



INSTITUTO NACIONAL AUTÓNOMO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS

Fecha de presentación: Marzo 19 del 2012

Estación Experimental: Santa Catalina

Programa / Departamento: Nutrición y Calidad

Componente: Código:
Título: “Validación de un nuevo ensayo y la metodología utilizada para medir viscosidad de diferentes fluidos alimenticios en el equipo analizador de textura TA – XT2i”.

Actividad: Número: 2
Título: “Determinación de viscosidad en bebidas a base de frutas a diferentes concentraciones de sólidos solubles mediante el uso del equipo universal TA – XT2i”.

Ubicación: Provincia: Pichincha
Cantón: Mejía
Parroquia: Cutuglagua
Estación Experimental Santa Catalina

Autor (es): Egda. Nataly Panchi
Ing. Nelly Lara

Fecha de inicio: Marzo 2012

Fecha de terminación: Marzo 2013

Fuentes de financiamiento: SENESCYT: 68,26% (US\$ 9679,28)
INIAP: 31,74% (US\$ 4500,00)

1. ANTECEDENTES.

La reología tiene que ver con el estudio de la relación entre la deformación y flujo de la materia, por tanto es un tema de importancia, en el procesamiento, desarrollo, manufactura y evaluación de la calidad de alimentos, como, en los cálculos de ingeniería y el diseño de procesos (Sahin y Summu., 2009). En el campo de la reología de alimentos líquidos y semisólidos, si un material se deforma y fluye cuando se aplica un esfuerzo muy pequeño, entonces se trata de un fluido con propiedades de flujo definidas (Osorio, 2001), que pueden ser medidas de forma instrumental mediante ensayos empíricos, imitativos y fundamentales (Rosenthal, 2001).

Los líquidos alimenticios como néctares de frutas, son transportados por medio de bombas en alguna etapa del procesamiento o empaque, en tal sentido, en los procesos industriales es importante conocer las propiedades físico-químicas de las sustancias con las que se trabajan ya que estos influyen directamente en el sabor, color y la estabilidad de los mismos (Sahin y Summu., 2009) y en especial la densidad y viscosidad de los fluidos (Mott, 1996).

La viscosidad se utiliza como un indicador cuantitativo de calidad en la industria de los aceites, la petroquímica, de los alimentos, la farmacéutica, la textil, de las pinturas, entre otras (Irving, 1995). Bajo dicha premisa, la viscosidad, es una propiedad físico-química de los fluidos y representa la resistencia de los fluidos al fluir (Ibarz, Barbosa, Garza y Gimeno 2000; Rosenthal, 2001). Dentro de dicho contexto, la viscosidad absoluta representa la viscosidad dinámica del líquido y es medida por el tiempo que tarda en fluir a través de un tubo capilar a una determinada temperatura y presión, mientras que la viscosidad cinemática es la relación entre la viscosidad dinámica y la densidad del fluido (Ibarz, Vicente y Graell, 2006).

Por otro lado, a nivel industrial, existe variedad de equipos, con diferentes diseños, que se utilizan para medir viscosidad (Irving, 1995). Por lo tanto, los resultados que se obtienen varían dependiendo de las unidades en que reportan determinados equipos (Sharma, Mulvaney y Rizvi, 2009). Por lo anterior, los equipos de medición de viscosidad van desde los viscosímetros tipo tubo hasta los tipos rotacionales (Steffe, 1996).

Los viscosímetros de flujo capilar son tubos de vidrio en forma de U, diseñados para fluidos de baja viscosidad (Sahin y Summu, 2009); además son muy simples y asequibles (Alvarado, 2001). Este tipo de viscosímetros es, ampliamente, usado en la industria petrolera para determinar la viscosidad cinemática de los hidrocarburos líquidos (Bourne, 2002), pero la viscosidad cinemática se expresa en las unidades del coeficiente de difusión ($m^2 s^{-1}$), (Sharma, Mulvaney y Rizvi, 2009). Sin embargo, el método de la AOAC (2005a) utiliza este viscosímetro capilar, pero se toma como líquido de referencia agua de densidad y viscosidad conocidas para transformar la viscosidad cinemática en absoluta o dinámica, expresada en unidades de Pa.s, aplicadas en alimentos, por tanto la viscosidad cinemática no es utilizada en la industria de alimentos (Bourne, 2002). En este caso, el gradiente de presión que empuja al fluido, usualmente, se genera por la fuerza de gravedad que actúa sobre el líquido en el capilar y su paso por las marcas capilares se determina visualmente (Sahin y Summu, 2009).

Bajo este mismo principio, destinado a la industria de jugos y néctares de frutas (National Canners Association) se ha desarrollado el viscosímetro capilar Lamb-Lewis, para el chequeo de los estándares de calidad de sus productos (Bourne, 2002). El instrumento es una

especie de jeringuilla de vidrio, fabricada a precisión, con una cámara de 3,8 cm de diámetro interno por 17,8 cm de largo y una prolongación capilar en la base de 3 mm de diámetro interno por 29 cm de longitud (AOAC, 2005b).

Por otro lado, existen equipos de medición que aplican un esfuerzo bien definido con empleo de aire comprimido o por medios mecánicos (Sharma, Mulvaney y Rizvi, 2009), uno de ellos son los reómetros capilares sofisticados que son utilizados en la industria petrolera, los cuales además disponen de un registrador automático del tiempo por barrido de luz, para evitar errores del operador (Bourne, 2002).

También, para la industria de alimentos se han desarrollado los viscosímetros de tubería y capilares de alta presión (Bourne, 2002). El viscosímetro de tubería es parte de la línea de proceso y se aprovecha el sistema de bombas o gas comprimido utilizado para el transporte de los fluidos, por lo tanto, soporta altas presiones como las que se generan en los equipos de procesamiento aséptico de jugos y néctares de frutas. Mientras que los viscosímetros capilares de alta presión puede ser de vidrio, dispone de un pistón o embolo para asegurar un esfuerzo definido y opera con caudales bajos (Steffe, 1996).

Un efecto similar de esfuerzo definido sobre una muestra de fluido de caudal bajo puede ser obtenido mediante el uso de los equipos universales del tipo Instron o TA-XT2i (Steffe, 1996; De Hombre y Díaz, 2001; Bourne, 2002).

El equipo universal TA-XT2i opera a través de un software específico, tanto el funcionamiento, como las mediciones son totalmente computarizadas y posee un sistema de mensajes de aviso en el caso de errores de operación; está diseñado para trabajar con celdas de carga desde 5 kg y una amplia diversidad de accesorios de compresión, tensión y cizalla para ejecutar ensayos como dureza en muestras sólidas y semisólidas (Stable Micro System, 1997). En el caso de muestras líquidas, en este equipo, se ha evaluado la medición de propiedades reológicas en soluciones azucaradas de hasta 60% de sólidos solubles y coeficientes de variación no mayores al 10% (Yugsi, 2011). Sin embargo un estudio desarrollado por (Tripaldi, Velín, Chialvo y Rojas, 2007), indica la aplicación de un esfuerzo mecánico sobre el embolo de la jeringuilla de 5 ml mediante pesas de calibración de valores conocidos.

En el caso de mediciones reológicas de soluciones de azúcar en agua de 0 a 60°Brix (azúcar blanca, azúcar morena y panela granulada), se ha demostrado que los valores de viscosidad absoluta, obtenidos con los viscosímetros Canno-Fenske, no permiten distinguir entre los tres tipos de edulcorantes utilizados, con una ligera diferenciación en forma gráfica a 60°Brix.

A diferencia de los viscosímetros Cannon-Fenske, el equipo universal TA-XT2i es más eficiente, ya que permite distinguir claramente entre los tres tipos de edulcorantes en función a la variación del °Brix, lo cual demuestra que el nivel de detección de la resistencia al flujo, evaluado mediante el diferencial de presión TA-XT2i, es mejor respecto a la medición del tiempo en los viscosímetros capilares. En este estudio, a cambio de la exactitud se ha interpretado las mediciones reológicas de ensayo empírico en función a los valores de viscosidad absoluta, resaltando que en estas correlaciones prevalece el efecto de diferenciación entre tipos de azúcar debido a la sensibilidad del equipo (Lara y Yugsi, 2012).

En el tema de manejo y restitución de propiedades de zumos de frutas, diversos autores han

establecido relaciones matemáticas tipo potencial y exponencial entre el contenido de sólidos solubles y la viscosidad (Ibarra, Vicente y Graell, 2006; Rao, Cooley y Vitali, 1984; Vitali y Rao, 1984; Alvarado, 1996). Costell y Durán (1982), menciona que el contenido y tipo de pectinas y de pulpa afecta al comportamiento reológico de los jugos en mayor medida que los azúcares solubles, pues la diferente composición de los frutos considerados explica su comportamiento particular.

2. JUSTIFICACIÓN

Muchos productos naturales y elaborados, constituyen índices de calidad, entre ellos un parámetro fundamental, viscosidad; sin embargo, los datos publicados para jugos son limitados, de tal manera se busca ampliar la información existente de algunos jugos de frutas, en especial néctar de durazno, mango y manzana para su uso en cálculos de ingeniería y desarrollo de tecnologías. El mercado de bebidas de frutas naturales tiene importancia a nivel mundial y bajo los estándares de calidad establecidos se muestra como una interesante oportunidad para la investigación dentro de la agroindustria ecuatoriana, especialmente, porque Ecuador se encuentra ya formando parte de las listas de los principales productores de bebidas de frutas para el consumo de su población. Se trabajarán con néctar de frutas especialmente, porque estudios anteriores sobre viscosidad mencionan que se puede definir una relación matemática con significado estadístico entre los grados Brix y la viscosidad por cada producto en forma individual.

De tal manera en el contexto de especificaciones de los jugos de frutas y la disponibilidad de un nuevo ensayo de mediciones reológicas para el control de los estándares de calidad de estos productos, el uso del equipo universal TA-XT2i operado por el software TextureExpert, podría convertirse en un mecanismo para la detección de adulteraciones por adición de sólidos solubles ajenos a los constituyentes propios del jugo. Además este ensayo operado por una celda de carga de apenas 5Kg, significa un escalamiento en referencia a la propuesta académica de Tripaldi para la medición reológica de alimentos.

Se sabe que los néctares de fruta son diferentes en base a su composición (sólidos solubles, tipos de pectina que son aportados por las frutas constituyentes), por tal razón es de interés conocer su comportamiento reológico en función a la variación del contenido de sólidos solubles de los néctares de manzana, durazno y mango, para esto, se busca obtener datos que permitan, la comparación estadística de las tendencias matemáticas, tanto de las curvas de las mediciones reológicas obtenidas en el equipo universal TA-XT2i, así como también de las curvas de viscosidad absoluta evaluadas mediante un método fundamental con un viscosímetro de tubo capilar, para que de esta manera se pueda establecer similitudes o diferencias estadísticas entre estos parámetros.

En la industria de néctares y jugos de frutas, de la mano de los adelantos en este campo para potenciar productos dentro de los estándares de calidad deben ir las pruebas instrumentales que permitan evaluar parámetros reológicos que ayuden a diferenciar los niveles de viscosidad de los productos.

Con el tema propuesto en este estudio, pretendemos estar en la capacidad de convertirnos en un departamento pionero a nivel internacional, ya que la información generada puede servir de base para el desarrollo de un accesorio para el ensayo de medición de propiedades reológicas de los fluidos líquidos mediante el uso de este tipo de equipos universales de esta manera será una alternativa que estará al alcance de las procesadoras de frutas a nivel

nacional y mundial, ya que los equipos universales del tipo TA-XT2i podrán ser utilizado para los puntos de control en las líneas de néctares y jugos.

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo General

3.1.1 “Determinar la viscosidad en bebidas a base de frutas a diferentes concentraciones de sólidos solubles mediante el uso del equipo universal TA – XT2i”.

3.2. Objetivos Específicos

3.2.2. Evaluar el uso de dos jeringuillas de vidrio de diferente volumen y área como nuevos accesorios del equipo universal TA-XT2i para las mediciones instrumentales de viscosidad en néctar de manzana, durazno y mango a diferentes concentraciones de sólidos solubles.

3.2.3. Determinar la variación de la viscosidad absoluta de los néctares de manzana, durazno y mango a diferentes concentraciones de sólidos solubles mediante el tiempo transcurrido por las marcas capilares del viscosímetro.

3.2.4. Establecer los modelos matemáticos que interpreten las mediciones instrumentales del equipo universal TA-XT2i en función a la viscosidad absoluta de los néctares de manzana, durazno y mango a diferentes concentraciones de sólidos solubles.

4. HIPÓTESIS

Ho = No se consigue determinar la viscosidad en bebidas a base de frutas a diferentes concentraciones de sólidos solubles mediante el uso del equipo universal TA – XT2i

5. MATERIALES Y METODOS

5.1 MATERIALES

5.1.1 Insumos

Néctar de manzana, durazno y mango.

5.1.2 Materiales de laboratorio

Pipetas de 5ml y 10ml, balón de aforo, picatas, buretas 50 ml, barras magnéticas, cronómetro, jeringuillas de vidrio (2 -10) ml, termómetro (-20 - 150 +) °C, vasos de precipitación 50 ml hasta 4000ml, espátulas, soporte universal, pinza metálica, pera de succión.

5.1.3 Equipos de laboratorio

Balanza analítica (Boeco), brixómetro, conductímetro HACH, accesorios texturómetro (jeringuilla), densímetros CI – USA (1,0 a 1,4 gr/cc), estufa precisión scientific, texturómetro (textura analizar, Stable Micro System con celda de carga de 5kg), viscosímetro tipo Cannon – Fenske, plancha magnética.

5.2 METODOLOGÍA

Las pruebas experimentales serán ejecutadas en el Dpto. de Nutrición y Calidad (DCN) de la Estación Experimentas Santa Catalina, INIAP. Se utilizarán muestras comerciales de néctares de manzana, durazno y mango, adquiridas localmente.

5.2.1 Preparación y caracterización de muestras

Para llevar a cabo las diferentes mediciones en el texturómetro y demás pruebas, por réplica se preparará muestras de 500ml (unidad experimental) de néctar a 0, 3, 6, 9 y 12% de sólidos solubles (°Brix), para ajustar a estos valores se realizará un balance de materiales tomando en cuenta su porcentaje de sólidos solubles inicial (Anexo 1). La referencia 0% de sólidos solubles será agua destilada. Adicionalmente, se verificará la densidad, gravedad específica, sólidos totales, acidez, pH y conductividad en las muestras preparadas. Las muestras se mantendrán a temperatura de 20°C.

Densidad y gravedad específica.-Se determinará mediante un juego de 8 densímetros CI — USA, con un rango de 0,7 a 1,8 (g/ml).

Sólidos totales.- El método empleado para la determinación de humedad será mediante la diferencia de pesos después de desecar.

Acidez.- Por el método oficial de la AOAC 2005, se determinará la acidez de las muestras mediante una valoración ácido-base.

pH.- Se utilizará un pH – metro de precisión Modelo 3510 de sobremesa para obtener por lectura directa, el valor pH de la muestra.

Conductividad eléctrica.- Se utilizará el medidor Accumet Basic (Fisher Scientific AB300), marca HACH, provisto de un electrodo para determinación directa de conductividad eléctrica.

5.2.2 Mediciones reológicas

5.2.2.1. Factores en estudio (variables independientes)

Factor A: Jeringuillas de vidrio

a₀: Jeringuilla A (10ml; 13,87mm diámetro del émbolo de vidrio)

a₁: Jeringuilla B (20ml; 19,13mm diámetro del embolo de vidrio)

Factor B: Muestras

b₀: Néctar de Manzana

b₁: Néctar de Durazno

b₂: Néctar de Mango

Factor C: Concentraciones de sólidos solubles

- c₀: 0°BRIX
- c₁: 3 °BRIX
- c₂: 6°BRIX
- c₃: 9 °BRIX
- c₄: 12°BRIX

5.2.2.2.Tratamientos

Se tiene 30 tratamientos, que resultan de las combinaciones de los factores en estudio (AxBxC) con dos niveles del factor A, 3 niveles del factor B y 5 niveles del factor C.

Cuadro No. 1: Tratamientos en estudio

Nº	Tratamientos	Descripción
1	a ₀ b ₀ c ₀	Jeringuilla A - Agua (°Brix 0)
2	a ₀ b ₀ c ₁	Jeringuilla A - Néctar(Manzana) - 3 °BRIX
3	a ₀ b ₀ c ₂	Jeringuilla A - Néctar(Manzana) - 6 °BRIX
4	a ₀ b ₀ c ₃	Jeringuilla A - Néctar(Manzana) - 9 °BRIX
5	a ₀ b ₀ c ₄	Jeringuilla A - Néctar(Manzana) - 12 °BRIX
6	a ₀ b ₁ c ₀	Jeringuilla A - Agua (°Brix 0)
7	a ₀ b ₁ c ₁	Jeringuilla A - Néctar(Durazno) - 3 °BRIX
8	a ₀ b ₁ c ₂	Jeringuilla A - Néctar(Durazno) - 6 °BRIX
9	a ₀ b ₁ c ₃	Jeringuilla A - Néctar(Durazno) - 9 °BRIX
10	a ₀ b ₁ c ₄	Jeringuilla A - Néctar(Durazno) - 12 °BRIX
11	a ₀ b ₂ c ₀	Jeringuilla A - Agua (°Brix 0)
12	a ₀ b ₂ c ₁	Jeringuilla A - Néctar(Mango) - 3 °BRIX
13	a ₀ b ₂ c ₂	Jeringuilla A - Néctar(Mango) - 6 °BRIX
14	a ₀ b ₂ c ₃	Jeringuilla A - Néctar(Mango) - 9 °BRIX
15	a ₀ b ₂ c ₄	Jeringuilla A - Néctar(Mango) - 12 °BRIX
16	a ₁ b ₀ c ₀	Jeringuilla B - Agua (°Brix 0)
17	a ₁ b ₀ c ₁	Jeringuilla B - Néctar(Manzana) - 3 °BRIX
18	a ₁ b ₀ c ₂	Jeringuilla B - Néctar(Manzana) - 6 °BRIX
19	a ₁ b ₀ c ₃	Jeringuilla B - Néctar(Manzana) - 9 °BRIX
20	a ₁ b ₀ c ₄	Jeringuilla B - Néctar(Manzana) - 12 °BRIX
21	a ₁ b ₁ c ₀	Jeringuilla B - Agua (°Brix 0)
22	a ₁ b ₁ c ₁	Jeringuilla B - Néctar(Durazno) - 3 °BRIX
23	a ₁ b ₁ c ₂	Jeringuilla B - Néctar(Durazno) - 6 °BRIX
24	a ₁ b ₁ c ₃	Jeringuilla B - Néctar(Durazno) - 9 °BRIX
25	a ₁ b ₁ c ₄	Jeringuilla B - Néctar(Durazno) - 12 °BRIX
26	a ₁ b ₂ c ₀	Jeringuilla B - Agua (°Brix 0)
27	a ₁ b ₂ c ₁	Jeringuilla B - Néctar(Mango) - 3 °BRIX
28	a ₁ b ₂ c ₂	Jeringuilla B - Néctar(Mango) - 6 °BRIX
29	a ₁ b ₂ c ₃	Jeringuilla B - Néctar(Mango) - 9 °BRIX
30	a ₁ b ₂ c ₄	Jeringuilla B - Néctar(Mango) - 12 °BRIX

5.2.2.3 Unidad experimental

Para cada tratamiento se utilizara 500 ml de las muestras preparadas, caracterizadas y mantenidas a 20°C.

5.2.2.4 Diseño experimental

Se aplicará el diseño de bloques con arreglo factorial AxBxC de 30 tratamientos, los cuales serán evaluados mediante 3 réplicas con un total de 90 pruebas experimentales.

5.2.2.5 Análisis estadístico

CuadroNo.2: Esquema análisis de varianza (ADEVA)

Fuente de variación	Grados de libertad
TOTAL	89
Réplicas	2
Factor A (Jeringuillas)	1
Factor B (Muestras)	2
Factor C (Concentración sólidos solubles)	4
Interacción AB (Jeringuilla – Muestras)	2
Interacción AC (Jeringuilla – Concentración)	4
Interacción BC (Muestras – Concentración)	8
Interacción AxBxC	8
Error experimental	58

5.2.2.6 Análisis funcional

Se aplicará análisis de regresión para las curvas de las mediciones instrumentales TA-XT2i en función al contenido de sólidos solubles, análisis de varianza, pruebas de significancia para las variables respuesta que resulten significativas. Se usará el software Statgraphics CENTURION IV.

5.2.2.7 Variables y métodos de evaluación

Variables respuesta

- Presión inicial (lbf/plg²)
- Presión Final (lbf/plg²)
- Tiempo (s)
- Área de la curva (lbf x plg⁻² x s)

Métodos de evaluación

Las variables respuesta o de medición se obtendrán mediante el equipo universal TA-XT2i.

5.2.2.8 Precisión

Los valores de repetitividad se obtendrán mediante 5 determinaciones por cada ensayo. Los valores se basan en datos obtenidos en el equipo universal TA – XT2i mismos que se realizarán 3 tratamientos por día, con un total de 15 mediciones para 3 tratamientos, verificando que el coeficiente de variación entre mediciones por tratamiento no sea mayor al 10%. De tal modo que cada réplica se realizará en un intervalo de 15 días.

Para buscar la precisión del equipo universal TA-XT2i, específicamente su repetitividad, las mediciones lo ejecutará el mismo operador cada día.

5.2.2.9 Manejo específico del experimento

Inicialmente se crea un proyecto (Anexo II) para la ejecución del ensayo en el equipo TA-XT2i mediante el programa que muestra el software TextureExpert. A continuación, se calibra la sonda (émbolo) (Anexo II) con muestras de agua destilada (0°Brix) y finalmente se ejecuta el ensayo de medida de las fuerzas de compresión (esfuerzo) sobre la muestra de néctar de frutas. Al entrar en contacto con el émbolo situado en la marca de 5 ml, se tiene la medida de presión inicial y al llegar el émbolo a la marca de 2ml se obtiene la medida de presión final. Después de ejecutado el ensayo, el brazo del equipo TA-XT2i regresa a su posición inicial. El descenso del émbolo provoca el desplazamiento de 3ml de muestra desde la jeringuilla al frasco, el cual será utilizado como soporte de la jeringuilla y receptor de la muestra desalojada.

Por muestra se realiza en un total de 5 determinaciones, después de lo cual el émbolo y la jeringuilla son lavados y secados cuidadosamente. La muestra recogida en el frasco es descartada después de cada medición y el frasco es lavado en agua corriente.

De la forma descrita, las muestras de los tres néctares de frutas de 0, 3, 6, 9 y 12°Brix serán medidas a 20°C. El ensayo se ejecutará con tres repeticiones.

Cálculo de viscosidad

El cálculo de la viscosidad se realizará por dos métodos:

1. En función del área bajo la curva, delimitada por las marcaciones de presión inicial y final.
2. Con base en los fundamentos teóricos del viscosímetro de tubo capilar, de diámetro y longitud conocida.

Para el cálculo de la viscosidad, se transforman las unidades de esfuerzo inicial y final de [(lb x /plg²).s], que se reporta en la ejecución del ensayo a unidades del sistema internacional (Pa. x s) para resultados de fluidos alimenticios (Bourne, 2002; AOAC INTERNACIONAL, 2005b). Por último los datos serán reemplazados en la ecuación (1) tomada de Singh y Heldman, (2009).

$$\mu = \frac{\pi \Delta P R^2}{8 L \dot{V}} \quad [1]$$

Dónde:

μ = Viscosidad absoluta (Pa.s)

π = 3,1416

ΔP = Diferencia de presiones (Pa.s)

R^2 = radio (m)

L = Longitud (m)

V = Caudal (m³/s)

5.2.3 Medición de la viscosidad absoluta

5.2.3.1 Factores en estudio (variables independientes)

Factor A: Muestrasa₀: Néctar de Manzanaa₁: Néctar de Duraznoa₂: Néctar de Mango**Factor B: Concentraciones de sólidos solubles**b₀: 0°BRIXb₁: 3 °BRIXb₂: 6°BRIXb₃: 9 °BRIXb₄: 12°BRIX**5.2.3.2 Tratamientos**

Se tiene 15 tratamientos, que resultan de las combinaciones de los factores en estudio (AxB) con 3 niveles del factor A y 5 niveles del factor B.

Cuadro No. 3: Tratamientos en estudio

Nº	Tratamientos	Descripción
1	a ₀ b ₀	Agua (°Brix 0)
2	a ₀ b ₁	Néctar(Manzana)- °BRIX 3
3	a ₀ b ₂	Néctar(Manzana) - °BRIX 6
4	a ₀ b ₃	Néctar(Manzana) - °BRIX 9
5	a ₀ b ₄	Néctar(Manzana) - °BRIX 12
6	a ₁ b ₀	Agua (°Brix 0)
7	a ₁ b ₁	Néctar(Durazno) - °BRIX 3
8	a ₁ b ₂	Néctar(Durazno) - °BRIX 6
9	a ₁ b ₃	Néctar(Durazno) - °BRIX 9
10	a ₁ b ₄	Néctar(Durazno) - °BRIX 12
11	a ₂ b ₀	Agua (°Brix 0)
12	a ₂ b ₁	Néctar(Mango) - °BRIX 3
13	a ₂ b ₂	Néctar(Mango) - °BRIX 6
14	a ₂ b ₃	Néctar(Mango) - °BRIX 9
15	a ₂ b ₄	Néctar(Mango) - °BRIX 12

5.2.3.3 Unidad experimental

Para cada tratamiento se utilizara 500 ml de las muestras preparadas, caracterizadas y mantenidas a 20°C.

5.2.3.4 Diseño experimental

Se aplicará el diseño de bloques con arreglo factorial AxB de 15 tratamientos, los cuales al ser evaluados mediante 3 réplicas, da en total 45 pruebas experimentales. Para cada prueba experimental se realizará 5 determinaciones, acumulando un total de 225 ensayos de medición de la viscosidad absoluta.

Además, para una comparación de resultados de viscosidad absoluta en néctar de frutas, el ensayo se realizará con cerveza aplicando el método de la AOAC (2005a), para de esta manera encontrar posibles similitudes o diferencias estadística y matemáticamente. Esta operación la realizará el mismo operador.

5.2.3.5 Análisis estadístico

Cuadro No.4: Esquema análisis de varianza (ADEVA)

Fuente de variación	Grados de libertad
TOTAL	44
Réplicas	2
Tipo de néctar	2
Concentración	4
Interacción A x B	8
Error experimental	28

5.2.3.6 Análisis funcional

Se aplicará análisis de regresión para las curvas de viscosidad absoluta en función al contenido de sólidos solubles, análisis de varianza y pruebas de significancia. Se usará el software Statgraphics CENTURION IV.

5.2.3.7 Variables y métodos de evaluación

Variables respuesta

- Tiempo (s)
- Gravedad específica

Métodos de evaluación

Se utilizará el método descrito en la AOAC INTERNATIONAL 974.07 (2005a), para determinar la viscosidad absoluta a partir de la viscosidad cinemática.

5.2.3.8 Manejo específico del experimento

Las variables respuesta o de medición se obtendrán mediante el uso del viscosímetro tipo tubo capilar Cannon – Fenske, tamaño ASTM: 200, de acuerdo a lo indicado en la Tabla 1.

Tabla 1. Especificaciones del viscosímetro de tipo tubo capilar Cannon – Fenske, de acuerdo a la concentración de sólidos solubles presentes en las muestras.

Muestras de néctar	Viscosímetro tamaño ASTM	Rango de viscosidad
(°Brix)	(Cannon – Fenske)	cSt*
0–12	200	3 – 100

* Unidad de viscosidad cinemática centi Stokes

El viscosímetro del tamaño ASTM requerido será colocado en un recipiente con agua a 20°C ajustado a un soporte universal por medio de una pinza metálica y seguidamente se dejará temperar el sistema por 10 minutos. Con una pipeta DROPTTEK (1000uL) se trasvasará 7ml de muestra, por el tubo de mayor diámetro del viscosímetro del rango deseado, luego se absorberá con una pera de succión para que el líquido empiece por gravedad a fluir por el capilar. Con un cronómetro marca THOMAS SCIENTIFIC, se tomará el tiempo que se demora en pasar el néctar desde el enrase superior al enrase inferior del capilar del viscosímetro. A continuación, se seguirá el mismo procedimiento con agua destilada y con el resto de muestras.

Cálculo de viscosidad absoluta

Para determinar la densidad de la muestra y al dividir para el dato de la densidad de agua a la misma temperatura (Singh y Heldman 2009), se determinará la gravedad específica de

cada muestra.

Los datos obtenidos se reemplazarán en la ecuación 2, propuesta en el método de la AOAC INTERNACIONAL, (2005a) para calcular la viscosidad absoluta.

$$\mu = \frac{\text{Tiempo de flujo de muestra a } 20^{\circ}\text{C} + \text{Gravedad específica de muestra} \cdot 1,002}{\text{Tiempo de flujo del agua a } 20^{\circ}\text{C}} \quad [2]$$

5.2.4 Interpretación de las mediciones instrumentales

Para evaluar la validez de las mediciones reológicas del equipo universal TA-XT2i se realizarán las siguientes correlaciones:

- Los resultados de las mediciones instrumentales (TA-XT2i) de la jeringuilla A en función a los resultados de las mediciones instrumentales (TA-XT2i) de la jeringuilla B.
- Se interpretará matemáticamente la relación entre las mediciones reológicas de las jeringuillas A y B (TA-XT2i) y la viscosidad absoluta (viscosímetro Cannon – Fenske).
- Los resultados de las mediciones instrumentales, de la jeringuilla A y B (TA-XT2i) y viscosidad absoluta en función a la densidad, acidez y conductividad eléctrica de los néctares de diferente contenido de sólidos solubles.

CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

Nº	Actividades	Tiempo Trimestre – Mes											
		I			II			III			IV		
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	ADIESTRAMIENTO EN EL MANEJO DEL EQUIPO	x											
2	PRUEBAS PRELIMINARES		x	x									
3	REVISIÓN DE BIBLIOGRAFICA	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x		
4	ELABORACION Y REESTRUCTURACION DEL PLAN			x	x								
5	FASE EXPERIMENTAL				x	x	x	x	x				
6	EVALUACIÓN DE RESULTADOS								x	x			
7	REDACCION DEL PROYECTO DE TITULACIÓN									x	x		
8	PRESENTACIÓN DEL BORRADOR											x	
9	REDACCION DEL INFORME FINAL												x

7. PRESUPUESTO

PRESUPUESTO DETALLADO	Costo Total	
	SENECYT	INIAP
RUBROS		
RECURSO HUMANO (Becaria)	4800,00	0,00
MUESTRAS COMERCIALES (Néctares: manzana, durazno y mango)	171,00	0,00
MATERIAL DE LIMPIEZA	244,59	0,00
MATERIAL DE LABORATORIO	702,86	0,00
MATERIALES FUNGIBLES	3127,02	0,00
MANEJO DE RESULTADOS SOFTWARE TEXTURE EXPERT	67,75	0,00
EDICION DE BORRADORES Y TESIS	987,00	0,00
USO EQUIPO UNIVERSAL TA-XT2i	0,00	4500,00
SUBTOTAL	9397,36	4500,00
IMPREVISTOS 3%	281,92	0,00
TOTAL	9679,28	4500,00
PORCENTAJE	68,26	31,74

8. BIBLIOGRAFIA

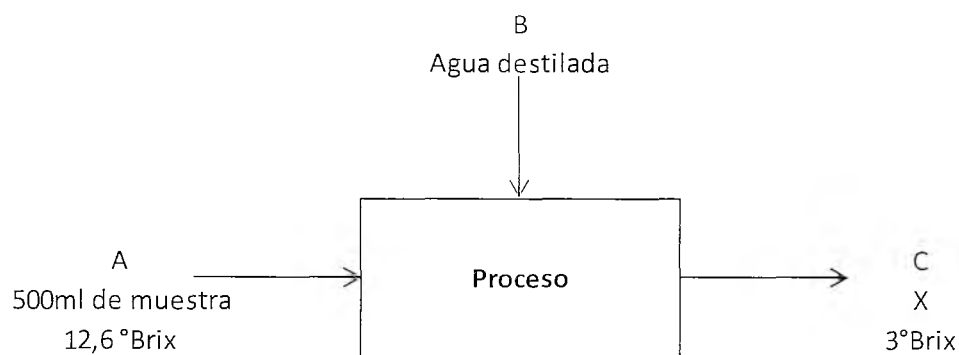
1. Alvarado, J. de D. 1996. Introducción a la Ingeniería de los Alimentos. Impreso Radio Telecomunicaciones, p. 219-225.
2. Alvarado, J. de D. 2001. Viscosidad”, En: Métodos para medir propiedades físicas en Industrias de alimentos. (eds) Juan de Dios Alvarado y José Miguel Aguilera. Editorial Acribia, S.A. Zaragoza, España. P. 93.
3. Association of Official Analytical Chemist (AOAC). 2005a. Methods of analysis of AOAC International. 18 th edition, AOAC International. Maryland, United States. Chapter 27. p.3.
4. Association of Official Analytical Chemist (AOAC). 2005b. Methods of analysis of AOAC International. 18 th edition, AOAC International. Maryland, United States. Chapter 37. p.3-4.
5. Bourne M. 2002. Food texture and viscosity: Concept and measurement. Food Science and Technology, International Series. 2da. Edición, Academic Press. New York, U.S.A. p. 73-93, 77, 229-242
6. Costell, E. y Durán, L. 1982. Reología físico – química de los zumos y purés de fruta. *Rev. Agroquímica. Tecnol. Aliment.* 22, pp. 80-94.
7. De Hombre R; Díaz A. 2001. Textura de sólidos y semisólidos, En: Métodos para medir propiedades físicas en industrias de alimentos. (eds) Juan de Dios Alvarado y José Miguel Aguilera. Editorial Acribia, SA. Zaragoza, España. p. 119-130.
8. Ibarz, A; Barbosa, G; Garza, S; Gimeno, V. 2000. Métodos experimentales en la ingeniería de alimentos. Editorial Acribia SA. Zaragoza, España. p. 45-46.
9. Ibarz, A; Vicente, M; Graell, J. 2006. Rheological behavior of apple juice and pear juice and their concentrates. *Journal of Food Engineering*, 6: 257 – 267
10. Irving, Shames H. Mecánica de Fluidos. 3ra.ed. Colombia: Mc Graw-Hill Interamericana, S.A, 1995.
11. Lara N. y Yugsi E. Rheological measurements of sugar solutions using a glass syringe as accessory for the universal testing machine: Part I Empirical interpretation against absolute viscosity. (2012), Artículo científico en revisión de idioma.
12. Mott, Robert. Mecánica de Fluidos Aplicada. 4ta.ed. México DF: Prentice Hall Hispanoamericana, S.A., 1996.
13. Osorio, F. 2001. Propiedades reológicas de los alimentos fluidos, En: Métodos para medir propiedades físicas en industrias de alimentos”, (eds) Juan de Dios Alvarado y José Miguel Aguilera. Editorial Acribia, S.A. Zaragoza, España, p. 89-108.

14. Rao, M A; Cooley, H J; Vitali, A A. 1984. Flow properties of concentrated juices at low temperatures. *Food Technology*, 38(3): p. 113 – 119.
15. Rosenthal, A. 2001. Relación entre mediciones instrumentales y sensoriales de la textura de alimentos. En: *Textura de los alimentos. Medida y Percepción*, (ed) Andrew J. Rosenthal. Editorial Acribia, S.A. Zaragoza, España. p. 7 – 13.
16. Sahin, S; Sumnu, SG. 2009. *Propiedades físicas de los alimentos*. Editorial Acribia, S.A. Zaragoza, España. p. 45-83.
17. Sharma S; Mulvaney S; Rizvi S. 2009. *Ingeniería de alimentos; Operaciones unitarias y prácticas de laboratorio*, Editorial Limusa, S.A. Grupo Noriega Editores, Balderas, México. p. 56-59.
18. Singh, R. P; Heldman, D R. 2009. *Introducción a la ingeniería de los alimentos*. 2da. Edición. Academic Press, Inc. Editorial Acribia, S.A. Zaragoza, España. p. 61 – 66, 125 – 126.
19. Stable Micro Systems Ltd. 1997. *User Manual Texture Analyser, version 1*, Editorial Godalming, YL, United Kingdom.
20. Steffe, J. 1996. *Rheological Methods in Food Process Engineering*. Freeman Press editorial. Michigan, USA. p. 207 – 209.
21. Tripaldi, P; Velín, T; Chialvo, L; Rojas, C. 2007. Propuesta de una práctica de Reología de alimentos. *Memorias Alimentos Ciencia e Ingeniería, VI Congreso Iberoamericano de Ingeniería en Alimentos*. Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos, Universidad Técnica de Ambato. Ambato, Ecuador. p. 347 – 349.
22. Vitali, A; Rao, M. 1992. Flow properties of low – pulp concentrated orange juice: serum viscosity and effect of pulp content. *Journal of Food Science*. 49: 876 – 881.
23. Yugsi E. 2011. *Desarrollo de un nuevo ensayo instrumental de reología para evaluar la viscosidad en miel de panela y jarabes de azúcar a diferentes concentraciones*. Tesis previa a la obtención del Título de Ingeniero Agroindustrial. Facultad de Química y Agroindustrias, EPN. Quito, Ecuador. 258 p.

ANEXO I

Ajuste de °Brix mediante balance de materiales

Para el balance de materiales se ha considerado el peso de 500 ml.



$$\begin{aligned} \text{Entrada} &= \text{Salida} \\ A + B &= C \end{aligned}$$

Resolución mediante un sistema de dos ecuaciones con el peso conocido (gr) de 500 ml y el contenido inicial de sólidos solubles (°Brix) del néctar.

1. Balance total: $A + B = C \rightarrow B = C - 500(1)$

2. Balance de sólidos solubles: $12,6 \times A + 0 \times B = 3C$

Resolución:

$$\begin{aligned} A + B &= C \quad (12,6) \\ 12,6A &= 3C \quad (-1) \end{aligned}$$

$$\begin{array}{r} 12,6A + 12,6B = 12,6C \\ -12,6A = -3C \\ \hline 12,6B = 9,6C(2) \end{array}$$

Reemplazo 1 en 2

$$\begin{aligned} 12,6(C - A) &= 9,6C \\ 12,6C - 12,6(500) &= 9,6C \end{aligned}$$

$$\left. \begin{aligned} C &= 2100 \text{ gr néctar} \\ B &= 1600 \text{ gr agua} \end{aligned} \right\} 3^\circ \text{ Brix}$$

ANEXO II

EJECUCIÓN DEL ENSAYO

1. Creación del proyecto para la ejecución del ensayo en el equipo TA-XT2i

Siguiendo el procedimiento de operación del software Texture Expert (Stable Micro System, 1997) y con la guía de uso del equipo, se creará un nuevo proyecto para la ejecución del ensayo de reología. El proyecto en sí, consta de una carpeta operativa en la cual deben ser archivadas las subcarpetas: parámetros, macro (conjunto de comandos que se requiere fijar en el software del equipo analizador de textura, para que interprete los movimientos del equipo y transforme los datos obtenidos, en resultados cuantificados), gráficos y resultados. En tal sentido, la ejecución de todos los ensayos de mediciones instrumentales del equipo TA-XT2i se fundamenta en los siguientes aspectos:

- Definición de las condiciones de operación, incluido la celda de carga y el accesorio a utilizar.
- Fijación de los parámetros seleccionados para el funcionamiento del equipo TA-XT2i.
- Creación de la macro para la presentación de datos y resultados.
- Selección de las unidades de expresión de gráficos y resultados de las mediciones instrumentales.
- Ejecución de ensayo, el cual incluye la selección y calibración del accesorio o sonda.

2. Calibración del equipo y fijación de los parámetros de trabajo

Este paso es necesario únicamente por cambio de lugar del equipo o cada vez que requiera cambiar la celda de carga.

Los parámetros fijados para el ensayo son (Yugsi, 2011):

- Medida de fuerza en compresión
- Volver al inicio
- Velocidad de pre-ensayo : 1,5mm/s
- Velocidad de ensayo : 1,5mm/s
- Velocidad post – ensayo : 10mm/s
- Distancia : 12mm
- Fuerza : 20g
- Data acquisition rate : 250pps

a. Creación de la macro

La macro es un conjunto de comandos obtenidos que se requiere fijar en el software del equipo analizador de textura, para que interprete los movimientos del equipo y transforme los datos obtenidos, en resultados cuantificados. Además la macro, controla y organiza la información de los gráficos y la tabla de resultados de las mediciones instrumentales. La macro fue estructurada con la ayuda de los ejemplos disponibles y el manual de uso del equipo TA-XT2i (Stable Micro System, 1997)

La macro fijada para el ensayo es (Yugsi, 2011):

- Borrar resultados del gráfico
- Presentar gráfico
- Buscar hacia adelante
- Ir a tiempo mínimo : 0.0s

- Marcar fuerza
- Fijar anclaje : 1
- Ir a tiempo máximo
- % Fuerza máxima : 100%
- Marcar fuerza : *Firmeza*
- Marcar tiempo
- Fijar anclaje : 2
- Área
- Seleccionar anclaje : 1
- % Fuerza máxima : 100%
- Fijar anclaje : 2

b. Definición de los comandos utilizados en la macro (Yugsi, 2011)

Borrar resultado gráfico: Esta función permite al programa presentar un gráfico por cada determinación, sin la ayuda de esta función tendríamos un solo gráfico con las curvas de cada determinación unas sobrepuestas en otras.

Presentar gráfico: El programa reporta luego de realizar una determinación, una tabla de resultados, pero al momento de elegir esta función, el programa reporta el resultado en forma de tabla y gráfico.

Buscar hacia adelante: Esta función nos permite obtener los datos en cualquier punto de la curva donde fijemos el cursor en el resultado gráfico.

Ir a tiempo mínimo: Luego de realizar una determinación, esta orden, indica al programa que regrese al tiempo inicial, en este caso al tiempo cero segundos y de esta manera el equipo analizador de textura está listo para realizar una nueva determinación.

Marcar fuerza: Mediante esta función el programa almacena los resultados de la fuerza inicial ejercida por el brazo del equipo TA-XT2i, en forma de tabla después de cada determinación.

Fijar anclaje 1: Un anclaje nos ayuda a separar las funciones dentro de una macro para obtener varios resultados en una sola determinación, en este nuevo ensayo reológico instrumental este anclaje 1 indica al programa que debe reportar el tiempo y la fuerza máxima que realiza el brazo del Equipo TA-XT2i en cada determinación.

Ir a tiempo máximo: Esta orden, indica al programa que se ubique en el momento final del ensayo y reporte el tiempo que se tardó en realizar una determinación.

% Fuerza máxima: Esta función ordena al programa reportar la máxima fuerza positiva realizada por el brazo del equipo TA-XT2i en cada determinación.

Marcar fuerza: Mediante esta función el programa almacena el resultado de la fuerza máxima positiva ejercida por el brazo del equipo TA-XT2i, en forma de tabla después de cada determinación.

Marcar tiempo: Al marcar tiempo en la macro, se ordena al programa, que almacene el resultado del tiempo que se tardó en ejecutar una determinación.

Área: Comprende el área que da como resultado al momento de fijar los anclajes.

Seleccionar anclaje 1: Activar el anclaje

% Fuerza máxima: Almacena y reporta la fuerza máxima positiva en forma de tabla en cada determinación.

Fijar anclaje 2: Activar el anclaje.

c. Selección de las unidades para el reporte de datos y resultados de las mediciones instrumentales.

La obtención de datos y resultados del nuevo ensayo experimental se realizará a través de los gráficos de la medida de la fuerza de compresión versus el tiempo. Las unidades seleccionadas serán libras fuerza sobre pulgada cuadrada (lb^*/plg^2) para expresar esfuerzo. De este modo, se obtuvo el área bajo la curva en unidades de viscosidad [$(\text{lb}^*.\text{plg}^2).\text{s}$], resultante de multiplicar la diferencia de las medidas de compresión inicial y final (lb^*/plg^2) por el valor del tiempo (s).

d. Calibración de sonda (émbolo) y ejecución del ensayo de medida de las fuerzas de compresión sobre el néctar de frutas.

Para iniciar la rutina de las mediciones, se procederá a calibrar la sonda o en este caso la distancia que debe bajar el émbolo de la jeringuilla y la distancia para que retorne a su posición inicial el brazo del equipo TA-XT2i. En esta parte se tomará en cuenta que el émbolo debe descender desde 5ml hasta 2ml para desalojar 3ml de muestra. La jeringuilla con muestra hasta la marca de 2ml será colocada en el frasco para ejecutar la calibración de la sonda.

A continuación, mediante el tablero de control del equipo TA-XT2i, manualmente se operará el movimiento del brazo del equipo TA-XT2i hasta que la probeta de aplicación de la fuerza este lo más cerca posible de la parte superior del émbolo. El retorno del brazo del equipo TA-XT2i se fijarán en 18mm. Esta distancia será seleccionada al considerar el espacio requerido para la ejecución del ensayo con el émbolo en la jeringuilla a la altura de 5ml y su descenso hasta 2ml.

Después de calibrar la sonda, para la ejecución del ensayo se medirá en la jeringuilla 5ml de muestra, lo más exacto posible. La jeringuilla será colocada en el frasco de vidrio ubicado en el centro de la base del equipo, justo bajo la probeta de aplicación de la fuerza.

ANEXO III

PRESUPUESTO DETALLADO	Unidad	Cantidad	Costo Unitario		Costo Total	
			SENESCYT	INIAP	SENESCYT	INIAP
RUBROS						
RECURSO HUMANO					4800	0
Becaria	Mes	12	400	0	4800	0
MUESTRAS PARA ANÁLISIS					171	0
Néctar de manzana	Litros	30	1,9	0	57	0
Néctar de durazno	Litros	30	1,9	0	57	0
Néctar de mango	Litros	30	1,9	0	57	0
MATERIAL DE LIMPIEZA					244,59	0
Jabón líquido para manos	Caja de 12	1	31,2	0	31,2	0
Jabón líquido para lava lozas	Caja de 15	1	23,27	0	23,27	0
Detergente en polvo	Fundas	6	5	0	30	0
Fundas de basura	Paquete 10	10	1,64	0	16,4	0
Toallas absorbentes	Rollo	8	2,68	0	21,44	0
Toallas vileda	Paquete	10	2,5	0	25	0
Papel aluminio	Rollo	4	2,87	0	11,48	0
Guantes quirúrgicos de manejo	Caja de 100	4	9	0	36	0
Guantes de caucho	Paquete de 12	1	19,8	0	19,8	0
Cepillo de tubo 20" (51cm)	Paquete de 12	1	30	0	30	0
MATERIAL DE LABORATORIO					702,86	0
Peras de succión	Unidad	5	43,9	0	219,5	0
Papel parafina	Paquete de 12	1	373,2	0	373,2	0
Papel higiénico	Paquete de 12	12	7,86	0	94,32	0
Papel Kleenex	Paquetes 4	8	1,98	0	15,84	0
MATERIALES FUNGIBLES					3127,02	0
Agitador magnético	Caja de 50	1	494,5	0	494,5	0
Jeringuillas 10ml	Unidad	2	250	0	500	0
Jeringuillas 20ml	Unidad	2	300	0	600	0
Balón de aforo 100ml	Paquete de 6	1	398,28	0	398,28	0
Viscosímetro calibrado (est: 3-15)	Unidad	2	324,98	0	324,98	0
Viscosímetro calibrado (est: 7-35)	Unidad	2	324,98	0	324,98	0
Viscosímetro calibrado (est: 20-100)	Unidad	2	324,98	0	324,98	0
Termómetro (-20°C a 110°C)	Unidad	3	28,8	0	86,4	0
Termómetro (-10°C a 260°C)	Unidad	3	24,3	0	72,9	0
MANEJO RESULTADOS SOFTWARE					67,75	0
CD-W	Paquete 100	1	21	0	21	0
Disquette	Paquete de 10	5	9,35	0	46,75	0
EDICIÓN DE TESIS					987	0
Marcadores (permanentes de color)	Caja de 12	1	7,2	0	7,2	0
Resmas	Resmas	12	4,8	0	57,6	0
Clips	Caja	1	2	0	2	0
Grapas	Caja de 5000	1	4,2	0	4,2	0
Cartuchos de impresión negro	Unidad	5	70	0	350	0
Cartuchos de impresión color	Unidad	4	80	0	320	0
Anillado de borradores de tesis	Unidad	7	3	0	21	0
Copias y empastado de tesis	Unidad	9	25	0	225	0
USO EQUIPO UNIVERSAL TA-XT2i						4500
Pruebas experimentales	Muestra	90		50		4500
SUBTOTAL					9397,36	4500
IMPREVISTOS 3%					281,92	0
TOTAL					9679,28	4500
PORCENTAJE					68,26	31,74