasa (POD), realizada por De Oliveira y colaboradores en el 2020. El porcentaje de degradación de OTA en la cerveza fue de 4.8% consecuencia de la capacidad de oxidación de la POD.

En lo que respecta a los métodos físicos, se han reportado la utilización de cartuchos de inmunoafinidad de limpieza (IAC), polímeros impresos moleculares (MIP), cartuchos de limpieza Mycospin<sup>™</sup>, Mycosep<sup>™</sup> y HLB SPE; donde se obtuvieron resultados de eliminación de 21.44%, 33.14%, 9.22%, 31.69% y 5.42%, respectivamente, en una concentración de OTA de 2 µg/L (Prelle et al., 2013).

En otros estudios empleando coadyuvantes de filtración para removerla, alcanzaron porcentajes de remoción de 5.7% usando diatomita, y 88% al utilizar ceniza de cáscara de arroz durante 60 minutos (Lulamba et al., 2019).

Uno de los métodos más importantes es el de adsorción, donde el carbón activado es uno de los adsorbentes más empleados en la cerveza, incluso ya existe una dosis máxima límite que puede presentar esta bebida (1 g/L), señalada por la Comisión Europea (Ding et al., 2023). Otros adsorbentes también usados son el gel de sílice, el florisil, el estireno divinilbenceno y la celita (Belajová et al., 2007).

No obstante, la mayoría de los materiales empleados son de alto costo y pueden provocar cambios en las características organolépticas de la bebida, además de que a menudo no logran un porcentaje de remoción elevado (Ding et al., 2023). Esto último puede ser mejorado al manejar los materiales a nivel nanométrico. El uso de la nanotecnología permite obtener

materiales con una alta área superficial específica, lo que permite utilizar concentraciones de adsorbente más bajas en comparación con los materiales convencionales, obteniéndose una adsorción más rápida y una eficiencia más alta (Sadegh et al., 2017).

En los últimos años, se ha extendido el uso de nanopartículas como adsorbentes en la industria de alimentos y bebidas. Por mencionar algunos avances obtenidos que sirven como antecedentes para este trabajo, se tiene lo reportado por Shuwen Wang y colaboradores en el 2020, quienes prepararon nanopartículas magnéticas de quitosano funcionalizadas con aptámero con el fin de extraer selectivamente la Ocratoxina A (OTA) de alimentos. La síntesis se realizó bajo el método de coprecipitación. La caracterización se efectuó mediante SEM, TEM, FT-IR, XRD, análisis termogravimétrico (TGA) y medición de propiedades magnéticas. Los resultados obtenidos indican que este adsorbente magnética es apto para la extracción eficiente de OTA en alimentos.

Otro estudio es el reportado por Tian y colaboradores en el 2013. La investigación trató de construir nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  funcionalizadas con pilaesareno como adsorbente magnético de extracción en fase sólida para el análisis de residuos de pesticidas en muestras de bebidas. Los investigadores realizaron estudios de caracterización y capacidad de adsorción donde concluyeron que las nanopartículas reconocieron y recuperaron los plaguicidas con una alta selectividad y éxito.

Al hablar del uso de nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  como adsorbente, se ha encontrado su aplicación principal en la descontaminación ambiental, específicamente en el retiro de metales pesados en aguas residuales. Islam y colaboradores, en el 2017, decidieron purificar las aguas residuales mediante el método de adsorción debido a su alta eficiencia, su simplicidad y a su bajo costo. La elección del  $\text{CaCO}_3$  se debió a que es un material poroso económico y no es dañino para los humanos. Como precursores se utilizaron 10 mL de  $\text{CaCl}_2$  (0.165M) y 10 mL de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (0.165M) como precursores, así como CTAB como estabilizante. Para la caracterización se utilizaron técnicas como UHR-FESEM, difracción de rayos X y UV-vis. Se obtuvieron partículas con forma de aguja y los resultados de adsorción fueron positivos ya que se logró eliminar el 99.9% de los iones de metales pesados del agua residual hasta el nivel de agua potable en solo 9 minutos.

### **3. MARCO TEÓRICO**

#### **3.1 Cerveza**

##### **3.1.1 Aspectos generales, impacto social y económico**

La cerveza es una bebida fermentada tradicional que se caracteriza por poseer una baja graduación alcohólica, generalmente entre 4° y 5°. Presenta un aporte calórico moderado de 45 kcal/100 mL aproximadamente, y es rica en vitaminas hidrosolubles, fibra y minerales. Otra de sus características principales es su pH ácido, alrededor de 4.2. Para su elaboración se requieren cuatro ingredientes principales: cereales, agua lúpulo y levadura. Esta bebida contiene más de 450 constituyentes, lo que la hace una mezcla compleja (Sánchez et al., 2010; Morales-Toyo, 2018).

A nivel mundial, constituye el 78.2% del consumo de bebidas alcohólicas, mientras que en México representa el 93.3% (Gómez-Corona et al., 2016). De acuerdo con lo reportado en el 2022 por la organización Cerveceros de México, el país ocupa el cuarto lugar en producción cervecera global, solo por detrás de China, Estados Unidos y Brasil; así como también es el principal exportador a nivel mundial desde el 2010, obteniendo ganancias de 5,618 millones de dólares por dicho producto en el 2021.

##### **3.1.2 Contaminación de la cerveza por micotoxinas**

Los cereales utilizados para elaborar la cerveza pueden presentar contaminación debido a que en estos productos hay probabilidad de crecimiento de diversos hongos filamentosos como *Aspergillus*, *Penicillium* y *Fusarium*, los cuales tienen la capacidad de sintetizar toxinas (Márquez-Benavides et al., 2022). La contaminación por micotoxinas en los cereales dependerá de diversos factores, como la resistencia genética del cultivo, las condiciones ambientales de temperatura y humedad, el daño causado por insectos, el almacenamiento inadecuado y un secado deficiente. Cabe destacar que la contaminación de las materias primas puede presentarse en distintas etapas de la cadena de producción (Khodaei et al., 2021). Por ejemplo, la presencia de micotoxinas puede aumentar durante la producción de la cerveza, esto debido a que en los procesos de germinación, horneado y molienda se fomenta el crecimiento de hongos y la acumulación de micotoxinas. Además, durante la maceración,

la adición de ingredientes no malteados podría ser una fuente adicional de contaminación (Pascari et al., 2018).

Las micotoxinas son definidas como metabolitos secundarios producidos por hongos. Éstas se pueden encontrar de manera natural en varios productos agrícolas empleados como materias primas en la preparación de alimentos (Pascari et al., 2022).

La presencia de distintas micotoxinas se evalúa de acuerdo con el cereal utilizado como materia prima en la elaboración de la cerveza. En la cebada y el trigo se presenta la ocratoxina A (OTA), los tricotecenos (TCT), la zearalenona (ZEA), y ocasionalmente las aflatoxinas (AF). Respecto al maíz, existe la presencia de fumonisinas (FB), tricotecenos y aflatoxinas (Chiotta et al., 2020).

Estas micotoxinas se clasifican de acuerdo con la gravedad de sus efectos. La Agencia Internacional de Investigaciones sobre el Cáncer (IARC) considera al grupo 1 como cancerígeno para los seres humanos, en este grupo se encuentran las aflatoxinas. El grupo 2B se define como posible cancerígeno para los seres humanos, la OTA y las FB están clasificadas aquí. Por su parte, en el grupo 3 se encuentran toxinas como tricotecenos y zearalenona, las cuales no son consideradas toxinas cancerígenas humanas (Khodaei et al., 2021).

### **3.2 Ocratoxina A (OTA)**

La ocratoxina A (OTA) es definida como un metabolito secundario producido por las especies de hongos *Aspergillus* y *Penicillium*. En el caso del género *Aspergillus*, se desarrolla en un intervalo de temperatura óptimo de 24 a 30°C, por lo que su crecimiento está asociado a los climas cálidos y tropicales; la principal especie productora de OTA en alimentos es *Aspergillus ochraceu* (Lulamba et al., 2019b).

Por su parte, el género *Penicillium* crece a un intervalo de temperatura entre 0 y 31°C, este rango indica que la contaminación puede presentarse tanto en climas templados como fríos; las especies con mayor producción de OTA en alimentos son *P. verrucosum* y *P. viricatum* (Lulamba et al., 2019b).

Aunado a esto, *Aspergillus* y *Penicillium* crecen a niveles de actividad de agua (aw) de 0.83 y 0.80, respectivamente. Los cereales, por su parte, son afectados por microorganismos a un

rango de actividad de agua entre 0.85 y 0.60; Esto indica que los géneros mencionados pueden afectar los cereales, debido a que su crecimiento ocurre dentro del rango en el que los cereales pueden experimentar cambios sensoriales y contaminación (Ravelo Abreu et al., 2011).

La OTA está compuesta por un aminoácido fenilalanina con la dihidroisocumarina unida por un enlace peptídico (Figura 1). Su nombre químico es: L-fenilalanina, N- [(5-cloro-3,4-dihidro-8-hidroxi-3-metil-1-oxo-1- H -2-benzopirano-7-il) carbonilo-isocumarina (Malir et al., 2016). Es un compuesto sólido, inodoro y considerada una sustancia de bajo peso molecular, con una masa de 403.8g/mol, y un ácido orgánico débil con dos valores de pKa cercanos a 4.4 y a 7.1 (Khaneghah et al., 2019). La OTA es capaz de emitir fluorescencia al ser excitada con luz ultravioleta, específicamente, poseerá una fuerte fluorescencia verde bajo la luz UV en medio ácido, mientras que tendrá una fluorescencia azul intensa en condiciones alcalinas (Bueno et al., 2017).



**Figura 1. Estructura química de Ocratoxina A (Zapašnik et al., 2022)**

Esta micotoxina es muy soluble en disolventes orgánicos polares, como los alcoholes, a un pH neutro y ácido; mientras que es poco soluble en agua e insoluble en hidrocarburos saturados y éteres de petróleo (Nourbakhsh & Tajbakhsh, 2021).

Una de las características más representativas de OTA es su alta estabilidad, pues se ha demostrado su gran resistencia a las altas temperaturas y a la acidez. Por lo que, una vez contaminados los alimentos, es muy complicado eliminarla. Se ha reportado que la OTA, en condiciones normales de cocción, solo puede ser degradada de forma parcial; e incluso es capaz de resistir más de dos horas de esterilización con vapor a alta presión (121°C), y no se destruye completamente al alcanzar una temperatura de 250°C. Aunque es importante

mencionar que la exposición a la luz fluorescente es un factor de degradación (Lulamba et al., 2019).

### **3.2.1 Toxicidad de la ocratoxina A**

La OTA puede causar nefrotoxicidad, hepatotoxicidad, inmunosupresión, genotoxicidad, teratogenicidad, neurotoxicidad y carcinogénesis en humanos. El hecho de que el cuerpo humano esté expuesto a alimentos contaminados con OTA, aumenta la probabilidad de contraer algunas de las afecciones ya mencionadas, por ejemplo, se ha encontrado una relación entre el cáncer testicular y el consumo de OTA (Leitão, 2019).

Cabe destacar que también se puede presentar una intoxicación aguda de OTA cuyos síntomas van desde la pérdida de peso hasta las hemorragias multifocales en órganos y trombosis (Ravelo Abreu et al., 2011).

La OTA presenta una vida media de eliminación prolongada, en el caso de los cerdos, esta oscila entre las 72 y 120 horas, y en los humanos alcanza las 840 horas, lo que equivale a 35 días (Chain et al., 2020).

Tras su ingesta, la OTA es absorbida en el tracto gastrointestinal y pasa a la circulación sistémica, donde se une a la albúmina y otras proteínas séricas, esta reabsorción favorece la distribución de la OTA hacia diferentes tejidos, lo que trae como consecuencia una vida media de eliminación más prolongada. La reabsorción de la OTA desde el intestino hacia la circulación se produce en los túbulos proximales y distales del riñón, mientras que la acumulación se da en los órganos con mayor actividad metabólica como hígado y riñón, por ende, las concentraciones más altas de esta micotoxina se encuentran en dichos lugares, así como en sangre y tejidos (Chain et al., 2020).

### **3.2.2 Legislación de ocratoxina A en alimentos**

Desde el punto de vista internacional, existe la pauta CXS 193-1995 del Codex Alimentarius, la cual es una norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos. Esta norma fue establecida en 1995, y su última actualización se presentó en el 2019. En ella se establece el nivel máximo de OTA que está permitido en el trigo, la cebada y el centeno, el cual es de 5 µg/kg (Codex-Alimentarius, 2019).

Por su parte, la Comisión Europea publicó el Reglamento (CE) 472/2002, el cual también establece los niveles máximos de OTA; este estatuto ha estado en constante cambio. Actualmente, el Reglamento (UE) 2022/1370 es el que está en vigor a partir del 01 de enero de 2023, y establece que, en los cereales no elaborados, el límite máximo de esta micotoxina es de 5 µg/kg; mientras que, en los productos derivados de los cereales no elaborados, así como en las bebidas alcohólicas a base de malta es de 3 µg/kg (Comisión-Europea, 2022). Cabe mencionar que este reglamento no establece un nivel máximo de OTA específico para la cerveza, por lo que ésta podría entrar en las dos últimas categorías mencionadas.

Desafortunadamente, en México la regulación de las micotoxinas es deficiente, tan solo se ha establecido la NOM-188-SSA1-2002 para regular los niveles de aflatoxinas en ciertos alimentos (Secretaría-de-Salud, 2002), pero ésta es el único indicio de legislación para micotoxinas que se tiene en el país.

### **3.2.3 Presencia de ocratoxina A en granos y cereales**

A pesar de los límites establecidos por los organismos correspondientes, la presencia de ocratoxina A los sobrepasa en algunas ocasiones. En la tabla 1 se presentan las concentraciones de OTA en distintos cereales, los resultados reportados por Kuruc y colaboradores en el 2015 demostraron que tanto la cebada como el trigo exceden por mucho el límite permitido (5 µg/kg) con valores de hasta 47 µg/kg. Los estudios realizados por Malir y colaboradores en el 2016 también exhibieron un exceso de OTA en el trigo (18 µg/kg). Por su parte, las investigaciones de Gruber-Dominger en 2019 mostraron una alta contaminación de OTA en maíz y cebada (14 µg/kg y 9 µg/kg respectivamente). Por último, Waji Ul Hassan y colaboradores en el 2020 reportaron una concentración de OTA de 38 µg/kg en el maíz.

En la tabla 2 se presentan las concentraciones de OTA en cerveza, los estudios de Ravelo Abreu y colaboradores en el 2011 identificaron una concentración de 8.35 µg/kg en la cerveza tradicional, lo cual sobrepasa los límites máximos de OTA (3 µg/kg). Del mismo modo, las investigaciones de Silva y colaboradores en el 2020 exhibieron una concentración de OTA de 3.51 µg/kg en la cerveza de Portugal. Finalmente, Schabo y colaboradores en el 2021 reportaron un exceso de OTA en la cerveza de la Provincia de Gauteng y de Brasil, obteniendo una concentración de 75.10 µg/kg y 5.86 µg/kg, respectivamente.

**Tabla 1. Concentración de OTA en diferentes granos de cereal.**

<b>Tipo de cereal</b>	<b>País</b>	<b>Número de muestras</b>	<b>Ocurrencia (%)</b>	<b>Concentración media de OTA (µg/kg)</b>	<b>Referencia</b>
Cebada	Estados Unidos	49	8.2	47.28	(Kuruc et al., 2015)
Trigo	Estados Unidos	21	9.5	6.42	(Kuruc et al., 2015)
Trigo de Canadá	Bélgica	-	-	17	(Malir et al., 2016)
Trigo de Canadá	Francia	-	-	18	(Malir et al., 2016)
Maíz	-	6388	5	14	(Gruber-Dorninger et al., 2019)
Trigo	-	1973	9	5	(Gruber-Dorninger et al., 2019)
Cebada	-	730	6	9	(Gruber-Dorninger et al., 2019)
Maíz	Pakistán	46	71	38	(Wajih Ul Hassan et al., 2020)
Maíz	Estados Unidos	144	53	0.61	(X. Li et al., 2021)
Maíz	Vietnam	189	13.7	3.87	(Do et al., 2020)

**Tabla 2. Concentración de OTA en diferentes cervezas.**

<b>Cerveza</b>	<b>País</b>	<b>Número de muestras</b>	<b>Ocurrencia (%)</b>	<b>Concentración media de OTA (µg/kg)</b>	<b>Referencia</b>
Cerveza tradicional	Japón	-	-	8.35	(Ravelo Abreu et al., 2011)
Lager y Ale	Portugal	84	10.6	3.51	(Silva et al., 2020)
Tradicional	España	40	20	1.83	(Carballo et al., 2021)
Porter	Polonia	5	100	0.11	(Grajewski et al., 2019)
Tradicional	Provincia de Gauteng	33	9	75.10	(Schabo et al., 2021)
Cerveza tradicional	Brasil	33	15	5.86	(Schabo et al., 2021)

### **3.3 Remoción de ocratoxina A**

Debido a los riesgos que representa la presencia de OTA en insumos y alimentos, es importante removerla (Horky et al., 2018). Para ello, existen los métodos de descontaminación, los cuales se clasifican en tres tipos: biológicos, químicos y físicos. Dentro de los métodos biológicos se han empleado algunos microorganismos para la degradación de la micotoxina. Mientras que en los métodos químicos se han utilizado enzimas, ácidos orgánicos, sustancias alcalinas, compuestos altamente oxidantes, agentes reductores, entre otros (Ding et al., 2023).

En la actualidad, dentro de las técnicas físicas de eliminación destaca el procesamiento de cualquier alimento, en donde la cerveza no es la excepción, pues la remoción más común se da mediante la modificación de ciertas etapas de la elaboración de dicha bebida, no obstante, estas modificaciones traen como consecuencia cambios en las características organolépticas de la cerveza, y los porcentajes de remoción no son altos (Lulamba et al., 2019).

La remoción de OTA por otros métodos físicos presenta algunas ventajas como el bajo costo, el bajo impacto ambiental, operaciones simples y efectivas. La radiación, la aplicación de calor y la adsorción son algunos de los métodos más empleados. En el proceso de adsorción para la remoción de la OTA en matrices alimenticias se han empleado diversos compuestos como materiales de origen vegetal, materiales inorgánicos y materiales orgánicos sintéticos (Ding et al., 2023).

Cabe destacar que la adsorción es considerada un método económico, amigable con el medio ambiente y, además, es de fácil manipulación para eliminar la OTA. Se ha reportado que la adsorción, es un fenómeno de superficie en el cual se ven involucradas las fuerzas de Van der Waals e interacciones electrostáticas entre la carga negativa de la OTA y la carga positiva del adsorbente. Sin embargo, los factores que influyen en el proceso de adsorción incluyen el tamaño de poro, la carga superficial, la distribución de cargas, y el área superficial específica del adsorbente. En la última década, los nanomateriales surgen como una alternativa para la remoción de micotoxinas, principalmente debido a sus propiedades únicas como su alta área superficial específica, característica importante para los procesos de adsorción (Horky et al., 2018; Ding et al., 2023).

### **3.4 Nanotecnología**

La nanotecnología se define como la manipulación de la materia a nivel atómico y molecular. Esta tecnología permite desarrollar nanomateriales de alto impacto en la sociedad. Las propiedades físicas y químicas que presentan los nanomateriales son únicas y éstas son aprovechadas para aplicaciones novedosas en beneficio de la sociedad (Bhushan, 2017). Los nanomateriales han sido considerados prometedores para tratar los contaminantes tanto orgánicos como inorgánicos. Entre los materiales más utilizados se encuentran los nanocatalizadores. Las superficies funcionalizadas, los recubrimientos y las nanopartículas (El-sayed, 2020).

Las nanopartículas (NPs) se definen como estructuras con un tamaño inferior que oscila entre 1 y 100 nanómetros. En general, se pueden obtener nanopartículas de diversas clases de diversas clases de materiales como metales, óxidos metálicos, aleaciones, materiales orgánicos, poliméricos, y materiales compuestos. No hay propiedades generales para ellas debido a que sus propiedades funcionales dependen de su tamaño, estructura y material (Najahi-Missaoui et al., 2021).

### **3.5 Nanopartículas de carbonato de calcio (CaCO<sub>3</sub>)**

El carbonato de calcio (CaCO<sub>3</sub>) es un mineral abundante en la corteza terrestre, el cual se extrae normalmente de rocas calizas. Presenta tres estructuras cristalinas diferentes en la naturaleza: la calcita, la vaterita y la aragonita. La calcita es la más estable en condiciones normales de temperatura y presión. Ésta presenta un sistema cristalino trigonal; mientras la aragonita es ortorrómbica; y, por último, la vaterita es un sistema cristalino hexagonal y morfología esférica (Takabait et al., 2016).

A diferencia del carbonato de calcio convencional, las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> exhiben características novedosas debido a una gran cantidad de valencias insatisfechas en la superficie, esto lleva a un tamaño pequeño y un área de superficie alta. Se caracteriza también por biocompatibilidad, biodegradabilidad y no toxicidad (Moghazy & Taha, 2022).

Las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> son utilizadas ampliamente en la industria por su gran porosidad, alta superficie, baja toxicidad y bajo costo. Se emplea en la fabricación de plásticos, caucho, fabricación de pintura y papel, con el fin de mejorar los rendimientos de producción y reducir costos. En el campo ambiental, participa en la detección de tóxicos.

Dentro de la industria alimentaria, son usadas para la inmovilización de enzimas, como catalizador, y más reciente, su aplicación en biosensores para estimar la frescura de mariscos. También se ha llegado a utilizar en la industria médica y farmacéutica debido a sus beneficios para el desarrollo normal de huesos y esqueleto (R. Febrida et al., 2021).

En los últimos años, las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  se han aplicado como adsorbentes, con el objetivo de eliminar de manera eficaz, ciertos contaminantes (Moghazy & Taha, 2022).

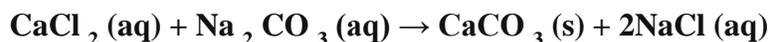
### **3.5.1 Síntesis de nanopartículas de $\text{CaCO}_3$**

Los métodos de síntesis son definidos como un grupo de procesos llevados a cabo para obtener nanopartículas. Hay distintos métodos para sintetizar nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$ , la elección dependerá de las propiedades que se requiera tengan dichas nanopartículas y el uso que se les dará, sin embargo, normalmente los métodos se clasifican en dos grandes clases principales: el enfoque Bottom-Up y el enfoque Top-Down (Borja-Borja & Rojas-Oviedo, 2020).

La síntesis Top-Down, también conocida como síntesis de arriba hacia abajo, implica la reducción de tamaño micrométrico del material hasta alcanzar la escala nanométrica (0.1-100). Los métodos más relevantes de este enfoque son molienda de alta energía, ablación con láser y pirólisis, por mencionar algunos. Por su parte, la síntesis Bottom-Up, conocida también como síntesis de abajo hacia arriba, es una aproximación donde las nanopartículas se forman a partir de átomos o moléculas, es decir, emplea un enfoque de construcción. Los métodos más relevantes de este enfoque son la reducción química, sol-gel, hidrotérmico y precipitación (Khan et al., 2019).

El método de precipitación es uno de los más empleados por su simplicidad, su bajo costo, y escalabilidad, aunado a ello, con este método se logra un mejor control de los parámetros de síntesis (Atul et al., 2021).

El método de precipitación utilizado para la síntesis de  $\text{CaCO}_3$ , implica la formación de partículas a partir de disoluciones acuosa que contienen iones de calcio y de carbonato. Generalmente, el carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), el cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ), o nitrato de calcio ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ), son los precursores más comunes. La reacción se representa en la siguiente ecuación:



Es una reacción de doble desplazamiento y de precipitación. Ambos precursores son compuestos iónicos, así que el  $\text{Ca}^{2+}$  y el  $\text{Na}^+$  van a cambiar de lugar, dando paso así a la reacción de doble reemplazo. Los precursores están en estado acuoso y se disolverán en agua, al reaccionar se forma  $\text{CaCO}_3$  que es prácticamente insoluble y por tanto precipita; también se produce cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ), el cual es soluble y por tal motivo queda disuelto en el agua (R. Febrida et al., 2021).

Uno de los antecedentes de la síntesis de Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) fue realizado por Wei, W y colaboradores en el 2008, donde utilizaron cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ) y carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), ambos al 0.2M, como precursores de la síntesis, y eligieron el colágeno como estabilizante para el proceso, el cual se llevó a cabo a una temperatura de  $30^\circ\text{C}$ .

Algunos de los antecedentes de la síntesis de Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) fue realizados en el 2011. El grupo conformado por Romuald Babou-Kammoe y colaboradores, así como Guo Gao y colaboradores, realizaron la síntesis de nanopartículas y micropartículas de  $\text{CaCO}_3$  respectivamente. Los primeros utilizaron como precursores el  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  (0.1M) y el  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (0.15M), y evaluaron la influencia de los factores involucrados en la reacción hacia la morfología y tamaño de las nanopartículas. Los mejores resultados se obtuvieron al realizar la síntesis a temperatura ambiente, por más de 60 minutos, a una velocidad de 14000 rpm. Por su parte, Gao y colaboradores usaron 40 mL de  $\text{CaCl}_2$  (0.2M) y 40 mL de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (0.21M) como precursores, así como CTAB como estabilizante. Esta reacción se efectuó a temperatura ambiente.

Donatán y colaboradores, en el 2016, realizaron partículas de  $\text{CaCO}_3$ , y al igual que Babou-Kammoe y colaboradores, decidieron evaluar la influencia de los factores involucrados en la síntesis hacia las características de las partículas. En este estudio se usaron el  $\text{CaCl}_2$  y el  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  como precursores, y etilenglicol como estabilizante; dentro de los factores evaluados se encontraron la concentración, la temperatura, la velocidad de agitación y el tiempo de reacción. La mejor concentración fue al 0.1M y al 1M respectivamente, mientras que el tiempo de reacción óptimo fue de 30 minutos, a temperatura ambiente, con una velocidad de

agitación de 600 rpm y un pH de 9.5; estos parámetros dieron como resultado nanopartículas esféricas, con un tamaño de 40 nm.

### 3.5.2 Nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> como adsorbente

La contaminación de agua es uno de los grandes problemas en el mundo; para su descontaminación se han probado diversas tecnologías, una de ellas es la adsorción. Los materiales porosos, como el carbonato de calcio, han despertado un gran interés en la investigación para utilizarse como adsorbentes, esto por su accesibilidad y el hecho de que es inofensivo para los humanos. El CaCO<sub>3</sub> se ha utilizado como adsorbente para eliminar los metales pesados del agua (P. Wang et al., 2020). Del mismo modo, se ha probado su gran eficiencia para adsorber demás contaminantes presentes en el agua, por ejemplo, el fosfato, fósforo, azul de metileno, aceites, colorantes aniónicos y catiónicos, así como compuestos de benceno (Sheng et al., 2023).

También se ha demostrado que la adsorción de los contaminantes del aire por CaCO<sub>3</sub> es eficiente, ya que este material se ha utilizado para eliminar CO<sub>2</sub> debido a sus múltiples microporos; además, también es usado para separar el CH<sub>4</sub> del CO<sub>2</sub> mediante la misma técnica de adsorción (Eftekhari et al., 2024).

En el sector médico, se han establecido con éxito nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> junto con poliestireno para adsorber la bilirrubina del plasma humano (Chen et al., 2018). De igual forma, se ha observado la utilización de este material para adsorber fármacos, con el fin de que se liberen en el cuerpo posteriormente (Render et al., 2014).

Dentro de la industria alimentaria se ha implementado el CaCO<sub>3</sub> para adsorber el  $\beta$ -caroteno con el objetivo de formar una laca colorante de calidad alimentaria (Liu et al., 2024). De igual forma, se ha empleado como adsorbente de la acidez en la producción de jugo de uva (Rezaei et al., 2020).

Sin embargo, hasta el momento no hay estudios previos del uso de CaCO<sub>3</sub> como adsorbente para la descontaminación de alimentos que contienen micotoxinas. No obstante, ya hay estudios que demuestran la efectividad de nanopartículas hechas de otros materiales (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) para remover micotoxinas en alimentos como el jugo de frutas y en mezclas de maíz (Hamad et al., 2023).

#### 4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACIÓN

La industria cervecera es muy importante a nivel nacional e internacional. En el caso específico de México ocupa el tercer lugar de consumo en América Latina pues se estima un consumo per cápita de 68 L por año, es decir, una persona consume 1.3 L de cerveza por semana. Dentro de la producción a nivel internacional, México ocupa el cuarto lugar como productor, el primero como exportador, y el quinceavo como importador de este producto (INEGI, 2021).

Para la producción de esta bebida alcohólica se necesitan diversas materias primas, y una de ellas son los cereales, tales como la cebada, el cual es el más utilizado, el trigo y el maíz. Sin embargo, debido a su alta demanda durante el año, los agricultores deben mantener los cultivos, y para ello utilizan productos como plaguicidas y fertilizantes químicos los cuales inducen a la proliferación de especies fúngicas, como *Aspergillus* y *Penicillium*, y éstas a su vez son las encargadas de sintetizar la ocratoxina A, la cual es una micotoxina que provoca la contaminación en dichos cereales. Aunado a esto, las malas prácticas de transporte y almacenamiento también inducen la contaminación por esta micotoxina, como consecuencia de la existencia de alta humedad (Márquez-Benavides et al., 2022).

La ocratoxina A permanece en los cereales, en el proceso de producción de la cerveza y, por ende, en el producto final; y debido al mecanismo de toxicidad que ejecuta, la ingesta de ésta induce la inhibición en la síntesis de proteínas, la inhibición de la respiración mitocondrial y provoca daños al ADN, lo que trae como consecuencia problemas en la salud, causando nefropatía, neurotoxicidad, inmunosupresión, por mencionar algunas patologías; incluso ha sido catalogada como posible carcinógeno humano (Serrano-Coll & Cardona-Castro, 2015).

La reducción de la concentración de ocratoxina A en la cerveza es un tema fundamental debido a que este producto es de alto consumo, sin embargo, en la actualidad la información acerca de este tema es escasa en comparación con su impacto. Aunado a esto, las investigaciones encontradas tratan de reducir la micotoxina a través del procesamiento de los cereales principalmente, pero no se ha analizado la utilización de otros procesos a fondo para este producto en particular, no obstante, en alimentos específicos, se ha estudiado la utilización de nanopartículas como una elección para reducir las micotoxinas, esto se debe a

que las nanopartículas presentan una alta actividad superficie/ volumen que permite la eliminación de ciertos contaminantes (Moghazy & Taha, 2022).

Por lo que la utilización de las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  para la adsorción de micotoxinas como la ocratoxina A en productos alimenticios, particularmente en la cerveza, permitirá ofrecer ser una alternativa a la industria cervecera para mejorar la calidad sanitaria del producto.

## **5. OBJETIVOS**

### **5.1 Objetivo general**

Sintetizar y caracterizar nanopartículas de carbonato de calcio y evaluar su capacidad para adsorción de ocratoxina A presente en cervezas.

### **5.2 Objetivos específicos**

- Establecer las condiciones óptimas de síntesis de las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  empleando el método de precipitación.
- Caracterizar las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  para conocer sus propiedades físicoquímicas (tamaño, forma y porosidad) y estructurales (microestructura, tamaño de grano) empleando técnicas como SEM, difracción de rayos X, espectroscopía FTIR, potencial zeta y punto de carga cero.
- Evaluar la capacidad de adsorción y desorción de OTA empleando nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$ , considerando factores como el tiempo, la temperatura, efecto de la concentración del adsorbato y el adsorbente.

## **6. HIPÓTESIS**

Considerando que se han obtenido resultados positivos en la remoción de micotoxinas mediante el uso de nanopartículas en otros alimentos, tales como el jugo de frutas, se sugiere que la adsorción de la ocratoxina A en la cerveza será posible mediante la utilización de nanopartículas de carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ).

## **7. MARCO METODOLÓGICO**

### **7.1 Materiales**

Los reactivos utilizados para la síntesis de  $\text{CaCO}_3$  fueron cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ), carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) y amilopectina. Todos fueron adquiridos en Sigma-Aldrich y utilizados sin ninguna purificación. Como disolvente se utilizó agua desionizada.

Para las pruebas de adsorción se usó la ocratoxina A, la cual también fue adquirida en Sigma-Aldrich. Las cervezas fueron de tipo artesanal, adquiridas en supermercados.

### **7.2 Métodos**

#### **7.2.1 Síntesis de nanopartículas de carbonato de calcio**

Las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  fueron sintetizadas empleando el método de precipitación. Para ello, se llevaron a cabo cuatro sistemas de síntesis diferentes. En el primer sistema, se preparó una solución de 100 mL, a una concentración de 0.15 M que contenía  $\text{CaCl}_2$  (0.5 M) y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (0.5 M) como precursores, y se utilizó amilopectina (0.1% p/v) como estabilizante. Este proceso se efectuó a una temperatura de  $80^\circ\text{C}$ . El segundo sistema se consideró un control y se desarrolló bajo condiciones idénticas al primero, a excepción de que no se añadió el estabilizante.

En la tercera síntesis, se emplearon los mismos reactivos y estabilizante mencionado, pero la reacción se llevó a cabo a una temperatura de  $30^\circ\text{C}$  en lugar de  $80^\circ\text{C}$ . Finalmente, el cuarto sistema correspondió al control del tercero, manteniendo los mismos reactivos y condiciones, pero sin agregar amilopectina.

Las cuatro soluciones acuosas se dejaron en reposo durante 24 horas. Transcurrido el tiempo, se realizaron los lavados de las muestras, para ello los cuatro sistemas se centrifugaron a 7000 rpm (centrífuga 5810 R, Eppendorf, Alemania) durante 5 minutos y se resuspendió el precipitado en agua desionizada. El proceso se realizó por triplicado.

A continuación, las muestras se sometieron a un proceso de secado en un horno de convección (Binder modelo RE-115, Tuttlingen, Alemania), a una temperatura de  $130^\circ\text{C}$  durante 2 horas. Al finalizar este proceso, se separaron 300 mg de cada muestra y se procedió a su calcinación en una mufla a  $350^\circ\text{C}$  por 2 horas.

## 7.2.2 Caracterización de las nanopartículas de carbonato de calcio

### *Espectroscopía de infrarrojo transformado de Fourier (FT-IR)*

Se empleó la técnica de espectroscopía de infrarrojo transformada de Fourier (FT-IR) para identificar los polimorfismos presentes en las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub>. Las muestras se sometieron a análisis utilizando un espectrofotómetro FTIR Frontier SP8000 (Perkin Elmer, ubicado en Waltham, MA, EE. UU), equipado con un detector de sulfato de triglicina deuterado y controlado mediante el software Spectrum 10.4.2 (Perkin Elmer Ltd, Bucks, Reino Unido).

Para llevar a cabo dicha técnica, las nanopartículas se colocaron sobre el cristal de reflexión total atenuada (ATR). Los espectros se registraron en modo de transmitancia, abarcando un rango de número de onda que iba desde los 400 hasta los 4000 cm<sup>-1</sup>, a una resolución de 4 cm<sup>-1</sup> coadyuvando 16 escaneos (Estrada-Urbina et al., 2018).

### *Difracción de Rayos X (XRD)*

Para el análisis estructural de los cristales se empleó la técnica de difracción de rayos X. Los datos de XRD de las NP de CaCO<sub>3</sub> se registraron con un difractómetro Rigaku 2100 (Rigaku Co., Tokio, Japón), usando radiación de Cu K $\alpha$  y una fuente de alimentación fija de 30 kV y 20 mA. Los patrones de difracción de polvo se obtuvieron en la región 2  $\theta$ , desde 10° hasta 70°, con una velocidad de escaneo de 10°/min, utilizando un tamaño de paso de 0,02°. Los parámetros de la red cristalina de los polvos de estudio se calcularon mediante la ecuación de Scherrer (Hernández-Meléndez et al., 2018).

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cdot \cos\theta}$$

Donde  $D$  representa el tamaño de los cristales;  $k$  es el coeficiente de Scherrer (0.9);  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X (1.5406 Å),  $\beta$  es el ancho total a la mitad del máximo en radianes; y  $\theta$  corresponde al ángulo de Bragg ( $2\theta$ ) (Hernández-Meléndez et al., 2018).

### *Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)*

La morfología, tamaño y porosidad de las NP de CaCO<sub>3</sub> se examinó mediante el uso de un microscopio electrónico de barrido (SEM) InTouch Scope (JEOL, JSM-6012LA, Tokio, Japón). Para mejorar la calidad de la imagen y la conductividad de las muestras, las

nanopartículas se recubrieron con una fina capa de oro, para ello se utilizó un recubridor de pulverización catódica eléctrica (Denton Vacuum Inc., Desk V HP, Moorestown, NJ, EE. UU.). El proceso de recubrimiento se llevó a cabo a una corriente de 7 mA durante 3 minutos. Las observaciones microscópicas se realizaron aplicando un voltaje de aceleración de 20 kV a una distancia de trabajo efectiva de 10 mm. Se utilizó el modo imagen de electrones secundarios con un aumento de 1000x para un análisis detallado de la estructura (Maguey-González et al., 2023).

#### ***Análisis del punto de carga cero (PZC)***

Se determinó el  $\text{pH}_{\text{pzc}}$  siguiendo el método empleado previamente por Hernández-Ramírez y colaboradores en el 2021, con ciertas modificaciones. Se ajustaron 100 mL de agua desionizada a distintos valores de pH (2, 5, 7, 9 y 11), mediante la adición de ácido clorhídrico (HCl) al 0.1 M o hidróxido de sodio (NaOH) al 0.1 M.

Posterior a ello, en diferentes vasos de precipitado, se colocaron 5 mL de cada solución y 25 mg de NP de  $\text{CaCO}_3$ . Estas mezclas se agitaron a 250 rpm, a temperatura ambiente, durante un periodo de 2 horas. El pH final ( $\text{pH}_f$ ) de cada suspensión se determinó utilizando un electrodo de vidrio (Conductronic PC-45, Puebla, México). A continuación, se calculó la diferencia de pH ( $\Delta\text{pH}$ ) para cada solución. Finalmente, La  $\Delta\text{pH}$  se graficó contra el  $\text{pH}_i$ , y el punto donde la curva corta la diagonal fue el valor de  $\text{pH}_{\text{pzc}}$ .

#### ***Análisis del potencial zeta y análisis del tamaño de partícula***

El análisis del potencial se llevó a cabo utilizando el equipo ZetaSizer Pro (Malvern Instruments, Malvern, Worcestershire, UK), a temperatura ambiente. Para este procedimiento, se adicionaron 5 mg de las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  a una solución de 10 mL de agua desionizada con pH de 4 y se colocaron en una celda capilar plegable con electrodos (DTS1070), con un período de equilibrio de 120 s. Las muestras se midieron por triplicado, y cada medición incluyó 10 ejecuciones con el propósito de obtener lecturas estables (Nava-Ramírez et al., 2023).

Como mediciones extras, el ZetaSizer Pro obtuvo el tamaño de partícula mediante la técnica de luz dinámica (DLS) y el índice de polidispersidad (PDI).

### **7.2.3 Estudios de adsorción in vitro**

#### ***Inoculación de medio acuoso***

Los primeros estudios se realizaron en agua desionizada ajustada a pH 4 (mediante HCl), con el objetivo de emular las características de la cerveza. El agua fue inoculada con la toxina a 100 µg/L. Para ello, se agregaron 130 µL de OTA concentrada (185 300 µg/L) a 250 mL de agua desionizada a Ph4. La inoculación se comprobó midiendo la emisión de la OTA de la solución en un espectrofotómetro de fluorescencia LS-55 (Perkin Elmer, Waltham, MA, EE. UU.), a una longitud de excitación de 333.

#### ***Estudios de adsorción***

Los estudios de adsorción se llevaron a cabo en un sistema discontinuo, previamente descrito por Martínez-Escutia y colaboradores en el 2022, con algunas adaptaciones. Los experimentos se realizaron a una temperatura de 30°C, en matraces de 20 mL que contenían 5 mL de medio acuoso con OTA junto con las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> (2 g/L), asimismo, se realizó un control que consistió en 5 mL de medio acuoso libre de OTA junto con las mismas nanopartículas (2 g/L). Los matraces se agitaron en un agitador rotatorio a 200 rpm durante 60 minutos. Tras el proceso de adsorción, las suspensiones fueron centrifugadas (7000 rpm, 5 minutos) y analizadas en un espectrofotómetro de fluorescencia LS-55 (Perkin Elmer, Waltham, MA, EE. UU.). Los espectros se registraron en el rango de longitud de onda de 350 a 650 nm, empleando una celda de cuarzo de 1 cm de trayectoria. El espectro de fluorescencia se capturó a una longitud de onda de excitación de 333 nm. Todos los experimentos se realizaron por triplicado. De este modo se determinó cual muestra sintetizada utilizar para los estudios de adsorción posteriores.

#### ***Condiciones óptimas de adsorción en medio acuoso***

Se analizaron distintos factores con el fin de encontrar las condiciones óptimas de adsorción (tabla 3). En primer lugar, se evaluó la temperatura, después se valoró la dosis del adsorbente con el propósito de encontrar la dosis óptima que permitiera alcanzar la tasa máxima de adsorción. Dicha dosis óptima de adsorbente fue seleccionada como punto de referencia para todos los ensayos posteriores. Además, se investigaron los efectos de otros factores, como el tiempo de contacto, y la concentración del adsorbato (Martínez-Escutia et al., 2022). Las muestras fueron agitadas en un agitador rotatorio a 200 rpm durante 60 minutos para luego

ser centrifugas (7000 rpm, 5 minutos) y analizadas en un espectrofotómetro de fluorescencia LS-55 (Perkin Elmer, Waltham, MA, EE. UU.). El espectro de fluorescencia se capturó a una longitud de onda de excitación de 333 nm. Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

**Tabla 3. Configuración experimental para la adsorción de ocratoxina A mediante CaCO<sub>3</sub> en medio acuoso**

Prueba	Ejecución experimental	Concentración de ocratoxina A (µg/L)	Dosis de adsorbente (g/L)	Tiempo de contacto (min)	Temperatura (°C)
1	Temperatura	100	0.125	20	4 y 30
2	Dosis adsorbente	100	0.062-2	20	4
3	Tiempo de contacto	100	0.125	0-20	4
4	Concentración del adsorbato	12.5-100	0.125	5	4

La capacidad de adsorción de OTA (mg/g) para las nanopartículas se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{m}$$

Donde  $C_0$  y  $C_e$  son las concentraciones inicial y de equilibrio de OTA (mg/L) respectivamente,  $V$  es el volumen de la solución (L) y  $m$  representa la masa del adsorbente (g).

### ***Inoculación de cerveza***

La toxina fue introducida en la cerveza a una concentración de 100 µg/L. Para lograr esto, se añadieron 130 µL de una solución concentrada de OTA (185 300 µg/L) a 250 mL de cerveza. La introducción de la toxina se verificó mediante la medición de la emisión de OTA en la solución utilizando un espectrofotómetro de fluorescencia LS-55 (Perkin Elmer, Waltham, MA, EE. UU.) con una longitud de excitación de 333 nm.

### ***Estudios de adsorción en cerveza (condiciones óptimas)***

Los estudios de adsorción se llevaron a cabo en un sistema discontinuo, al mismo tiempo se evaluaron los parámetros óptimos de adsorción (tabla 4). Primero se evaluó la temperatura óptima, para ello los experimentos se realizaron a una temperatura de 4°C y 30°C, en matraces de 20 mL que contenían 10 mL de cerveza con OTA junto con las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> (0.125 g/L), asimismo, se realizó un control que consistió en 10 mL de cerveza libre de OTA junto con las mismas nanopartículas (0.125 g/L). Los matraces se agitaron en un agitador rotatorio a 200 rpm durante 20 minutos. Tras el proceso de adsorción, las suspensiones fueron centrifugadas (7000 rpm, 5 minutos) y analizadas en un espectrofotómetro de fluorescencia LS-55 (Perkin Elmer, Waltham, MA, EE. UU.). Se realizó el mismo procedimiento para evaluar las demás condiciones, adoptando los resultados para las condiciones siguientes (Martínez-Escutia et al., 2022).

**Tabla 4. Configuración experimental para la adsorción de ocratoxina A mediante CaCO<sub>3</sub> en cerveza**

Prueba	Ejecución experimental	Concentración de ocratoxina A (µg/L)	Dosis de adsorbente (g/L)	Tiempo de contacto (min)	Temperatura (°C)
1	Temperatura	100	0.125	20	4 y 30
2	Dosis adsorbente	100	0.062-2	20	4
3	Tiempo de contacto	100	0.125	0-20	4
4	Concentración del adsorbato	12.5-100	0.125	5	4

### ***Estudios de desorción***

Los estudios de desorción se realizaron inmediatamente después de los estudios de adsorción. El sobrenadante fue retirado para agregar 10 mL de solvente, en este caso se probaron dos: metanol y etanol. Las muestras se dejaron en agitación bajo las condiciones óptimas anteriores, y probando distintos tiempos de desorción (30, 60 y 90 minutos). A continuación, se procedió a la centrifugación y lectura en el espectrofotómetro de fluorescencia, tal como se describió en los experimentos de adsorción (Wan et al., 2017).

## 8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 8.1 Caracterización de nanopartículas de CaCO<sub>3</sub>

#### 8.1.1 Caracterización mediante espectroscopía infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR)

Los espectros obtenidos mediante espectroscopía de FT-IR de las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> sintetizadas se presenta en la figura 2. Las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 30°C (figura 2A) presentaron dos bandas características a 875cm<sup>-1</sup> y a 712 cm<sup>-1</sup>, estas han sido reportadas para la fase cristalina de la calcita (Kim et al., 2021). Mientras que las nanopartículas producidas a 80°C (figura 2B) exhibieron tres bandas características a 1081 cm<sup>-1</sup>, 854 cm<sup>-1</sup>, 712 y 700 cm<sup>-1</sup> dentro de la huella digital (1500-600 cm<sup>-1</sup>), los cuales han sido relacionados con el polimorfismo de la aragonita (Ranjane et al., 2023).

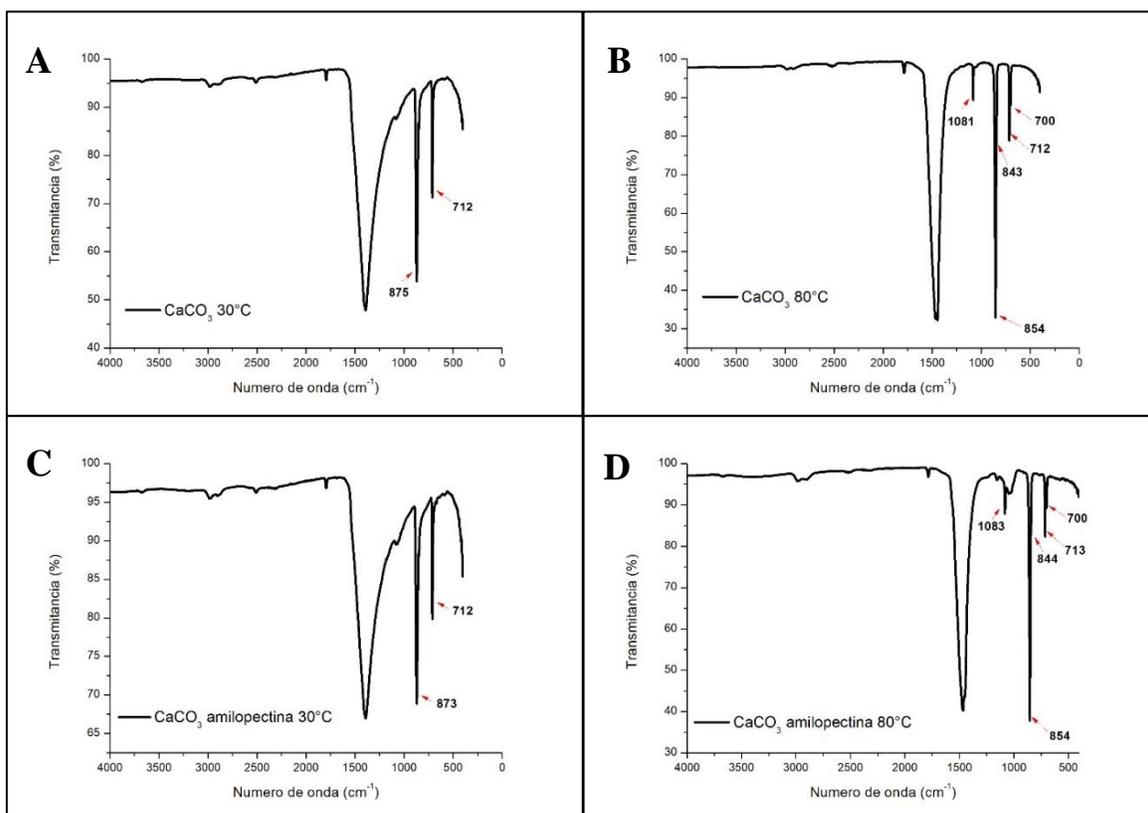
En cuanto a las nanopartículas sintetizadas a 30°C en presencia de amilopectina (figura 2C), también presentaron 2 bandas características a 876 cm<sup>-1</sup> y a 713 cm<sup>-1</sup>, que corresponden al polimorfismo calcita (Ranjane et al., 2023). Por último, las nanopartículas sintetizadas a 80°C en presencia de amilopectina (figura 2D) presentaron tres bandas características a 1081cm<sup>-1</sup>, 854 cm<sup>-1</sup>, 713 y 700 cm<sup>-1</sup>, mismas que son representativas de la estructura cristalina aragonita (Toffolo, 2021).

Respecto a los grupos funcionales característicos de cada banda, las localizadas a 1083 cm<sup>-1</sup> aproximadamente corresponden a la banda de estiramiento de los enlace químicos entre los átomos de C-O en los grupos CO<sub>3</sub>. Por su parte, las bandas que se encuentran en el rango de 700 a 876 cm<sup>-1</sup> pertenecen a las bandas de flexión del enlace CO<sub>3</sub> (L. Li et al., 2020; Munawaroh et al., 2022).

Al comparar los espectros de las nanopartículas sintetizadas a diferentes temperaturas, se observa que esta influyó en la fase cristalina de las partículas obtenidas. No obstante, al efectuar una comparación entre las nanopartículas sintetizadas en presencia de amilopectina y aquellas sintetizadas sin ella, no existe diferencia discernible entre las bandas presentadas en los espectros, por lo tanto, el uso del estabilizante no repercute en la estructura cristalina.

De acuerdo con la literatura, los polimorfismos que se obtienen a una temperatura de reacción de 30°C son vaterita y calcita; por su parte, a una temperatura de 80°C se presenta mayoritariamente la aragonita, y en menos porcentaje calcita (Wang et al., 2013; Atef, 2020).

Estos datos corroboran las estructuras cristalinas identificadas mediante FT-IR para ambas temperaturas.



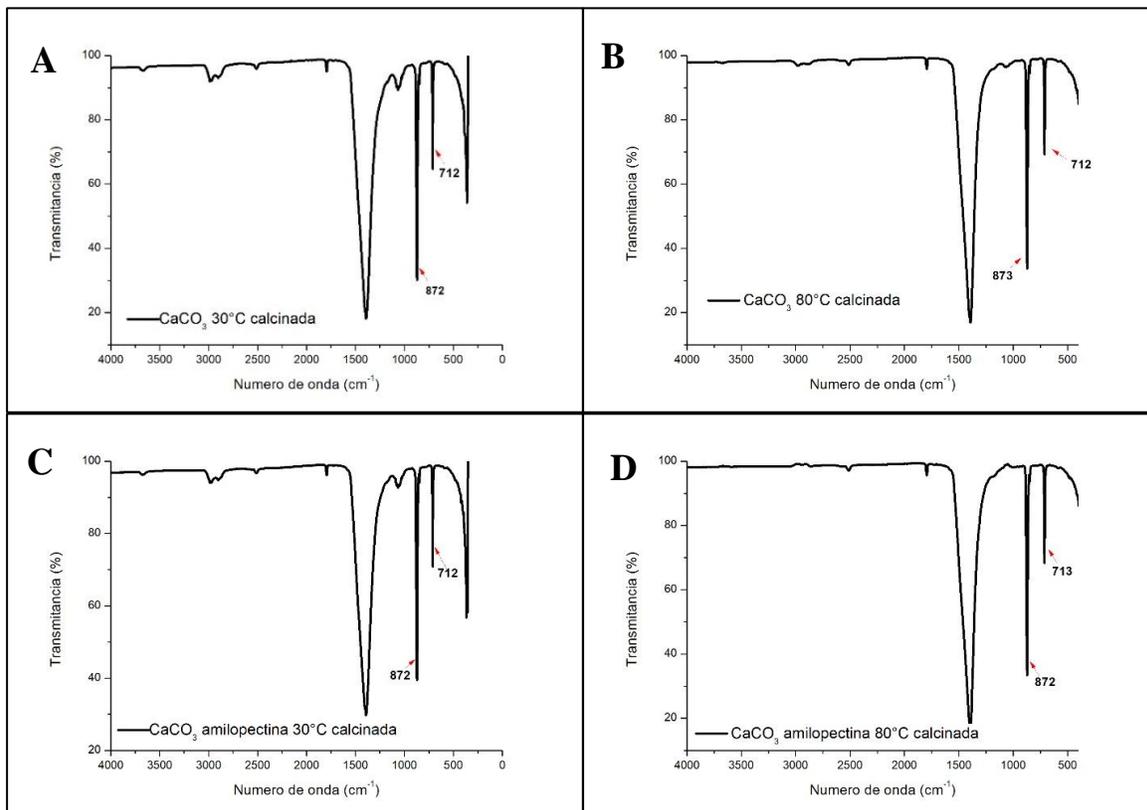
**Figura 2. Espectros FT-IR de las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub>.** A) NPS CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 30°C; B) NPS CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 80°C; C) NPS CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 30°C en presencia de amilopectina; D) NPS CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 80°C, en presencia de amilopectina.

Se ha reportado que la utilización de polímeros en los procesos de precipitación del CaCO<sub>3</sub> tiene efecto en el tamaño, la forma y el polimorfismo.

En este caso, las nanoestructuras no mostraron un cambio en la estructura cristalina al adicionar la amilopectina como estabilizante. Esto puede deberse a dos razones: la primera es que las principales condiciones que influyen en el cambio de polimorfismo de CaCO<sub>3</sub> estrictamente son la sobresaturación, la temperatura y el pH de la solución de reacción, dejando en segundo plano las condiciones de agitación, los disolventes y el uso de estabilizantes. La segunda razón se debe a la concentración del estabilizante, ya que Park y colaboradores en el 2008 investigaron el efecto del cloruro de magnesio como estabilizante en la síntesis de CaCO<sub>3</sub>, y concluyeron que al sintetizar el material en ausencia del

estabilizante se obtuvo calcita, pero al incrementar el Mg, también se incrementó la formación de aragonita. (Park et al., 2008; Jimoh et al., 2018).

En lo que concierne a las muestras que fueron sometidas a calcinación a 350°C por dos horas (figura 3), las nanopartículas sintetizadas a 30°C no mostraron cambios en la posición de las bandas en el espectro FTIR en comparación con aquellas que no fueron calcinadas, tanto en presencia como en ausencia de amilopectina (figura 3A, 3C). Sin embargo, cuando las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 80°C, con y sin amilopectina fueron sometidas a tratamiento térmico (figura 3B, 3D) presentaron las bandas características de la calcita en los 873 y 713 cm<sup>-1</sup> y en 872 y 712 cm<sup>-1</sup>, respectivamente; lo que indica que el tratamiento térmico originó un cambio de fase cristalina de aragonita a calcita. Esto se debe a que la aragonita es menos estable a altas temperaturas, entonces al aplicar calor a alta temperatura se da la reorientación del grupo CO<sub>3</sub> hacia Ca, al igual que comienzan los cambios en el empaquetamiento del átomo de Ca de hexagonal a un empaquetamiento cúbico compacto, con ello la estructura cambia a calcita, con el propósito de alcanzar una estructura más estable a temperaturas elevadas (Tone & Koga, 2021).



**Figura 3. Espectros FT-IR de las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  con tratamiento térmico.** A) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en ausencia de estabilizante. B) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ . C) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en presencia de estabilizante. D) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina.

### 8.1.2 Caracterización de Difracción de Rayos X (XRD)

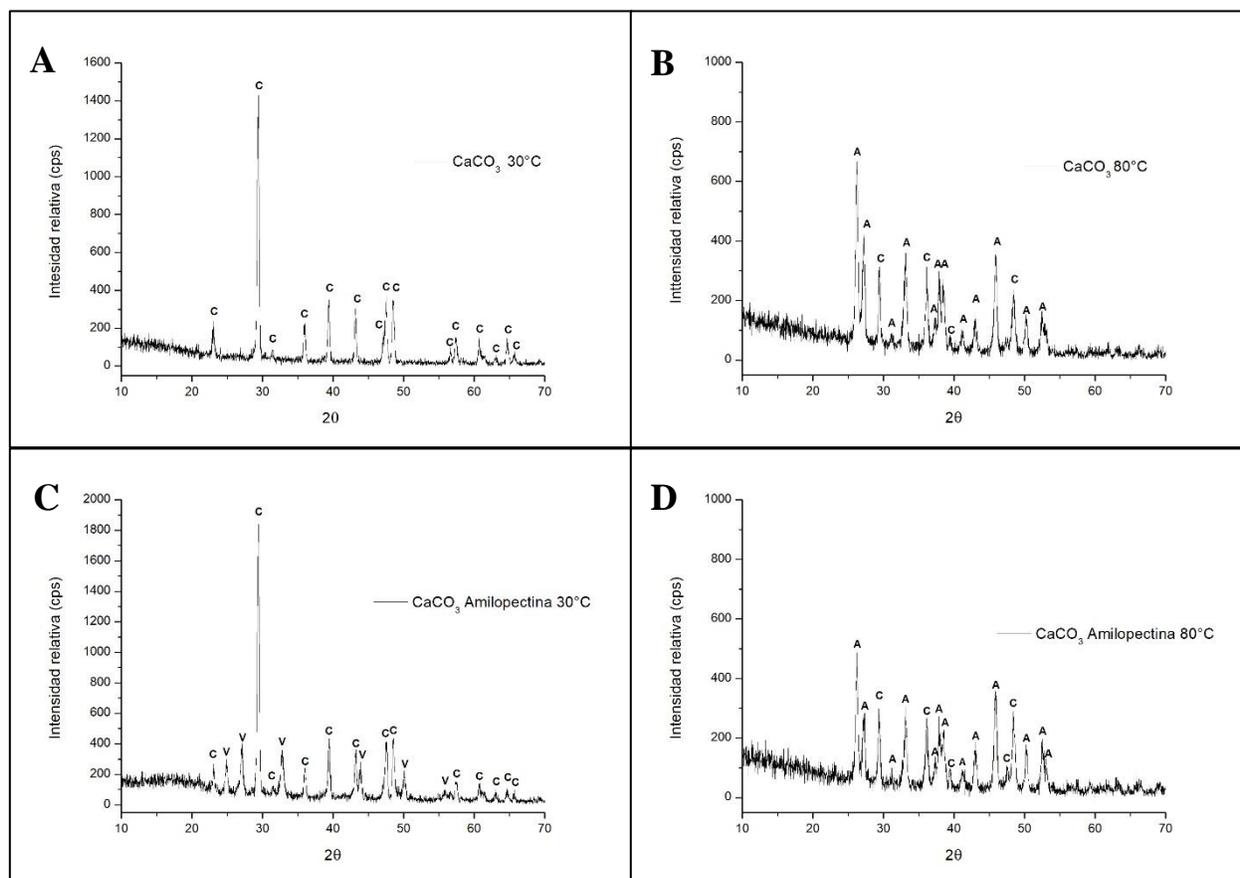
Para corroborar los resultados obtenidos con FT-IR, se realizó la caracterización mediante difracción de rayos X. En la figura 4 se presentan los patrones de difracción de rayos X correspondientes a las muestras sintetizadas y secadas a  $130^\circ\text{C}$ . Las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  (figura 4A) presentaron picos de difracción característicos de la fase cristalina de la calcita (JCPDS File of No. 25-0127) de acuerdo con la base de datos RRUFF; estos datos concuerdan con la estructura cristalina obtenida por FT-IR (figura 2A) (Downs, 2024). Respecto a la muestra sintetizada a  $80^\circ\text{C}$  (figura 4B), mostró algunos picos en  $2\theta$  de  $26.3, 27.3, 31.2, 33.2, 37.22, 37.9, 38.5, 41.3, 43.0, 46.0, 50.2$  y  $52.5$ , los cuales pertenecen al polimorfismo aragonita (JCPDS File of No. 5-0453); mientras que los picos localizados en  $29.4, 36.0, 39.4, 48.5$  correspondieron a la estructura calcita. En general se tiene  $72.22\%$  de estructura cristalina aragonita, incluso el pico principal ( $26.3^\circ$ ) corresponde a este polimorfismo; y  $21.79\%$  de calcita del área total de picos cristalinos. Si bien el espectro FT-

IR no indica la presencia de calcita, si se observa el polimorfismo aragonita, el cual es predominante en el espectro XRD (Al Omari et al., 2016).

La muestra sintetizada a 30°C en presencia de amilopectina (figura 4C), presentó picos en  $2\theta$  de 23.0, 29.4, 31.48, 36.02, 39.46, 43.22, 47.58, 48.43, 57.48, 60.76, 63.15, 64.76 y 65.72, estos pertenecen al polimorfismo calcita, cuyo pico principal es el localizado en 29.4°. Por su parte, también se encontró vaterita en esta muestra (JCPDS File of No. 33-0268), reflejándose en los picos 24.82, 27.3, 32.72, 43.71, 50.06 y 55.74. Por ende, del área total de picos cristalinos, el 74.43% pertenece a calcita, mientras que el 21.98% corresponde a vaterita; con ello, el polimorfismo principal coincide con el obtenido en FT-IR (Renny Febrida et al., 2021).

Por último, se tienen las nanoestructuras sintetizadas a 80°C en presencia de amilopectina (figura 4D), cuyas estructuras cristalinas predominantes fueron aragonita, con un porcentaje de 76.90% y calcita en un 26.74%. Al igual que en los otros espectros, el polimorfismo sobresaliente es el mismo que el observado mediante el espectro FT-IR (figura 2D) (Downs, 2024).

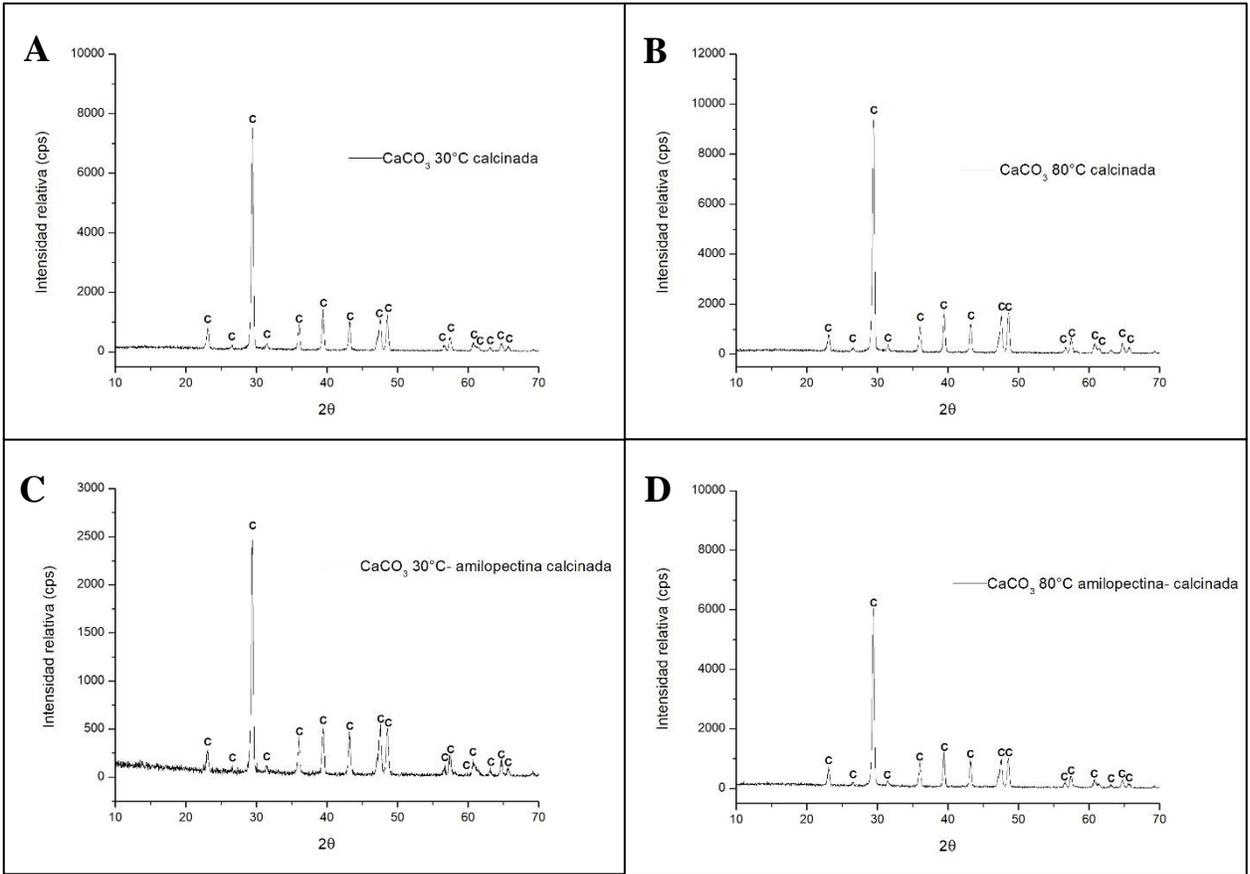
A pesar de no obtener un solo polimorfismo en tres muestras, las estructuras cristalinas coinciden con las que se debieron obtener de acuerdo con la temperatura de síntesis empleada, pues a bajas temperaturas (14-30°C), el carbonato de calcio amorfo, que es la forma inicial inmediata del carbonato de calcio, se transforma en vaterita y calcita, siendo esta última la más predominante. La calcita es la fase principal a temperatura ambiente, esto se debe a que la vaterita, al ser la estructura menos estable, se transforma fácilmente a calcita. Sin embargo, no solo la temperatura es clave para lograr esta transformación sino también el pH, la presión, la velocidad de agitación y de la adición de las soluciones; alguno de estos factores fue el causante de que no se obtuviera calcita pura en la muestra sintetizada a 30°C, en presencia de amilopectina (Park et al., 2008; Atef, 2020; R. Febrida et al., 2021).



**Figura 4. Espectros XRD de las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$ .** A) Sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en ausencia de estabilizante; B) sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ ; C) sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en presencia de estabilizante, y D) sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina. Donde A corresponde al polimorfismo aragonita, C a calcita y V a vaterita.

Por otro lado, las muestras de  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  presentaron mayoritariamente el polimorfismo de aragonita, lo cual coincide con lo reportado en la literatura, en la cual se indica que a temperatura de  $60$  a  $80^\circ\text{C}$  la cristalización de la aragonita se ve favorecida (Atef, 2020; R. Febrida et al., 2021).

Respecto a los resultados obtenidos de las nanoestructuras a las cuales se les aplicó tratamiento térmico (figura 5), presentan el mismo comportamiento que en FT-IR. Mediante espectroscopía infrarrojo por transformada de Fourier, se observó que todas las muestras son calcita. En todo ellos, el pico principal se sitúa en  $29.4^\circ$  (Downs, 2024).



**Figura 5. Espectros XRD de las nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  sometidas a tratamiento térmico.** A) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  B) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ . C) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en presencia de estabilizante. D) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina. Donde C corresponde al polimorfismo calcita

Por su parte, el tamaño del cristalito de las muestras se presenta en la tabla 5. En general, el rango de tamaño se encuentra de 20 a 25 nm. Los tamaños de cristales del carbonato de calcio reportados por Singh y colaboradores en el 2021 se encuentran entre 23 y 25 nm, los cuales son similares a los obtenidos en este trabajo.

**Tabla 5. Tamaño de cristal obtenido de las diferentes muestras de CaCO<sub>3</sub>**

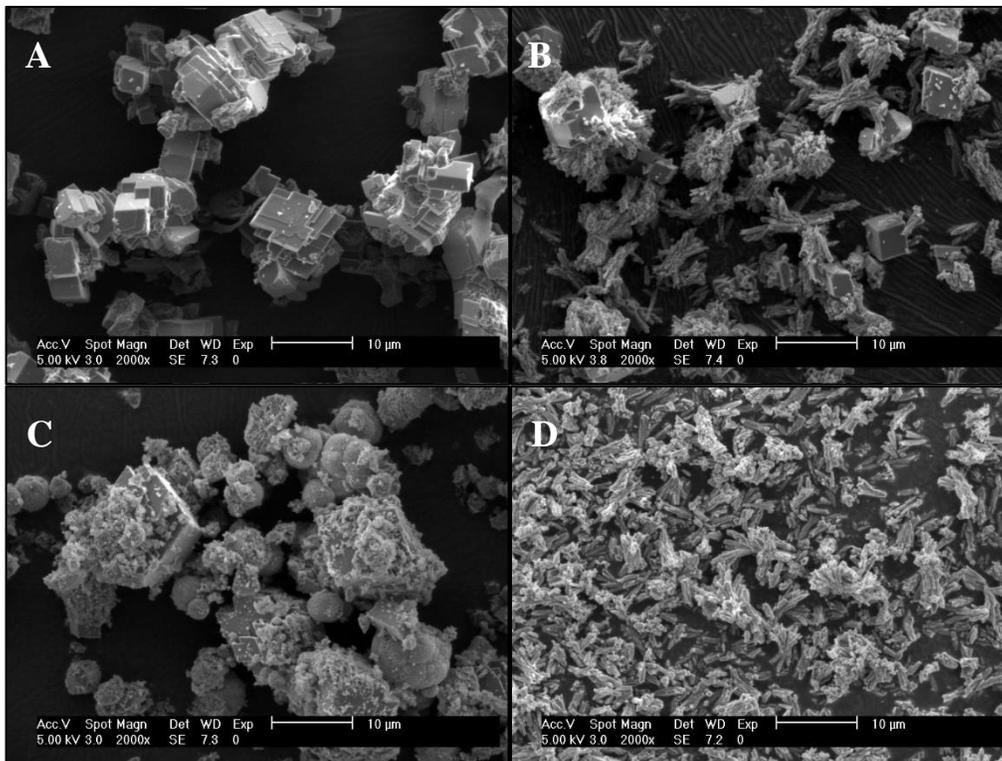
<b>Muestras</b>	<b>Tamaño de cristal (nm)</b>
CaCO <sub>3</sub> 30°C	24.65
CaCO <sub>3</sub> 80°C	20.24
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 30°C	21.79
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 80°C	23.14
CaCO <sub>3</sub> 30°C calcinada	24.44
CaCO <sub>3</sub> 80°C calcinada	23.46
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 30°C calcinada	21.86
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 80°C calcinada	24.5

### **8.1.3 Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido (SEM)**

En la figura 6 se presentan las micrográficas de las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> sintetizadas que no fueron sometidas a tratamiento térmico. En ella se puede observar el efecto de la temperatura de síntesis en la morfología de las partículas obtenidas.

De acuerdo con la literatura, la calcita presenta normalmente un hábito de crecimiento romboédrico, mientras que la aragonita tiende a formar cristales o prismas en forma de aguja; por último, la vaterita adquiere formas esféricas (Liendo et al., 2022). Las nanopartículas de CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 30°C presentaron una morfología poliédrica.

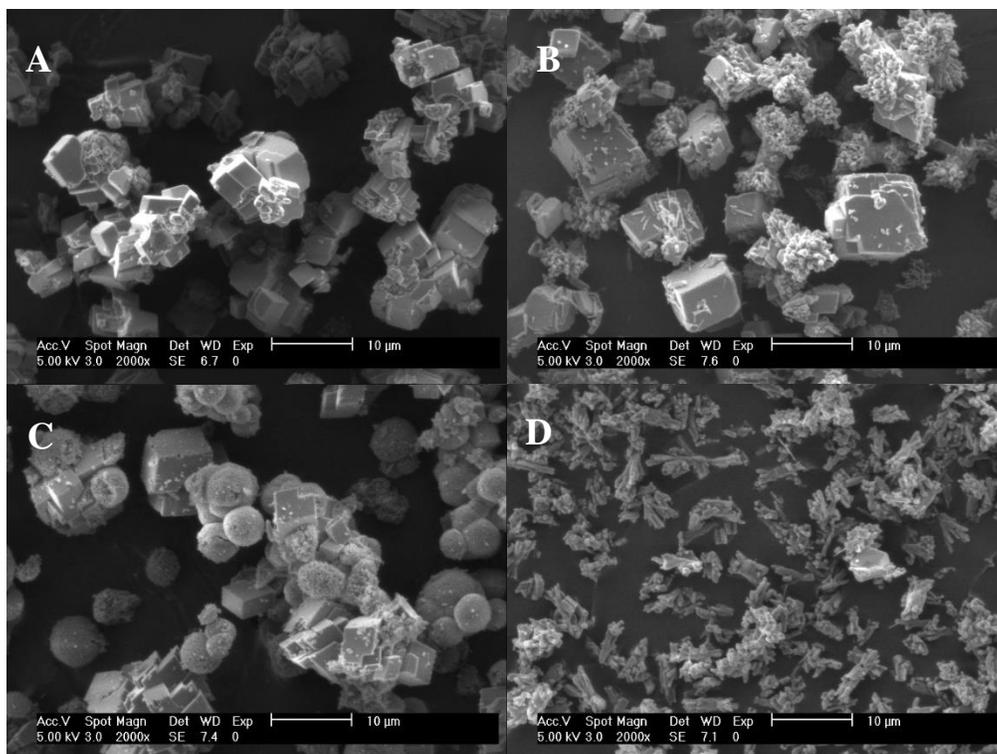
La figura 6A muestra las imágenes de la morfología de calcita, la cual se distingue por cristales, no aglomerados, que se componen de la fusión de individuos romboédricos, dicha estructura concuerda con los resultados obtenidos tanto en FT-IR como en XDR. Su contraparte, el CaCO<sub>3</sub> sintetizada en presencia de amilopectina (figura 6C), presenta estructuras de calcita, vaterita, y vaterita reestructurándose a calcita; si bien las estructuras se ven ligeramente más aglomeradas, es claro que los cristales se observan más porosos.



**Figura 6. Imágenes SEM de nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$ .** A) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$ . B) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ . C) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina. D) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina. E) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$ , con tratamiento térmico. F) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ , con tratamiento térmico. G) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina, con tratamiento térmico. H) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina, con tratamiento térmico.

Por su parte, la figura 6B, presenta una estructura ramificada tipo aguja en su mayoría, morfología asociada a la aragonita y en su menor proporción se observan formas poliédricas tipo cubos las cuales se han reportado para calcita. Mientras que las partículas de  $\text{CaCO}_3$ , sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ , en presencia de amilopectina (figura 6D), presentan morfología tipo escobetas conformadas con estructuras de barras, cuyas longitudes que van de  $2.01\ \mu\text{m}$ , y los diámetros de  $0.24\ \mu\text{m}$ . Adicionalmente, se pueden observar que estas nanoestructuras están formadas por partículas más pequeñas, las cuales se exhiben más porosas en comparación a la muestra sintetizada solo a  $80^\circ\text{C}$ , aunque también se percibe más aglomeración en las partículas, del mismo modo se aprecian estructuras de aguja reestructurándose a una forma cúbica.

En la figura 7, se presentan las imágenes de las muestras de  $\text{CaCO}_3$  que fueron calcinadas a  $350^\circ\text{C}$  por dos horas. En general, se observa que el tratamiento térmico no tuvo efecto en la morfología de las partículas en comparación con aquellas que no fueron calcinadas. Se observa que la muestra sintetizada a  $30^\circ\text{C}$  (figura 7A) conservó la morfología de estructuras tipo cubo característica de la calcita. Por otro lado, cuando el  $\text{CaCO}_3$  fue sintetizado en presencia de amilopectina, presenta una combinación de formas esféricas y poliédricas.



**Figura 7. Imágenes SEM de nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  sometidas a tratamiento térmico.** A) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$ . B) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ . C) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina. D) NPS  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina.

Al fijarse simplemente en la morfología se dictaminaría que se tiene presente vaterita y calcita, tal como en la muestra no calcinada, sin embargo, la caracterización XRD solo mostró la estructura cristalina calcita, esto se debe a que la morfología no es lo mismo que la estructura cristalina. La morfología se describe como la forma externa de la molécula, su apariencia; mientras que la estructura cristalina se refiere a la disposición de los átomos en una red cristalina, es decir, cómo se disponen espacialmente los átomos a pequeña escala (Tilley, 2020).

El  $\text{CaCO}_3$  sintetizado a  $80^\circ\text{C}$ , con tratamiento térmico (figura 7B), mostró estructuras en forma de aguja. También se aprecia la presencia de estructuras romboédricas de mayor tamaño en comparación con las obtenidas en la muestra que no fue sometida a tratamiento térmico (figura 6B).

Por último, la muestra que presenta amilopectina, sintetizada a  $80^\circ\text{C}$ , con ayuda de la calcinación (figura 7D), mantiene la morfología de aguja. Aunque los cambios morfológicos no son significativos, en comparación con las estructuras de la figura 6D, si se aprecian formas más definidas.

Respecto al tamaño de las partículas, se observa que el tamaño disminuyó en ambas temperaturas al utilizar amilopectina como estabilizante, pues a una temperatura de  $30^\circ\text{C}$  la morfología pasó de  $2.27\ \mu\text{m}$  a  $1.423\ \mu\text{m}$ , mientras que a  $80^\circ\text{C}$  la estructura principal, en forma de aguja, transitó de  $0.30\ \mu\text{m}$  a  $0.26\ \mu\text{m}$ . Los cambios en tamaño indican que el estabilizante cumplió una de sus principales funciones, ya que este se encarga de evitar la formación de grandes aglomerados y la precipitación, también ayuda a reducir el tamaño de partícula en algunas ocasiones, y permite la sensibilidad a ciertas moléculas, aumentando su compatibilidad con ciertos compuestos (Aguilar et al., 2021). Estudios anteriores han comprobado la eficacia de los estabilizantes para disminuir el tamaño de partícula, por ejemplo, Shen y colaboradores, en el 2023, utilizaron diversos estabilizantes para un mejor control de la síntesis del  $\text{CaCO}_3$ , como resultado obtuvieron que las estructuras pasaron de un tamaño de  $4\text{-}7\ \mu\text{m}$  a  $1\text{-}4\ \mu\text{m}$ , reduciéndose notoriamente (Shen et al., 2023).

Un estudio más específico fue el realizado por Callone y colaboradores en el 2007, donde emplearon algunos polisacáridos, entre ellos almidón, como estabilizantes. La investigación demostró que, al aumentar la concentración de almidón, las nanopartículas disminuían su tamaño, haciéndolas más estables (Callone et al., 2007)

**Tabla 6. Morfología y tamaño de partícula obtenido mediante SEM de las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub>**

<b>Muestra</b>	<b>Morfología (s)</b>	<b>Estructura cristalina identificada</b>	<b>Tamaño de partícula (µm)</b>
CaCO <sub>3</sub> 30°C	Romboédrica	Calcita	2.270
CaCO <sub>3</sub> 80°C	Aguja	Aragonita	0.300
	Romboédrica	Calcita	2.380
CaCO <sub>3</sub> 30°C, amilopectina	Romboédrica	Calcita	1.423
	Esférica	Vaterita	3.420
CaCO <sub>3</sub> 80°C, amilopectina	Aguja	Aragonita	0.260
CaCO <sub>3</sub> 30°C, calcinada	Romboédrica	Calcita	2.710
CaCO <sub>3</sub> 80°C, calcinada	Aguja	Calcita	0.410
	Romboédrica		3.190
CaCO <sub>3</sub> 30°C, amilopectina, calcinada	Romboédrica	Calcita	1.454
	Esférica		4.390
CaCO <sub>3</sub> 80°C, amilopectina, calcinada	Aguja	Calcita	0.407

En lo que confiere a las muestras calcinadas, todas aumentaron de tamaño, presentando así el mismo comportamiento. Este comportamiento fue registrado en varias investigaciones. La publicación de Callone y colaboradores también estudió el efecto de la calcinación en las nanopartículas, las cuales aumentaron de 2.6 nm a 5.1 nm al calcinarse a 600 °C (Callone et al., 2007).

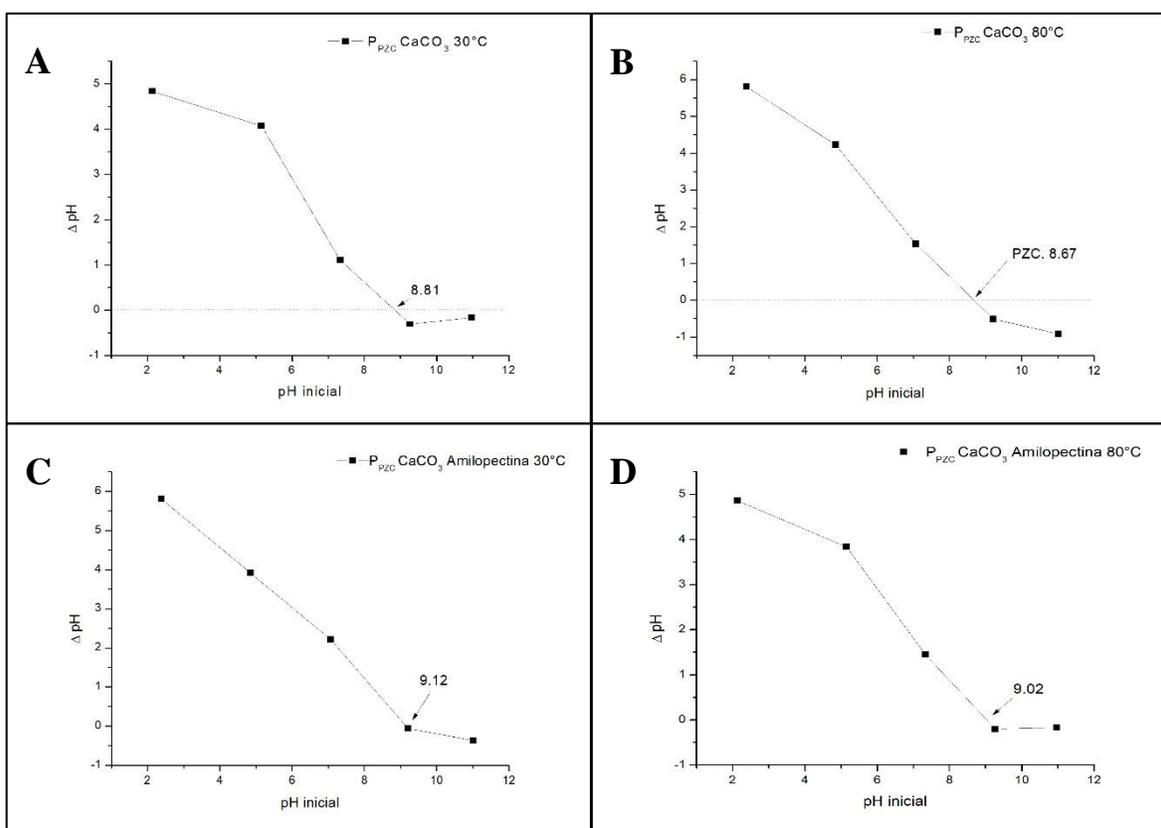
El estudio de Bin Chan y colaboradores en el 2022 estudiaron el efecto de la temperatura de calcinación en las nanoestructuras de óxido de cobre, donde al elevar la temperatura las estructuras pasaron de 50 nm a 458.3 nm (Chan et al., 2022).

Se ha comprobado que, al aumentar la temperatura, las partículas presentan la energía suficiente para que estas puedan moverse y se promueva la coalescencia, es decir, la capacidad de que se unan y aglomeren, teniendo como consecuencia partículas más grandes (Indrayana et al., 2019; Kusuma & Chandrappa, 2019).

### 8.1.4 Determinación del punto de carga cero (PZC)

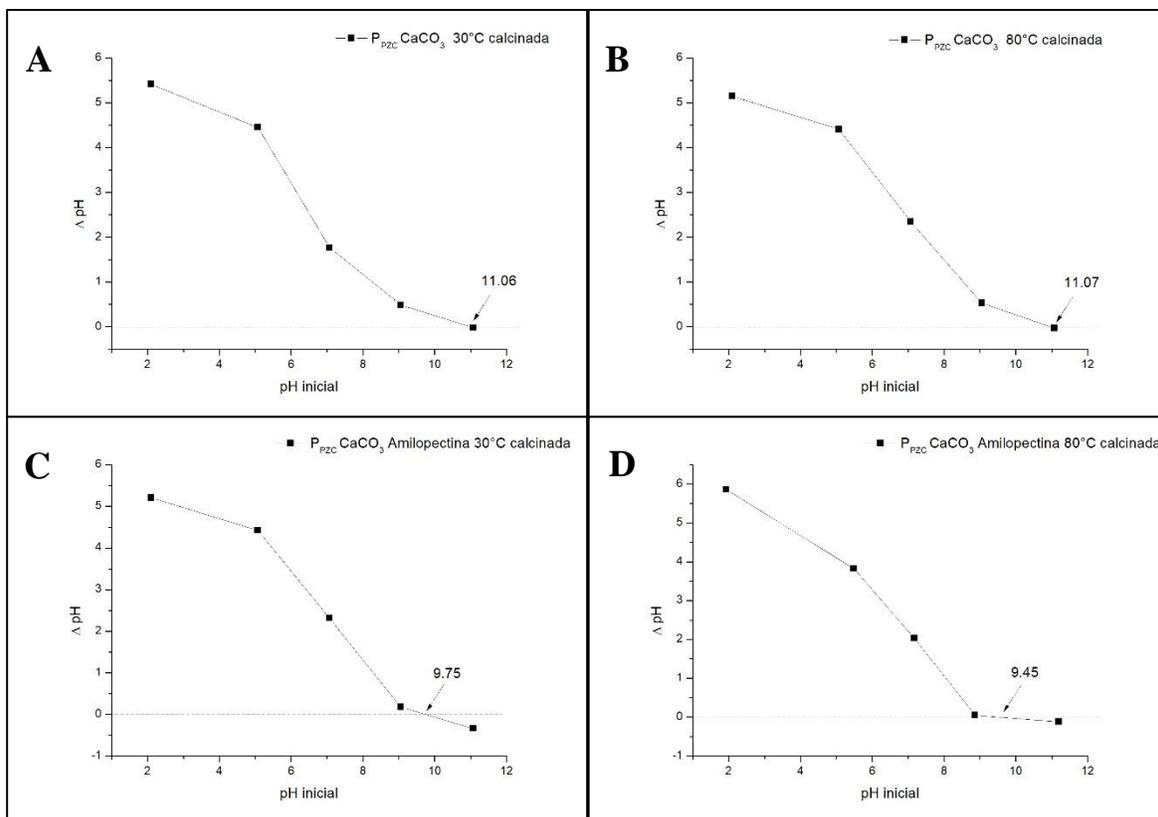
El punto de carga cero es una propiedad fisicoquímica de los materiales que permite determinar el valor de pH ( $pH_{PZC}$ ) en el cual la densidad de cargas superficiales es igual a cero, es decir, donde las cargas superficiales positivas son iguales a las negativas. Esta propiedad es crucial para plantear una hipótesis sobre las interacciones entre el adsorbente y el adsorbato (Fiol & Villaescusa, 2009; Bakatula et al., 2018).

El punto de carga cero de las nanoestructuras de  $CaCO_3$  sintetizadas bajo condiciones diferentes se presenta en la figura 8. De manera general, el punto de carga cero no tuvo diferencias significativas entre las muestras. Las estructuras sintetizadas a  $30^\circ C$  obtuvieron un punto de carga cero ( $pH_{PZC}$ ) de 8.81, mientras que las sintetizadas a  $80^\circ C$  presentaron un  $pH_{PZC}$  de 8.67. Por otro lado, las estructuras sintetizadas a  $30^\circ C$  en presencia de amilopeptina mostraron un  $pH_{PZC}$  de 9.12, y las sintetizadas a  $80^\circ C$  con amilopeptina exhibieron un  $pH_{PZC}$  de 9.02.



**Figura 8. Punto de carga cero de las nanoestructuras de  $CaCO_3$ .** A) Nanoestructuras de  $CaCO_3$  sintetizadas a  $30^\circ C$ . B) Nanoestructuras de  $CaCO_3$  sintetizadas a  $80^\circ C$ . C) Nanoestructuras de  $CaCO_3$  sintetizadas a  $30^\circ C$  con amilopeptina. D) Nanoestructuras de  $CaCO_3$  sintetizadas a  $80^\circ C$ , en presencia de amilopeptina.

El punto de carga cero de las nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  sometidas a tratamiento térmico se muestran en la figura 9. Las nanoestructuras sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$  y tratadas térmicamente revelaron un  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  de 11.06, mientras que las estructuras sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ , y sometidas a calcinación mostraron un  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  de 11.07. Por último, las nanoestructuras sintetizadas en presencia de amilopeptina, tanto a  $30^\circ\text{C}$  como a  $80^\circ\text{C}$ , y sometidas a tratamiento térmico, obtuvieron un  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  de 9.75 y 9.45, respectivamente.



**Figura 9. Punto de carga cero de las nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  con tratamiento térmico.** A) Nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$ . B) Nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ . C) Nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $30^\circ\text{C}$ . D) Nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$ .

De acuerdo con la literatura, el carbonato de calcio presenta su  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  en un intervalo de  $\text{pH}$  de 8 a 9.5 (Brinza et al., 2022). Este rango coincide con el  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  de las nanoestructuras que no fueron calcinadas. Sin embargo, la mayoría de las estructuras sometidas a tratamiento térmico sobresalieron de este intervalo, solo la muestra sintetizada a  $80^\circ\text{C}$ , con amilopeptina y calcinación se mantuvo en el límite. En el caso de las muestras calcinadas, que no presentaban el estabilizante, obtuvieron un  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  más alto en comparación con las demás,

esto puede deberse a la calcinación misma, pues se ha comprobado en estudios con otros materiales, como el dióxido de titanio, que el valor del punto de carga cero incrementó al aumentar la temperatura de calcinación (Fernandes Machado & Santana, 2005). A temperaturas superiores a 200°C, se producen alteraciones en la estructura cristalina del carbonato de calcio. Dichas alteraciones pueden repercutir en el punto de carga cero (Staudigel & Swart, 2016).

De manera general, si el pH de la solución es mayor que el punto de carga cero de la nanoestructura, la carga neta en la superficie es negativa, esto se debe a que, al estar en contacto con el agua, el  $\text{CaCO}_3$  sufre reacciones de hidrólisis y produce las especies cargadas  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{CaHCO}_3^+$ ,  $\text{CaOH}_2$ , entonces cuando el  $\text{CaCO}_3$  se aproxima al equilibrio con el agua a valores de pH más altos, cantidades excesivas de iones cargados negativamente existen ( $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ). Mientras que, si el pH es menor que el  $\text{pH}_{\text{PZC}}$ , la superficie tendrá una carga neta positiva, ya que se producen cantidades excesivas de especies cargadas positivamente ( $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{CaHCO}_3^+$ ,  $\text{CaOH}_2$ ) (Uçar & Ozdag, 2002; Al-Maliky et al., 2021).

### **8.1.5 Determinación del potencial zeta, tamaño de partícula e índice de polidispersidad**

El valor del potencial zeta se emplea para entender la estabilidad a la aglomeración de las nanoestructuras. Un valor de potencial zeta de 30 mV (ya sea positivo o negativo) presenta suficiente fuerza repulsiva para lograr una buena estabilidad (Joseph & Singhvi, 2019). En la tabla 7 se puede observar que las muestras sintetizadas a 80°C y 30°C sin la presencia de amilopectina presentaron valores cercanos a -30 mV, indicando que las partículas pueden ser estables a la aglomeración. Por su parte, las nanoestructuras sintetizadas a 30°C y 80°C, en presencia de amilopectina presentaron valores de potencial zeta de -19.5 mV y -14.1 mV, respectivamente, el cual es más bajo que los anteriores y puede significar que las partículas tenderán a aglomerarse debido a las fuerzas de atracción de Van der Waals que actúan sobre ellas (Joseph & Singhvi, 2019). Un comportamiento similar se encontró en las muestras que fueron calcinadas, con valores de potencial zeta mayores en las que fueron sintetizadas sin la presencia de amilopectina, y valores de hasta -8 mV para la muestra sintetizada a 30°C con amilopectina. Este comportamiento puede deberse a que la amilopectina interacciona con la superficie de la partícula, alterando así las características de esta última (Escobar-Puentes et al., 2020).

En cuanto al tamaño promedio, las partículas sin tratamiento térmico presentaron un tamaño en un rango de 2 a 3 micras; mientras que las partículas de CaCO<sub>3</sub> sometidas a tratamiento térmico presentaron un tamaño de casi 3 a 5 micras. Los valores del tamaño promedio obtenidos por DLS son mayores a los registrados por SEM, esto se debe a que la técnica de DLS mide el radio hidrodinámico, por lo que tiende a ser una técnica más apta para partículas esféricas y monomodales (Bhattacharjee, 2016).

Por último, el índice de polidispersidad indica qué tan homogénea es una muestra en función del tamaño, por lo que valores más cercanos a 0.05 indican muestras monodispersas, mientras que muestras mayores a 0.7 representan una distribución de partículas de gran tamaño (Danaei et al., 2018).

En este caso, las partículas de CaCO<sub>3</sub> sintetizadas a 80 °C con estabilizante, se consideran de un tamaño más homogéneo en comparación con las nanopartículas sintetizadas a 80°C, cuyo PDI es cercano 0.7 y con ello, las partículas son consideradas como polidispersas. En cuanto a las sintetizadas a 30°C, en presencia y ausencia de amilopectina, muestran un PDI mayor a 0.7, demostrando así un tamaño de partícula muy amplio. Por último, las muestras calcinadas, presentaron un PDI menor a 0.7, pero próximo a este, por lo que se consideran polidispersas.

**Tabla 7. Potencial zeta, tamaño promedio e índice de polidispersión de las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub>**

Muestras NPS	Potencial Zeta (mV)	Tamaño promedio (d. nm)	PDI
CaCO <sub>3</sub> 30°C	-27.9	2.59E+03	0.768
CaCO <sub>3</sub> 80°C	-22.1	2.83E+03	0.665
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 30°C	-19.5	2.24E+03	0.752
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 80°C	-14.1	2.26E+03	0.311
CaCO <sub>3</sub> 30°C calcinada	-26.5	5.18E+03	0.568
CaCO <sub>3</sub> 80°C calcinada	-23.3	3.63E+03	0.585
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 30°C calcinada	-8.14	2.81E+03	0.567
CaCO <sub>3</sub> amilopectina 80°C calcinada	-12.2	4.09E+03	0.450

Una vez que las muestras de nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub> fueron caracterizadas, se realizaron experimentos preliminares de adsorción para determinar qué muestra presentó mayor adsorción de OTA. Los resultados se muestran en la tabla 8.

Debido a que las nanoestructuras sintetizadas a 80°C con amilopectina presentaron el porcentaje de adsorción de OTA más alto, fueron seleccionadas para los futuros experimentos. Por tal motivo las condiciones óptimas de síntesis de nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub> son una temperatura de reacción de síntesis de 80°C, el uso de un estabilizante (amilopectina), sin tratamiento térmico.

**Tabla 8. Porcentaje de adsorción de OTA mediante las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub> en medio acuoso, pH 4, temperatura 30°C y 100 µg/L**

Muestras NPS	Porcentaje de adsorción (%)
CaCO <sub>3</sub> 30°C	62.69 ± 1.15 <sup>d</sup>
CaCO <sub>3</sub> 80°C	74.33 ± 1.34 <sup>b</sup>
CaCO <sub>3</sub> 30°C amilopectina	66.09 ± 0.42 <sup>d</sup>
CaCO <sub>3</sub> 80°C amilopectina	78.10 ± 0.59 <sup>a</sup>
CaCO <sub>3</sub> calcinada 30°C	41.24 ± 0.81 <sup>f</sup>
CaCO <sub>3</sub> calcinada 80°C	70.84 ± 2.29 <sup>c</sup>
CaCO <sub>3</sub> amilopectina calcinada 30°C	50.67 ± 0.85 <sup>e</sup>
CaCO <sub>3</sub> amilopectina calcinada 80°C	70.38 ± 2.90 <sup>c</sup>

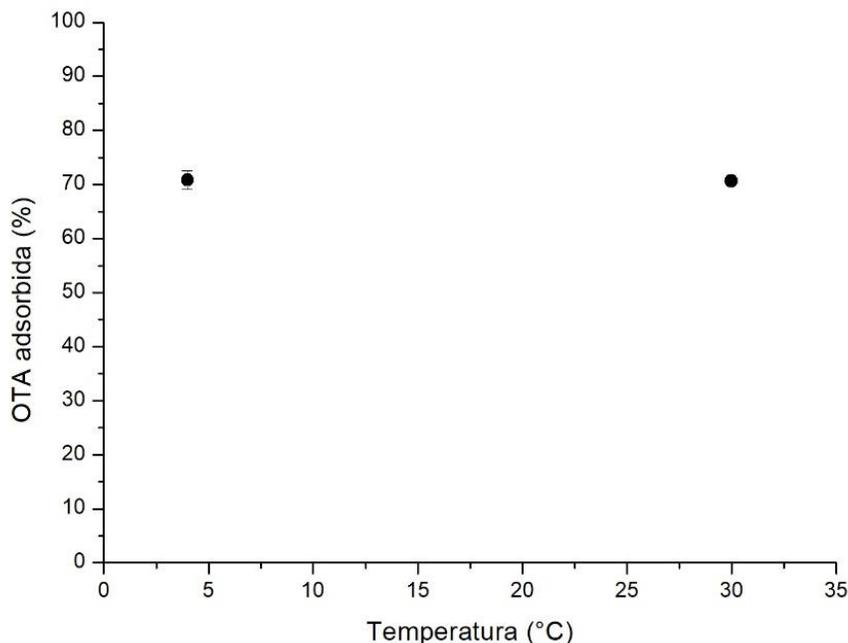
Experimentos realizados por triplicado. El porcentaje de adsorción se informa como valor medio ± desviación estándar.

## 8.2 Estudios de adsorción de OTA en medio acuoso

### 8.2.1 Efecto de la temperatura en la adsorción de OTA en medio acuoso

Para determinar la temperatura óptima de adsorción de OTA, se probaron dos temperaturas: 4°C y 30°C. Las condiciones del experimento fueron una concentración de CaCO<sub>3</sub> de 2 g/L, un tiempo de contacto de 60 minutos, y una concentración adsorbato de 100 µg/L.

La figura 10 presenta los porcentajes de adsorción obtenidos. A los 4°C se alcanzó un 70.86% de adsorción, mientras que a 30°C se consiguió remover el 70.62%. No se observó diferencias significativas entre los valores de adsorción, por lo que se sugiere que la adsorción de OTA es igual de efectiva en cualquiera de las temperaturas evaluadas. Por tal motivo, los experimentos subsecuentes fueron realizados a 30°C.



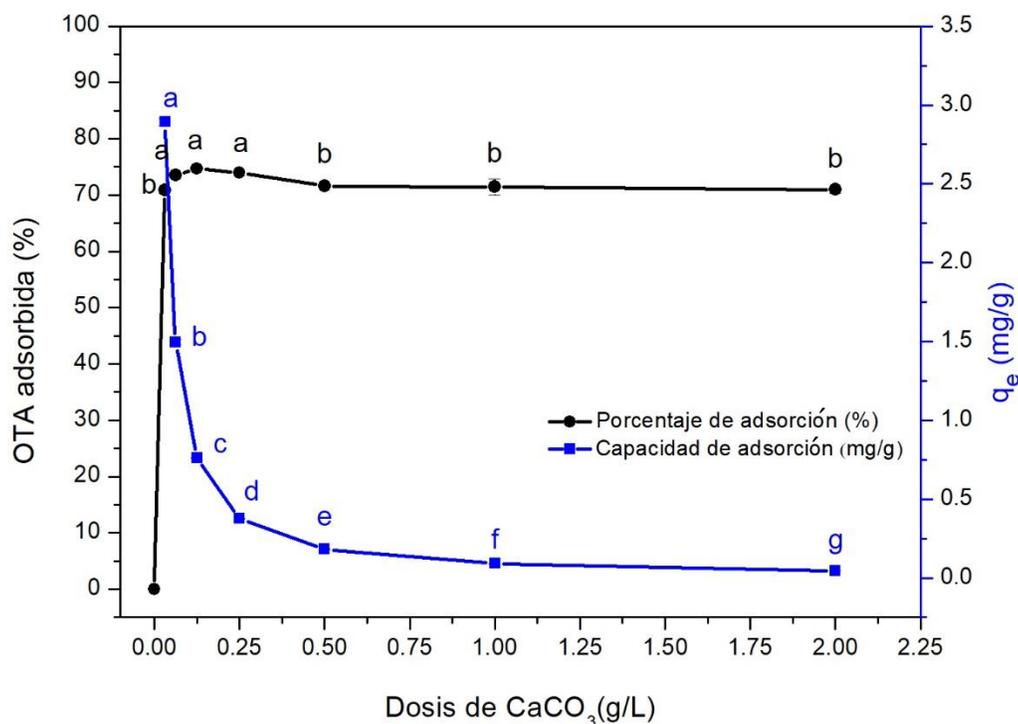
**Figura 10. Efecto de la temperatura en la eliminación de ocratoxina A** (dosis de adsorbente 2 g/L; dosis de OTA 100 µg/L, tiempo de contacto 60 minutos y pH 4). Experimentos realizados por triplicado.

### 8.2.2 Efecto de la dosis del adsorbente en la adsorción de OTA en medio acuoso

En la figura 11, se aprecia un aumento significativo en la tasa de adsorción de OTA al incrementar la dosis del adsorbente hasta 0.125 g/L. Este fenómeno se atribuye a la gran área superficial del CaCO<sub>3</sub>, la cual presenta sitios activos responsables de la adsorción del adsorbato (Moghazy & Taha, 2022). Cabe destacar que este porcentaje de adsorción exhibe una correlación negativa con la capacidad de adsorción ( $q_e$ ). Este fenómeno ha sido documentado en la literatura y se atribuye al elevado número de sitios de adsorción insaturados (Elkholy et al., 2023).

De manera general, la eficacia de remoción de OTA se mantuvo estable. La máxima adsorción de OTA se alcanzó con una dosis de adsorbente de 0.125 g/L (74.67 %). Sin embargo, no se observaron cambios significativos ( $p > 0.05$ ) en la remoción de OTA a 0.0625 y 0.25 g/L (73.28 % y 73.96 % respectivamente).

A partir de la dosis 0.5 g/L, el porcentaje de adsorción comenzó a descender (71.61 %) como consecuencia de la inhibición espacial de los sitios de adsorción en presencia de una dosis excesiva del adsorbente (Martínez-Escutia et al., 2022). Considerando los porcentajes mencionados, la dosis del adsorbente se fijó en 0.125 g/L ( $q_e = 761.48 \mu\text{g/g}$ ) para los siguientes experimentos.

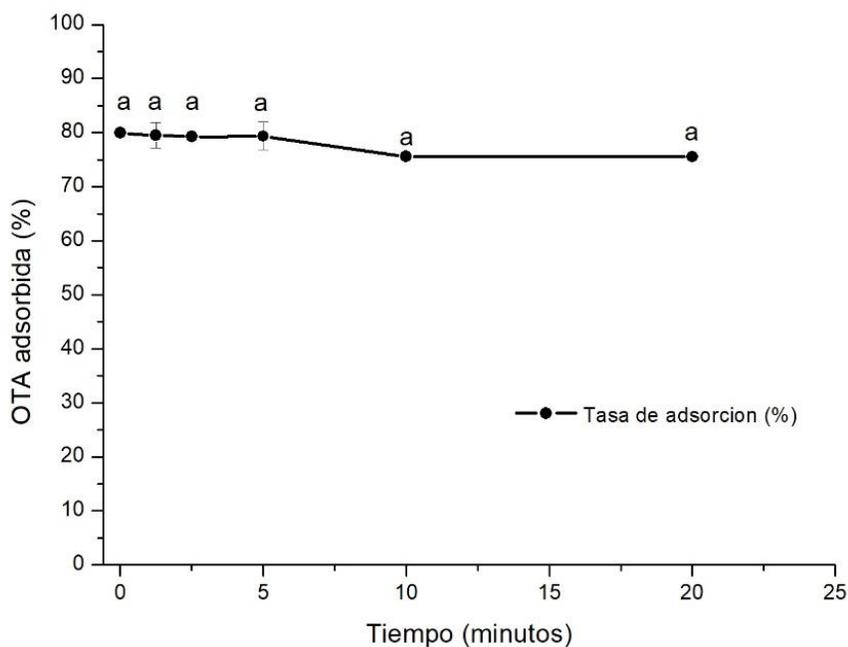


**Figura 11. Efecto de la dosis de adsorbente en la eliminación de ocratoxina A** (tiempo de contacto 60 minutos; 100  $\mu\text{g/L}$  de OTA, pH 4; y temperatura 30°C). Para cada parámetro, aquellas medias que no comparten un superíndice común difieren significativamente (Tukey  $p < 0,05$ ). Experimento realizado por triplicado.

### 8.2.3 Efecto del tiempo de contacto en medio acuoso

El porcentaje de OTA adsorbida se investigó en función del tiempo de contacto, en un intervalo de 0 a 20 minutos, bajo 0.125 g/L de adsorbente y una solución pH de 4, a 30 °C y 100  $\mu\text{g/L}$  de OTA. Los resultados son presentados en la figura 12.

En general, se observó que el porcentaje de adsorción OTA fue de 79% en promedio durante los primeros 5 minutos (79.95% a 0 minutos; 79.49% a 1.25 minutos; 79.29% a 2.5 minutos; y 79.37% a 5 minutos). Después de 5 minutos, se registró un descenso leve en el porcentaje de adsorción a los 10 y 20 minutos, alcanzando valores de 75.60% y 75.53%, respectivamente. La disminución de adsorción puede ser atribuida a una posible aglomeración de las nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  favorecida por el transcurso del tiempo.



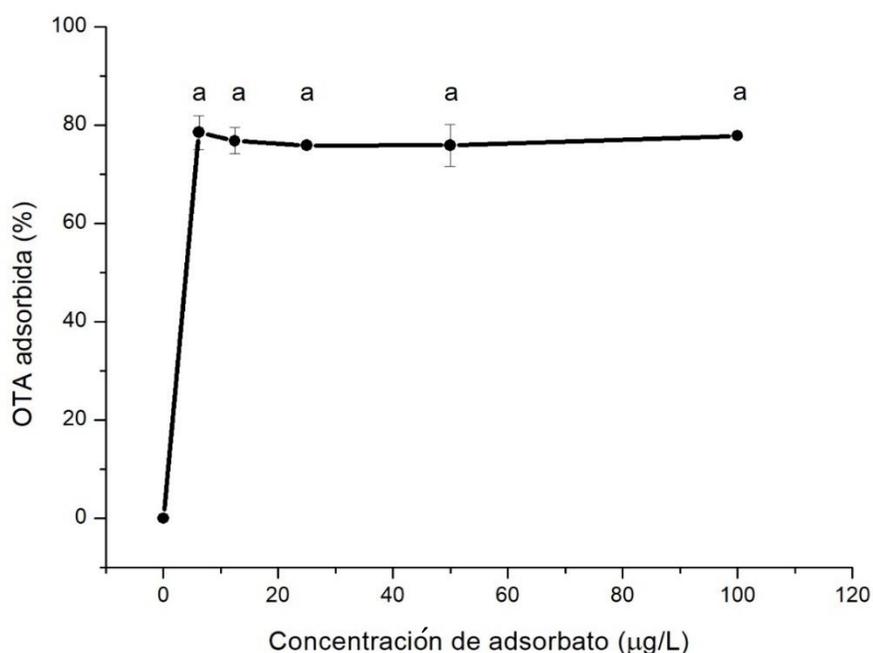
**Figura 12. Efecto del tiempo de contacto en la eliminación de ocratoxina A** (dosis de adsorbente 0.125 g/L, 100  $\mu\text{g/L}$  OTA, pH 4, y temperatura 30°C). Para cada parámetro, aquellas medias que no comparten un superíndice común difieren significativamente (Tukey  $p < 0, 05$ ). El experimento se realizó por triplicado.

El potencial zeta de las nanoestructuras sintetizadas, indica que estas tienden a aglomerarse. Por ende, se propone que la agitación constante conduce a la formación de aglomerados, y este comportamiento se intensifica al transcurrir el tiempo; por lo que al presentarse estructuras más grandes existe menos accesibilidad para la interacción adsorbente- adsorbato (D. Li & Kaner, 2006; Diephuis et al., 2022).

Sin embargo, a pesar de este ligero descenso en la adsorción, no se encontraron diferencias significativas ( $p > 0.5$ ) entre los distintos tiempos de adsorción evaluados. Por consiguiente, cualquiera de estos tiempos puede ser seleccionado. No obstante, se decidió utilizar el tiempo de 5 minutos, ya que permite un mayor tiempo de contacto adsorbente-adsorbato, y el porcentaje de adsorción sigue manteniéndose a 79% durante ese intervalo.

#### 8.2.4 Efecto de la dosis del adsorbato en la adsorción de OTA en medio acuoso

Por último, se examinó el impacto de la concentración inicial del adsorbato en la adsorción de OTA. Los resultados obtenidos están representados en la figura 13. Para estas pruebas, las condiciones experimentales fueron una concentración de 0.125 g/L de adsorbente, un pH de 4, un tiempo de contacto de 5 minutos, a una temperatura de 30°C.



**Figura 13. Efecto de la dosis de adsorbato en la eliminación de ocratoxina A** (dosis de adsorbente 0.125 g/L, tiempo de contacto 5 minutos, pH 4, y temperatura ambiente). Para cada parámetro, aquellas medias que no comparten un superíndice común difieren significativamente (Tukey  $p < 0,05$ ). Experimentos realizados por triplicado.

En general, la concentración de adsorbato osciló entre valores mayores a 75.50% y menores a 80%, sin presentar diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) entre sí. Este comportamiento

sugiere que el sistema de adsorción había alcanzado un estado de saturación en las concentraciones evaluadas, lo que indica que ya no había disponibilidad de más sitios de adsorción (H. Singh & Choden, 2015).

Con las pruebas realizadas se determinó que los parámetros óptimos de adsorción son una temperatura de 30°C, una concentración de adsorbente de 0.125 g/L, a un tiempo de contacto de 5 minutos, De esta manera se obtiene un porcentaje de adsorción de 79%.

El porcentaje obtenido fue comparado con los mencionados en la literatura. Uno de ellos fue el reportado por Appel y colaboradores en el 2023, evaluaron qué tan eficaz era la adsorción de OTA mediante materiales de biocarbono como montmorillonita de calcio y biocarbón para horticultura donde se obtuvieron porcentajes de adsorción de 25% para ambos.

### **8.3 Estudios de adsorción de OTA en cerveza**

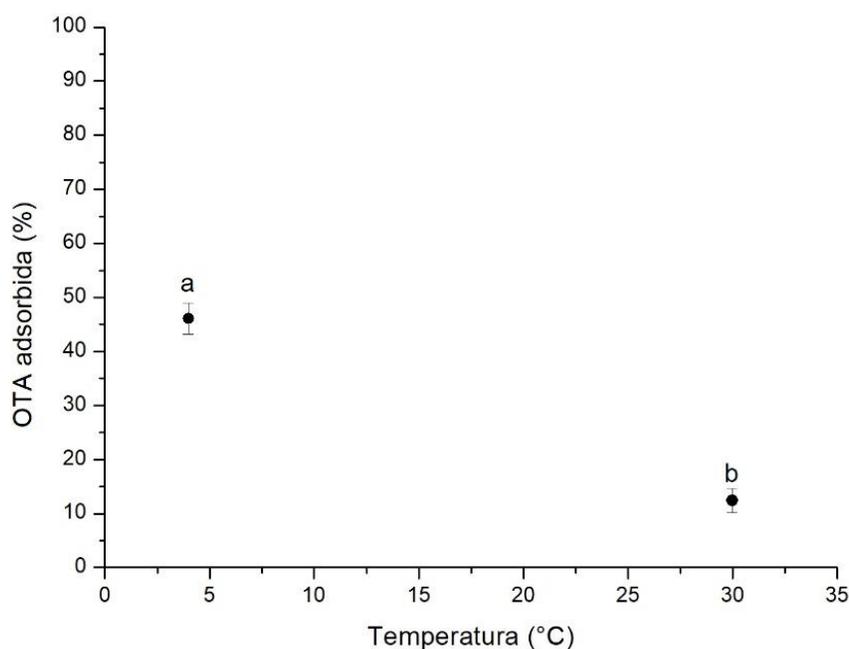
#### **8.3.1 Efecto de la temperatura en la adsorción de OTA en cerveza**

Para corroborar la persistencia de las condiciones anteriores, se evaluó el efecto de la temperatura en la capacidad de adsorción de OTA de las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub>. Las temperaturas para los estudios fueron 4°C y 30°C. Las condiciones experimentales incluyeron una concentración de 0.125 g/L de adsorbente, un tiempo de contacto de 20 minutos y una concentración de OTA de 100 µg/L.

En la figura 14 se presenta el porcentaje de adsorción de OTA en función de la temperatura. Se registró que a 4°C la adsorción fue de 46.11% y a 30°C fue de 12.44%, valores significativamente diferentes ( $p < 0.05$ ). Estos resultados difieren de los encontrados en los estudios realizados en medio acuoso (figura 10), en donde los valores de adsorción fueron del 70%.

Al trabajar con cerveza, una matriz alimentaria compleja, expuesta a temperatura ambiente y luz, ocurren cambios como la oxidación y degradación de componentes (Blanco et al., 2011). Estos cambios pueden afectar la adsorción de la OTA por el adsorbente, ya que la degradación altera las propiedades físicas y químicas de la matriz alimentaria, haciendo que ciertos componentes también interfieran o compitan por los sitios de adsorción. Aunado a lo anterior, se ha evaluado el efecto de la temperatura en la adsorción de OTA en pared de levaduras, los resultados indicaron que la adsorción fue mejor a una temperatura de 4°C con

valores de 49%, mientras que a 37°C el porcentaje de adsorción fue solo del 30%, los autores concluyen que el proceso de adsorción es del tipo exotérmico, este comportamiento fue similar al encontrado en este trabajo (Ringot et al., 2005).



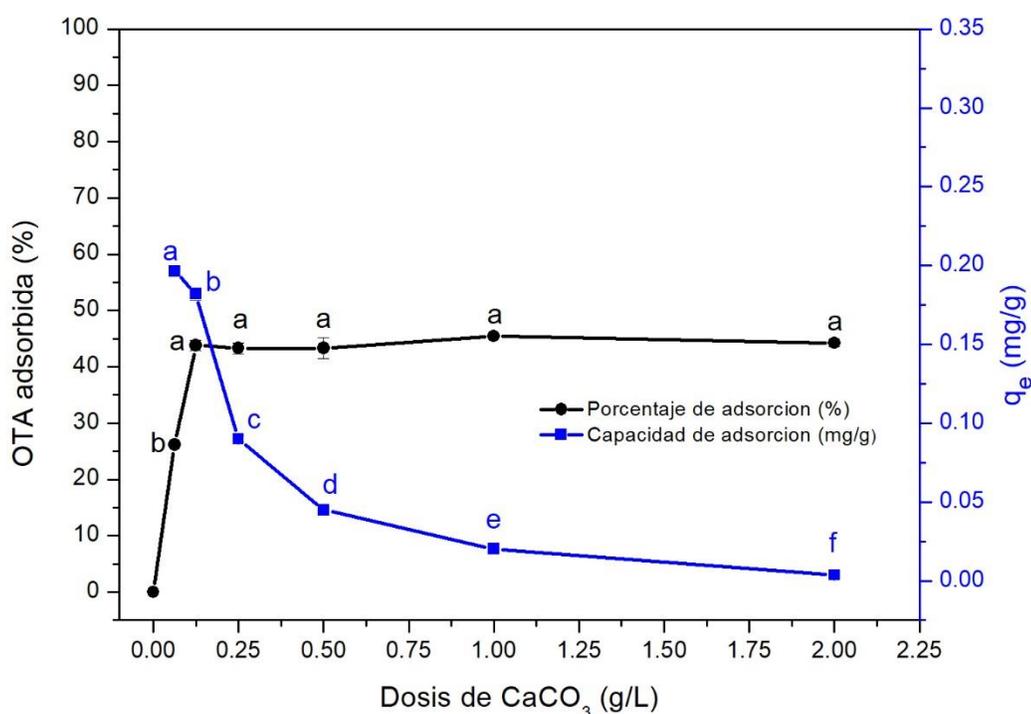
**Figura 14. Efecto de la temperatura en la eliminación de ocratoxina A en cerveza.** Dosis de adsorbente 0.125 g/L; dosis de OTA 100 µg/L, tiempo de contacto 20 minutos. Los experimentos se realizaron por triplicado.

Basándose en los resultados obtenidos, y considerando que el proceso de filtrado de la cerveza se realiza a 4°C, los estudios subsecuentes de adsorción se realizaron a esta temperatura.

### 8.3.2 Efecto de la dosis del adsorbente (CaCO<sub>3</sub>) en la adsorción de OTA en cerveza

Este parámetro es de los más importantes en los procesos de adsorción por su impacto en el ámbito económico. Las condiciones para evaluar la dosis de adsorbente óptima fueron un tiempo de contacto de 20 minutos, 100 µg/L de OTA y una temperatura de 4°C.

Los resultados se presentan en la figura 15, donde se observó una respuesta lineal dosis-adsorción hasta una concentración de  $\text{CaCO}_3$  a 0.125 g/L, a mayor concentración mayor adsorción. Mientras que la capacidad de adsorción presenta el comportamiento esperado donde a mayor dosis, menor capacidad de adsorción, esto debido a que más sitios activos del  $\text{CaCO}_3$  permanecen insaturados durante el proceso de adsorción de OTA (Gorzin & Abadi, 2017). De manera específica, se aprecia un aumento gradual, y por ende significativo, entre las dos primeras concentraciones de adsorbente (0.0625 g/L y 0.125 g/L), donde la tasa de adsorción pasó de 26.22% a 43.79%, esto se debe a la disponibilidad de sitios de adsorción para la OTA. Sin embargo, después de la dosis de 0.125 g/L no hubo un aumento significativo ( $p > 0.05$ ) en el porcentaje de adsorción, se alcanzó un estado de equilibrio, como consecuencia de la limitación de los sitios de adsorción disponibles debido a una cantidad excesiva de adsorbente presente (Mashkoor et al., 2024).



**Figura 15. Efecto de la dosis de adsorbente ( $\text{CaCO}_3$ ) en la eliminación de ocratoxina A** (tiempo de contacto 20 minutos, 100  $\mu\text{g}$  /L OTA, y temperatura 4°C). Para cada parámetro, aquellas medias que no comparten un superíndice común difieren significativamente (Tukey  $p < 0,05$ ). Experimentos realizados por triplicado.

Al evaluar cada una de las dosis utilizadas, se determinó que la concentración de adsorbente de 0.125 g/L es la óptima para ser usada en los estudios posteriores, debido a que, con menos concentración, se obtienen los mismos resultados de adsorción que con dosis más elevadas.

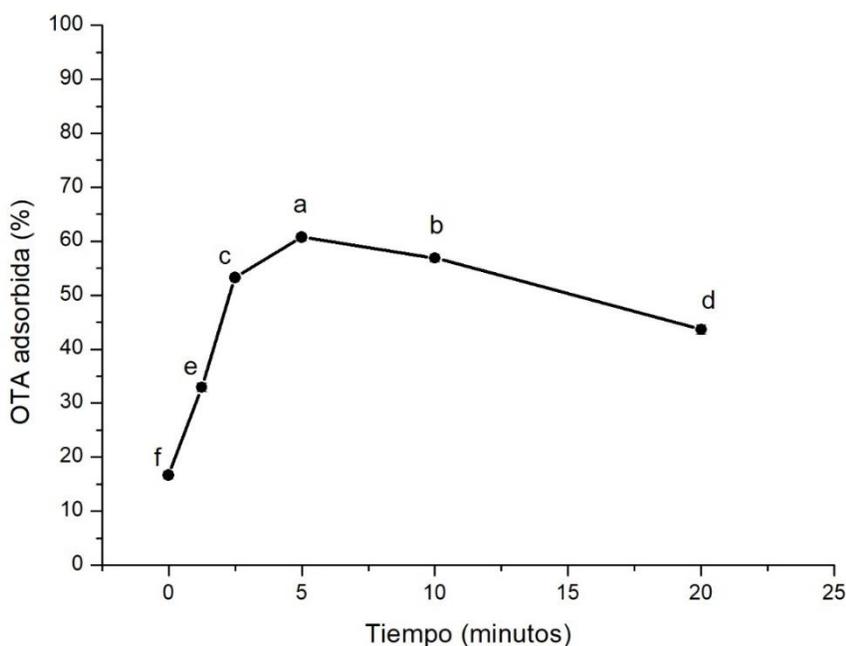
En comparación con el porcentaje de adsorción obtenido en medio acuoso (79%), este disminuye al llevarse el proceso de adsorción en la cerveza (43%). Indiscutiblemente, este descenso está relacionado con la complejidad de la cerveza.

El  $\text{CaCO}_3$  se distingue por su estructura porosa la cual puede ser modificada durante sus síntesis, y la posibilidad de funcionalizar su superficie, esto lo hace un buen candidato con alta capacidad y selectividad para los procesos de adsorción (Sheng et al., 2023). De manera general, la adsorción implica la retención de moléculas en los poros de un material adsorbente, que en este caso es el carbonato de calcio. Inicialmente, el  $\text{CaCO}_3$  entra en contacto con la sustancia que se desea adsorber, conocida como adsorbato, que en este caso es la OTA. La superficie del  $\text{CaCO}_3$  es rica en grupos funcionales, los cuales establecen interacciones con la micotoxina, esta manifestación de interacciones complejas puede incluir enlaces Van der Waals, fuerzas electrostáticas, y enlaces hidrógeno. Cabe destacar que, para lograr la adsorción con éxito, la interacción OTA- $\text{CaCO}_3$  debe ser más fuerte que la interacción OTA-cerveza, y es aquí donde se explica la disminución de la adsorción, la cerveza presenta varios componentes los cuales logran dificultar más la unión adsorbato-adsorbente, en comparación a la adsorción que se presentó en medio acuoso a un pH 4. Se hipotetiza que la OTA se adsorbe a la superficie del  $\text{CaCO}_3$  mediante las interacciones antes mencionadas, y como resultado se forma una capa de moléculas adsorbidas en la superficie del adsorbente; a medida que más moléculas de OTA entran en contacto con el  $\text{CaCO}_3$  se establece un equilibrio dinámico entre las moléculas adsorbidas y las moléculas en solución. Como el  $\text{CaCO}_3$  tiene una capacidad de adsorción limitada, solo adsorbe una parte del contaminante antes de llegar la saturación (Castellari et al., 2001).

### **8.3.3 Efecto del tiempo de contacto en la adsorción de OTA en cerveza**

Para ello, el tiempo evaluado fue de 0 a 20 minutos, a 4°C, utilizando una concentración de adsorbente de 0.125 g/L, y 100 µg/L de OTA. En general, la velocidad de adsorción de micotoxinas por adsorbentes fue relativamente rápida y el equilibrio de adsorción se alcanzó en tiempos cortos de 5 minutos.

Los resultados obtenidos se presentan en la figura 16. Se distingue que el porcentaje de adsorción de OTA de la cerveza incrementa con el tiempo de contacto, y al alcanzar el equilibrio disminuyó ligeramente. En el período inicial de adsorción, la velocidad de unión de la OTA con la superficie del  $\text{CaCO}_3$  fue rápida debido a la disponibilidad de un gran número de sitios vacantes de adsorción, este comportamiento prevalece hasta los 5 minutos, en donde se alcanza la adsorción máxima (60.72%). Después de los 5 minutos de contacto, el porcentaje de adsorción descendió significativamente ( $p < 0.05$ ) en los siguientes tiempos (10 y 20 minutos), alcanzando un porcentaje final de 43.31%. Se ha reportado que este comportamiento puede ser resultado de una saturación de los sitios activos del adsorbente, de manera que éste no tiene más capacidad de adsorción pues ya no hay disponibilidad de sitios activos para que la OTA se adsorba en el material adsorbente (Abdul Aziz et al., 2013; Abewaa et al., 2023).

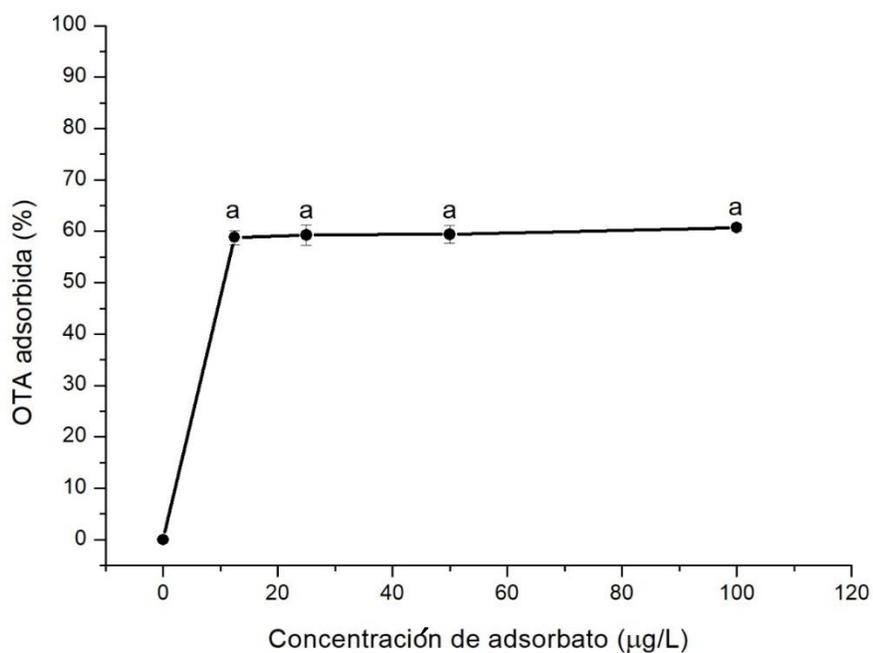


**Figura 16. Efecto del tiempo de contacto en la eliminación de ocratoxina A** (dosis de adsorbente 0.125 g/L, 100  $\mu\text{g/L}$  OTA, y temperatura 4°C). Para cada parámetro, aquellas medias que no comparten un superíndice común difieren significativamente (Tukey  $p < 0.05$ ).

### 8.3.4 Efecto de la concentración inicial de adsorbato en la adsorción de OTA en cerveza

Finalmente, se evaluó la concentración de adsorbato para identificar la óptima que puede adsorber el  $\text{CaCO}_3$ . Las condiciones utilizadas son las mismas que en los experimentos anteriores, con un tiempo de contacto de 5 minutos.

La figura 17 presenta los resultados obtenidos, en los cuales se observó el mismo patrón que en las adsorciones realizadas en medio acuoso, pues la capacidad de adsorción alcanzó el equilibrio desde la concentración más baja 6  $\mu\text{g/L}$  con un porcentaje de adsorción alrededor del 60% en cada una de las dosis del adsorbato evaluadas, por lo que no se presentaron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ). Esto indica que desde la concentración más baja evaluada de OTA saturó los sitios del  $\text{CaCO}_3$  para la adsorción y que ya no permitió el aumento del porcentaje puesto que los sitios ya estaban ocupados (Moradi et al., 2019)

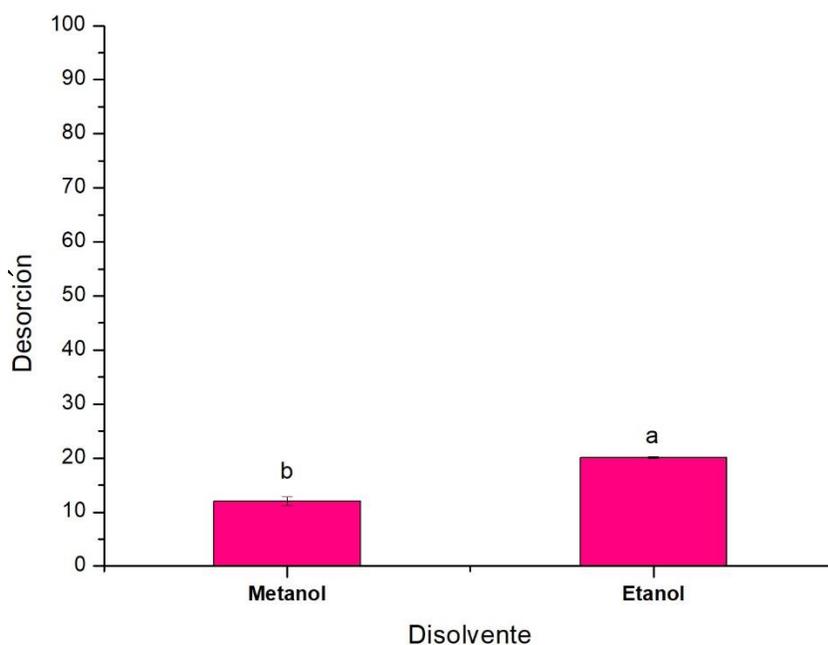


**Figura 17. Efecto de la dosis de adsorbato en la eliminación de ocratoxina A** (dosis de adsorbente 0.125 g/L, tiempo de contacto minutos, y temperatura 4°C). Para cada parámetro, aquellas medias que no comparten un superíndice común difieren significativamente (Tukey  $p < 0.05$ ). Experimentos realizados por triplicado.

Después de evaluar los parámetros en cerveza, se determinó que las condiciones óptimas son una temperatura de 4°C, una concentración de adsorbente de 0.125 g/L, a un tiempo de contacto de 5 minutos, con la suma de estas condiciones se alcanzó un porcentaje de adsorción del 60%.

#### 8.4 Reutilizabilidad del adsorbente

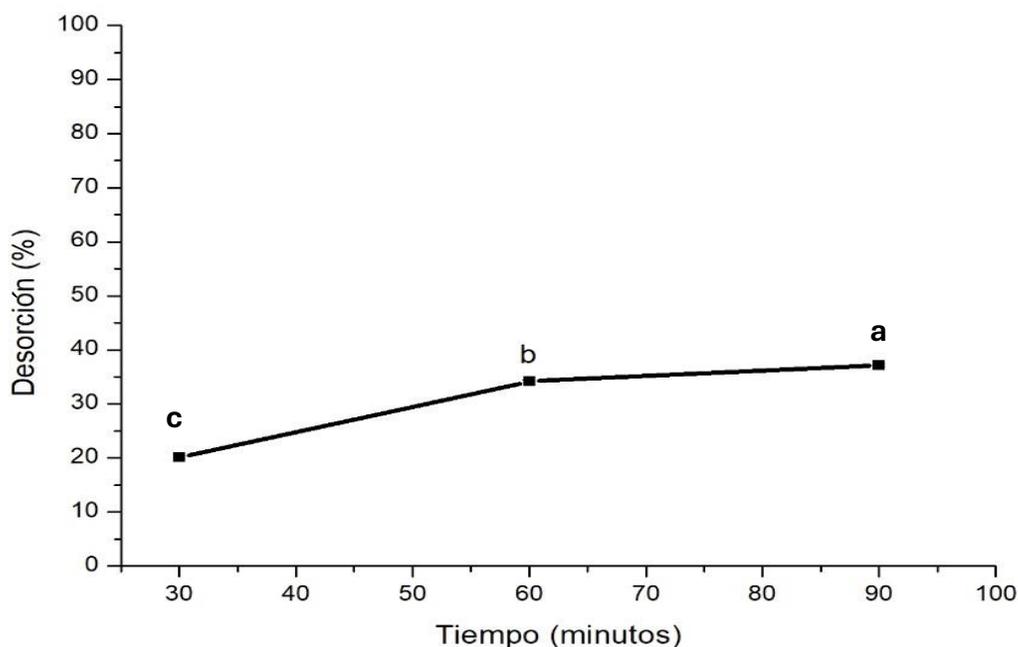
Se llevaron a cabo estudios de desorción con el propósito de determinar si las nanoestructuras de CaCO<sub>3</sub> tenían la capacidad de ser reutilizadas y de recuperar el adsorbato. El primer parámetro evaluado fue el disolvente para realizar la adsorción. Los disolventes utilizados fueron metanol y etanol, la desorción se realizó en un tiempo de 30 minutos. Los resultados obtenidos se presentan en la figura 18. El etanol presentó una recuperación de OTA de 20.13%, mientras que con metanol solo se recuperó el 12.06%. Entre ambas adsorciones existen diferencias significativas ( $p < 0.05$ ), por lo que el etanol fue utilizado como eluyente para la evaluación del tiempo de desorción debido a que la recuperación de OTA fue más al utilizar este disolvente.



**Figura 18. Desorción de ocratoxina A utilizando distintos eluyentes** (dosis de adsorbente 0.125 g/L, tiempo de desorción 30 minutos, temperatura 30°C, y 100 µg/L de OTA). Los experimentos se realizaron por triplicado.

La evaluación del tiempo se realizó de 30 a 90 minutos, bajo las condiciones anteriores, esto con el objetivo de establecer el tiempo óptimo para alcanzar la máxima recuperación de OTA. El comportamiento se muestra en la figura 19. La eficiencia de desorción aumentó de 20% a 34% al pasar de 30 a 60 minutos, y se obtuvo un 37% a los 90 minutos. Los porcentajes presentan diferencias significativas ( $p < 0.05$ ).

El porcentaje de desorción fue comparado con otro estudio donde se utilizó como eluyente el metanol para desorber la OTA de una barra agitadora con una fase dual de polidimetilsiloxano y etilenglicol. En este caso el tiempo óptimo de desorción fue de 45 minutos, y se obtuvo una desorción del 83%. Este porcentaje es alto en comparación con el obtenido en la investigación, esto se debe al tipo de material que se utilizó como adsorbente, pues con el polidimetilsiloxano y el etilenglicol recubiertos por la barra agitadora, la OTA simplemente migra al sorbente, lo que hace más sencilla la desorción; sin embargo, en un adsorbente como el carbonato de calcio, la OTA se une mediante interacciones electrostáticas, débiles, de puentes de hidrógeno con los sitios activos de la superficie (Nguyen & Ryu, 2014).



**Figura 19. Efecto del tiempo en la desorción de ocratoxina A utilizando etanol como eluyente** (dosis de adsorbente 0.125 g/L, temperatura 30°C, y 100 µg/L de OTA). Aquellas medias que no comparten un superíndice común difieren significativamente (Tukey  $p < 0.05$ ). Experimentos realizados por triplicado.

## 9. CONCLUSIONES

De los parámetros evaluados en la síntesis de las nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$ , la temperatura tuvo un efecto en el polimorfismo obtenido, a  $30^\circ\text{C}$  calcita y a  $80^\circ\text{C}$  una mezcla de aragonita en mayor proporción y calcita. Por otro lado, la adición de amilopectina disminuyó el tamaño de las partículas y a  $30^\circ\text{C}$  se formó mayoritariamente calcita y vaterita. La calcinación provocó que la aragonita obtenida en la síntesis a  $80^\circ\text{C}$  se transformara a calcita. Las imágenes de microscopía electrónica de barrido muestran estructuras poliédricas (cubos) formadas a temperatura de  $30^\circ\text{C}$ ; sin embargo, cuando la amilopectina fue adicionada se formaron también esferas. Estructuras tipo aguja fueron observadas cuando la síntesis se realizó a  $80^\circ\text{C}$ . El punto de carga cero de todas las muestras sintetizadas fue alrededor de 8.5, indicando que, para los estudios de adsorción realizados a un pH 4 en medio acuoso y en cerveza, la superficie de las partículas se encuentra cargada positivamente.

Los estudios de adsorción se realizaron con las nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  sintetizadas a  $80^\circ\text{C}$  en presencia de amilopectina sin calcinar (mezcla de aragonita y calcita, morfología poliédrica y de tipo agujas, tamaño de cristal de 23.14 nm), debido a que este material presentó la mayor capacidad de adsorción de OTA en las condiciones evaluadas.

De los estudios para evaluar de la capacidad de las nanoestructuras de  $\text{CaCO}_3$  para la adsorción de OTA en ensayos in vitro, en medio acuoso, se concluyó que la mejor dosis del adsorbente es de 0.125 g/L, el tiempo óptimo de adsorción es de 5 minutos, a temperatura ambiente; obteniéndose el 79% de adsorción.

Por otro lado, se alcanzó una capacidad de adsorción de OTA de las  $\text{CaCO}_3$  del 60% en los ensayos realizados in vitro utilizando cerveza, bajo las mismas condiciones, exceptuando la temperatura de adsorción que en este caso fue de  $4^\circ\text{C}$ . El porcentaje obtenido se debe a la complejidad del sistema.

El mejor eluyente para la desorción es el etanol. Su porcentaje de desorción más alto es de 37.18% en un tiempo de 90 minutos.

Los resultados obtenidos pueden crear las bases para futuros experimentos, donde el enfoque sea el carbonato de calcio usado como adsorbente, pues este puede ser utilizado en otros alimentos contaminados con OTA.

## 10. BIBLIOGRAFÍA

- Abdul Aziz, A. S., Manaf, L., Che Man, H., & Siva Kumar, N. (2013). Kinetic Modeling and Isotherm Studies for Copper(II) Adsorption onto Palm Oil Boiler Mill Fly Ash (POFA) as a Natural Low-Cost Adsorbentes. *Bioresources*, 9, 336-356. doi:10.15376/biores.9.1.336-356
- Abewaa, M., Mengistu, A., Takele, T., Fito, J., & Nkambule, T. (2023). Adsorptive removal of malachite green dye from aqueous solution using Rumex abyssinicus derived activated carbon. *Science Reports*, 13(1), 14701. doi:10.1038/s41598-023-41957-x
- Aguilar, N. M., Perez-Aguilar, J. M., González-Coronel, V. J., Soriano Moro, J. G., & Sanchez-Gaytan, B. L. (2021). Polymers as Versatile Players in the Stabilization, Capping, and Design of Inorganic Nanostructures. *ACS Omega*, 6(51), 35196-35203. doi:10.1021/acsomega.1c05420
- Al-Maliky, E. A., Gzar, H. A., & Al-Azawy, M. G. (2021). Determination of Point of Zero Charge (PZC) of Concrete Particles Adsorbents. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1184(1), 012004. doi:10.1088/1757-899X/1184/1/012004
- Al Omari, M. M., Rashid, I. S., Qinna, N. A., Jaber, A. M., & Badwan, A. A. (2016). Calcium Carbonate. *Profiles Drug Subst Excip Relat Methodol*, 41, 31-132. doi:10.1016/bs.podrm.2015.11.003
- Appell, M., Wegener, E. C., Sharma, B. K., Eller, F. J., Evans, K. O., & Compton, D. L. (2023). In Vitro Evaluation of the Adsorption Efficacy of Biochar Materials on Aflatoxin B1, Ochratoxin A, and Zearalenone. *Animals*, 13(21). Retrieved from doi:10.3390/ani13213311
- Atef, K. (2020). Effect of Operating Parameters and Foreign Ions on the Crystal Growth of Calcium Carbonate during Scale Formation: An Overview. In S. Youssef Ben & M. Riadh (Eds.), *Crystallization and Applications* (pp. Ch. 2). Rijeka: IntechOpen.
- Atul, A. K., Srivastava, S. K., Gupta, A. K., & Srivastava, N. (2021). Synthesis and Characterization of NiO Nanoparticles by Chemical Co-precipitation Method: an Easy and Cost-Effective Approach. *Brazilian Journal of Physics*, 52(1), 2. doi:10.1007/s13538-021-01006-2
- Babou-Kammoe, R., Hamoudi, S., Larachi, F., & Belkacemi, K. (2012). Synthesis of CaCO<sub>3</sub> nanoparticles by controlled precipitation of saturated carbonate and calcium nitrate aqueous solutions. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 90(1), 26-33. doi:https://doi.org/10.1002/cjce.20673
- Bakatula, E. N., Richard, D., Neculita, C. M., & Zagury, G. J. (2018). Determination of point of zero charge of natural organic materials. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(8), 7823-7833. doi:10.1007/s11356-017-1115-7
- Belajová, E., Rauová, D., & Daško, L. (2007). Retention of ochratoxin A and fumonisin B1 and B2 from beer on solid surfaces: comparison of efficiency of adsorbents with different origin. *European Food Research and Technology*, 224(3), 301-308. doi:10.1007/s00217-006-0459-x

- Bhattacharjee, S. (2016). DLS and zeta potential – What they are and what they are not? *Journal of Controlled Release*, 235, 337-351. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2016.06.017>
- Bhushan, B. (2017). Introduction to Nanotechnology. In B. Bhushan (Ed.), *Springer Handbook of Nanotechnology* (pp. 1-19). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- Blanco, C. A., Caballero, I., & Buffa, M. (2011). Thermal Deterioration of the Trans-/Cis-Ratio of Bittering Agents of Commercial Beers. *International Journal of Food Properties*, 14(6), 1277-1285. doi:10.1080/10942911003650288
- Borja-Borja, J. M., & Rojas-Oviedo, B. S. (2020). Nanomaterials: Synthesis Methods. *Polo del conocimiento*, 5, 426-445. doi: 10.23857/pc.v5i8.1597
- Brinza, L., Maftai, A. E., Tascu, S., Brinza, F., & Neamtu, M. (2022). Advanced removal of Reactive Yellow 84 azo dye using functionalised amorphous calcium carbonates as adsorbent. *Scientific Reports*, 12(1), 3112. doi:10.1038/s41598-022-07134-2
- Bueno, D., Muñoz, R., & Marty, J. L. (2017, 20-25 March 2017). *Low cost and optical detection from fluorescence of Ochratoxin A*. Paper presented at the 2017 Global Medical Engineering Physics Exchanges/Pan American Health Care Exchanges (GMEPE/PAHCE).
- Bui-Klimke, T. R., & Wu, F. (2015). Ochratoxin A and Human Health Risk: A Review of the Evidence. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 55(13), 1860-1869. doi:10.1080/10408398.2012.724480
- Callone, E., Carturan, G., Ischia, M., & Sicurelli, A. (2007). Size stabilization of nanoparticles by polysaccharides: Effectiveness in the wet and curing steps. *Journal of Materials Research*, 22(12), 3344-3354. doi:10.1557/JMR.2007.0416
- Campono, L., Rizzo, S., Piccinelli, A. L., Celano, R., Pagano, I., Russo, M., Labra, M., & Rastrelli, L. (2020). Determination of mycotoxins in beer by multi heart-cutting two-dimensional liquid chromatography tandem mass spectrometry method. *Food Chemistry*, 318, 126496. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126496>
- Carballo, D., Fernández-Franzón, M., Ferrer, E., Pallarés, N., & Berrada, H. (2021). Dietary Exposure to Mycotoxins through Alcoholic and Non-Alcoholic Beverages in Valencia, Spain. *Toxins (Basel)*, 13(7). doi:10.3390/toxins13070438
- Castellari, M., Versari, A., Fabiani, A., Parpinello, G. P., & Galassi, S. (2001). Removal of Ochratoxin A in Red Wines by Means of Adsorption Treatments with Commercial Fining Agents. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49(8), 3917-3921. doi:10.1021/jf010137o
- Cerveceros-de-México. (2022). La agroindustria cervecera en México- Reporte anual. <https://cervecerosdemexico.com/revistas/reportes-enero-marzo-2022.pdf>. Recuperado el 09 de marzo de 2024.
- Chain, E. Panel o. C. i. t. F., Schrenk, D., Bodin, L., Chipman, J. K., del Mazo, J., Grasl-Kraupp, B., Hogstrand, C., Hoogenboom, L., Leblanc, J.-C., Nebbia, C. S., Nielsen, E., Ntzani, E., Petersen, A., Sand, S., Schwerdtle, T., Vleminckx, C., Wallace, H.,

- Alexander, J., Dall'Asta, C., Mally, A., Metzler, M., Binaglia, M., Horváth, Z., Steinkellner, H., & Bignami, M. (2020). Risk assessment of ochratoxin A in food. *EFSA Journal*, *18*(5), e06113. doi:<https://doi.org/10.2903/j.efsa.2020.6113>
- Chan, Y. B., Selvanathan, V., Tey, L.-H., Akhtaruzzaman, M., Anur, F. H., Djearamane, S., Watanabe, A., & Aminuzzaman, M. (2022). Effect of Calcination Temperature on Structural, Morphological and Optical Properties of Copper Oxide Nanostructures Derived from *Garcinia mangostana* L. Leaf Extract. *Nanomaterials*, *12*(20). Retrieved from doi:10.3390/nano12203589
- Chen, J., Cheng, G., Chai, Y., Han, W., Zong, W., Chen, J., Li, C., Wang, W., Ou, L., & Yu, Y. (2018). Preparation of nano-CaCO<sub>3</sub>/polystyrene nanocomposite beads for efficient bilirubin removal. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, *161*, 480-487. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2017.11.017>
- Chiotta, M. L., Fumero, M. V., Cendoya, E., Palazzini, J. M., Alaniz-Zanon, M. S., Ramirez, M. L., & Chulze, S. N. (2020). Toxigenic fungal species and natural occurrence of mycotoxins in crops harvested in Argentina. *Revista Argentina de Microbiología*, *52*(4), 339-347. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ram.2020.06.002>
- Codex-Alimentarius. (2019). Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos. *Codex Stan 193-1995*. [https://sitios1.dif.gob.mx/alimentacion/docs/CodexCXS%20193-1995 Contaminantes y Toxinas.pdf](https://sitios1.dif.gob.mx/alimentacion/docs/CodexCXS%20193-1995%20Contaminantes%20y%20Toxinas.pdf). Recuperado el 01 de abril de 2024.
- Comisión-Europea. (2022). Reglamento (UE) 2022/1370 , relativo a los límites máximos de micotoxinas en alimentos. <https://www.boe.es/doue/2022/206/L00011-00014.pdf>. Recuperado el 01 de abril de 2024.
- Danaei, M., Dehghankhold, M., Ataei, S., Hasanzadeh Davarani, F., Javanmard, R., Dokhani, A., Khorasani, S., & Mozafari, M. R. (2018). Impact of Particle Size and Polydispersity Index on the Clinical Applications of Lipidic Nanocarrier Systems. *Pharmaceutics*, *10*(2). doi:10.3390/pharmaceutics10020057
- De Oliveira García, S., Sibaja, K. V. M., Nogueira, W. V., Feltrin, A. C. P., Pinheiro, D. F. A., Cerqueira, M. B. R., Badiale Furlong, E., & Garda-Buffon, J. (2020). Peroxidase as a simultaneous degradation agent of ochratoxin A and zearalenone applied to model solution and beer. *Food Research International*, *131*, 109039. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109039>
- Diephuis, W. R., Molloy, A. L., Boltz, L. L., Porter, T. B., Aragon Orozco, A., Duron, R., Crespo, D., George, L. J., Reiffer, A. D., Escalera, G., Bohloul, A., Avendano, C., Colvin, V. L., & Gonzalez-Pech, N. I. (2022). The Effect of Agglomeration on Arsenic Adsorption Using Iron Oxide Nanoparticles. *Nanomaterials*, *12*(9). Retrieved from doi:10.3390/nano12091598
- Ding, L., Han, M., Wang, X., & Guo, Y. (2023). Ochratoxin A: Overview of Prevention, Removal, and Detoxification Methods. *Toxins (Basel)*, *15*(9). doi:10.3390/toxins15090565
- Do, T. H., Tran, S. C., Le, C. D., Nguyen, H.-B. T., Le, P.-T. T., Le, H.-H. T., Le, T. D., & Thai-Nguyen, H.-T. (2020). Dietary exposure and health risk characterization of

- aflatoxin B1, ochratoxin A, fumonisin B1, and zearalenone in food from different provinces in Northern Vietnam. *Food Control*, *112*, 107108. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2020.107108>
- Donatan, S., Yashchenok, A., Khan, N., Parakhonskiy, B., Cocquyt, M., Pinchasik, B.-E., Khalenkow, D., Möhwald, H., Konrad, M., & Skirtach, A. (2016). Loading Capacity versus Enzyme Activity in Anisotropic and Spherical Calcium Carbonate Microparticles. *ACS Applied Materials & Interfaces*, *8*(22), 14284-14292. doi:10.1021/acsami.6b03492
- Downs, R.T. (2024). RRUFF Project: Raman, X-ray, Diffraction & Chemistry of Minerals. RRUFF Database. <https://rruff.info/calcite/chem=C,Ca,O/display=default/R040070>
- Eftekhari, K., Van der Meeren, L., Depla, D., Parakhonskiy, B., & Skirtach, A. G. (2024). PM2.5 and PM10 adsorption onto filters and surfaces functionalized with calcium carbonate particle assembly. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *680*, 132617. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2023.132617>
- El-sayed, M. E. A. (2020). Nanoadsorbents for water and wastewater remediation. *Science of The Total Environment*, *739*, 139903. doi:<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139903>
- Elkholy, A., Yahia, M., Elnwawy, M., Gomaa, H., & Elzaref, A. (2023). Synthesis of activated carbon composited with Egyptian black sand for enhanced adsorption performance toward methylene blue dye. *Scientific Reports*, *13*. doi:10.1038/s41598-023-28556-6
- Escobar-Puentes, A. A., García-Gurrola, A., Rincón, S., Zepeda, A., & Martínez-Bustos, F. (2020). Effect of amylose/amylopectin content and succinylation on properties of corn starch nanoparticles as encapsulants of anthocyanins. *Carbohydrate Polymers*, *250*, 116972. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116972>
- Estrada-Urbina, J., Cruz-Alonso, A., Santander-González, M., Méndez-Albores, A., & Vázquez-Durán, A. (2018). Nanoscale Zinc Oxide Particles for Improving the Physiological and Sanitary Quality of a Mexican Landrace of Red Maize. *Nanomaterials (Basel)*, *8*(4). doi:10.3390/nano8040247
- Febrida, R., Cahyanto, A., Herda, E., Muthukanan, V., Djustiana, N., Faizal, F., Panatarani, C., & Joni, I. M. (2021). Synthesis and Characterization of Porous CaCO<sub>3</sub> Vaterite Particles by Simple Solution Method. *Materials*, *14*(16). Retrieved from doi:10.3390/ma14164425
- Febrida, R., Setianto, S., Herda, E., Cahyanto, A., & Joni, I. M. (2021). Structure and phase analysis of calcium carbonate powder prepared by a simple solution method. *Heliyon*, *7*(11), e08344. doi:10.1016/j.heliyon.2021.e08344
- Fernandes Machado, N. R. C., & Santana, V. S. (2005). Influence of thermal treatment on the structure and photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> P25. *Catalysis Today*, *107-108*, 595-601. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cattod.2005.07.022>

- Fiol, N., & Villaescusa, I. (2009). Determination of sorbent point zero charge: usefulness in sorption studies. *Environmental Chemistry Letters*, 7(1), 79-84. doi:10.1007/s10311-008-0139-0
- Gao, G., Huang, P., Wang, K., He, R., & Cui, D. (2011). Gram-scale synthesis and shape evolution of micro-CaCO<sub>3</sub>. *Powder Technology*, 205(1), 270-275. doi:https://doi.org/10.1016/j.powtec.2010.09.032
- Gómez-Corona, C., Escalona-Buendía, H. B., García, M., Chollet, S., & Valentin, D. (2016). Craft vs. industrial: Habits, attitudes and motivations towards beer consumption in Mexico. *Appetite*, 96, 358-367. doi:https://doi.org/10.1016/j.appet.2015.10.002
- Gorzin, F., & Abadi, M. M. (2017). Adsorption of Cr(VI) from aqueous solution by adsorbent prepared from paper mill sludge: Kinetics and thermodynamics studies. *Adsorption Science & Technology*, 36, 026361741668697. doi:10.1177/0263617416686976
- Grajewski, J., Kosicki, R., Twarużek, M., & Błajet-Kosicka, A. (2019). Occurrence and Risk Assessment of Mycotoxins through Polish Beer Consumption. *Toxins*, 11(5). Retrieved from doi:10.3390/toxins11050254
- Gruber-Dorninger, C., Jenkins, T., & Schatzmayr, G. (2019). Global Mycotoxin Occurrence in Feed: A Ten-Year Survey. *Toxins (Basel)*, 11(7). doi:10.3390/toxins11070375
- Hamad, G. M., Mehany, T., Simal-Gandara, J., Abou-Alella, S., Esua, O. J., Abdel-Wahhab, M. A., & Hafez, E. E. (2023). A review of recent innovative strategies for controlling mycotoxins in foods. *Food Control*, 144, 109350. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2022.109350
- Hernández-Meléndez, D., Salas-Téllez, E., Zavala-Franco, A., Téllez, G., Méndez-Albores, A., & Vázquez-Durán, A. (2018). Inhibitory Effect of Flower-Shaped Zinc Oxide Nanostructures on the Growth and Aflatoxin Production of a Highly Toxicogenic Strain of *Aspergillus flavus* Link. *Materials (Basel)*, 11(8). doi:10.3390/ma11081265
- Hernández-Ramírez, J. O., Merino-Guzmán, R., Téllez-Isaías, G., Vázquez-Durán, A., & Méndez-Albores, A. (2021). Mitigation of AFB<sub>1</sub>-Related Toxic Damage to the Intestinal Epithelium in Broiler Chickens Consumed a Yeast Cell Wall Fraction. *Frontiers in Veterinary Science*, 8. doi:10.3389/fvets.2021.677965
- Horky, P., Skalickova, S., Baholet, D., & Skladanka, J. (2018). Nanoparticles as a Solution for Eliminating the Risk of Mycotoxins. *Nanomaterials (Basel)*, 8(9). doi:10.3390/nano8090727
- Indrayana, I. P. T., Tjuana, L. A., Tuny, M. T., & Kurnia. (2019). Nanostructure and Optical Properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>: Effect of Calcination Temperature and Dwelling Time. *Journal of Physics: Conference Series*, 1341(8), 082044. doi:10.1088/1742-6596/1341/8/082044
- INEGI. (2021). Conociendo la industria de la cerveza. *Colección de estudios sectoriales y regionales*, 45.
- Islam, M. S., Choi, W. S., Nam, B., Yoon, C., & Lee, H.-J. (2017). Needle-like iron oxide@CaCO<sub>3</sub> adsorbents for ultrafast removal of anionic and cationic heavy metal

- ions. *Chemical Engineering Journal*, 307, 208-219. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.08.079>
- Jimoh, O. A., Ariffin, K. S., Hussin, H. B., & Temitope, A. E. (2018). Synthesis of precipitated calcium carbonate: a review. *Carbonates and Evaporites*, 33(2), 331-346. doi:10.1007/s13146-017-0341-x
- Joseph, E., & Singhvi, G. (2019). Chapter 4 - Multifunctional nanocrystals for cancer therapy: a potential nanocarrier. In A. M. Grumezescu (Ed.), *Nanomaterials for Drug Delivery and Therapy* (pp. 91-116): William Andrew Publishing.
- Khan, I., Saeed, K., & Khan, I. (2019). Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. *Arabian Journal of Chemistry*, 12(7), 908-931. doi:<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2017.05.011>
- Khaneghah, A. M., Fakhri, Y., Abdi, L., Coppa, C. F. S. C., Franco, L. T., & de Oliveira, C. A. F. (2019). The concentration and prevalence of ochratoxin A in coffee and coffee-based products: A global systematic review, meta-analysis and meta-regression. *Fungal Biology*, 123(8), 611-617. doi:<https://doi.org/10.1016/j.funbio.2019.05.012>
- Khodaei, D., Javanmardi, F., & Khaneghah, A. M. (2021). The global overview of the occurrence of mycotoxins in cereals: a three-year survey. *Current Opinion in Food Science*, 39, 36-42. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cofs.2020.12.012>
- Kim, Y., Caumon, M.-C., Barres, O., Sall, A., & Cauzid, J. (2021). Identification and composition of carbonate minerals of the calcite structure by Raman and infrared spectroscopies using portable devices. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 261, 119980. doi:<https://doi.org/10.1016/j.saa.2021.119980>
- Kuruc, J., Schwarz, P., & Wolf-Hall, C. (2015). Ochratoxin A in Stored U.S. Barley and Wheat. *Journal of food protection*, 78, 597-601. doi:10.4315/0362-028X.JFP-14-418
- Kusuma, M., & Chandrappa, G. T. (2019). Effect of calcination temperature on characteristic properties of CaMoO<sub>4</sub> nanoparticles. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 4(1), 150-157. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2019.02.003>
- Leitão, A. L. (2019). Occurrence of Ochratoxin A in Coffee: Threads and Solutions—A Mini-Review. *Beverages*, 5(2). Retrieved from doi:10.3390/beverages5020036
- Li, D., & Kaner, R. B. (2006). Shape and Aggregation Control of Nanoparticles: Not Shaken, Not Stirred. *Journal of the American Chemical Society*, 128(3), 968-975. doi:10.1021/ja056609n
- Li, L., Yang, Y., Lv, Y., Yin, P., & Lei, T. (2020). Porous calcite CaCO<sub>3</sub> microspheres: Preparation, characterization and release behavior as doxorubicin carrier. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 186, 110720. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2019.110720>
- Li, X., Ma, W., Ma, Z., Zhang, Q., & Li, H. (2021). The Occurrence and Contamination Level of Ochratoxin A in Plant and Animal-Derived Food Commodities. *Molecules*, 26(22). doi:10.3390/molecules26226928

- Liendo, F., Arduino, M., Deorsola, F. A., & Bensaid, S. (2022). Factors controlling and influencing polymorphism, morphology and size of calcium carbonate synthesized through the carbonation route: A review. *Powder Technology*, 398, 117050. doi:<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.117050>
- Liu, Y., Jing, L., Cui, J., Yuan, D., & Wang, C. (2024). Preparation of Edible Colorant Lake Using Calcium Carbonate and  $\beta$ -Carotene: Structural Characterization and Formation Mechanism Study. *Foods*, 13(7). Retrieved from doi:10.3390/foods13071050
- Lulamba, T. E., Stafford, R. A., & Njobeh, P. B. (2019a). The relative effectiveness of two filter aids in removing ochratoxin A during beer filtration. *Journal of the Institute of Brewing*, 125(4), 422-432. doi:<https://doi.org/10.1002/jib.570>
- Lulamba, T. E., Stafford, R. A., & Njobeh, P. B. (2019b). A sub-Saharan African perspective on mycotoxins in beer – a review. *Journal of the Institute of Brewing*, 125(2), 184-199. doi:<https://doi.org/10.1002/jib.558>
- Maguey-González, J. A., Nava-Ramírez, M. D., Gómez-Rosales, S., Ángeles, M. D., Solís-Cruz, B., Hernández-Patlán, D., Merino-Guzmán, R., Hernández-Velasco, X., Figueroa-Cárdenas, J. D., Vázquez-Durán, A., Hargis, B. M., Téllez-Isaías, G., & Méndez-Albores, A. (2023). Humic Acids Preparation, Characterization, and Their Potential Adsorption Capacity for Aflatoxin B1 in an In Vitro Poultry Digestive Model. *Toxins*, 15(2). Retrieved from doi:10.3390/toxins15020083
- Malir, F., Ostry, V., Pfohl-Leszkowicz, A., Malir, J., & Toman, J. (2016). Ochratoxin A: 50 Years of Research. *Toxins*, 8(7). Retrieved from doi:10.3390/toxins8070191
- Márquez-Benavides, L., Saucedo-Martínez, B. C., & Sánchez-Yáñez, J. M. (2022). Detección de *Aspergillus fumigatus* en *Hordeum vulgare* comercializado en Morelia, Mich, México con potencial para sintetizar ocratoxina A. *Journal of the Selva Andina Research Society*, 13, 16-22.
- Martínez-Escutia, R., Méndez-Albores, A., & Vázquez-Durán, A. (2022). Outstanding Enrofloxacin Removal Using an Unmodified Low-Cost Sorbent Prepared from the Leaves of *Pyracantha koidzumii*. *Antibiotics*, 11(11). Retrieved from doi:10.3390/antibiotics11111563
- Mashkoor, F., Nasar, A., & Jeong, C. (2024). Magnetized chitosan nanocomposite as an effective adsorbent for the removal of methylene blue and malachite green dyes. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 14(1), 313-325. doi:10.1007/s13399-021-02282-3
- Moghazy, M. A. E.-F., & Taha, G. M. (2022). Effect of precursor chemistry on purity and characterization of CaCO<sub>3</sub> nanoparticles and its application for adsorption of methyl orange from aqueous solutions. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 1-10. doi:10.1080/01932691.2022.2056478
- Moradi, E., Ebrahimzadeh, H., Mehrani, Z., & Asgharinezhad, A. A. (2019). The efficient removal of methylene blue from water samples using three-dimensional poly (vinyl alcohol)/starch nanofiber membrane as a green nanosorbent. *Environmental Science and Pollution Research*, 26. doi:10.1007/s11356-019-06400-7

- Morales-Toyo, M. (2018). Reacciones químicas en la cerveza. *Revista de Química*, 32(1), 4-11.
- Munawaroh, F., Muharrami, L., Triwikantoro, T., & Arifin, Z. (2022). The Simple Method of Synthesizing Calcite and Aragonite from Indonesian Limestone. *Iranian Journal of Chemistry & Chemical Engineering-International English Edition*, 41, 71-78. doi:10.30492/IJCCE.2022.103588.3475
- Najahi-Missaoui, W., Arnold, R. D., & Cummings, B. S. (2021). Safe Nanoparticles: Are We There Yet? *International Journal of Molecular Sciences*, 22(1), 385.
- Nava-Ramírez, M. D., Vázquez-Durán, A., Figueroa-Cárdenas, J. D., Hernández-Patlán, D., Solís-Cruz, B., Téllez-Isaías, G., López-Coello, C., & Méndez-Albores, A. (2023). Removal of Aflatoxin B1 Using Alfalfa Leaves as an Adsorbent Material: A Comparison between Two In Vitro Experimental Models. *Toxins*, 15(10). Retrieved from doi:10.3390/toxins15100604
- Nguyen, K. T. N., & Ryu, D. (2014). Development of a Stir Bar Sorptive Extraction Method for Analysis of Ochratoxin A in Beer. *Journal of AOAC International*, 97(4), 1092-1096. doi:10.5740/jaoacint.13-232
- Nourbakhsh, F., & Tajbakhsh, E. (2021). Neurotoxicity mechanism of Ochratoxin A. *Quality Assurance and Safety of Crops & Foods*, 13(2), 34-45.
- Park, W. K., Ko, S.-J., Lee, S. W., Cho, K.-H., Ahn, J.-W., & Han, C. (2008). Effects of magnesium chloride and organic additives on the synthesis of aragonite precipitated calcium carbonate. *Journal of Crystal Growth*, 310(10), 2593-2601. doi:https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2008.01.023
- Pascari, X., Marin, S., Ramos, A. J., & Sanchis, V. (2022). Relevant Fusarium Mycotoxins in Malt and Beer. *Foods*, 11(2), 246.
- Pascari, X., Ramos, A. J., Marín, S., & Sanchis, V. (2018). Mycotoxins and beer. Impact of beer production process on mycotoxin contamination. A review. *Food Research International*, 103, 121-129. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.07.038
- Prelle, A., Spadaro, D., Denca, A., Garibaldi, A., & Gullino, M. L. (2013). Comparison of clean-up methods for ochratoxin A on wine, beer, roasted coffee and chili commercialized in Italy. *Toxins (Basel)*, 5(10), 1827-1844. doi:10.3390/toxins5101827
- Ranjane, P., Deshpande, M., & Kulkarni, P. S. (2023). Various polymorphs of calcium carbonate and poly(ethylene) glycol as thermal energy storage materials. *Journal of Applied Polymer Science*, 140(41), e54533. doi:https://doi.org/10.1002/app.54533
- Ravelo Abreu, A., Rubio Armendáriz, C., Gutiérrez Fernández, A. J., & Hardisson de la Torre, A. (2011). La ocratoxina A en alimentos de consumo humano: revisión. *Nutrición Hospitalaria*, 26, 1215-1226.
- Render, D., Rangari, V. K., Jeelani, S., Fadlalla, K., & Samuel, T. (2014). Bio-based calcium carbonate (CaCO<sub>3</sub>) nanoparticles for drug delivery applications. *International Journal of Biomedical Nanoscience and Nanotechnology*, 3(3), 221-235. doi:10.1504/ijbnn.2014.065464

- Rezaei, M., Khaledabad, M., Moghaddas kia, E., & Ghasempour, Z. (2020). Optimization of grape juice deacidification using mixture of adsorbents: A case study of Pekmez. *Food Science & Nutrition*, 8. doi:10.1002/fsn3.1586
- Ringot, D., Lerzy, B., Bonhoure, J. P., Auclair, E., Oriol, E., & Larondelle, Y. (2005). Effect of temperature on in vitro ochratoxin A biosorption onto yeast cell wall derivatives. *Process Biochemistry*, 40(9), 3008-3016. doi:https://doi.org/10.1016/j.procbio.2005.02.006
- Sadegh, H., Ali, G. A. M., Gupta, V. K., Makhlof, A. S. H., Shahryari-ghoshekandi, R., Nadagouda, M. N., Sillanpää, M., & Megiel, E. (2017). The role of nanomaterials as effective adsorbents and their applications in wastewater treatment. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 7(1), 1-14. doi:10.1007/s40097-017-0219-4
- Sánchez, C. L., Franco, L., Bravo, R., Rubio, C., Rodríguez, A. B., Barriga, C., & Cubero, J. (2010). Cerveza y salud, beneficios en el sueño. *Revista Española de Nutrición Comunitaria*, 16(3), 160-163. doi:https://doi.org/10.1016/S1135-3074(10)70034-X
- Schabo, D. C., Alvarenga, V. O., Schaffner, D. W., & Magnani, M. (2021). A worldwide systematic review, meta-analysis, and health risk assessment study of mycotoxins in beers. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 20(6), 5742-5764. doi:https://doi.org/10.1111/1541-4337.12856
- Secretaría-de-Salud. (2002). NORMA Oficial Mexicana NOM-188-SSA1-2002, Productos y Servicios. Control de aflatoxinas en cereales para consumo humano y animal. [https://www.dof.gob.mx/nota\\_detalle.php?codigo=719385&fecha=15/10/2002#gsc.tab=0](https://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=719385&fecha=15/10/2002#gsc.tab=0). Recuperado el 01 de abril de 2024.
- Serrano-Coll, H. A., & Cardona-Castro, N. (2015). Micotoxicosis y micotoxinas: generalidades y aspectos básicos. *CES Medicina*, 29(1), 143-151.
- Shen, Y., Hao, S., Suonan, A., Liu, Y., Li, H., Ma, W., Zhao, L., & Zhang, Y. (2023). Controllable Synthesis of Nano-Micro Calcium Carbonate Mediated by Additive Engineering. *Crystals*, 13(10). Retrieved from doi:10.3390/cryst13101432
- Sheng, X., Chen, S., Zhao, Z., Li, L., Zou, Y., Shi, H., Shao, P., Yang, L., Wu, J., Tan, Y., Lai, X., Luo, X., & Cui, F. (2023). Rationally designed calcium carbonate multifunctional trap for contaminants adsorption. *Science of The Total Environment*, 903, 166142. doi:https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.166142
- Silva, L. J. G., Teixeira, A. C., Pereira, A. M. P. T., Pena, A., & Lino, C. M. (2020). Ochratoxin A in Beers Marketed in Portugal: Occurrence and Human Risk Assessment. *Toxins*, 12(4). Retrieved from doi:10.3390/toxins12040249
- Singh, H., & Choden, S. (2015). Comparison of adsorption behaviour and kinetic modeling of bio-waste materials using basic dye as adsorbate. *Indian Journal of Chemical Technology*, 21, 359-367. doi:10.1061/9780784412725.ch08
- Singh, V., Paidi, A. K., Shim, C.-H., Kim, S.-H., Won, S.-O., Singh, J. P., Lee, S., & Chae, K.-H. (2021). Calcite Nanocrystals Investigated Using X-ray Absorption Spectroscopy. *Crystals*, 11(5). Retrieved from doi:10.3390/cryst11050490

- Staudigel, P. T., & Swart, P. K. (2016). Isotopic behavior during the aragonite-calcite transition: Implications for sample preparation and proxy interpretation. *Chemical Geology*, *442*, 130-138. doi:https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2016.09.013
- Takabait, F., Mahtout, L., Pérez Villarejo, L., Carrasco Hurtado, B., & Sánchez Soto, P. J. (2016). Obtención de nanopartículas de carbonato de calcio a partir de precursores inorgánicos y sacarosa como aditivo con potencial utilización como biomaterial. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, *55*(5), 179-184. doi:https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2016.01.006
- Tian, M.-m., Chen, D.-X., Sun, Y.-L., Yang, Y.-W., & Jia, Q. (2013). Pillararene-functionalized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles as magnetic solid-phase extraction adsorbent for pesticide residue analysis in beverage samples. *RSC Advances*, *3*(44), 22111-22119. doi:10.1039/C3RA43752C
- Tilley, R. J. D. (2020). *Crystals and Crystal Structures* (2<sup>nd</sup> ed.). Great British: John Wiley & Sons Inc.
- Toffolo, M. B. (2021). The significance of aragonite in the interpretation of the microscopic archaeological record. *Geoarchaeology*, *36*(1), 149-169. doi:https://doi.org/10.1002/gea.21816
- Tone, T., & Koga, N. (2021). Thermally Induced Aragonite–Calcite Transformation in Freshwater Pearl: A Mutual Relation with the Thermal Dehydration of Included Water. *ACS Omega*, *6*(21), 13904-13914. doi:10.1021/acsomega.1c01683
- Uçar, A., & Ozdag, H. (2002). Mechanism of collector adsorption in fluorite flotation. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, *111*, 100-105. doi:10.1179/mpm.2002.111.2.100
- Wajih Ul Hassan, S., Sadeq, Y., Hussain, S., Rafique Asi, M., Ashraf, M. Y., Anwar, S., & Malik, A. (2020). Unusual pattern of aflatoxins and ochratoxin in commercially grown maize varieties of Pakistan. *Toxicon*, *182*, 66-71. doi:10.1016/j.toxicon.2020.05.008
- Wan, H., Zhang, B., Bai, X.-L., Zhao, Y., Xiao, M.-W., & Liao, X. (2017). Extraction of ochratoxin A in red wine with dopamine-coated magnetic multi-walled carbon nanotubes. *Journal of separation science*, *40* 20, 4022-4031.
- Wang, H., Alfredsson, V., Tropsch, J., Ettl, R., & Nylander, T. (2013). Formation of CaCO<sub>3</sub> Deposits on Hard Surfaces—Effect of Bulk Solution Conditions and Surface Properties. *ACS Applied Materials & Interfaces*, *5*(10), 4035-4045. doi:10.1021/am401348v
- Wang, P., Shen, T., Li, X., Tang, Y., & Li, Y. (2020). Magnetic Mesoporous Calcium Carbonate-Based Nanocomposites for the Removal of Toxic Pb(II) and Cd(II) Ions from Water. *ACS Applied Nano Materials*, *3*(2), 1272-1281. doi:10.1021/acsnm.9b02036
- Wang, S., Niu, R., Yang, Y., Zhou, X., Luo, S., Zhang, C., & Wang, Y. (2020). Aptamer-functionalized chitosan magnetic nanoparticles as a novel adsorbent for selective extraction of ochratoxin A. *International Journal of Biological Macromolecules*, *153*, 583-590. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.035

Zapaśnik, A., Bryła, M., Waśkiewicz, A., Ksieniewicz-Woźniak, E., & Podolska, G. (2022). Ochratoxin A and 2'-R-Ochratoxin A in Selected Foodstuffs and Dietary Risk Assessment. *Molecules*, 27(1), 188.

## 11. ANEXOS

Universidad Nacional Autónoma de México  
Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán  
Colegio de Técnicos Académicos



Otorgan la presente

# CONSTANCIA

A: Lisseth Lozano Contreras, Alma Vázquez Durán,  
Abraham Méndez Albores, Gabriel Aguirre Álvarez  
y Víctor Hugo Hernández Gómez

Por su participación como ponente de la conferencia

**Análisis del polimorfismo de nanoestructuras de CaCo3  
mediante espectroscopía FT-MIR: efecto de la  
temperatura**

Realizada a distancia el 20 de octubre de 2023  
en el **6º Congreso Nacional de Tecnología.**

**"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"**  
Cuautitlán Izcalli, Estado de México, octubre de 2023.

  
Dr. David Quintanar Guerrero  
Director de la Facultad

  
Dr. Gustavo Mercado Mancera  
Presidente del Colegio  
de Técnicos Académicos

**6º CONGRESO NACIONAL  
DE TECNOLOGÍA**  
CONATEC 2023  
*"Divulgación de la tecnología como soporte de la academia"*



Folio: 202300619



# 1<sup>er</sup> CONGRESO ESTATAL DE MATERIALES DE MORELOS

## EL SMMATER CAPITULO ESTUDIANTIL MORELOS ENTREGA LA PRESENTE CONSTANCIA A:

Lozano-Contreras, Lisseth; Figueroa-Cárdenas, Juan de Dios;  
Méndez-Albores, Abraham; Aguirre-Álvarez, Gabriel; Vázquez-Durán, Alma

### POR LA PRESENTACIÓN DEL POSTER TITULADO:

EFFECTO DE LA ADICIÓN DE POLISACÁRIDOS NATURALES EN LA FORMACIÓN DE  
NANOESTRUCTURAS DE CARBONATO DE CALCIO

LLEVADO A CABO EL DÍA 22 DE MARZO DEL AÑO 2024  
CUERNAVACA MORELOS

MITRO, JOSUE ABRAHAM LARA ZAVALA  
Presidente CE-SMMater-Morelos

DR. NAVEEN KUMAR REDDY BOGIREDDY  
Supervisor CE-SMMater-Morelos

DR. VICTOR BARBA LÓPEZ  
Supervisor CE-SMMater-Morelos

DR. JUAN MANUEL MORA HERNÁNDEZ  
Coordinador de Capítulos Estudiantiles



Otorgan la presente

# Constancia

A: Lisseth Lozano Contreras, Abraham Méndez-Albores, Gabriel Aguirre-Álvarez, Alma Vázquez-Durán

Por su participación con la presentación del cartel

**EFFECTO DE LA TEMPERATURA Y LA ADICIÓN DE GOMA XANTANA EN LA SÍNTESIS DE ESTRUCTURAS DE CARBONATO DE CALCIO.**

En el **2º Congreso Nacional e Internacional de Ciencias Multidisciplinarias** realizado del 23 al 26 de abril de 2024, en el Marco de los festejos del 50 Aniversario de la FES Cuautitlán.

**"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"**

Cuautitlán Izcalli, Estado de México, abril de 2024.



Folio: 202400183

Dr. David Quintanar Guerrero  
Director

50 **Sí Cuenta La**  
**INVESTIGACIÓN**