



**HIDRÓLISIS ÁCIDA Y CONCENTRACIÓN POR EVAPORACIÓN
DE JUGO DE CAÑA PANELERA (VARIEDAD CC 8592) PARA LA
ELABORACIÓN DE MIEL INVERTIDA**

**JENNIFFER ANDREA SUÁREZ GUEVARA
LEYDI JOHANA VIDAL HURTADO**

**UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS
PROGRAMA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS
SANTIAGO DE CALI-VALLE DE CAUCA
ENERO 2013**

**HIDRÓLISIS ÁCIDA Y CONCENTRACIÓN POR EVAPORACIÓN
DE JUGO DE CAÑA PANELERA (VARIEDAD CC 8592) PARA LA
ELABORACIÓN DE MIEL INVERTIDA**

JENNIFFER ANDREA SUÁREZ GUEVARA

LEYDI JOHANA VIDAL HURTADO

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de
Ingenieras de Alimentos**

DIRECTORA

CLAUDIA ISABEL OCHOA MARTÍNEZ, Ph.D.

CODIRECTOR

ING. JOHN ALEJANDRO BUSTAMANTE GRIJALBA

UNIVERSIDAD DEL VALLE

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESCUELA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS

PROGRAMA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS

SANTIAGO DE CALI-VALLE DE CAUCA

ENERO 2013

DEDICATORIA

Doy gracias a Dios por permitirme tener la bendición de formarme profesionalmente y estar siempre presente en cada uno de mis pasos y a mis padres por su apoyo incondicional, su amor y confianza, son ellos mi motivación para continuar con mi proceso académico.

Jenniffer Andrea

A Dios por brindarme la vida y permitir que cada día sea una nueva experiencia en la que adquiero nuevos conocimientos para mi vida profesional y a mi madre por su apoyo incondicional, su compañía y motivación, en cada momento de mi formación personal y académica.

Leydi Johana

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al profesor Carlos Julián Giraldo por su colaboración, orientación y apoyo durante la realización de éste trabajo.

A la empresa Panela Corozal del Triángulo S.A.S y en especial al Ingeniero John Alejandro Bustamante Grijalba, por suministrarnos la materia prima usada para la elaboración del proyecto.

A la profesora Cecilia Madriñan por brindarnos sus conocimientos y orientarnos académicamente para alcanzar nuestros objetivos.

A la profesora Patricia Millán por su colaboración durante la ejecución y proceso de la parte experimental.

A la profesora Claudia Isabel Ochoa, por estar presente durante el proceso de elaboración y desarrollo de nuestro proyecto de grado y por compartir sus conocimientos y experiencias.

Al profesor Alejandro Fernández, por su conocimiento compartido y por el apoyo brindado durante el avance de nuestro trabajo de grado.

En especial agradecemos a la profesora Aída de Stouvenel por cada una de sus enseñanzas, por sus aportes de conocimiento en todas las etapas de este proceso y por brindarnos un apoyo y voz de aliento en los momentos difíciles tanto personales como académicos.

Tabla de contenido

RESUMEN.....	8
1. INTRODUCCIÓN	9
2. ANTECEDENTES.....	11
3. MARCO TEÓRICO	14
3.1. Caña panelera	14
3.1.1 Origen.....	14
3.1.2 Características	14
3.1.3 Química de los azúcares.....	15
3.2. Miel de caña panelera.....	17
3.2.1 Características	17
3.2.2 Procesamiento de caña panelera para la obtención de miel	18
3.3 Cristalización.....	19
3.4 Hidrólisis de la sacarosa	21
4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	23
5. OBJETIVOS	24
6. METODOLOGÍA	25
6.1. Materiales.....	25
6.2. Equipos.....	25
6.3. Hidrólisis ácida y concentración por evaporación	25
6.4 Métodos de medición de propiedades fisicoquímicas	27
6.4.1 Azúcares totales.....	27
6.4.2 Azúcares reductores	28
6.4.3 Acidez titulable	29
6.4.4 pH.....	29
6.4.5 Color.....	29
6.5 Cristalización.....	30
6.6. Viscosidad	30
6.7 Densidad.....	30
6.8 Análisis sensorial	31
7. DISEÑO EXPERIMENTAL.....	33
8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO	33
9. RESULTADOS Y ANÁLISIS	34
9.1 Densidad.....	34
9.2 Azúcares totales	35
9.3 Variación de azúcares reductores en la miel	35
9.4 Acidez titulable	37
9.5 pH.....	39
9.6 Viscosidad	40
9.7 Cristalización.....	42
9.8 Color.....	44
9.9 Análisis sensorial	47
10. CONCLUSIONES	50
11. RECOMENDACIONES	52
12. BIBLIOGRAFÍA.....	53
13. ANEXOS.....	56

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Antecedentes

Tabla 2. Concentraciones de soluciones de glucosa y su absorbancia

Tabla 3. Asignación de nombres para las muestras de miel

Tabla 4. Parámetros organolépticos

Tabla 5. Diseño experimental

Tabla 6. Caracterización del jugo de caña utilizado

Tabla 7. Densidad (g/ml)

Tabla 8. Porcentaje de azúcares totales en jugo y miel (%)

Tabla 9. Efecto de las variables de proceso sobre la cristalización y porcentajes de sacarosa

Tabla 10. Contenido de azúcares reductores presentes (% bs)

Tabla 11. Contenido de azúcares reductores (g/ml)

Tabla 12. Valores de acidez (meq/g)

Tabla 13. Valores de pH

Tabla 14. Viscosidad de miel (cP)

Tabla 15. Cambio de color (ΔE)

Tabla 16. ANOVA para la variable de respuesta azúcares reductores

Tabla 17. Post-anova usando el método de Tukey para azúcares reductores

Tabla 18. ANOVA para la variable de respuesta acidez

Tabla 19. Post-anova usando el método de Tukey para acidez

Tabla 20. ANOVA para la variable de respuesta pH

Tabla 21. Post-anova usando el método de Tukey para pH

Tabla 22. ANOVA para la variable de respuesta viscosidad

Tabla 23. Post-anova usando el método de Tukey para viscosidad

Tabla 24. ANOVA para la variable de color (ΔE)

Tabla 25. Post-anova usando el método de Tukey para color

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Configuración lineal y espacial de la molécula de glucosa

Figura 2. Configuración lineal y espacial de la molécula de fructosa

Figura 3. Configuración espacial de la molécula de sacarosa

Figura 4. Proceso de elaboración de miel invertida de caña panelera

Figura 5. Efecto de la temperatura de almacenamiento en el porcentaje de azúcares reductores presentes (bs) (a) $8\pm 2^{\circ}\text{C}$, (b) $26\pm 2^{\circ}\text{C}$

Figura 6. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre la acidez (a) $8\pm 2^{\circ}\text{C}$, (b) $26\pm 2^{\circ}\text{C}$

Figura 7. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre el pH (a) $8\pm 2^{\circ}\text{C}$, (b) $26\pm 2^{\circ}\text{C}$

Figura 8. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre la viscosidad (a) $8\pm 2^{\circ}\text{C}$, (b) $26\pm 2^{\circ}\text{C}$

Figura 9. Efecto de la temperatura de almacenamiento sobre el tamaño de los cristales (a) A1-C1-T1, (b) A1-C1-T2

Figura 10. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre el cambio total de color (ΔE) (a) $8\pm 2^{\circ}\text{C}$, (b) $26\pm 2^{\circ}\text{C}$

Figura 11. Análisis sensorial de cada muestra para cada variable de respuesta

RESUMEN

La caña panelera es una materia prima de gran importancia a nivel agroindustrial en Colombia, ya que cuenta con una alta área de cosecha destinada principalmente a la fabricación de panela. La producción de miel invertida a partir del jugo de caña, se presenta como una alternativa de aprovechamiento. Dicha miel se puede obtener tras realizar la concentración del jugo de caña en un evaporador. Debido al alto contenido de sacarosa del jugo, es necesario realizar un pretratamiento de hidrólisis ácida con el fin de evitar la sobresaturación y su cristalización, factor que afecta de forma negativa las características organolépticas del producto. El jugo de caña se sometió a un proceso de hidrólisis y evaporación en marmita durante 50 minutos a 113.21°C , considerando como factores la concentración inicial de sacarosa en el jugo 0.29 ± 0.04 y 0.38 ± 0.04 , la concentración de ácido fosfórico para la hidrólisis (0.08 y 0.16%) y la temperatura de almacenamiento (8 ± 2 y $26\pm 2^{\circ}\text{C}$). Se evaluó el efecto de los 3 factores sobre la acidez, el pH, el color, la viscosidad, el contenido de azúcares reductores y la cristalización, además se realizó un análisis sensorial a cuatro muestras significativas en cuanto a la concentración de ácido fosfórico y la concentración inicial de sacarosa. Se encontró que la concentración de ácido fosfórico y la presencia de sedimentos, influyeron significativamente en la formación de cristales y que a bajas temperaturas de almacenamiento ($8\pm 2^{\circ}\text{C}$) existe menor porcentaje de cristalización y cristales de menor tamaño. Por otro parte, estadísticamente se encontró que la concentración de ácido influye en la formación de azúcares reductores, la acidez y el pH; el factor concentración inicial de sacarosa influye en la formación de azúcares reductores, el pH, el color y la viscosidad; la interacción entre la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido influye en la formación de azúcares reductores, la acidez, el pH y la viscosidad. En cuanto a la formación de cristales, ésta está influenciada por la presencia de sedimentos o partículas en suspensión. Por último el análisis sensorial indicó que los catadores sí encontraron diferencias en las mieles con diferentes concentraciones de ácido fosfórico y de sacarosa inicial en el jugo.

1. INTRODUCCIÓN

Colombia se ha caracterizado por cultivar caña panelera durante todo el año; por esto es importante plantear alternativas de utilización y aprovechamiento de esta materia prima en la fabricación de productos alimentarios.

Debido a la tecnificación y al grado de desarrollo de la industria alimentaria, el sector panelero tiende a disminuir su participación en el mercado, ya que el consumo de panela se afecta por la entrada de nuevos productos que ofrecen características más atractivas para su consumo, por lo que se busca tener mayor proyección y evitar que los trapiches desaparezcan, ya que éstos constituyen una base fundamental para la economía colombiana. Se necesitan productos que permitan que este sector se mantenga como uno de los más importantes y prósperos; uno de estos productos cuyas características organolépticas y sensoriales son atractivas y de utilidad para el sector alimentario es la miel de caña panelera. Esta miel se produce a partir de la concentración del jugo de caña que es una etapa intermedia en la fabricación de la panela (Durán, 2010).

La caña que se utiliza en Colombia para la elaboración de panela presenta una productividad altamente variable y está influenciada directamente por aspectos culturales, agroecológicos, topográficos, económicos y de mecanización agrícola, variando desde 40 TCH (Toneladas de caña por hectárea) hasta valores superiores a 120 TCH. Sin embargo para establecer cálculos de molienda, los períodos vegetativos, es decir, los tiempos transcurridos desde la siembra de la caña hasta que ésta alcanza su madurez, inciden significativamente y van desde 11 meses en algunas zonas hasta más de 20 en otras (Durán, 2010).

La concentración del jugo de la caña, para la obtención de la miel, se realiza mediante evaporación. Entre los equipos utilizados para este proceso, la marmita es una de las formas más simples de evaporador, en la cual el suministro de calor proviene de la condensación de vapor de agua en una chaqueta o en serpentines sumergidos en el líquido (Geankoplis, 1998).

Se han realizado estudios en diferentes tipos de miel, entre las que se encuentran, miel de abeja (Lupano, 1997), miel de maple (Swain y Jampen, 2005) y miel de caña de

azúcar (Kaur y Kaler, 2008); en estos estudios se ha evaluado el efecto de variables de proceso como la temperatura de almacenamiento, la concentración de diferentes tipos de ácido, la temperatura y el tiempo de hidrólisis, sobre variables de respuesta como la velocidad de cristalización y el contenido de azúcares reductores, además de la influencia sobre otras variables como la viscosidad, el pH y la acidez. Estos estudios han permitido evaluar tratamientos y procesos, para incrementar la estabilidad de las mieles con características de aceptabilidad e inocuidad importantes para su posterior consumo.

La miel de caña panelera tiene tendencia a cristalizarse, esta cristalización es un proceso en el que se realiza un cambio de fase, pasando el sistema de un estado de desequilibrio al estado de equilibrio, este proceso está directamente ligado a la sobresaturación que es la fuerza impulsora de los cristales (Grases et al., 2000). Para evitar la cristalización, la miel se elabora de tal manera que su contenido de sacarosa no sea superior a 60% (w/w) realizando una hidrólisis ácida. Durante la evaporación se pasa de 18 a 20°Brix en los jugos clarificados a mieles de 65 a 75°Brix, evaporando cerca de 90% del total de agua originalmente presente y transformándose en un líquido dulce y viscoso (Prada, 2002).

Con la inversión de la sacarosa se pretende obtener miel parcialmente hidrolizada a partir del jugo de caña panelera, estableciendo los parámetros de proceso que permitan aumentar la estabilidad de la miel de caña en almacenamiento, mediante la prevención de la cristalización.

.

2. ANTECEDENTES

En la Tabla 1, se registran estudios que se han realizado sobre diferentes tipos de miel, las principales variables de proceso y su influencia sobre determinadas variables de respuesta.

Tabla 1. Antecedentes

Autor	Tipo de miel	Variables de proceso	Variables de respuesta	Conclusión
Swain y Jampen (2005)	Miel de maple	Concentración de azúcar invertido (1, 6, 10 y 20%)	Cristalización	A mayor cantidad de azúcar invertido mayor tiempo sin cristalización.
Swain y Jampen (2005)	Miel de maple	Concentración de ácido tartárico (0.02, 0.08 y 0,10%)	Cristalización	El producto presentó sabor amargo, aspecto brumoso y cristalización después de dos días a temperatura ambiente.
Kaur y Kaler (2008)	Miel de caña de azúcar	-Concentración de dextrano (1, 2, 3 y 4 %). -Sobresaturación, tamaño de semilla (600 y 850 micras)	Cristalización	La tasa de cristalización disminuye con la adición de dextrano y aumenta con el incremento de la sobresaturación.
Gómez Ayala et al., (s.f)	Planta de agave, para la obtención de inulina, y jarabes ricos en azúcar (fructosa y glucosa)	-Concentración de ácido fosfórico (0, 0.5 y 1%) -Temperatura de hidrólisis (80, 100 y 120°C) -Tiempo de hidrólisis (30, 90 y 120 min)	Contenido de fructosa y glucosa	Las mejores condiciones de hidrólisis (mayor contenido de fructosa y glucosa) se alcanzaron con 1 % de ácido, 80°C y 120 min de hidrólisis.
Lupano (1997)	Miel de abeja	Temperatura de almacenamiento (20, 10, 4 y -20 °C)	Cristalización, expresada como entalpía de fusión (ΔH)	A menor temperatura de almacenamiento menor ΔH . A temperaturas de fusión bajas (25 y 45°C) se obtiene miel de grano fino.
Venir et al., (2010)	Miel de abeja	-Temperatura de almacenamiento (5, 10, 15, 20 Y 25°C) -Tiempo de almacenamiento (19, 33 y 222 días)	Entalpía de fusión (ΔH) Velocidad de cristalización	Se encontró una entalpía total de fusión de 108.39 J/g La máxima velocidad de cristalización se alcanzó a 15°C y 222 días de almacenamiento (32 g cristal/100g de miel).

Tosi et al., (2004)	Miel de abeja	-Temperatura de calentamiento (80 y 140°C) -Tiempo de calentamiento (30 y 60 s) para la etapa transitoria y (10 y 30 s) para la etapa isotérmica	Contenido de microorganismos (hongos y levaduras), HMF Cristalización	Se encontró que a 80°C de calefacción, durante 60 y 30 s en la etapa transitoria e isotérmica, respectivamente, se destruyeron todos los microorganismos responsables del daño y la mala calidad de la miel, además se inhibió la cristalización antes de 9 semanas de almacenamiento.
----------------------------	---------------	--	--	--

Los estudios registrados en la Tabla 1, describen el comportamiento de diferentes variables de respuesta ante un determinado tratamiento, se evidencia que en aquellos procesos en los que se lleva a cabo adición de ácido, con el fin de inducir el proceso de hidrólisis, se logra disminuir la cristalización o retardar su aparición dependiendo de la concentración y del tipo de ácido utilizado; a mayor cantidad de ácido, menor es la cristalización y más tardía su aparición, en el caso en que se utilizó ácido tartárico (0.02, 0.08 y 0.10%), no se logró disminuir o retardar la aparición de cristales, quizá porque las concentraciones con las que se trabajó fueron muy bajas.

En cuanto a la temperatura de almacenamiento, se tiene que ésta influye en la cantidad de cristales formados y en el tamaño de los mismos, a menor temperatura de almacenamiento, se reduce la formación y el tamaño de éstos es pequeño, mientras que a temperaturas altas sucede lo contrario. Lupano (1997) expresa la cristalización como entalpía de fusión (ΔH), en este caso se presenta un comportamiento similar en cuanto a la temperatura de almacenamiento, cuando ésta disminuye el ΔH también.

La sobresaturación es un factor que incrementa la probabilidad de formación de cristales (García, 2001), se evidencia que en los tratamientos en los que es inducida con el fin de observar su comportamiento, se incrementa la formación y aparición de núcleos. Entre mayor es la sobresaturación la formación de cristales es más evidente.

Una variable de proceso involucrada en el avance de la reacción de hidrólisis es la temperatura a la que ésta se lleva a cabo, mientras más alta sea, mayor es la velocidad

de reacción. Gómez et al., (s.f) reporta, que se alcanzan mejores condiciones de hidrólisis a 80°C, siendo éste el nivel más bajo que se trabaja, por lo que se puede deducir que es una temperatura en la que se puede lograr un proceso de hidrólisis adecuado.

3. MARCO TEÓRICO

3.1. Caña panelera

3.1.1 Origen

Algunos autores afirman que el origen de la caña panelera en Colombia es de Nueva Guinea, otros que es de Indochina y hay quienes la atribuyen a la India. Sin embargo todos los autores coinciden que fue introducida a América por Cristóbal Colón en 1493 y en Colombia fue sembrada por primera vez en 1510 en Santa María la Antigua del Darién, desde donde se introdujo al Valle del Cauca y se realizó la correspondiente distribución en el resto del país (Durán, 2010).

3.1.2 Características

La caña panelera se puede sembrar y cosechar durante todo el año; las amplias variaciones del tamaño, color y aspecto son resultado de las diversas condiciones del terreno, del clima y de los métodos de cultivo y selección local. Se debe resaltar que la caña usada para la producción de miel no presenta diferencias marcadas con respecto a la usada para el azúcar, sin embargo existen variedades que resultan más convenientes a nivel de rendimiento para elaborar miel y con mejores características organolépticas (variedad de caña CC 8592); además las diferencias nutricionales entre estos dos productos (miel, azúcar) son inherentes a las tecnologías de proceso o formas de fabricación y no a la materia prima (Finagro, 2011).

En condiciones ideales de madurez, la caña panelera contiene en promedio 73-76% de agua, 8-15% de sacarosa, y 11-16% de bagazo o fibra. Otros constituyentes de la caña en el jugo son: glucosa (0.2-0.6%), fructosa (0.2-0.6%), sales (0.3-0.8%), ácidos orgánicos (0.1-0.8%), otros (0.3-0.8%). Exceptuando la fibra, todos los demás compuestos se disuelven en agua, razón por la cual se les denomina sólidos solubles expresados como grados Brix. Cuando la caña está para cosechar, el contenido de sólidos solubles varía entre 18-22°Brix y aumenta o disminuye según la edad de la misma, ciclos de lluvia y horas de luz. La concentración de sólidos solubles es directamente proporcional a los rendimientos o cantidades de miel esperada (López, 1948).

La madurez en la caña se obtiene cuando la planta ha formado todos sus azúcares y casi la totalidad de éstos se encuentran en la forma de sacarosa, la cual se sintetiza de la parte basal o inferior de la planta a la terminal o apical y se pone de manifiesto por sus características físicas, morfológicas y químicas, las cuales son medibles y permiten asegurar y confirmar esta condición (Durán, 2010).

3.1.3 Química de los azúcares

El desarrollo de los azúcares presentes en la caña panelera (glucosa, fructosa y sacarosa) dependen en gran medida de la luz solar, razón por la cual su cultivo se realiza en las zonas tropicales que poseen un brillo solar alto y prolongado.

La glucosa, uno de los dos monosacáridos presentes en el jugo de la caña, es metabólicamente el azúcar más importante en las plantas y los animales. Sólo en la proporción de crecimiento activo en la planta el contenido de la glucosa excede al de la sacarosa. Al comienzo de su cultivo el contenido de glucosa del guarapo es alto y disminuye con la madurez (Chen, 1996).

La glucosa o dextrosa (por ser dextrógira), es el producto final de la hidrólisis del almidón y de la celulosa y está íntimamente asociada a los procesos metabólicos. La fórmula condensada de la glucosa es $C_6H_{12}O_6$ y tiene un peso molecular de 180.16 g/gmol; es una hexosa, es decir, que contiene 6 átomos de carbono, y es una aldosa, porque el grupo carbonilo está en el extremo de la molécula. Su rendimiento energético es de 3.75 kilocalorías por cada gramo en condiciones estándar (McMurry, 2008); es menos soluble en agua que la sacarosa, es soluble en metanol e insoluble en éter (Chen, 1996).

Este monosacárido se presenta en solución en tres formas y todas pueden aparecer al mismo tiempo. La forma de cadena libre, tiene libre el grupo aldehído y reduce una solución alcalina de sales cúpricas, dando positiva la prueba para azúcares reductores. La forma de los anillos existe en las configuraciones α y β (Chen, 1996). En la Figura 1 se presentan estas configuraciones.

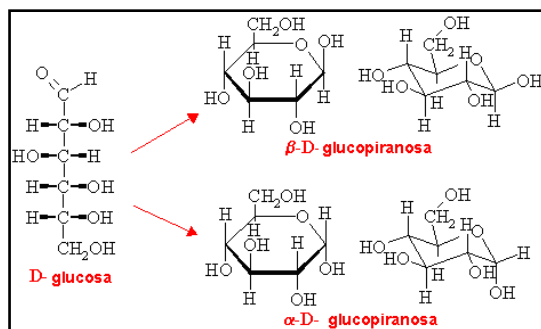


Figura 1. Configuración lineal y espacial de la molécula de glucosa
(Tomado de: Herrera, 2011)

Por otro lado, la fructosa el segundo monosacárido presente en la caña, es el verdadero azúcar de las frutas, siendo denominada también levulosa a consecuencia de su poder rotatorio levógiro; se encuentra libre en numerosos frutos, así como en la miel de caña (en la que forma una mezcla equimolecular con la glucosa), es más dulce que la sacarosa y la glucosa; tiene la misma fórmula y peso molecular de la glucosa y ambos son azúcares reductores, pero la fructosa es una cetohexosa (6 átomos de carbono, con el oxígeno fijado en el carbono 2, en lugar de estar en el carbono 1). Es más soluble en agua que la glucosa y que la sacarosa y ligeramente soluble en etanol, su poder energético es de 4 kilocalorías por cada gramo, la oxidan la mayoría de reactivos que se utilizan para la determinación de azúcares reductores (Klages, 1988). La Figura 2 presenta su configuración lineal y espacial.

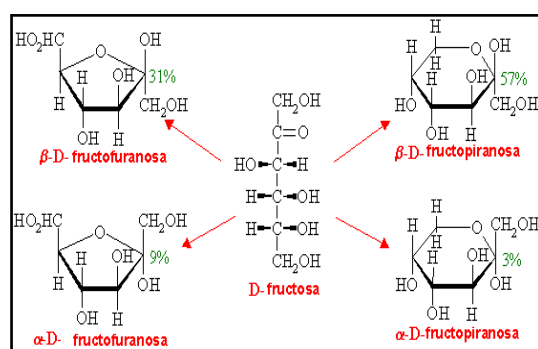


Figura 2. Configuración lineal y espacial de la molécula de fructosa
(Tomado de: Herrera, 2011)

La sacarosa es el azúcar de uso doméstico e industrial y es el más común en el reino vegetal, se encuentra en todas las partes de la planta de la caña de azúcar almacenada en las vacuolas de la célula (Chen, 1996); es un disacárido formado por glucosa y fructosa

(alfa-glucopiranososa y beta-fructofuranosa). Comienza a formarse en la medida en que aumenta la edad de la caña y se van uniendo estos dos azúcares, obteniéndose por lo tanto uno nuevo, cuya fórmula corresponde a la sumatoria de las dos: $C_{12}H_{22}O_{11}$ y su peso molecular es de 340.30 g/gmol (Chen, 1996).

Se ha determinado que su estructura y configuración estereoquímica son la de α -D-glucopiranosil- β -D-fructofuranósido. En la Figura 3 se muestra su configuración espacial.

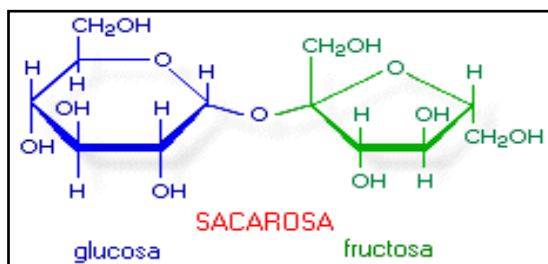


Figura 3. Configuración espacial de la molécula de sacarosa
(Tomado de: Herrera, 2011)

Es un disacárido que no tiene poder reductor sobre el reactivo de Fehling y el reactivo de Tollens, lo que indica que ninguno de sus componentes se encuentra en equilibrio con la forma carbonílica de cadena abierta. Este disacárido tiende a cristalizarse en solución acuosa como compuesto anhídrido, en forma de prismas transparentes del sistema monocíclico (cristales) los cuales tienen una densidad de 1.5879 g/ml a 15°C; su temperatura de fusión en estado puro es 188°C (Stermitz, 1988).

Es muy soluble en agua, como lo son casi todos los azúcares, es sólo ligeramente soluble en metanol e insoluble en éter o cloroformo. Cuando se hidroliza, la sacarosa produce cantidades equimolares de glucosa y fructosa, y la mezcla se conoce como azúcar invertida (Chen, 1996).

3.2. Miel de caña panelera

3.2.1 Características

La miel virgen constituida mayoritariamente por sacarosa, glucosa y fructosa, es un producto natural, de humedad intermedia, denso y viscoso, intermedio en la fabricación de panela, específicamente en la concentración del jugo clarificado de la caña del que no se ha extraído todavía ninguna forma de azúcar. Al realizarle a esta miel tratamientos

químicos o biológicos se evita su cristalización permitiendo obtener las denominadas “mieles invertidas”, hidrolizadas o ricas en fructosa y glucosa (Betancourt, 2004); la magnitud de la inversión dependerá de la naturaleza del agente inversor a utilizar, así como también de la temperatura y el tiempo durante el cual el agente inversor permanezca en contacto con la sacarosa. Los agentes inversores de mayor uso y utilidad son los ácidos (Narváez, 2002).

Si se desea producir miel se recomienda emplear cañas inmaduras o sobremaduras con alto contenido de azúcares reductores. La buena calidad de la miel se obtiene desde el campo y para lograrlo se deben cumplir las siguientes condiciones: buenos suelos y corrección de los mismos, variedades de caña adecuadas para la agroecología de cada región, fertilización apropiada, lluvias y / o riego bien distribuidos durante todo el año, sol permanente, eficientes procesos de transferencia de calor y excelentes condiciones higiénicas (Prada, 2002).

Los expertos en nutrición y dietética recomiendan estas mieles para enriquecer la dieta humana por su alto valor nutricional y energético, por tener mayor poder edulcorante que la sacarosa, por ser producto natural, por poseer azúcares fácilmente asimilables, por su baja propensión a causar caries dental, por ser ricas en hierro, calcio, aminoácidos, calorías, vitamina B6 y otras vitaminas del grupo B y por estar catalogada como la más rica fuente natural de ácido pantoténico, que estimula el crecimiento; de ácido fólico, necesario para conservar el color del cabello, y de initol, que estimula el crecimiento de este último; de esta manera la miel de caña panelera es una materia prima ideal para ser usada en la industria de alimentos (Narváez, 2002).

3.2.2 Procesamiento de caña panelera para la obtención de miel

Extracción de jugos: La caña se somete a compresión en los rodillos o mazas del molino, lo cual propicia la salida del contenido del líquido de los tallos. Se consideran satisfactorias aquellas extracciones entre 58 y 63%. Los productos finales de esta fase son el jugo crudo y el bagazo; el primero, es la materia prima que se destina a la producción de miel de caña panelera, mientras el segundo se emplea como material combustible para la hornilla después de secado (Osorio, 2007).

Limpieza de jugos: En esta etapa se retiran impurezas gruesas de carácter no nutricional por medios físicos (decantación y flotación en el prelimpiador), térmicos (en las primeras pailas) y bioquímicos (con los aglutinantes). El jugo crudo (guarapo) y sin clarificar se limpia en frío utilizando un sistema de decantación natural, por efecto de la gravedad, desarrollado por el centro de investigación para el mejoramiento de la agroindustria panelera (CIMPA) y que se ha denominado prelimpiador. Este dispositivo retiene por precipitación una importante proporción de los sólidos contenidos en el jugo de la caña, como partículas de tierra, lodo y arena; simultáneamente, por flotación, el prelimpiador separa partículas livianas como bagacillo, hojas, insectos, etc. Esta etapa contribuye a reducir el consumo energético y mantener la calidad del jugo sin que se fermente (Osorio, 2007).

Clarificación: Esta fase tiene lugar en la paila recibidora o descachazadora, y consiste en la eliminación de las cachazas que son sólidos en suspensión, tales como bagacillos, hojas, arenas, tierra, sustancias coloidales y sólidos solubles presentes en el jugo de la caña. La limpieza de los jugos ocurre gracias a la acción combinada del calentamiento suministrado por la hornilla y la acción aglutinante de ciertos compuestos naturales como los cadillos, el balso, el guásimo, el juan blanco, el san Joaquín, entre otros. El control de esta operación es indispensable para la calidad del jugo si se desea producir miel, pues la presencia de sedimentos no eliminados en este proceso afectan directamente la calidad del producto final, reflejada en una cristalización (Osorio, 2007).

Evaporación y concentración: Terminada la clarificación, se inicia la evaporación del agua aumentando de esta manera la concentración de azúcares en los jugos. La eficiencia térmica de la hornilla, y su efecto sobre los jugos, se cuentan dentro del conjunto de factores que influyen en la calidad de la miel. Cuando los jugos alcanzan un contenido de sólidos solubles cercano a 70°Brix adquieren el nombre de mieles (Osorio, 2007).

3.3 Cristalización

En la cristalización el sistema incrementa el orden ya que pasa de un sistema relativamente desordenado (la disolución) a un sistema mucho más ordenado (el cristal). La mayoría de cambios de fase encontrados en la práctica ocurren a presión constante,

así que para la descripción de sistemas cuyas fases están en estado de equilibrio se utiliza la energía de Gibbs. Por lo tanto para que pueda tener lugar el cambio de fase en el sistema, esta acción debe estar unida al descenso de la energía total de Gibbs del sistema, es decir $\Delta G < 0$ a presión y temperatura constante. Así, cuanto mayor sea la energía de Gibbs, mayor será también la fuerza impulsora de la cristalización (Grases et al., 2000).

En muchos sistemas el cambio de fase no empieza en el momento que es termodinámicamente posible (cuando el sistema está sobresaturado), sino en condiciones que frecuentemente sobrepasan el equilibrio. La estabilidad del sistema en condiciones alejadas del equilibrio se debe a que el comienzo del cambio de fase viene condicionado por la formación de los gérmenes de la nueva fase en el sistema, es decir, por la llamada nucleación (Grases et al., 2000).

La nucleación es la formación de amontonamiento de átomos, moléculas o iones constituyentes de la nueva fase en pequeñas zonas separadas en el interior de la antigua fase. Estos amontonamientos formados por distintas cantidades de partículas se llaman racimos, algunos de los racimos formados crecen y aumentan su volumen, mientras que otros se desmoronan cuando alcanzan una determinada dimensión crítica, entonces, inevitablemente aumentan su volumen en el sistema sobresaturado, y con el tiempo logran una dimensión macroscópica. El periodo de inducción de la cristalización puede variar entre milisegundos y años, según el tipo de sistema y las condiciones existentes, principalmente sobresaturación y temperatura. Este periodo puede dividirse en: tiempo necesario para el establecimiento de una distribución estacionaria del tamaño de los gérmenes en la disolución sobresaturada; tiempo necesario para el origen del racimo crítico y tiempo necesario para que el racimo crítico crezca hasta un tamaño detectable (Grases et al., 2000).

El proceso de cristalización de la miel está influenciado por una serie de factores entre los que se encuentran:

Sobresaturación: La reacción ocurre en la superficie con una velocidad finita y el proceso global consta de dos etapas en serie, la difusional y la interfacial, ninguna de las dos etapas ocurren si la disolución no está sobresaturada. Ambos procesos contribuyen a

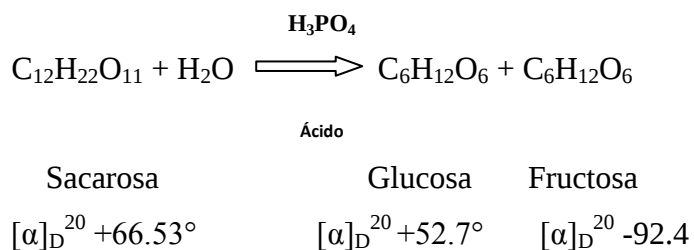
determinar la velocidad de crecimiento del cristal, pero mientras que la resistencia al transporte molecular predomina a sobresaturaciones ‘normales’ y temperaturas elevadas (mayores de 50°C), la resistencia a la incorporación molecular tiene influencia a temperaturas y sobresaturaciones bajas (García, 2001).

Temperatura de almacenamiento: Es conocido que la velocidad de cristalización, la forma y el tamaño de los gránulos, dependen de la composición de la miel y de la temperatura de almacenamiento. Se han observado dos tendencias diferentes, cuando la temperatura disminuye, disminuye la solubilidad del azúcar favoreciendo así la granulación o cristalización, por el contrario a bajas temperaturas se aumenta la viscosidad y se retarda o disminuye la movilidad de las moléculas, lo que resulta en una menor tasa de cristalización (Lupano, 1997).

Presencia de partículas: La presencia de impurezas puede crear defectos superficiales que impulsan el crecimiento de las caras de los cristales (García, 2001).

3.4 Hidrólisis de la sacarosa

La sacarosa es un disacárido que se hidroliza con facilidad en soluciones ácidas a velocidades que aumentan notablemente según el aumento de la temperatura y la disminución del pH según la reacción:



La hidrólisis se puede realizar por diferentes métodos, entre los que se encuentran la hidrólisis ácida y la hidrólisis enzimática (García, 2007). Cuando la hidrólisis es catalizada con un ácido y bajo condiciones de pH y temperatura constante, la reacción sigue una cinética de primer orden (Pinheiro et al., 1993).

La velocidad de inversión de la sacarosa por hidrólisis ácida, está influenciada por los siguientes factores:

Temperatura: Por norma general la velocidad de reacción aumenta con la temperatura porque así se incrementa la energía cinética de las moléculas. Con mayor energía cinética, las moléculas se mueven más rápido y chocan con más frecuencia y con más energía. El comportamiento de la constante de velocidad o coeficiente cinético frente a la temperatura puede describirse a través de la ecuación de Arrhenius. Para un buen número de reacciones químicas la velocidad se duplica aproximadamente cada 10°C (García, 2007).

Estado físico de los reactivos: Si en una reacción interactúan reactivos en distintas fases, su área de contacto es menor y su velocidad también es menor. En cambio, si el área de contacto es mayor, la velocidad también es mayor (García, 2007).

Presencia de un catalizador: Los catalizadores aumentan la rapidez de una reacción sin transformarla. La forma de acción de los mismos se basa en modificar el mecanismo de reacción, empleando pasos elementales con menor energía de activación. Existen catalizadores homogéneos, y catalizadores heterogéneos. Los catalizadores también pueden retardar reacciones (García, 2007).

Para realizar una hidrólisis ácida se utilizan diversidad de ácidos, que actúan como catalizadores, entre los que se encuentran clorhídrico, tartárico, fosfórico, entre otros. El ácido fosfórico es uno de los más empleados para realizar hidrólisis por sus excelentes resultados; este ácido además de formar parte de numerosos compuestos orgánicos (ácidos nucleicos, fosfolípidos, azúcares, etc.) también se encuentra en forma libre, aunque en pequeña proporción; es un ácido muy útil debido a su resistencia a la oxidación, a la reducción y a la evaporación (Greenwood y Earnshaw, 1997).

Concentración de los reactivos: La mayoría de las reacciones son más rápidas cuanto más concentrados se encuentren los reactivos. A mayor concentración, mayor frecuencia de colisión. La obtención de una ecuación que pueda emplearse para predecir la dependencia de la velocidad de reacción con las concentraciones de reactivos es uno de los objetivos básicos de la cinética química (García, 2007). La concentración inicial de la sacarosa y el tiempo de hidrólisis son otros factores que actúan en la hidrólisis de la sacarosa, éste último influye en el punto en que la reacción llega al equilibrio (García, 2007).

4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Las mieles producidas por evaporación del jugo de caña panelera tienden a separarse en dos fases: sacarosa y azúcares reductores (glucosa y fructosa). La sacarosa en concentraciones altas se cristaliza, constituyéndose en un inconveniente que afecta las características organolépticas de la miel.

Es necesario desarrollar mieles invertidas (baja concentración de sacarosa) que cumplan con las exigencias del consumidor y cuyo proceso de concentración e hidrólisis sea inocuo y eficiente, evitando así la formación de cristales que afectan directamente al producto, causando en él un índice de calidad bajo. De la misma manera es necesaria la realización de una evaporación del jugo de la caña hidrolizado para llegar a mieles con concentraciones de $73 \pm 3^\circ\text{Brix}$, este valor corresponde a la concentración de sólidos en mieles comerciales.

El método de hidrólisis con ácido fosfórico grado alimenticio es útil para invertir la sacarosa presente en la miel de caña sin traer problemas para la salud por su posterior consumo. Aunque es necesario un análisis de vida útil de la miel para evaluar el efecto de las condiciones de los procesos de hidrólisis, concentración y almacenamiento.

5. OBJETIVOS

General

Obtener miel parcialmente hidrolizada a partir de jugo de caña panelera.

Específicos

Establecer las mejores condiciones de hidrólisis ácida y concentración por evaporación en la producción de mieles de caña panelera.

Evaluar el efecto de la concentración inicial de sacarosa en el jugo, la concentración del ácido y la temperatura de almacenamiento sobre las propiedades fisicoquímicas y la composición de la miel de caña panelera.

Determinar la estabilidad de la miel de caña en almacenamiento, mediante la prevención de la cristalización.

6. METODOLOGÍA

La metodología se plantea con el fin de dar respuesta a la siguiente hipótesis: la cristalización en la miel de caña panelera depende de la hidrólisis de la sacarosa.

6.1. Materiales

Materia primas: Jugo de caña panelera clarificado y preconcentrado a 40° Brix $\pm$ 3, de la variedad CC 8592 proporcionado por la empresa Panela Corozal del Triángulo S.A.S.

- **Reactivos:** Ácido fosfórico al 85%, reactivos de Fehling, NaOH 0.1N, fenolftaleína y HCl.

6.2. Equipos

Marmita con agitación marca PALLOMARO LTDA, viscosímetro BROOKFIELD, colorímetro COLORFLEX, refractómetro, balanza analítica (METTER AE200), balanza (ADVENTURER-OHAUS), pH-metro (SCHOTT GERATE Ph-meter CG820), picnómetro, espectrofotómetro (THERMO SPECTRONIC 4001/4).

6.3. Hidrólisis ácida y concentración por evaporación

Este método se llevó a cabo utilizando una marmita de acero inoxidable con agitación, con chaqueta de calentamiento y capacidad máxima de 40 litros, ubicada en la planta piloto de procesamiento de alimentos de la Escuela de Ingeniería de Alimentos de la Universidad del Valle. El jugo de caña se filtró con el fin de disminuir la presencia de sedimentos y partículas indeseables utilizando un lienzo de poro pequeño. Se midió pH, viscosidad, color, azúcares totales (norma AOAC 968.28), azúcares reductores (norma AOAC 923.09) y acidez titulable (AOAC (parte a) 945.64, el cual se emplea para un producto con alto contenido de azúcares). La marmita se alimentó en cada tratamiento con 15 litros del jugo con una concentración inicial de sacarosa establecida según el diseño experimental. Inmediatamente después se adicionó el ácido fosfórico de acuerdo al diseño experimental, se homogenizó la mezcla agitando durante 5 minutos y se inició el calentamiento empleando vapor a 113.21°C . Se midió la concentración de sólidos solubles cada 10 min por un periodo de 50 min, tiempo en el cual se alcanzó una concentración final de aproximadamente $73\pm 3^{\circ}\text{Brix}$. Trascurrido este tiempo, se extrajo la miel caliente a través de la salida de flujo del equipo, en la cual se colocó un lienzo

(filtro), con el fin de reducir la presencia de partículas y sedimentos producidos durante la concentración, por la adhesión y secado de partículas de miel sobre la superficie de calefacción (paredes de la marmita).

Por cada tratamiento realizado y su respectiva réplica, se envasaron 8 muestras en frascos de vidrio, de las cuales 4 se almacenaron a temperatura ambiente $26\pm 2^{\circ}\text{C}$ y las restantes a temperatura de refrigeración $8\pm 2^{\circ}\text{C}$, con el fin de evaluar su calidad. A dichas muestras se les midió inicialmente pH, viscosidad, color, acidez titulable, azúcares totales y azúcares reductores. Durante los siguientes 28 días, se midieron cada 7 días pH, viscosidad, color y acidez titulable y finalmente (día 28) se midió, cristalización por diferencia de peso, azúcares reductores y se realizaron pruebas de análisis sensorial con un panel no entrenado de 60 personas, con el objetivo de evaluar las condiciones organolépticas de la miel obtenida.

En la Figura 4, se presenta el proceso de elaboración de miel invertida a partir de caña panelera.

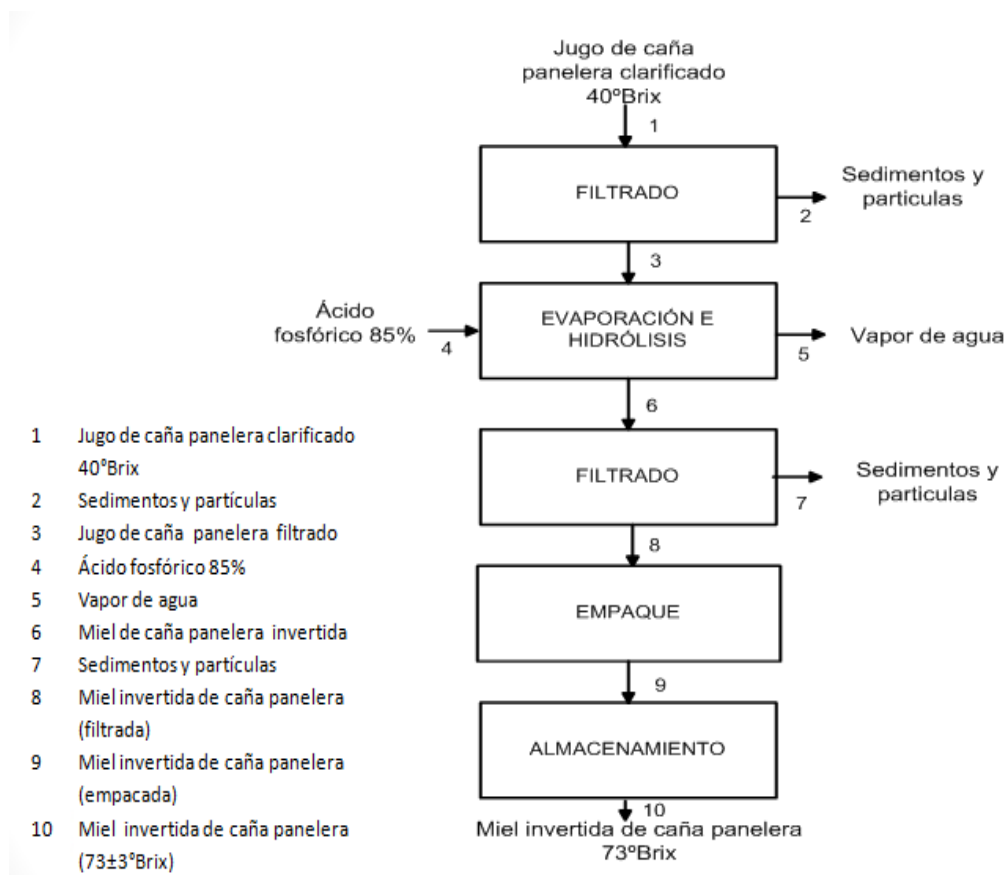


Figura 4. Proceso de elaboración de miel invertida a partir de caña panelera

6.4 Métodos de medición de propiedades fisicoquímicas

6.4.1 Azúcares totales

Curva estándar de azúcares

Para realizar el análisis de azúcares reductores y totales en jugo y miel, se elaboró la curva estándar de azúcares, según el siguiente procedimiento:

Se pesaron 0.01g de glucosa anhidra, se diluyeron en agua destilada en un beaker y la solución obtenida se adicionó a un balón aforando hasta 100 ml, (solución patrón). A partir de esta solución, se tomaron las diluciones a las que se les midió su absorbancia como se presenta en la Tabla 2.

Tabla 2. Concentraciones de soluciones de glucosa y su absorbancia

Concentración de glucosa (mg/ml)	Volumen de solución patrón (ml)	Volumen de agua destilada(ml)	Absorbancia
0.00	0.00	10.00	0.048
0.02	0.20	9.80	0.092
0.06	0.50	9.50	0.179
0.12	1.00	9.00	0.287
0.18	1.50	8.50	0.401
0.24	2.00	8.00	0.514
0.30	2.50	7.50	0.705

Los datos de la Tabla 2 se graficaron y se obtuvo la siguiente ecuación:

$$y = 2.097x + 0.041 \quad (1)$$

Donde y es la absorbancia y x es la concentración de glucosa (mg/ml).

Para la determinación de azúcares totales en el jugo y en la miel de caña panelera obtenida, se utilizó el método de Lane y Eynon (norma AOAC 968.28, (apéndice)). Se pesó 1g de muestra y se diluyó hasta 100 ml con agua destilada. Posteriormente, se tomaron 3 y 4 ml y se diluyeron nuevamente hasta 100 ml con agua destilada; se tomaron 0.5 ml de cada una de las diluciones, se vaciaron en tubos de ensayo, y se adicionaron 0.1 ml de HCL 0.1N. Los tubos de ensayo se sometieron a ebullición durante 15 minutos, se dejaron enfriar y se adicionaron 0.5 ml de reactivo de Fehling A, se pusieron las muestras nuevamente a ebullición durante 10 minutos y finalmente se adicionaron 0.5 ml de la solución B y 8.5 ml de agua destilada.

Las muestras preparadas se midieron en el espectrofotómetro con un λ de 520 y para el cálculo del porcentaje de azúcares totales se utilizó la Ecuación (1) y la siguiente ecuación:

$$\text{Azúcares totales} = \left(\frac{\left(\frac{A-b}{m} \right) (F)}{w} \right) * 100 \quad (2)$$

Donde A es la absorbancia reportada por el equipo, F es el factor de dilución, w es el peso de la muestra (g), b es el punto de corte y m es la pendiente ambas obtenidas en la ecuación (1) (McMurry, 2008).

6.4.2 Azúcares reductores

Para la determinación de azúcares reductores en el jugo y en la miel de caña panelera obtenida el primer día y de las mieles después de 28 días de almacenamiento, se utilizó el mismo método empleado para azúcares totales (norma AOAC 923.09).

Se pesó 1g de muestra el cual se diluyó hasta 100 ml con agua destilada y posteriormente se tomaron 10 y 12 ml de dicha dilución y se diluyeron nuevamente hasta 100 ml con agua destilada. Se tomaron 0.5 ml de cada una de las diluciones, se vaciaron en tubos de ensayo, y se adicionaron 0.5 ml de reactivo de Fehling A, se sometieron las muestras a ebullición durante 10 minutos y finalmente se adicionaron 0.5 ml de reactivo de Fehling B y 8.5 ml de agua destilada.

Se midió la absorbancia de las muestras empleando el espectrofotómetro y los cálculos respectivos se realizaron con la Ecuación (2).

Para el cálculo del peso de azúcares reductores (W) y la concentración de sacarosa (C) en el jugo y en la miel se utilizaron las Ecuaciones (3) y (4).

$$W_{\text{azúcares reductores}} = (\delta)(w)(X_{\text{Azúcar reductor}})$$

Donde δ es la densidad de la muestra (g/ml), w es el peso de la muestra (g) y $X_{\text{azúcar reductor}}$ es la fracción de azúcar reductor presente en la muestra (g de azúcar reductor /g de muestra).

$$C_{\text{sacarosa}} = X_{\text{azúcar reductor}} - X_{\text{azúcar total}}$$

Donde C_{sacarosa} es la concentración de sacarosa, $C_{\text{azúcar reductor}}$ y $C_{\text{azúcar total}}$ es la concentración de azúcar reductor y azúcar total respectivamente.

Finalmente para determinar el porcentaje de azúcares reductores presentes y el porcentaje de sacarosa en base seca se utilizó la siguiente ecuación:

$$bs = \left(\frac{bh}{1-bh} \right) * 100 \quad (5)$$

6.4.3 Acidez titulable

Para la medición de la acidez titulable, se utilizó la norma AOAC (parte a) 945.64 empleada para mieles, teniendo en cuenta que uno de los ácidos predominantes en el jugo de caña es el ácido málico (García et al., 2007) con un valor de 0.067 meq y en la miel el ácido fosfórico (adicionado para la hidrólisis) con un valor de 0.033 meq. Los valores de miliequivalentes se determinaron mediante la siguiente ecuación:

$$Meq = \left(\frac{\text{Peso molecular del ácido}}{\text{Numero de grupos ácidos en la molecula}} \right) / 1000 \quad (6)$$

El procedimiento se realizó pesando 2 g de muestra los cuales se diluyeron en 10 ml de agua destilada, posteriormente se le adicionaron tres gotas de fenolftaleína y finalmente se tituló con NaOH 0.1N hasta alcanzar el viraje de color a rosáceo. Los cálculos se realizaron empleando la Ecuación (7) y los resultados se expresaron en g de ácido /100g de muestra.

$$Acidez = \left(\frac{(V_{NaOH})(C_{NaOH})(meq \text{ ácido})}{w} \right) \times 100 \quad (7)$$

Donde V_{NaOH} es el volumen de NaOH empleado, C_{NaOH} es la concentración de NaOH, $meq \text{ ácido}$ son los miliequivalentes del ácido predominante y w es el peso de la muestra.

6.4.4 pH

Para la medición del pH se utilizó un pH-metro calibrado a 20°C. Todas las muestras se midieron a esta temperatura.

6.4.5 Color

Para la medición del color se utilizó un recipiente de vidrio donde se depositaron 8 g de miel. Se midieron las coordenadas (L , a y b), y a partir de estos valores se determinaron el tono, el croma, la luminosidad y el cambio total de color (ΔE) tomando como base la esfera y el círculo cromático; se realizaron 3 mediciones a cada muestra.

Para los cálculos se utilizaron las siguientes ecuaciones:

$$C = \sqrt{a^2 + b^2} \quad (8)$$

$$H = \arctan \left(\frac{b}{a} \right) \quad (9)$$

$$\Delta L = L_{Final} - L_{Iniclal} \quad (10)$$

$$\Delta a = a_{Final} - a_{Iniclal} \quad (11)$$

$$\Delta b = b_{Final} - b_{Iniclal} \quad (12)$$

$$\Delta E = (\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2)^{0.5} \quad (13)$$

Donde C es el croma, H es el tono, ΔE es el cambio total de color, a y b son las coordenadas de cromaticidad y L es la luminosidad; estas tres últimas variables se midieron al inicio y cada 7 días durante los 28 días de almacenamiento.

6.5 Cristalización

Para determinar el contenido de cristales (%) en las muestras de miel, se pesó el frasco con miel, posteriormente se procedió a vaciar toda la miel evitando la pérdida de cristales. Finalmente, se pesó el frasco con los cristales adheridos y por diferencia de peso se obtuvo la cantidad de cristales formados.

6.6 Viscosidad

Para la medición de la viscosidad se usó el viscosímetro BROOKFIELD. Se trabajó con una velocidad de 10 rpm, una aguja No. 21 y una temperatura constante de 25°C. Inicialmente, se verificó que la velocidad y la aguja fueran las indicadas para el tipo de muestra, controlando que el torque mostrado por el equipo no fuese superior a 100% o inferior a 10%.

6.7 Densidad

Para determinar la densidad aparente, se tomó como referencia la norma AOAC 985.19, se usó un pequeño frasco de vidrio como picnómetro. Se pesó el frasco vacío, luego con agua destilada y finalmente con cada una de las muestras de jugo o miel. Este proceso se realizó a 27±0.2°C. La medición se realizó por triplicado. Se utilizó una balanza analítica y un termómetro de mercurio para las respectivas mediciones.

Para determinar el valor de la densidad se usaron las Ecuaciones (14) y (15):

$$V_T = \left(\frac{w' - w}{d_{H_2O}} \right) (1 + a(T - T')) \quad (14)$$

Donde

V_T : Volumen del picnómetro.

w' : Peso el picnómetro vacío.

w : Peso del picnómetro con muestra.

d_{H_2O} : Densidad del agua a temperatura de referencia (40°C).

a : Coeficiente medio de expansión cúbica del picnómetro con un valor igual a 0.000010 (AOAC 985.19).

T : Temperatura de trabajo (27±0.2°C)

T' : Temperatura de referencia (40°C).

$$D_T = \frac{w - w'}{V_T} + (0.00068)(T' - T) \quad (15)$$

Donde el valor de 0.00068 es el coeficiente de corrección para temperatura (AOAC 985.19).

6.8 Análisis sensorial

El análisis sensorial se llevó a cabo por medio de una prueba descriptiva, en la que se evaluaron las principales características de las muestras de miel, considerando las modificaciones o posibles cambios que presentaron después de los tratamientos realizados. Las características que se evaluaron fueron color, aroma, viscosidad, acidez y textura (granularidad). Se asignó aleatoriamente un número a cada uno de los tratamientos a evaluar con el fin de facilitar el reconocimiento de las muestras por el panel y evitar la inducción o preferencia, como se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Asignación de nombres para las muestras de miel

Muestra	Tratamiento
Muestra 221	0.08% de ácido y concentración inicial de sacarosa (0.38±0.04)
Muestra 334	0.08% de ácido y concentración inicial de sacarosa (0.29±0.04)
Muestra 441	0.16% de ácido y concentración inicial de sacarosa (0.38±0.04)
Muestra 556	0.16% de ácido y concentración inicial de sacarosa (0.29±0.04)

Para evaluar cada uno de los aspectos se utilizó una escala entre 0 y 9 como se muestra en la Tabla 4.

Tabla 4. Parámetros organolépticos

Característica	Escala	
	0-----	-----9
Color	Muy claro	Muy oscuro
Sabor (Dulce)	Poco dulce	Muy dulce
Acidez	Poco ácida	Muy ácida
Viscosidad	Nada viscosa	Muy viscosa
Aroma	Poco marcado	Muy marcado
Textura (presencia de cristales)	Nula	Alta

La encuesta se realizó a un panel no entrenado de 60 personas y los datos obtenidos se analizaron haciendo uso de la herramienta Microsoft Excel versión 2010.

7. DISEÑO EXPERIMENTAL

Se estudió el efecto de 3 factores, con dos niveles cada uno (Tabla 5), se utilizó el diseño experimental factorial completo 2^k debido a que considera todas las posibles combinaciones de niveles de factores al determinar los resultados de la experimentación, analiza todos los efectos principales y sus interacciones, sin que pueda existir en su cálculo algún tipo de ambigüedad entre ellos. Se eligió además debido a que es el indicado cuando se dispone de poca información sobre el experimento en sí (Cuatrecasas, 2010).

Tabla 5. Diseño experimental

Factores	Niveles	Nomenclatura	Variables de respuesta
Concentración inicial de sacarosa	29±4%	C1	Azúcares reductores Acidez titulable pH Color Viscosidad cristalización
$\frac{g_{\text{sacarosa}}}{g_{\text{muestra}}}$	38±4%	C2	
Concentración de ácido	0.08%	A1	
$\frac{g_{H_3PO_4}}{g_{\text{Total}}}$	0.16%	A2	
Temperatura de almacenamiento de la miel	8±2°C	T1	
	26±2°C	T2	

Se mantuvieron fijos durante el proceso, el tiempo de proceso para concentración e hidrólisis simultaneas (50 minutos) y la presión absoluta de vapor de calefacción en la marmita (10 psi) que corresponde a una temperatura de 113.21°C. La unidad experimental fue de 15 litros de jugo de caña utilizado para la obtención de las muestras de miel.

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Para el análisis de datos, estimación de los coeficientes de regresión polinomial, ANOVA, POST-ANOVA y búsqueda de las condiciones óptimas de hidrólisis y concentración del jugo de caña panelera, se utilizó el software Minitab 16.1. Se trabajó con un índice de confiabilidad del 95%.

9. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En la Tabla 6 se presentan las características de la materia prima utilizada.

Tabla 6. Caracterización del jugo de caña utilizado

Tratamiento	Tiempo de cosecha (meses)	pH	Sólidos solubles iniciales (°Brix)
A1-C1-T1	11.8	5.84	39
A1-C1-T2			
A1-C1-T1*	11.8	5.83	38
A1-C1-T2*			
A1-C2-T1	11.9	5.82	40
A1-C2-T2			
A1-C2-T1*	11.8	5.91	37
A1-C2-T2*			
A2-C1-T1	11.8	5.84	39
A2-C1-T2			
A2-C1-T1*	11.8	5.81	41
A2-C1-T2*			
A2-C2-T1	11.5	6.04	43
A2-C2-T2			
A2-C2-T1*	11.5	5.88	41
A2-C2-T2*			

* Corresponde a las réplicas de cada tratamiento.

9.1 Densidad

Para determinar la cantidad de sacarosa en el jugo de caña y en las respectivas mieles después del proceso de hidrólisis y concentración, se midieron las densidades del jugo y de la miel para cada tratamiento, los valores se registran en la Tabla 7.

Tabla 7. Densidad (g/ml)

Tratamiento	Jugo		Miel	
	Promedio	Coefficiente de variación (%)	Promedio	Coefficiente de variación (%)
A1C1T1	1.10±0.03	3	1.36±0.00	0
A1C1T2	1.10±0.03	3	1.36±0.00	0
A1C2T1	1.13±0.01	1	1.36±0.00	0
A1C2T2	1.13±0.01	1	1.36±0.00	0
A2C1T1	1.10±0.03	3	1.36±0.00	0
A2C1T2	1.10±0.03	3	1.36±0.00	0
A2C2T1	1.16±0.02	2	1.37±0.00	0
A2C2T2	1.16±0.02	2	1.37±0.00	0

9.2 Azúcares totales

El contenido de azúcares totales (%) presentes en la materia prima y el producto final en cada uno de los tratamientos realizados, se registran en la Tabla 8.

Tabla 8. Azúcares totales (%) en jugo de caña y miel

Tratamiento	Jugo		Miel	
	Promedio	Coefficiente de variación (%)	Promedio	Coefficiente de variación (%)
A1C1T1	35.24±0.31	1	59.70±0.16	0
A1C1T2	35.24±0.31	1	59.70±0.16	0
A1C2T1	35.63±2.50	7	51.40±0.06	0
A1C2T2	35.63±2.50	7	51.40±0.06	0
A2C1T1	33.32±0.12	0	61.68±0.11	0
A2C1T2	33.32±0.12	0	61.68±0.11	0
A2C2T1	38.92±2.14	5	61.79±1.14	2
A2C2T2	38.92±2.14	5	61.79±1.14	2

Empleando la Ecuación (4) se determinó la cantidad de sacarosa en cada tratamiento antes y después del proceso de hidrólisis y concentración, cabe aclarar que la cantidad de azúcares totales no varía durante el proceso, el incremento en el porcentaje de jugo a miel que se observa en la Tabla 8, se debe a la pérdida de agua durante la evaporación que ocasiona un cambio de proporción de los azúcares en la miel en comparación con el jugo.

9.3 Variación de azúcares reductores en la miel

En las Figuras 5(a) y 5(b) se muestra el comportamiento obtenido durante los 28 días de almacenamiento en cuanto al porcentaje de azúcares reductores presentes.

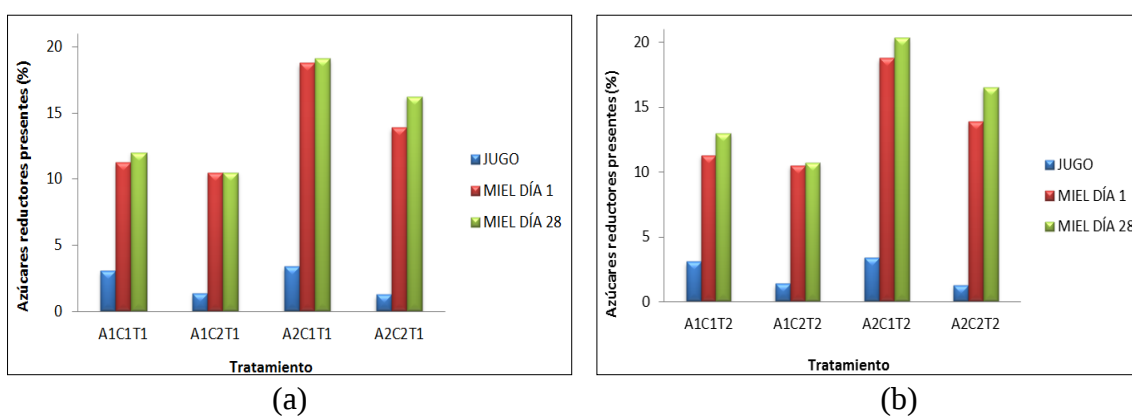


Figura 5. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre el porcentaje de azúcares reductores presentes (bs) (a) 8±2°C, (b) 26±2°C

Se puede observar claramente el cambio en el contenido de azúcares reductores de jugo a miel en los diferentes tratamientos, lo que evidencia el efecto de los diferentes factores, especialmente la concentración de ácido para la hidrólisis, ya que para cada nivel de ácido (A1, A2), se observa una variación significativa en cada tratamiento.

Los azúcares reductores se siguieron formando durante los 28 días de almacenamiento como se observa en las Figuras 5(a) y 5(b), debido a que el ácido que quedó en la miel continuó su efecto sobre el proceso de hidrólisis de la sacarosa, pero con menor velocidad, debido a que la temperatura de almacenamiento no fue tan alta para acelerar el proceso; esto se corrobora teóricamente sabiendo que a menor temperatura existe menor energía cinética, haciendo que las moléculas se muevan más lento y choquen con menos frecuencia y con menos energía, lo que dificulta el rompimiento de la sacarosa (García, 2007).

En la Tabla (10, anexo 1) puede evidenciarse que para los tratamientos A1C2T1 y A1C2T2 hubo mayor formación de azúcares reductores, debido al mayor contenido inicial de sacarosa disponible para hidrolizarse en relación con los tratamientos A1C1T1 y A1C1T2; no ocurrió lo mismo con los tratamientos A2C2T1 y A2C2T2 comparándolos con los tratamientos A2C1T1 Y A2C1T2 posiblemente por errores en la medición.

Por último se observa en las tablas (10 y 11, anexo 1) que independientemente de la concentración inicial de sacarosa en cada tratamiento, la mayor concentración de ácido (A2) causó mayor formación de azúcares reductores, lo cual confirma que a mayor cantidad de ácido presente existirá una mayor velocidad de la reacción (Jiménez et al., 2008).

En cuanto al análisis estadístico realizado mediante ANOVA (anexo 2), se encontró que para el factor concentración de ácido fosfórico $F_t (5.318) < F_c (422.72)$ y $\alpha (0.05) > P(0.000)$, lo que indica que el porcentaje de azúcares reductores es dependiente de la concentración de ácido fosfórico. Se encontró además que para el factor concentración inicial de sacarosa $F_t (5.318) < F_c (173.47)$ y $\alpha (0.05) > P(0.000)$, lo que indica que el porcentaje de azúcares reductores es dependiente también de la concentración de sacarosa inicial en el jugo y por último, se encontró que para la interacción concentración de ácido fosfórico–concentración inicial de sacarosa $F_t (5.318) < F_c$

(22.65) y α (0.05) > P (0.001), lo que indica que existe interacción entre ellos y que el porcentaje de azúcares reductores es de igual manera dependiente de ésta.

Según el análisis estadístico POST-ANOVA, para azúcares reductores existen diferencias significativas entre las medias de todos los tratamientos al variar la concentración de ácido y la concentración inicial de sacarosa, pero no hay diferencias significativas de las medias al variar la temperatura de almacenamiento, lo que se evidencia en el comportamiento de las figuras 5(a) y 5(b).

9.4 Acidez titulable

En las Figuras 6(a) y 6(b), se observa el comportamiento de la acidez para las diferentes muestras de miel desde el día cero (muestra recién obtenida del proceso de hidrólisis y concentración), hasta los 28 días de almacenamiento.

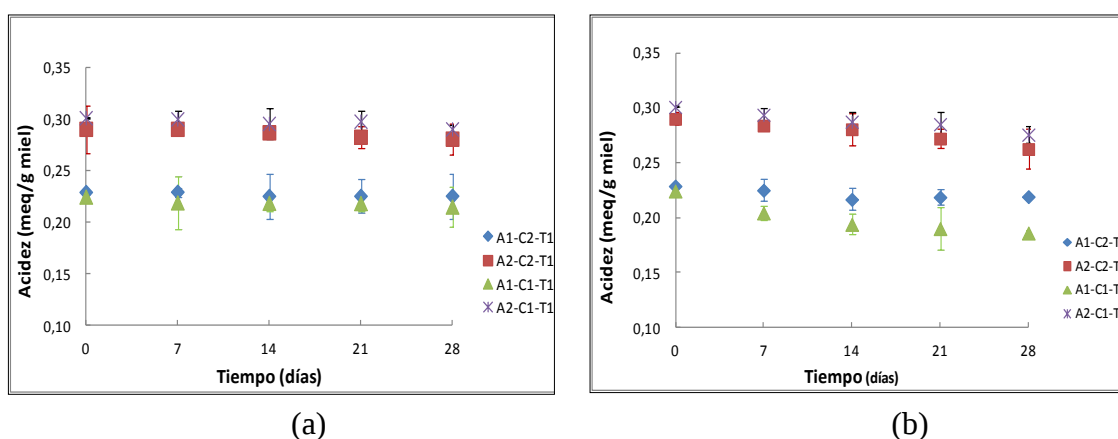


Figura 6. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre la acidez (a) 8±2°C, (b) 26±2°C

Se puede observar que las muestras de miel no presentaron cambios significativos en los valores de acidez durante el periodo de almacenamiento, lo que indica que no se produjo alteración o actividad que provocara su variación.

En la (tabla 12, anexo 1), se observa que los valores de acidez cambiaron significativamente de jugo a miel, debido a la adición del ácido fosfórico empleado como catalizador para acelerar la reacción de hidrólisis.

Durante el periodo de almacenamiento, el ácido presente en las muestras no se consumió, ya que al actuar éste como un catalizador permanece intacto durante todo el proceso de hidrólisis, concentración y durante el periodo de almacenamiento (Fogler, 2001), lo que se evidencia con el comportamiento casi constante de la acidez en las muestras de miel.

De acuerdo a la poca variación de acidez que presentaron las muestras de los diferentes tratamientos durante el almacenamiento, se puede inferir que las condiciones que brindaron los medios (cada muestra), no son óptimas para favorecer el crecimiento de microorganismos característicos en la miel como levaduras y bacterias (Snowdon et al., 1996), agentes que pueden provocar la fermentación de los azúcares y modificar o alterar el valor de la acidez.

Se observa que los tratamientos con valores más altos de acidez fueron los correspondientes al nivel A2 esto se corrobora estadísticamente por medio del análisis de ANOVA (anexo 2) donde se encontró que para el factor concentración de ácido Ft $(5.318) < F_c (313.60)$ y $\alpha (0,05) > P (0.000)$, lo que indica que existen diferencias significativas en los valores de acidez. Además se encontró que para el factor temperatura de almacenamiento Ft $(5.318) < F_c (6.40)$ y $\alpha (0.05) > P (0.035)$, lo que indica que este factor también afecta la acidez en las diferentes muestras al presentar diferencias entre los dos niveles de temperatura aunque estas no sean muy marcadas.

Por último, la interacción concentración de ácido fosfórico–concentración inicial de sacarosa Ft $(5.318) < F_c (14.40)$ y $\alpha (0.05) > P (0.005)$, lo que indica que existe interacción entre ellos y que acidez es de igual manera dependiente de ésta.

Aunque factores como la temperatura y la concentración de sacarosa tengan cierta influencia en la acidez, según el análisis estadístico POST-ANOVA, la acidez sólo está influenciada por la concentración de ácido, ya que las medias de los tratamientos son estadísticamente iguales entre sí para cada nivel de ácido, pero difieren entre un nivel y otro.

9.5 pH

En las Figuras 7(a) y 7(b) se presenta la variación del pH durante el almacenamiento.

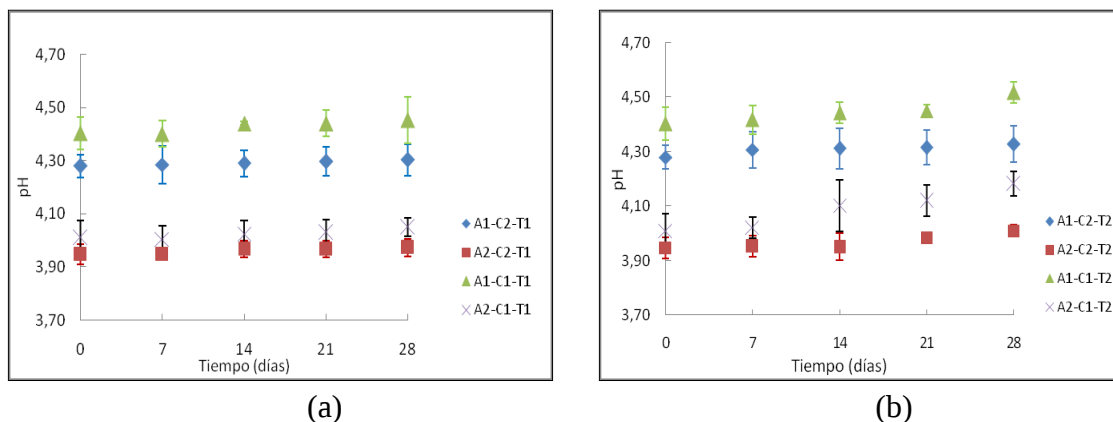


Figura 7. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre el pH (a) $8\pm 2^{\circ}\text{C}$, (b) $26\pm 2^{\circ}\text{C}$

En las Figuras 7(a) y 7(b) puede visualizarse que el pH en los diferentes tratamientos mantuvo un comportamiento casi constante, las pequeñas variaciones que se presentaron, no fueron significativas y pudieron deberse a errores durante el proceso de medición.

Al igual que en la acidez, los valores de pH no variaron significativamente, debido a que el ácido utilizado para la hidrólisis no se consumió y de igual forma, se puede inferir que no hubo presencia de microorganismos que fermentaran los azúcares presentes y produjeran una variación significativa en los valores de pH.

El pH de las diferentes muestras de miel a (T1) está en una escala para el nivel (A1) entre 4.31 y 4.52 con un promedio de 4.38 y para los tratamientos con el nivel (A2) entre 3.95 y 4.18 con un promedio de 4.03; los valores para (T2) son muy similares, lo que indica que la temperatura de almacenamiento no afectó el valor en la escala del pH.

En cuanto al análisis estadístico por ANOVA (anexo 2) se encontró que para el factor concentración de ácido, $F_t (5.318) < F_c (216.60)$ y $\alpha (0.05) > P (0.000)$, es decir que el valor de pH en las muestras de miel es dependiente de la concentración de ácido fosfórico y se encontró que para el factor concentración inicial de sacarosa, $F_t (5.318) <$

$F_c (23.06)$ y $\alpha (0.05) > P (0.001)$, es decir que el valor de pH en las muestras de miel, también es dependiente de la concentración inicial de sacarosa.

Según el análisis estadístico POST-ANOVA, los valores de pH sólo están influenciados por la concentración de ácido, ya que las medias de los tratamientos fueron estadísticamente iguales entre sí para cada nivel, pero difieren entre un nivel y otro de ácido.

9.6 Viscosidad

En las Figuras 8(a) y 8(b), se observa el comportamiento de la viscosidad de los tratamientos almacenados a T1 y T2.

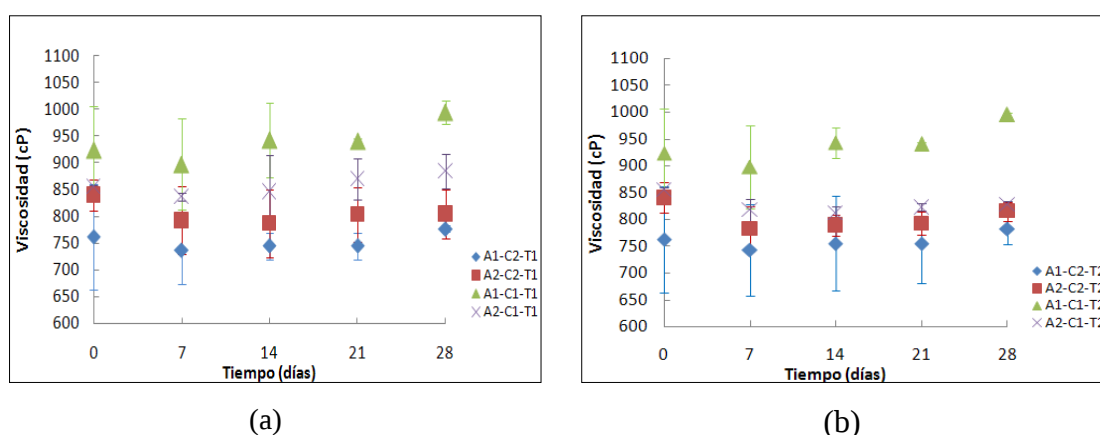


Figura 8. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración inicial de sacarosa y la concentración de ácido fosfórico sobre la viscosidad (a) 8±2°C, (b) 26±2°C

El rango que presentaron las muestras de miel está entre 737.50 y 987.50 cP, valores que dependen del tipo tratamiento. Se evidencia que no se presentó un cambio significativo para cada tratamiento durante el tiempo de almacenamiento, pero sí se observó que los valores difirieron significativamente desde el inicio entre uno y otro tratamiento, lo que pudo deberse a que las muestras de miel se elaboraron con jugos de caña provenientes de distintos cultivos y las condiciones de obtención no fueron las mismas, específicamente en la etapa de clarificación. Aunque se sometió al jugo y a la miel recién obtenida a un proceso de filtración, es posible que algunas muestras presentaran en mayor o menor cantidad sedimentos o partículas, que influyeron en la medida de viscosidad.

La medición de la viscosidad de todos los tratamientos se realizó a 25°C para observar la influencia de la formación de los cristales sobre esta variable.

Se descartaron las mediciones a 8 y 26°C ya que si se medían a estas temperaturas los valores de la viscosidad iban a depender del cambio de la temperatura y no únicamente de la formación cristalina.

La decisión anterior se sustenta teóricamente al saber que la viscosidad es dependiente de la temperatura (Hermida, 2000).

Estadísticamente según los análisis realizados ANOVA (anexo 2), se encontró que para el factor concentración inicial de sacarosa $F_t (5.318) < F_c (26.64)$ y $\alpha (0.05) > P (0.001)$, lo que indica que la viscosidad es dependiente de la concentración inicial de sacarosa y además se encontró que para la interacción concentración de ácido fosfórico-concentración inicial de sacarosa $F_t (5.318) < F_c (11.12)$ y $\alpha (0.05) > P (0.010)$, lo que indica que existe interacción entre ellos y que la viscosidad es también dependiente de ésta.

Los tratamientos A1-C1-T1 y A1-C1-T2, presentaron valores más altos de viscosidad y tendencia a incrementarse durante el almacenamiento. Evidentemente los dos tratamientos corresponden a menor concentración de ácido y por tanto, menor inversión de la sacarosa lo que pudo beneficiar la formación de pequeños cristales en suspensión en las muestras de miel y favorecer el incremento de la viscosidad. Los tratamientos A1-C2-T1 Y A1-C2-T2 no presentaron altos valores de viscosidad, aun al ser hidrolizados con el nivel más bajo de ácido como en el caso anterior. Teóricamente estos dos últimos tratamientos tendrían más posibilidad de presentar cristales y por tanto, mayor viscosidad por el mayor contenido de sacarosa, sin embargo esto no ocurrió lo que pudo deberse a una buena calidad en el jugo y / ó a una menor presencia de sedimentos o cristales en suspensión en comparación con los tratamientos A1-C1-T1 y A1-C1-T2.

Aunque no se consideró como factor la presencia de sedimentos, es importante tener en cuenta su influencia, ya que éste también afecta la formación de cristales e influye en la variación de la viscosidad.

Según el análisis estadístico POST-ANOVA, para la viscosidad, la mayoría de los tratamientos presentaron medias iguales a excepción de A1C2T2 y A1C2T1 que aunque no presentan diferencias entre ellos, si la tienen con respecto a los tratamientos A1C1T1 y A1C1T2 que tampoco presentaron diferencias entre ellos, lo que evidencia que la concentración de sacarosa influye significativamente en la viscosidad.

9.7 Cristalización

Durante el periodo de almacenamiento, algunas de las muestras de miel presentaron cristalización, en la Tabla 9 se presenta el porcentaje de ésta y el porcentaje de sacarosa presente en cada uno de los tratamientos realizados.

Tabla 9. Efecto de las variables de proceso sobre la cristalización y el contenido de sacarosa (%)

Tratamiento	% de cristales al final del almacenamiento	Contenido de sacarosa (bs)		
		Jugo	Miel día 1	Miel día 28
A1C1T1	4.56±1.28	130.56±0.79	98.32±0.46	96.00±0.55
A1C1T2	5.15±1.87			93.14±0.19
A1C2T1	0.00	138.38±0.28	99.66±1.24	99.63±1.23
A1C2T2	0.00			98.92±0.96
A2C1T1	0.00	140.48±0.84	84.81±2.32	81.15±2.55
A2C1T2	0.00			83.96±1.55
A2C2T1	0.00	148.43±0.18	98.55±7.37	91.73±3.68
A2C2T2	0.00			91.05±7.37

En la Tabla 9 se puede observar que a pesar de haber sometido a la sacarosa a un proceso de hidrólisis, existe una cantidad de ésta en cada uno de los tratamientos realizados, lo que indica que se realizó una hidrólisis parcial de la misma.

Se observa que los porcentajes de sacarosa son más altos en los tratamientos con el nivel A1 de ácido, lo que indica una mayor sobresaturación de azúcar y por tanto, mayor probabilidad de aparición de cristales, lo que se reflejó en la cristalización de dos tratamientos con este nivel.

Durante el periodo de almacenamiento, se evidenció una pequeña disminución del porcentaje de sacarosa, lo que indica que el proceso de hidrólisis continuó debido a la presencia de ácido fosfórico y a las condiciones de temperatura, aumentando el contenido de azúcares reductores, como se mencionó previamente.

Según la Tabla 9, los tratamientos hidrolizados con el nivel A2 de ácido presentaron menor porcentaje de sacarosa lo que significa menor probabilidad de cristalización, se puede observar también que los tratamientos con el nivel C1 a una concentración de ácido A1 fueron los únicos que presentaron formación de cristales. Teóricamente esto no es coherente, ya que a mayor concentración de sacarosa hay mayor tendencia a la cristalización (Grases et al., 2000), y los tratamientos en este nivel presentan un porcentaje menor de sacarosa, lo que debería verse reflejado en un porcentaje de cristalización nulo o mínimo en comparación a los tratamientos realizados con el nivel C2, aun así cabe resaltar que para este tratamiento el nivel de ácido para la hidrólisis es bajo, lo que evidentemente permite una mayor presencia de sacarosa.

Uno de los factores que pudo influir en la formación de los cristales es la condición de la materia prima (jugo de caña panelera), que varía en su composición de acuerdo a factores como el clima, la edad y los procesos a los que sea sometida. El jugo se somete a un proceso de clarificación para eliminar la presencia de impurezas por medio de la adición de aglutinantes naturales, cal grado alimenticio y cera de laurel. Este proceso de clarificación no se realiza de manera totalmente controlada, lo que indica que es posible que los jugos obtenidos puedan tener mayor o menor presencia de sedimentos o partículas, provocando que la materia prima no se encuentre estandarizada, factor que pudo provocar que en los tratamientos realizados con el nivel C1 a una concentración de ácido A1, ocurriera cristalización. Según García (2001) estos sedimentos son núcleos de formación cristalina que provocan defectos superficiales impulsando el crecimiento de las caras de los cristales.

En la Tabla 9 se puede observar que los dos tratamientos (A1-C1-T1 y A1-C1-T2) que presentaron formación de cristales, difieren en la temperatura de almacenamiento, se evidencia que el nivel T1 presentó menor porcentaje de cristalización en comparación con el almacenado a T2. Teóricamente la sacarosa es soluble a temperaturas altas (Flink, 1983), pero las muestras fueron almacenadas a $26\pm 2^{\circ}\text{C}$ temperatura en la que

quizás aún es insoluble lo que facilitó junto con la presencia de sedimentos la cristalización, además de que el medio ácido (A1) no favoreció una mayor hidrólisis de la sacarosa.

En las Figuras 9(a) y 9(b) se observan las dos muestras que presentaron cristalización.



Figura 9. Efecto de la temperatura de almacenamiento sobre el tamaño de los cristales (a) A1-C1-T1, (b) A1-C1-T2

En las Figuras 9(a) y 9(b), se evidencia que la temperatura de almacenamiento tiene influencia en el tamaño de los cristales formados, lo que se justifica por el cambio en la viscosidad de las muestras en el almacenamiento debido a la temperatura, a 8°C la movilidad de los cristales y la formación o adhesión a la superficie de los mismos es más difícil y lenta por la alta viscosidad que presenta la muestra, mientras que a T2 la viscosidad es menor lo que favorece la adhesión y formación de cristales de tamaño más grande.

Para la variable de respuesta cristalización no se realizó ANOVA debido, a que la mayoría de tratamientos no presentaron cristalización.

9.8 Color

Los datos registrados en la Tabla (15, anexo1) se graficaron en las Figuras 10(a) y 10(b) las cuales muestran el cambio de color (ΔE) en las muestras de miel durante el almacenamiento.

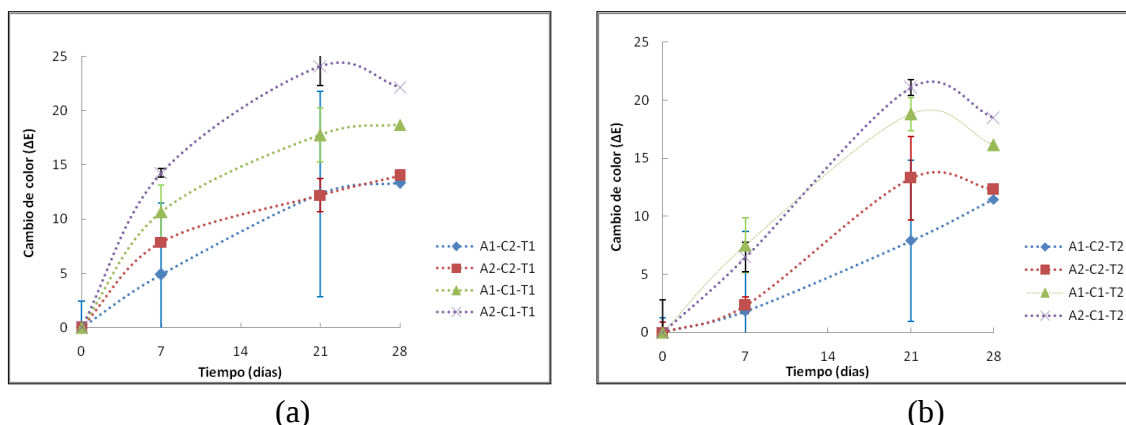


Figura 10. Efecto de la temperatura de almacenamiento, la concentración de ácido fosfórico y la concentración inicial de sacarosa sobre el cambio total de color (ΔE) (a) $8 \pm 2^\circ\text{C}$, (b) $26 \pm 2^\circ\text{C}$

En las Figuras 10(a) y 10(b), se observa que el cambio total de color ΔE tuvo tendencia a aumentar durante el almacenamiento para ambas temperaturas; se observa además que las desviaciones en los datos encontrados es alta lo que está directamente ligado a la variabilidad en la calidad del jugo, debido principalmente a la presencia de sedimentos no filtrables.

Se observa en las Figuras 10(a) y 10(b) que los datos medidos en el día 14 para todos los tratamientos fueron eliminados al verificar por el criterio Q (para pequeñas muestras) que estos datos son considerados como atípicos debido a que los $Q_{\text{tabulados}}$ con un 90% de confianza son menores que los $Q_{\text{calculados}}$ (Ortuño et al., 2008).

En general, los cambios globales de color en la miel están asociados al cambio en el tono, la luminosidad o el croma, al estudiar estos cambios de color en las muestras de miel se encontró que están influenciados por la variación en el parámetro croma.

Los valores de color en cuanto al croma pueden variar desde mieles con un color vivaz hasta mieles con color pálido; una vez la miel es elaborada puede sufrir cambios significativos en su coloración debido a la temperatura de elaboración (reacción de Maillard), el tiempo de almacenamiento, la cantidad de luz que incida sobre la miel (si son empacadas en recipientes de vidrio), la temperatura de almacenamiento y los sedimentos presentes en el jugo o adquiridos durante el procesamiento de éste para obtener miel (Pereyra et al., 1999).

Adicionalmente, la miel, una vez cristalizada, cambia su pureza de color, debido a que el tamaño del cristal afecta el grado de saturación, los cristales más finos imparten las tonalidades más puras (Pereyra et al., 1999). Este factor de cambio de color afectó específicamente los tratamientos con presencia de cristales (A1C1T1 y A1C1T2); en estos tratamientos para el nivel T1 los cristales fueron más pequeños por lo que la miel se tornó de un color más puro con respecto al nivel T2 donde el tamaño de los cristales fue superior por ende y la miel se tornó más pálida.

En las Figuras 10(a) y 10(b) se puede evidenciar que los únicos tratamientos que no presentaron una variación alta en el cambio total de color ΔE y por lo tanto tampoco en el croma fueron A1C2T1 y A1C2T2; lo único que diferencia a estos tratamientos de los demás es la calidad del jugo utilizado para la elaboración de la miel, el cual no mostró presencia de sedimentos lo que evitó la formación de cristales, además de reducir la variación de color.

Teóricamente se sabe que la calidad del jugo para la producción de miel de caña depende en buena parte, de la proporción de los azúcares reductores, los cuales cuando aumentan por causa del deterioro o la inmadurez de la planta, pueden producir incrementos en el color y variación en el dulzor (Aguirre et al., s.f).

Por último cabe resaltar que existen dos fuentes básicas de colores provenientes de la caña: (1) los que se originan en la planta, y (2) los que se forman durante su procesamiento. En los jugos de la planta se encuentran compuestos de carácter fenólico, que puede ser de naturaleza sencilla o compleja como flavonoides. Estos últimos pueden existir en forma libre o como glicósidos unidos a moléculas de azúcar. Algunos fenoles son incoloros dentro de la planta, pero se oxidan o reaccionan con aminas produciendo sustancias coloreadas (Clarke et al., 1986). Los compuestos coloreados que se forman durante el procesamiento del jugo para la obtención de miel invertida a partir de caña panelera provienen de la descomposición térmica de la sacarosa y de los azúcares reductores (glucosa o fructosa), o se originan en las reacciones de estos carbohidratos con compuestos aminonitrogenados presentes en la planta (reacciones de Maillard), produciendo polímeros coloreados denominados melanoidinas (Clarke et al., 1986).

Lo anterior, se corrobora con el análisis estadístico realizado por ANOVA (anexo 2) donde se encontró que para el factor concentración inicial de sacarosa $F_t (5.318) < F_c (20.71)$ y $\alpha (0.05) > P (0.002)$, es decir que el cambio total de color en las muestras de miel fue dependiente de la concentración inicial de sacarosa.

Según el análisis estadístico POST-ANOVA, (anexo 2) el cambio de color no se ve influenciado por ningún factor, pues la mayoría de las medias de los tratamientos son estadísticamente iguales, a excepción de dos de los tratamientos que presentan diferencias entre sí (A2C2T1 y A1C1T2) lo que indica que al realizar estas combinaciones sí se observaron diferencias.

9.9 Análisis sensorial

En la encuesta realizada se encontró que el 50% de los encuestados eran hombres, la edad promedio fue de 23 años y los estratos más representativos fueron el 2 y 3 con un 82.26% acumulado. Cada una de las características encuestadas se graficó como se presenta en la siguiente figura:

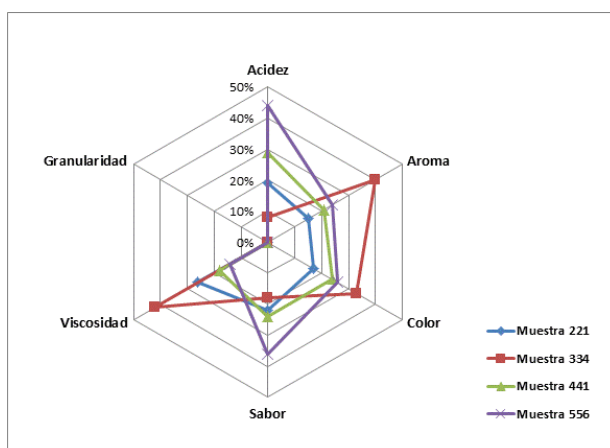


Figura 11. Análisis sensorial de las muestras para cada variable de respuesta

En la Figura 11 para la característica acidez, sensorialmente se corroboró lo hallado experimentalmente, al encontrar que la muestra 556 (A2-C1) con un 44% fue para los catadores la más ácida al tener mayor contenido de ácido y las muestras 221 (A1-C2) y 334 (A1-C1) las menos ácidas, ya que el contenido de ácido de éstas experimentalmente es menor.

Se observa que para la característica sensorial viscosidad, la muestra con la escala más alta (muy viscosa) fue la 334 con un 42%. Este resultado es coherente según lo analizado con anterioridad, al ser esta muestra la única que evidencia presencia de cristales en suspensión que afectan esta variable de respuesta.

Cabe resaltar que los catadores no encontraron diferencias entre las muestras con diferente nivel de concentración inicial de sacarosa, a pesar que estadísticamente sí se encontró que este factor afectó la variable viscosidad.

En la Figura 11 se muestra que para el color se encontró que la muestra más clara fue la 221 con un porcentaje de 17 y la muestra más oscura fue la 334 con un porcentaje de 33, de igual manera estos resultados son corroborados con los análisis realizados anteriormente donde se evidenció que la presencia de sedimentos y cristales afecta el color y por ende la saturación del mismo; el jugo utilizado para elaborar la muestra 221 no presentaba sedimentos y la miel no tuvo formación cristalina, caso contrario para la muestra 334 que sí presentó cristales y sedimentos.

La presencia de azúcares reductores en la miel también afectó el color, pues estos contribuyen a que ocurran las reacciones de Maillard durante el procesamiento del jugo para obtener la miel, sin embargo los catadores no encontraron diferencias significativas en el color de las muestras con diferente concentración de azúcares reductores.

A pesar de que el análisis del sabor como variable de respuesta no está dentro de los alcances de este trabajo, se decidió evaluar entre los consumidores para encontrar resultados que permitieran caracterizar la miel de caña, de esta manera, de acuerdo a la Figura 11 se encontró que la muestra más dulce fue la 556 con un 36% y la menos dulce la 334 con un 18%, esto se demuestra teóricamente al saber que la presencia de azúcares reductores aportan más dulzor a un alimento que la presencia de sacarosa; ya que el poder edulcorante de la sacarosa es de 1, mientras que el de la fructosa y la glucosa son 1.1-1.5 y 0.7 respectivamente (Valentas et al., 1997). La muestra 556 al ser elaborada con el nivel más alto de ácido y el nivel más bajo de concentración inicial de sacarosa provocó la presencia de más azúcares reductores con respecto a la muestra 334, lo que se manifestó en un mayor dulzor.

Igual que en el caso anterior, el aroma no se encuentra dentro de lo establecido como análisis para este trabajo, pero se decidió evaluarlo sensorialmente, se encontró (Figura 11) que la muestra con el aroma más marcado fue la 334 con un porcentaje de 40 y poco marcado para la muestra 221 con un porcentaje de 15.

Al evaluar si el panel no entrenado lograba percibir la presencia de partículas en suspensión (sedimentos o cristales) en las diferentes muestras de miel de caña, los resultados indicaron que no hubo percepción en ninguna de las muestras. Esto a pesar de que en la muestra 334 si existían, esto pudo deberse a que en esta muestra se encontraban cristales en formación suspendidos cuyo tamaño no fue perceptible al paladar.

10. CONCLUSIONES

Se encontró que el proceso de hidrólisis ácida a una concentración de 0.16% de ácido fosfórico fue eficiente para evitar la formación de cristales en las muestras de miel durante un periodo de almacenamiento de 28 días, aún en presencia de sedimentos o partículas.

En todos los tratamientos realizados se alcanzó una hidrólisis parcial de la sacarosa.

A mayor concentración de ácido fosfórico mayor formación de azúcares reductores, debido a que existe una mayor presencia de ácido actuando como catalizador.

La presencia del ácido fosfórico en las muestras de miel favoreció la formación de azúcares reductores durante el almacenamiento.

A temperaturas altas se favoreció la acción del catalizador actuando como promotor del rompimiento de la sacarosa.

Las muestras de miel no presentaron cambios significativos en los valores de acidez, lo que indicó que no se produjo deterioro en el ácido o actividad microbiana que provocara su variación.

La presencia de cristales y sedimentos en suspensión en las muestras de miel influyó en los valores de viscosidad aumentando su medida.

La presencia de sedimentos o partículas en el jugo de caña y en las muestras de miel, y una baja concentración de ácido fosfórico, favorecieron la formación de cristales.

La temperatura de almacenamiento influyó en el tamaño de los cristales formados, a menor temperatura menor tamaño del cristal.

La variabilidad en la calidad del jugo (presencia de sedimentos no filtrables) afectó el cambio total de color, a mayor presencia mayor cambio en esta variable.

El tamaño del cristal afectó el grado de saturación de las muestras, los cristales más finos impartieron las tonalidades más puras.

El tamaño de los cristales suspendidos en las muestras de miel no fue perceptible al paladar.

Los factores que más influyeron en la variabilidad de la mayoría de las variables de respuesta fueron el porcentaje de ácido fosfórico y la presencia de sedimentos en el jugo de caña empleado para la elaboración de la miel.

11. RECOMENDACIONES

Se recomienda tener un control más riguroso en la etapa de clarificación de los jugos de caña utilizados para la elaboración de la miel, con el fin de que las óptimas características fisicoquímicas del jugo promuevan una buena calidad en las mieles.

Previamente al proceso de hidrólisis y concentración, es indispensable filtrar el jugo con el fin de disminuir la presencia de sedimentos o partículas residuales de la clarificación que posteriormente pueden provocar formación cristalina.

La miel recién obtenida presenta partículas y sedimentos provenientes del jugo que no lograron filtrarse, y del proceso de la miel en cuanto a la adhesión y secado de la misma sobre la superficie de calefacción (paredes de la marmita), por lo cual se recomienda filtrar en caliente antes del empaque la miel final, reduciendo la probabilidad de que los sedimentos actúen como núcleos de formación de cristales.

12. BIBLIOGRAFÍA

Aguirre, M., Poveda, C. (s.f) Jugo de caña de azúcar envasado en vidrio programa de especialización tecnológica en alimentos, Escuela Superior Politécnica del Litoral Guayaquil, Ecuador. PP 2. Disponible en: <http://www.dspace.espol.edu.ec/bitstream/123456789/14844/1/Jugo%20de%20Ca%C3%B1a%20de%20azucar%20envasado%20en%20vidrio.pdf>. Consultado en Diciembre de 2012.

Betancourt, D. Ministerio de la protección social. Resolución número 002546 de 6 agosto de 2004. Bogotá. Colombia. Disponible en: https://servicios.vuce.gov.co/puntoc/archivosr/R.T._Panela.pdf. Consultado en Diciembre 14 2011.

Cuatrecasas, L. (2010). Gestión integral de la calidad. Implantación, control y certificación. Editorial Profit. España. pp. 198-200

Chen, C. (1996). Manual del azúcar de caña: para fabricantes de la caña de azúcar y químicos especializados. Editorial Limusa. México. pp. 1203.

Clarke, M. A., Blanco, R. S., Godshall, M. A. (1986). Colorant in raw sugars. En Proceeding. Inter. Soc. Sugar Cane Technol. ISSCT. pp. 2:670-682.

Durán, N. (2010). Reingeniería panelera. Primera edición. Editorial Búhos editores. Colombia. pp. 69-107.

Finagro. Fondo para el financiamiento del sector agropecuario. La caña de azúcar en el mundo. Colombia, 2011. Disponible en: http://www.finagro.com.co/html/i_portals/index.php?p_origin=internal&p_name=content&p_id=MI-268&p_options=#COLOMBIA. Consultado en Diciembre 10 2011.

Flink, J. M. (1983) Structure and structure transitions in dried carbohydrate materials. In Physical Properties of Foods, eds M. Peleg and E. B. Bagley, pp. 473-521. Avi Publishing Company, Westport, Connecticut.

Fogler, S. (2001). Elementos de ingeniería de las reacciones químicas. Tercera edición, editorial Pearson, México. pp 65-68

García, G.A (2001). Modelado y simulación de procesos batch: sección de cristalización de una azucarera. Centro de tecnología azucarera. Universidad de Valladolid España. Disponible en: http://www.ecosimpro.com/download/articles/C01_06_es.pdf. Consultado en Octubre de 2012

García, B. (2007). Estudio cinético de inversión de la sacarosa. Dpto. de Química física de la facultad de Química Universidad de A Coruña. Disponible en: <http://www.colegioesclavas.org/ArchivosColegios/esclavas/sorazonacoruna/Archivos/Apuntes/Art.%20Inversi%C3%B3n%20de%20la%20sacarosa.pdf> Consultado en Octubre de 2012

García, H., Toscano, A., Santana, N. (2007) Guía tecnológica para el manejo integral del sistema productivo de la caña panelera. Corpoica Colombia. PP 51.

Geankoplis, C.J. (1998). Procesos de transporte y operaciones unitarias. Editorial Continental S.A. DE C.V. México. pp 556.

Gómez, R., Téllez, L., Ramírez de León, J., Jacques Hernández, C., Vázquez Vázquez, M. (s.f). Aprovechamiento integral del Agave americana L. UAM - Reynosa-Aztlán – UAT. Reynosa, Tam. Centro de Biotecnología Genómica, IPN. Reynosa, Tam. Disponible en: <https://www.google.com.co/search?pg=PA20&dq=datos+atipicos&hl=es&q=Aprovechamiento%20integral%20del%20Agave%20americana%20L>. Consultado en: noviembre de 2011

Grases, F., Costa Bauzá, A., Sohnle, O., (2000). Cristalización en disolución. Conceptos básicos. Primera edición. Editorial Reverté, S.A. España. pp. 2-12.

Greenwood, N., Earnshaw, A. (1997). Química de los elementos. Segunda edición, Oxford. Cap. 15.

Hermida, J.R. (2000) Fundamentos de Ingeniería de Procesos Agroalimentarios. Primera Edición, ediciones mundo prensa. Madrid. pp 202.

Herrera, A. C. (2011) Estudio comparativo de métodos para la determinación de sacarosa y azúcares reductores en miel virgen de caña utilizados en el ingenio Pichichí s.a. Universidad tecnológica de Pereira. Trabajo de grado, tecnología Química.

Kaur, S., Kaler, R.S.S. (2008). Dextran and its effect on the flow behaviour of molasses and crystallization rate. Journal of Food Engineering, 86, 55-60.

Klages, F. (1988). Tratado de química orgánica. Tomo III. Editorial Reverté, S.A. Berlín. pp. 319-320.

López, F.A. (1948). Manual práctico de fabricación de azúcar de caña, mieles y siropes invertidos con su control técnico-químico. Cultural S.A. Habana, Cuba. pp 5.

Lupano, C. E. (1997). Crystallization in “Tarassaco” Italian honey studied by DSC. Food Research International, 30, (9), 683-688.

McMurry, J. (2008). Química orgánica. Séptima edición. Cengage Learning Editores S.A. México, DF. pp. 1126-1130.

Narváez, A. (2002) Proyecto de desarrollo tecnológico, capacitación en la obtención de nuevos productos derivados de la caña y el manejo adecuado de la agroindustria panelera municipio de Mocoa Putumayo. Ministerio de agricultura y desarrollo rural. pp 8.

Ortuño, M. A., Montserrat, G.E. (2008) Variables exógenas cualitativas. UOC, universidad virtual. pp 20. Disponible en: <http://books.google.com.co/books?id=iKbgvnziTJcC&pg=PA20&dq=datos+atipicos&hl=es&sa=X&ei=8iu0ULbsOoO29QTF3oDACQ&ved=0CDUQ6AEwAw#v=onepage&q=datos%20atipicos&f=false> Consultado en Noviembre de 2012.

Osorio, G. (2007). Buenas prácticas BPA y buenas prácticas de manufactura BPM en la producción de caña y panela. FAO Colombia.

Pereyra, A., Burin L., Buera, M. (1999). Color changes during storage of honeys in relation to their composition and initial color. Food Research International, 32. 185-191.

Pinheiro, A., Oliveira, F. A., Silva, C. L., Fortuna, S. P. (1993) The influence of pH on the kinetics of acid hydrolysis of sucrose. Journal of food process engineering 1993 vol 17 n 2 pp 191 – 208.

Prada, L. E. Mejoramiento en la calidad de la miel y panela. –Corpoica. Bogotá. Colombia 2002. Disponible en: http://www.agronet.gov.co/www/docs_si2/Mejoramiento%20en%20la%20calidad%20de%20miel%20y%20panela.pdf. Consultado en Diciembre 12, 2011.

Snowdon, J. A., Cliverb, D. (1996) Review article. Microorganisms in honey. International Journal of Food Microbiology, 31, (1-3), 1-26

Swain, R., Jampen, S. (2005). Enzyme treated maple syrup and shelf stable products containing enzyme treated maple syrup, United States Patent 6,936,290.

Stermitz, W. (1988). Química orgánica. Editorial Reverté, S.A. España. pp. 831-832.

Tosi, E., Ré,E., Lucero, H., Bulacio, L. (2004) Effect of honey high-temperature short-time heating on parameters related to quality, crystallisation phenomena and fungal inhibition. Lebensm.-Wiss. u.-Technol. 37 669–678

Valentas, K., Rotstein, E., Singh, P. (1997) Handbook of Food Engineering Practice.CRC Press, LLC. Pp 675.

Venir, E., Spaziani, M., Maltini, E. (2010) Crystallization in “Tarassaco” Italian honey studied by DSC. Food Chemistry 122 (2010) 410–415

13. ANEXOS

Anexo 1

Tabla 10. Contenido de azúcares reductores presentes (% Hbs)

Tratamiento	Jugo	Miel día 1	Miel día 28
A1C1T1	3.06±0.02	11.26±0.35	12.00±0.38
A1C1T2			12.96±0.27
A1C2T1	1.37±0.01	10.48±0.31	10.49±0.30
A1C2T2			10.71±0.22
A2C1T1	3.37±0.04	18.76±1.12	19.11±0.81
A2C1T2			20.33±1.29
A2C2T1	1.27±0.02	13.89±0.94	16.22±0.19
A2C2T2			16.48±0.08

Tabla 11. Contenido de azúcares reductores (g/ml)

Tratamiento	Jugo (g /15000 ml de jugo)	Miel (g /7000 ml de miel)	
		Día 1	Día 28
A1C1T1	488.96 ± 2.77	960.64±25.33	1017.14±27.60
A1C1T2			1089.08±18.72
A1C2T1	229.49±1.92	903.80±23.09	904.55±22.84
A1C2T2			921.50±16.52
A2C1T1	537.87±5.46	1050.51±62.93	1527.19±41.70
A2C1T2			1607.69±71.55
A2C2T1	218.17±4.01	1170.02±67.48	1339.49±16.32
A2C2T2			1357.76±2.84

Tabla 12. Valores de acidez (meq/ g)

Tratamiento	Jugo	Tiempo de almacenamiento de miel (Días)				
		0	7	14	21	28
A1C1T1	0.10±0.01	0.22±0.01	0.22±0.03	0.22±0.01	0.22±0.01	0.21±0.02
A1C1T2			0.20±0.01	0.19±0.01	0.19±0.02	0.19±0.00
A1C2T1	0.10±0.04	0.23±0.00	0.23±0.00	0.23±0.02	0.23±0.02	0.23±0.02
A1C2T2			0.23±0.01	0.22±0.01	0.22±0.01	0.22±0.00
A2C1T1	0.11±0.00	0.30±0.00	0.30±0.01	0.30±0.01	0.30±0.01	0.30±0.00
A2C1T2			0.29±0.01	0.29±0.01	0.29±0.01	0.28±0.01
A2C2T1	0.08±0.02	0.29±0.01	0.29±0.01	0.29±0.00	0.28±0.01	0.28±0.01
A2C2T2			0.28±0.00	0.28±0.01	0.27±0.01	0.26±0.02

Tabla 13. Valores de pH

Tratamiento	Jugo	Tiempo de almacenamiento de miel (Días)				
		0	7	14	21	28
A1C1T1	5.82±0.02	4.40±0.06	4.40±0.05	4.44±0.01	4.44±0.01	4.45±0.09
A1C1T2			4.42±0.05	4.44±0.04	4.45±0.02	4.52±0.04
A1C2T1	5.86±0.07	4.28±0.04	4.29±0.07	4.29±0.05	4.30±0.05	4.30±0.06
A1C2T2			4.31±0.07	4.31±0.07	4.32±0.06	4.33±0.07
A2C1T1	5.83±0.00	4.01±0.06	4.01±0.05	4.03±0.05	4.03±0.05	4.05±0.04
A2C1T2			4.02±0.04	4.10±0.10	4.12±0.06	4.18±0.05
A2C2T1	6.04±0.00	3.95±0.02	3.95±0.03	3.97±0.03	3.97±0.03	3.97±0.03
A2C2T2			3.95±0.04	3.95±0.05	3.99±0.01	4.01±0.02

Tabla 14. Viscosidad de miel (cP)

Tratamiento	Tiempo de almacenamiento (Días)				
	0	7	14	21	28
A1C1T1	923.75±83.09	872.50±84.85	893.75±68.94	956.25±5.30	987.50±21.21
A1C1T2		897.50±77.78	942.50±28.28	940.00±3.54	955.00±3.54
A1C2T1	762.50±98.99	737.50±63.64	745.00±24.75	745.00±24.75	777.50±7.07
A1C2T2		742.50±84.85	755.00±88.39	755.00±74.25	782.50±28.28
A2C1T1	855.00±3.54	837.50±7.07	846.25±68.94	870.00±38.89	885.00±31.82
A2C1T2		817.50±21.21	811.25±12.37	822.50±7.07	827.50±7.07
A2C2T1	840.00±28.28	792.50±63.64	787.50±63.64	803.75±51.27	805.00±45.96
A2C2T2		782.50±42.43	788.75±19.45	792.50±21.21	815.00±17.68

Tabla 15. Cambio de color (ΔE)

Tratamiento	Tiempo de almacenamiento (Días)			
	7	14	21	28
A1C1T1	10.68±0.06	3.65±0.45	17.77±2.45	18.71±2.49
A1C1T2	7.50±0.38	5.55±3.12	18.81±2.35	16.17±1.43
A1C2T1	4.91±2.44	3.42±2.44	12.34±6.56	13.34±9.47
A1C2T2	1.85±1.26	3.36±0.54	7.91±6.86	11.46±6.93
A2C1T1	14.27±0.03	4.91±0.93	24.09±0.37	22.16±1.81
A2C1T2	6.49±2.82	5.87±0.73	21.10±1.28	18.45±0.68
A2C2T1	7.87±0.15	5.34±2.19	12.21±0.01	14.03±1.50
A2C2T2	2.33±0.87	2.25±0.47	13.28±0.71	12.29±3.57

Anexo 2

Análisis estadístico de los tratamientos realizados

El análisis estadístico se realizó considerando un modelo estadístico asociado, una hipótesis nula, una hipótesis alterna y una hipótesis de efectos principales por cada variable de respuesta analizada (acidez, pH, viscosidad, color, azúcares reductores y cristalización).

Modelo estadístico asociado

$$y_{ij(k)} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + \varepsilon_{ij(k)}$$

$y_{ij(k)}$ = (Variable de respuesta) en el i-esimo nivel del factor concentración de ácido fosfórico, j-esimo nivel del factor concentración de sacarosa y al k-esimo nivel del factor temperatura.

μ = Media global o general sin tener en cuenta ningún tratamiento. Con un valor de 4.15 para pH, 0.25meq/mg miel de ácido ascórbico para acidez, 1076 correspondiente al cambio total de (ΔE) para color, 8.97% de azúcares reductores para la variable azúcares reductores, 834.31cp para viscosidad y 1.21% de cristales formados para cristalización.

α_i = Efecto debido al i-esimo nivel del factor concentración de ácido fosfórico.

β_j = Efecto debido al j-esimo factor concentración de sacarosa.

γ_k = Efecto debido al k-esimo factor temperatura de almacenamiento.

$\varepsilon_{ij(k)}$ = Error aleatorio debido a factores no controlados.

Hipótesis

$H0_1 = (\alpha\beta)_{ij} = 0 \quad \forall_{ij}$ (no hay interacción entre el factor concentración de ácido fosfórico y el factor concentración de sacarosa).

$H0_2 = (\alpha\gamma)_{ik} = 0 \quad \forall_{ik}$ (no hay interacción entre el factor concentración de ácido fosfórico y el factor temperatura de almacenamiento).

$H0_3 = (\beta\gamma)_{jk} = 0 \quad \forall_{jk}$ (no hay interacción entre factor concentración de sacarosa y el factor temperatura de almacenamiento).

$Ha_1 = (\alpha\beta)_{ij} \neq 0 \quad \forall_{ij}$ (existe interacción entre el factor concentración de ácido fosfórico y el factor concentración de sacarosa).

$Ha_2 = (\alpha\gamma)_{ik} \neq 0 \quad \forall_{ik}$ (existe interacción entre el factor concentración de ácido fosfórico y el factor temperatura de almacenamiento).

$Ha_3 = (\beta\gamma)_{jk} \neq 0 \quad \forall_{jk}$ (existe interacción entre factor concentración de sacarosa y el factor temperatura de almacenamiento).

Hipótesis de efectos principales

$$Ho = \alpha_1 = \alpha_2$$

$$Ho = \beta_1 = \beta_2$$

$$Ho = \gamma_1 = \gamma_2$$

$$Ha = \alpha_i \neq \alpha_{i'} \quad \forall i \neq i'$$

$$Ha = \beta_j \neq \beta_{j'} \quad \forall j \neq j'$$

$$Ha = \gamma_k \neq \gamma_{k'} \quad \forall k \neq k'$$

Para cada una de las variables de respuesta se utilizó la siguiente regla de decisión, con un $\alpha=0.05$.

$$Fc > F(\text{grados de libertad del tratamiento, grados de libertad del error, } \alpha)$$

$$F(1.8, 0.05) = 5.318$$

$$\alpha > P_r \text{ Tabulado}$$

Tabla 16. ANOVA para la variable de respuesta azúcares reductores

Tratamiento	gl	Seq SS	Adj SS	Adj MS	Fc	Pr
Concentración de ácido fosfórico	1	37.6382	37.6382	37.6382	422.72	0.000
Concentración inicial de sacarosa	1	15.4449	15.4449	15.4449	173.47	0.000
Temperatura de almacenamiento	1	0.1122	0.1122	0.1122	1.26	0.294
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa	1	2.0164	2.0164	2.0164	22.65	0.001
Concentración de ácido*Temperatura de almacenamiento	1	0.0002	0.0002	0.0002	0.00	0.961
Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	0.0400	0.0400	0.0400	0.45	0.522
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	0.0001	0.0001	0.0001	0.00	0.974
Error	8	0.7123	0.7123	0.0890		
Total	15	55.9644				
S = 0.298392 R-Sq = 98.73% R-Sq(adj) = 97.61%						

Tabla 17. Post-anova usando el método de Tukey para azúcares reductores

Concentración de ácido fosfórico	Concentración inicial de sacarosa	Temperatura de almacenamiento	N	Significado	Agrupamiento	
A2	C2	T2	2	12.0	A	
A2	C2	T1	2	11.7	A	
A2	C1	T2	2	9.2	B	
A2	C1	T1	2	9.1	B	
A1	C2	T2	2	8.2	B	C
A1	C2	T1	2	7.9	C	D
A1	C1	T2	2	6.8	D	
A1	C1	T1	2	6.8	D	

Tabla 18. ANOVA para la variable de respuesta acidez

Tratamiento	gl	Seq SS	Adj SS	Adj MS	Fc	Pr
Concentración de ácido fosfórico	1	0.0196000	0.0196000	0.0196000	313.60	0.000
Concentración inicial de sacarosa	1	0.0000250	0.0000250	0.0000250	0.40	0.545
Temperatura de almacenamiento	1	0.0004000	0.0004000	0.0004000	6.40	0.035
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa	1	0.0009000	0.0009000	0.0009000	14.40	0.005
Concentración de ácido*Temperatura de almacenamiento	1	0.0000250	0.0000250	0.0000250	0.40	0.545
Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	0.0001000	0.0001000	0.0001000	1.60	0.242
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	0.0000250	0.0000250	0.0000250	0.40	0.545
Error	8	0.0005000	0.0005000	0.0000625		
Total	15	0.0215750				
S = 0.00790569 R-Sq = 97.68% R-Sq(adj) = 95.65%						

Tabla 19. Post-anova usando el método de Tukey para acidez

Concentración de ácido fosfórico	Concentración inicial de sacarosa	Temperatura de almacenamiento	N	Significado	Agrupamiento
A2	C2	T1	2	0.3	A
A2	C2	T2	2	0.3	A
A2	C1	T1	2	0.3	A
A2	C1	T2	2	0.3	A
A1	C1	T1	2	0.2	B
A1	C1	T2	2	0.2	B
A1	C2	T1	2	0.2	B
A1	C2	T2	2	0.2	B

Tabla 20. ANOVA para la variable de respuesta pH

Tratamiento	gl	Seq SS	Adj SS	Adj MS	Fc	Pr
Concentración de ácido fosfórico	1	0.507656	0.507656	0.507656	216.60	0.000
Concentración inicial de sacarosa	1	0.054056	0.054056	0.054056	23.06	0.001
Temperatura de almacenamiento	1	0.003306	0.003306	0.003306	1.41	0.269
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa	1	0.002256	0.002256	0.002256	0.96	0.355
Concentración de ácido*Temperatura de almacenamiento	1	0.000306	0.000306	0.000306	0.13	0.727
Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	0.001056	0.001056	0.001056	0.45	0.521
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	0.000506	0.000506	0.000506	0.22	0.654
Error	8	0.018750	0.018750	0.002344		
Total	15	0.587894				
S = 0.0484123 R-Sq = 96.81% R-Sq(adj) = 94.02%						

Tabla 21. Post-anova usando el método de Tukey para pH

Concentración de ácido fosfórico	Concentración inicial de sacarosa	Temperatura de almacenamiento	N	Significado	Agrupamiento
A1	C2	T2	2	4.4	A
A1	C2	T1	2	4.4	A
A1	C1	T2	2	4.3	A
A1	C1	T1	2	4.3	A
A2	C2	T2	2	4.1	B
A2	C2	T1	2	4.0	B
A2	C1	T2	2	4.0	B
A2	C1	T1	2	4.0	B

Tabla 22. ANOVA para la variable de respuesta viscosidad

Tratamiento	gl	Seq SS	Adj SS	Adj MS	Fc	Pr
Concentración de ácido fosfórico	1	1785	1785	1785	1.03	0.340
Concentración inicial de sacarosa	1	46118	46118	46118	26.64	0.001
Temperatura de almacenamiento	1	56	56	56	0.03	0.861
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa	1	19252	19252	19252	11.12	0.010
Concentración de ácido*Temperatura de almacenamiento	1	702	702	702	0.41	0.542
Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	132	132	132	0.08	0.789
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	342	342	342	0.20	0.668
Error	8	13849	13849	1731		
Total	15	82236				
S = 41.6064 R-Sq = 83.16% R-Sq(adj) = 68.42%						

Tabla 23. Post-anova usando el método de Tukey para viscosidad

Concentración de ácido fosfórico	Concentración inicial de sacarosa	Temperatura de almacenamiento	N	Significado	Agrupamiento	
A1	C1	T2	2	939.8	A	
A1	C1	T1	2	926.8	A	
A2	C1	T1	2	858.8	A	B
A2	C1	T2	2	826.8	A	B
A2	C2	T1	2	805.8	A	B
A2	C2	T2	2	803.8	A	B
A1	C2	T2	2	759.5		B
A1	C2	T1	2	753.5		B

Tabla 24. ANOVA para la variable de color (ΔE)

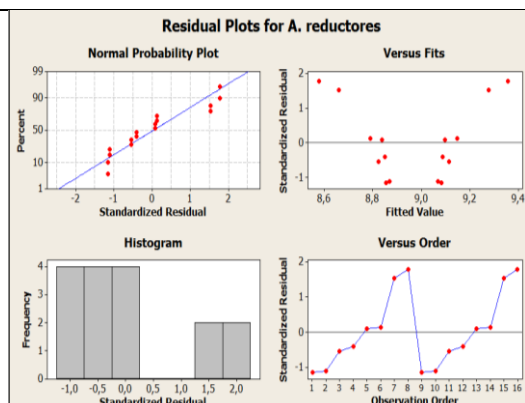
Tratamiento	gl	Seq SS	Adj SS	Adj MS	Fc	Pr
Concentración de ácido fosfórico	1	13.598	13.598	13.598	2.33	0.165
Concentración inicial de sacarosa	1	120.835	120.835	120.835	20.71	0.002
Temperatura de almacenamiento	1	19.206	19.206	19.206	3.29	0.107
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa	1	0.879	0.879	0.879	0.15	0.708
Concentración de ácido*Temperatura de almacenamiento	1	1.762	1.762	1.762	0.30	0.598
Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	0.095	0.095	0.095	0.02	0.902
Concentración de ácido*Concentración inicial de sacarosa*Temperatura de almacenamiento	1	1.843	1.843	1.843	0.32	0.589
Error	8	46.671	46.671	5.834		
Total	15	204.889				
S = 2.41535 R-Sq = 77.22% R-Sq(adj) = 57.29%						

Tabla 25. Post-anova usando el método de Tukey para color

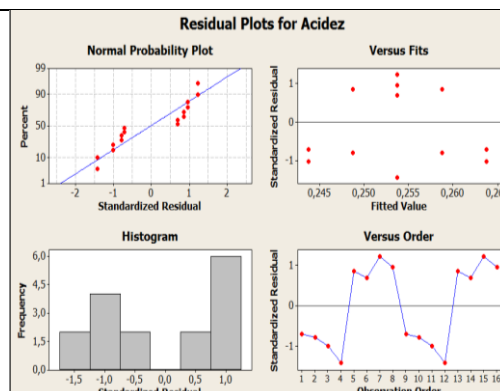
Concentración de ácido fosfórico	Concentración inicial de sacarosa	Temperatura de almacenamiento	N	Significado	Agrupamiento	
A2	C2	T1	2	16.4	A	
A2	C2	T2	2	13.0	A	B
A1	C2	T1	2	12.7	A	B
A1	C2	T2	2	12.0	A	B
A2	C1	T1	2	9.9	A	B
A1	C1	T1	2	8.5	A	B
A2	C1	T2	2	7.5	A	B
A1	C1	T2	2	6.1		B

Validación de supuestos del modelo experimental factorial

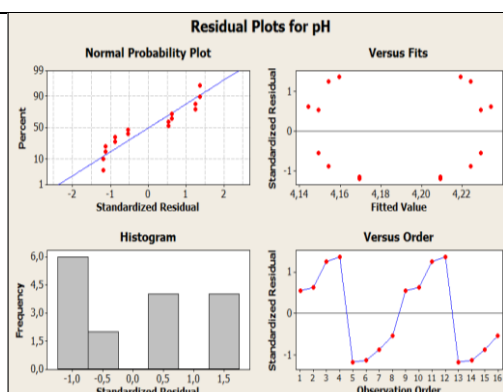
Formacion de azúcares reductores



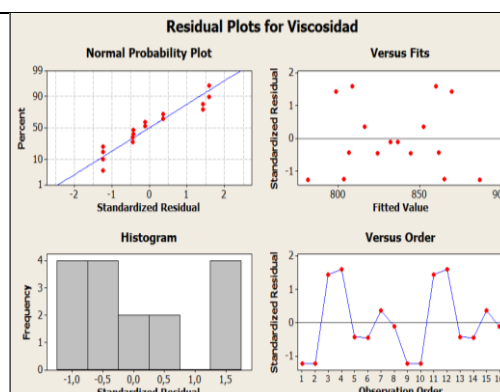
Acidez



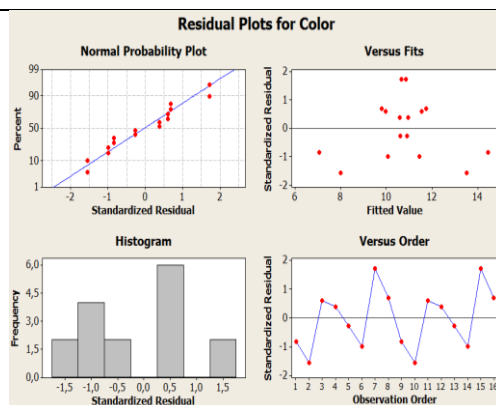
pH



Viscosidad



Variacion de color (ΔE)



Anexo 3

Formato para encuesta análisis sensorial

ANÁLISIS SENSORIAL A MIEL DE CAÑA PANELERA

Universidad del Valle

Ingeniería de alimentos

Por favor llene los siguientes datos:

Edad: _____ Género: _____ Estrato: _____

Para las muestras de miel que usted va a evaluar. Llene los cuadros con el número de la escala para cada pregunta que considere correcto.

1. En una escala de 0 a 9 evalúe la viscosidad de la miel siendo:

0 9

Nada viscosa Muy viscosa

Muestra 221 ☐Muestra 334 ☐Muestra 441 ☐Muestra 556 ☐

2. En una escala de 0 a 9 evalúe el color de la miel siendo:

0 ----- 9

Muy claro Muy oscuro

Muestra 221 ☐Muestra 334 ☐Muestra 441 ☐Muestra 556 ☐

3. En una escala de 0 a 9 evalúe el aroma de la miel siendo:

	0	9
	Poco marcado	Muy marcado
Muestra 221	☐	
Muestra 334	☐	
Muestra 441	☐	
Muestra 556	☐	

4. En una escala de 0 a 9 evalúe el sabor que presenta la miel siendo:

	0	9
	Poco dulce	Muy dulce
Muestra 221	☐	
Muestra 334	☐	
Muestra 441	☐	
Muestra 556	☐	

5. En una escala de 0 a 9 evalúe la acidez de la miel siendo:

	0	9
	Poco ácida	Muy ácida
Muestra 221	☐	
Muestra 334	☐	
Muestra 441	☐	
Muestra 556	☐	

6. En una escala de 0 a 9 evalúe la presencia de partículas sólidas en la miel siendo:

	0	9
	Nula	Alta
Muestra 221	☐	
Muestra 334	☐	
Muestra 441	☐	
Muestra 55	☐	

14. Apéndice

Método de Lane y Eynon para determinación de azúcares reductores y azúcares totales

En soluciones alcalinas, la sacarosa, la glucosa, la fructosa y otros azúcares reductores tienen la propiedad de oxidarse a sus respectivos ácidos carboxílicos, reduciendo el cobre en estado cúprico (Cu^{+2}) a óxido cuproso (Cu^{+1}). El método volumétrico de Lane y Eynon calcula el volumen de una solución de prueba que se requiere para precipitar todo el cobre presente en una cierta cantidad de solución de Fehling de concentración conocida. La oxidación puede ocurrir igualmente en ambiente básico que en ambiente ácido (McMurry, 2008).

El reactivo de Fehling realiza la oxidación alcalina de aldosas y de cetosas que van a transformarse en ácido glucónico. Está compuesto de dos soluciones A y B que deben mezclarse al momento de su uso. La solución A contiene CuSO_4 . La solución B contiene tartrato de sodio en NaOH (McMurry, 2008).

En condiciones especificadas, la cantidad de cobre reducido está en proporción con la cantidad de azúcares reductores presentes. Los métodos de reducción del cobre para determinar la cantidad de azúcares reductores no son estequiométricos, la cantidad de cobre reducido depende de las condiciones de la medición. Por esta razón, en todos los métodos de reducción del cobre deberán cumplir exactamente las condiciones analíticas (Chen, 1996).