



UNIVERSIDAD
NACIONAL
DE COLOMBIA

Evaluación de la estabilidad de un alimento en polvo con incorporación de panela a partir de su grado de compactación

Laura Camila García Quiroga

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Ciencias Agrarias
Bogotá D.C., Colombia
2023

Evaluación de la estabilidad de un alimento en polvo con incorporación de panela a partir de su grado de compactación

Laura Camila García Quiroga

Trabajo final presentado como requisito parcial para optar al título de:
Magister en Ciencia y Tecnología de Alimentos

Director:

Ph.D. Carlos Mario Zuluaga Domínguez

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ciencias Agrarias

Bogotá D.C., Colombia

2023

“La ciencia se compone de errores, que, a su vez, son los pasos hacia la verdad”

Julio Verne

Declaración de obra original

Yo declaro lo siguiente:

He leído el Acuerdo 035 de 2003 del Consejo Académico de la Universidad Nacional. «Reglamento sobre propiedad intelectual» y la Normatividad Nacional relacionada al respeto de los derechos de autor. Esta disertación representa mi trabajo original, excepto donde he reconocido las ideas, las palabras, o materiales de otros autores.

Cuando se han presentado ideas o palabras de otros autores en esta disertación, he realizado su respectivo reconocimiento aplicando correctamente los esquemas de citas y referencias bibliográficas en el estilo requerido.

He obtenido el permiso del autor o editor para incluir cualquier material con derechos de autor (por ejemplo, tablas, figuras, instrumentos de encuesta o grandes porciones de texto).

Por último, he sometido esta disertación a la herramienta de integridad académica, definida por la universidad.

Nombre: Laura Camila García Q.

Fecha 15/01/2023

Agradecimientos

Mis agradecimientos a la Universidad Nacional de Colombia y a la empresa en la que llevé a cabo la experimentación por permitirme desarrollar este trabajo de grado y la maestría en Ciencia y Tecnología de Alimentos, especialmente agradezco al profesor Carlos Mario Zuluaga por apoyarme y guiarme como director de Trabajo de grado. A mis colegas y amigos en Ingeniería Química, con quienes compartí y discutí la idea inicial para madurarla y desarrollarla efectivamente, y a mi familia por estar siempre presente apoyándome en el proceso.

Resumen

Evaluación de la estabilidad de un alimento en polvo con incorporación de panela a partir de su grado de compactación

La compactación es uno de los mayores y más comunes problemas en el manejo de alimentos en polvo durante su almacenamiento y vida útil; en el mejor conocimiento del autor, a la fecha, no se conocen modelos matemáticos que permitan predecir la estabilidad de un alimento de acuerdo con su grado de compactación. Por ello, en el presente trabajo, se evaluaron tres técnicas para medir compactación en un alimento en polvo con incorporación de panela sometido a ciclos de alta temperatura y congelación. El método del diámetro medio de partícula calculado a partir de tamizaje, mostró una mejor tendencia y menor variabilidad que el método visual y el método de compresión uniaxial, por lo que fue seleccionado para medir el fenómeno de compactación. Posteriormente, el alimento se sometió a tres temperaturas (20°C, 37°C y 50°C) durante seis semanas, con evaluaciones semanales del nivel de compactación por el método de diámetro medio de partícula. Los resultados mostraron que a 37°C y 50°C el alimento sufre cambios significativos en cuanto a su nivel de compactación, mientras que a 20°C el producto se mantiene estable durante el tiempo de evaluación, y se comprobó que estadísticamente el tiempo no tiene un impacto en la compactación. Con los datos obtenidos, se determinó el orden del modelo para cada temperatura, encontrando que el modelo de orden cero representa los datos adecuadamente con un R² superior a 90% para las temperaturas de 37°C y 50°C. Finalmente, se modeló la dependencia de la constante de aglomeración como función de la temperatura utilizando la ecuación de Arrhenius. Sin embargo, se encontró que este modelo no representa adecuadamente los datos experimentales obtenidos, posiblemente por los cambios de fase que pueden ocurrir alrededor de la temperatura de transición vítrea de la panela. Estos resultados demuestran que es viable modelar el comportamiento de la compactación de un alimento en polvo en función del tiempo, aunque se requiere realizar ajustes en las temperaturas y frecuencias de medición para obtener un ajuste adecuado de los datos experimentales. Los hallazgos de este estudio resultan útiles para simplificar los estudios de estabilidad de alimentos en polvo no perecederos.

Palabras clave: Compactación, estabilidad, temperatura, tamaño de partícula, modelo predictivo.

Abstract

Evaluation of the stability of a powdered food made with panela from its caking degree

Caking is one of the most common and biggest problems in the handling of food powders during their storage and shelf life; to the best of the author's knowledge, to date, there are not known mathematical models that allow to predict the stability of food powders based on their caking degree. Therefore, in the present work, three techniques were evaluated to measure the caking degree in a powdered food with panela, which was subjected to high temperature and freezing cycles. The mean particle diameter method calculated from sieving test showed a better trend and less variability than the visual method and the uniaxial compression test, so it was selected to measure the caking phenomena. Subsequently, the food was subjected to three different temperatures (20°C, 37°C and 50°C) for six weeks with weekly evaluations of the caking degree by the mean particle diameter method. Results showed that the food undergoes significant changes in terms of caking at 37°C and 50°C, while the product remains stable during the evaluation period at 20°C, and it was verified that statically the times does not have an impact on the caking behavior. With the data obtained, the order of the model was determined for each temperature, finding that zero order model adequately represents the data with an R² higher than 90% at 37°C and 50°C. Finally, the dependency of the agglomeration constant k as a function of the temperature was modeled using the Arrhenius equation. However, it was found that this model does not represent properly the experimental data, possibly due to the phase changes that might occur around the glass transition temperature of the panela. These results show that modelling the caking behavior of a food powder as a function of time is feasible, even when adjustments on the temperatures and measuring frequencies must be done to get a better fit on the experimental data. The results of this work are useful to simplify the stability studies of non-perishable food powders.

Keywords: Caking, stability, temperature, particle size, predictive model.

Contenido

Pág.

Resumen X

Lista de figuras.....	16
Lista de tablas	18
Lista de Símbolos y abreviaturas.....	21
Introducción	24
Planteamiento del Problema.....	26
Justificación	28
Objetivos General y Específicos	31
Objetivo general	31
1. Marco Conceptual	32
1.1 Alimentos en polvo.....	32
1.1.1 Interacciones entre partículas.....	33
1.1.2 Temperatura de transición vítrea y compactación.....	34
1.1.3 Mecanismos de compactación de polvos.....	36
1.1.4 Medición de la compactación en polvos.....	38
1.2 Panela.....	43
1.3 Vida útil y modelos predictivos	46
1.3.1 Temperatura como factor acelerador	50
1.4 Análisis estadístico.....	52
1.4.1 Prueba de Friedman	52
1.4.2 Diferencia Mínima Significativa	52
1.4.3 Anova	53
1.4.4 Prueba de Tukey	53
1.4.5 Regresión Lineal por Mínimos Cuadrados	54
1.5 Estado del arte	54
2. Metodología.....	58
2.1 Producto.....	58

2.1.1	Evaluación de la compactación de producto a diferentes ciclos de temperatura	59
2.1.2	Evaluación de la estabilidad del producto.....	60
2.2	Métodos de medición de compactación	60
2.2.1	Visual	60
2.2.2	Determinación del tamaño de partícula	62
2.2.3	Medición de la compresión uniaxial inducida por fuerza	63
2.3	Análisis Estadístico	65
2.3.1	Método visual	65
2.3.2	Tamaño de partícula	66
2.3.3	Compresión uniaxial inducida por fuerza.....	66
2.3.4	Análisis de datos de estabilidad	66
2.3.5	Límite de aceptabilidad.....	68
3.	Resultados y discusión	69
3.1	Selección del método de medición de compactación	69
3.1.1	Determinación de compactación por método visual.....	69
3.1.2	Determinación de compactación por tamaño de partícula	71
3.1.3	Determinación de compactación por compresión uniaxial	77
3.1.4	Selección del método para medición de compactación	80
3.2	Medición de compactación por tamaño de partícula a diferentes temperaturas	81
3.2.1	Compactación a 20°C	81
3.2.2	Compactación a 37°C	83
3.2.3	Compactación a 50°C	86
3.3	Modelo predictivo de vida útil a partir de compactación	88
3.3.1	Orden del modelo y constante de aglomeración k a 20°C	88
3.3.2	Orden del modelo y constante de aglomeración k a 37°C	94
3.3.3	Orden del modelo y constante de aglomeración k a 50°C	100
3.3.4	Constante de aglomeración, k	106
3.3.5	Energía de activación y modelo de vida útil.....	107
3.3.6	Análisis de estabilidad del alimento en polvo con panela	109
3.3.7	Validación del método	111
4.	Conclusiones y recomendaciones	114
4.1	Conclusiones	114
4.2	Recomendaciones	116
	Referencias	118
	Anexo A: Prueba de Friedman - Método visual	122
	ANEXO B: Anova de un factor - Método tamaño de partícula para diámetro medio de partícula	123
	ANEXO C: Comparaciones en parejas de Tukey - Método tamaño de partícula para diámetro medio de partícula	124
	ANEXO D: Anova de un factor - Método tamaño de partícula para % retenido en malla 850	127

ANEXO E: Comparaciones en parejas de Tukey - Método tamaño de partícula para % retenido en malla 850	128
ANEXO F: Anova de un factor - Método compresión uniaxial	130
ANEXO G: Comparaciones en parejas de Tukey - Método de compresión uniaxial	131

Lista de figuras

Pág.		
	Figura 1-1	Efecto del contenido de humedad en la temperatura de transición vítrea de jugos de fruta deshidratados. 35
	Figura 1-2	Diferentes etapas en el proceso de compactación. 36
	Figura 1-3	Etapas durante el proceso de compactación típico, indicando los cambios en las porosidad del sistema ($\rho(t)/\rho_0$) y el diámetro interpartícula en cada etapa ($D_{puente}/D_{partícula}$). 37
	Figura 1-4	Calificación de la compactación de alimento en polvo con panela. 39
	Figura 1-5	Esquema representativo para la calificación visual de dos partículas en contacto usando un microscopio digital. 40
	Figura 1-6	Esquema del plato de aluminio usado para la compresión uniaxial con apertura en el centro y lámina de aluminio en la parte inferior para evitar que el polvo salga. 41
	Figura 1-7	Isotermas de sorción de panela a 25°C, 35°C y 45°C. 46
	Figura 1-8	Representación esquemática del protocolo de determinación de vida útil. 47
	Figura 1-9	Representación esquemática de reacciones de orden cero, primer y segundo orden. 50
	Figura 2-1	Evaluación visual de muestras sometidas a ciclos de horno-congelador. 62
	Figura 2-2	Tamizadora Retsch AS 200. 63
	Figura 2-3	Texturómetro TA.XT Plus usado para medir compactación. 64
	Figura 2-4	Aditamento usado en el texturómetro TA.XT Plus para medir compactación. Archivo particular. 64
	Figura 2-5	Aditamento usado en el texturómetro TA.XT Plus para medir compactación de Alimento en polvo con panela. 65
	Figura 3-1	Ejemplificación de la calificación dada para una muestra en cada uno de los ciclos de Horno-Congelador. 71
	Figura 3-2	Curva granulométrica para cada ciclo de temperatura. 72
	Figura 3-3	Gráfica de intervalos del Diámetro Medio de Partícula (DMP) para cada ciclo de temperatura. 74
	Figura 3-4	Gráfica de intervalos del porcentaje retenido en malla 850 para cada ciclo de temperatura con amplitud de tamizaje de 0,25mm. 76
	Figura 3-5	Gráficos de fuerza (g) vs tiempo (s) para cada ciclo de compactación obtenidas en el texturómetro. Archivo particular. 79
	Figura 3-6	Gráfica de intervalos de la fuerza máxima de compresión para cada ciclo de temperatura usando el texturómetro TA.XT Plus. 80

Figura 3-7 Perfil granulométrico de alimento en polvo con panela para cada semana de evaluación a 20°C.	82
Figura 3-8 Evidencia fotográfica de una muestra del producto evaluado en tiempo 0 y a los 7 días, 21 días y 42 días almacenados en ambiente Bogotá a 20°C.....	82
Figura 3-9 Perfil granulométrico de alimento en polvo con panela para cada semana de evaluación a 37°C.	84
Figura 3-10 Evidencia fotográfica de una muestra del producto evaluado en tiempo 0 y a los 7 días, 21 días y 42 días almacenados a 37°C.	85
Figura 3-11 Perfil granulométrico de alimento en polvo con panela para cada semana de evaluación a 50°C.	86
Figura 3-12 Evidencia fotográfica de una muestra del producto evaluado en tiempo 0 y a los 7 días, 21 días y 42 días almacenados a 50°C.	87
Figura 3-13 Tamaño medio de partícula como función del tiempo a 20°C.	89
Figura 3-14 Logaritmo natural del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 20°C.	92
Figura 3-15 Inverso del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 20°C. ...	93
Figura 3-16 Tamaño medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	96
Figura 3-17 Logaritmo natural del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	98
Figura 3-18 Inverso del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 37°C. ...	100
Figura 3-19 Tamaño medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	101
Figura 3-20 Logaritmo natural del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	104
Figura 3-21 Inverso del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 50°C. ...	106
Figura 3-22 Gráfico de $\ln k$ en función de $1/T$. Modelo de Arrhenius linealizado.	108
Figura 3-23 Comparación del modelo de estabilidad y los datos experimentales obtenidos a 20°C.....	111
Figura 3-24 Comparación del modelo de estabilidad y los datos experimentales obtenidos a 37°C.....	112
Figura 3-25 Comparación del modelo de estabilidad y los datos experimentales obtenidos a 50°C.....	113
Figura 5-1 Comparación múltiple entre las medianas de los ciclos de Horno-Congelador.	122
Figura 5-2 Gráficas de residuos para el diámetro medio de partícula.	126
Figura 5-2 Gráficas de residuos para el diámetro medio de partícula.	129
Figura 5-2 Gráficas de residuos para el diámetro medio de partícula.	131

Lista de tablas

Pág.

Tabla 1-1 Terminologías usadas en la categoría de polvos alimenticios.....	33
Tabla 1-2 Escala de calificación para la compactación de forma visual.	39
Tabla 1-3 Requisitos fisicoquímicos de la panela granulada o en polvo.....	45
Tabla 2-1 Identificación de las muestras experimentales.	59
Tabla 2-2 Plan de evaluación del método acelerado para medir compactación.	59
Tabla 2-3 Plan de muestras para evaluación de compactación a tres temperaturas.....	60
Tabla 2-4 Escala de calificación de compactación propuesta por el autor.	61
Tabla 3-1 Resultados obtenidos de la calificación visual de las muestras para cada ciclo horno-congelador.	70
Tabla 3-2 Diámetro medio de partícula calculado para cada ciclo de temperatura.	73
Tabla 3-3 Porcentaje retenido en la malla 850 para cada ciclo de temperatura con amplitud del tamizador de 0,25 mm.	75
Tabla 3-4 Fuerza máxima requerida para atravesar el polvo compactado medido en Texturómetro TA.XT Plus.....	78
Tabla 3-5 Diámetro medio aritmético obtenido para cada semana de evaluación de Alimento en polvo con panela almacenado a 20°C.	83
Tabla 3-6 Diámetro medio aritmético obtenido para cada semana de evaluación de alimento en polvo con panela almacenado a 37°C.....	85
Tabla 3-7 Diámetro medio aritmético obtenido para cada semana de evaluación de Alimento en polvo con panela almacenado a 50°C.	87
Tabla 3-8 Datos utilizados para las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden a 20°C.....	88
Tabla 3-9 Resumen del modelo de regresión lineal de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.	89
Tabla 3-10 Coeficientes de la regresión lineal de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.	90
Tabla 3-11 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.	90

Tabla 3-12 Coeficientes de la regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.	91
Tabla 3-13 Resumen del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.	91
Tabla 3-14 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.	91
Tabla 3-15 Coeficientes de la regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.	92
Tabla 3-16 Resumen del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.	93
Tabla 3-17 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.	93
Tabla 3-18 Datos utilizados para las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden en a 37°C.	94
Tabla 3-19 Coeficientes de la regresión lineal del modelo de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	95
Tabla 3-20 Resumen del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	95
Tabla 3-21 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	96
Tabla 3-22 Coeficientes de la regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	97
Tabla 3-23 Resumen del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	97
Tabla 3-24 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	97
Tabla 3-25 Coeficientes de la regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	99
Tabla 3-26 Resumen del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	99
Tabla 3-27 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.	99
Tabla 3-28 Datos utilizados para las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden en a 50°C.	100
Tabla 3-29 Coeficientes de la regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	102
Tabla 3-30 Resumen del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	102
Tabla 3-31 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	102
Tabla 3-32 Coeficientes de la regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	103
Tabla 3-33 Resumen del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	103

Tabla 3-34 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.....	103
Tabla 3-35 Coeficientes de la regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.	105
Tabla 3-36 Resumen del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.....	105
Tabla 3-37 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.....	105
Tabla 3-38 Resumen de modelo seleccionado para cada temperatura.....	107
Tabla 3-39 Resumen del modelo de regresión lineal del logaritmo natural de la constante de aglomeración k , en función del inverso de la temperatura en Kelvin.	108
Tabla 4-1 Resultados de la prueba.	122
Tabla 4-2 Información del factor.	123
Tabla 4-3 Análisis de varianza.	123
Tabla 4-4 Resumen del modelo.	123
Tabla 4-5 Medias.....	123
Tabla 4-6 Agrupaciones por el Método de Tukey con una confianza de 95%.	124
Tabla 4-7 Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias.	124
Tabla 0-1 Información del factor.	127
Tabla 0-2 Análisis de varianza.	127
Tabla 0-3 Resumen del modelo.	127
Tabla 0-4 Medias.....	127
Tabla 0-5 Agrupaciones por el Método de Tukey con una confianza de 95%.	128
Tabla 0-6 Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias.	128
Tabla 0-7 Información del factor.	130
Tabla 0-8 Análisis de varianza.	130
Tabla 0-9 Resumen del modelo.	130
Tabla 0-10 Medias.....	130
Tabla 0-11 Agrupaciones por el Método de Tukey con una confianza de 95%.	131

Lista de Símbolos y abreviaturas

Símbolos con letras latinas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
D_i	Diámetro medio aritmético en el tamiz i	μm	Numeral 1.1.4
$\bar{D}_{m\acute{a}sico}$	Diámetro medio de partícula	μm	Numeral 1.1.4
e	Número de Euler	-	Número irracional equivalente a aprox. 2.718281
E_a	Energía de activación aparente (J/mol)		Numeral 1.3.1
g	Gramos	-	Unidad principal de masa
H_0	Hipótesis nula	-	Numeral 1.4
H_1	Hipótesis alterna	-	Numeral 1.4
I	Indicador de Calidad	-	Numeral 1.3
k	Constante de aglomeración	-	Numeral 1.3
ln	Logaritmo natural	-	Inverso de la función exponencial e
m_i	Fracción másica en el tamiz i	g	
mm	Milímetros	-	Medida de longitud, igual a la milésima parte de un metro.

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
p	Valor p	-	Valor de probabilidad
R	Constante molar de los gases	J/K.mol	Constante universal equivalente a 8.314 J/K.mol
R-cuadrado	Coeficiente de correlación	-	Porcentaje de variación de la variable de respuesta que explica su relación con una o más variables predictoras.
T	Temperatura	K / °C	Magnitud física que indica la energía interna de un cuerpo
T_g	Temperatura de transición vítrea	°C	Numeral 1.1.2

Símbolos con letras griegas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
α	Nivel de significancia	-	Límite para juzgar un resultado como estadísticamente significativo.
β	Pendiente de la recta	-	Relación del desplazamiento vertical y el desplazamiento horizontal
μm	Micrómetros o micras	-	Longitud equivalente a una milésima parte de un milímetro.
γ	Intersección de la recta	-	Punto donde la recta cruza el eje vertical y horizontal

Abreviaturas

Abreviatura Término

ANOVA	Análisis de Varianza
CV	Coefficiente de Variación
DE	Desviación Estándar
DMS	Diferencia Mínima Significativa
Ec,	Ecuación
EE	Error estándar
HC	Horno-Congelador
lim	Límite
m ₁	Muestra 1
Max	Máximo
min	Minutos
Min	Mínimo
VU	Vida útil

Introducción

En este documento se presenta la evaluación de la estabilidad de un alimento en polvo con panela a partir de su compactación, ya que éste es uno de los mayores y más comunes problemas en el manejo de polvos durante su almacenamiento y vida útil (Hartmann & Palzer, 2011; Zafar et al., 2017).

En el capítulo 1 se presenta el marco conceptual del proyecto, explicando el fenómeno de compactación en polvos alimenticios desde las interacciones moleculares entre partículas, así como la influencia de la temperatura como factor acelerador de la compactación. Adicionalmente, se especifican los mecanismos de compactación de polvos, junto con las técnicas de medición de compactación reportadas en la literatura. En el numeral 1.2 se contextualiza la panela, con sus características más relevantes para comprender su comportamiento con respecto a la compactación en el alimento estudiado. Posteriormente, se introduce la vida útil y el proceso para establecer un modelo predictivo, así como los métodos estadísticos más utilizados para analizar los resultados de variables categóricas y no categóricas, comparaciones entre medias y regresiones lineales. Finalmente, se presenta el estado del arte alrededor de la compactación en polvos alimenticios y el uso de modelos predictivos de vida útil con diversas variables fisicoquímicas.

En el capítulo 2 se presentan las metodologías utilizadas para seleccionar una técnica adecuada para medir compactación, realizar un estudio de estabilidad acelerado de un alimento en polvo con panela y aplicar un modelo predictivo de vida útil para definir la estabilidad del alimento en términos de su compactación. En este capítulo también se

detallan los métodos estadísticos utilizados para analizar los datos obtenidos, los equipos y técnicas empleadas.

En el capítulo 3 se encuentran los resultados obtenidos para cada uno de los objetivos planteados; primero se muestran las calificaciones del método visual, la curva granulométrica obtenida por el método de tamaño de partícula y los gráficos de fuerza del método de compresión uniaxial, con sus respectivos análisis estadísticos y discusión para seleccionar el método más adecuado. Posteriormente, se encuentran los resultados de compactación por tamaño de partícula a diferentes temperaturas, seguido del modelo predictivo de vida útil; para este último, se presenta el análisis de orden del modelo y constante de aglomeración para cada temperatura, para finalmente, plantear el modelo de vida útil mostrando los cálculos para determinar la constante de aglomeración k y la energía de activación. Finalmente, se valida el método mediante la comparación de los datos reales obtenidos y los valores arrojados por el modelo.

En el último capítulo se encuentran las conclusiones y recomendaciones, seguidas de las referencias bibliográficas y los anexos de soporte para los análisis estadísticos.

Planteamiento del Problema

Por definición, la compactación de polvos se entiende como una agregación de las partículas, que transforma un polvo que fluye libremente en un sólido, ocasionando la pérdida de funcionalidad y calidad del producto (Aguilera et al., 1995; Salish & Ambrose, 2021; Zafar et al., 2017). La compactación se ve influenciada por cambios en la temperatura y en la humedad principalmente (Aguilera et al., 1995; Salish & Ambrose, 2021), por lo que estos son factores externos típicamente usados para estudiar la degradación de un producto (Mizrahi, 2011).

Existen diferentes métodos para la medición de compactación, dentro de los cuales el análisis sensorial o evaluación visual es común en la industria de alimentos, ya que permite de una forma rápida y simple estimar el nivel de compactación de una muestra, pero no es útil para hacer comparaciones significativas entre diferentes materiales (Zafar et al., 2017). Carpin et al.(2017), Doğan et al. (2019), Fitzpatrick et al. (2010), Paterson & Bröckel (2015) entre otros autores, han propuesto técnicas más robustas para la medición de compactación, incluyendo equipos tales como texturómetros, reómetros, penetrómetros, entre otros, de modo que se pueda cuantificar mejor el grado de compactación.

Por su parte, la vida útil se establece monitoreando los cambios en la calidad del producto envasado en su empaque original, en condiciones que imitan la realidad que sufrirá el producto en el mercado. Este enfoque, que se conoce como vida útil en condiciones reales, puede ser útil para productos perecederos, que rápidamente se deterioran. Sin embargo, para productos cuyos cambios ocurren lentamente, se recomienda realizar pruebas en condiciones que aceleren la degradación del producto, de tal forma que a partir de esta

información, se pueda estimar o predecir la vida útil del producto en condiciones reales (Mizrahi, 2011).

Teniendo en cuenta la importancia de la compactación en la vida útil de un producto en polvo y la necesidad de establecer la vida útil de forma robusta utilizando técnicas que minimicen la subjetividad, el presente trabajo tiene como objetivo evaluar la estabilidad de un alimento en polvo con incorporación de panela a partir de la medición de su nivel de compactación.

Justificación

El presente trabajo tiene como propósito el mejoramiento de las metodologías actuales para la medición y predicción de compactación durante la vida útil de un producto en polvo en una compañía de alimentos, en la cual cerca del 90% del portafolio corresponde a alimentos en polvo. La dinámica de innovación, cambios en las materias primas y materiales de empaques por diseño de nuevos productos, reformulaciones, proveedorías alternas o planes de ahorro, hace que en casi todos los proyectos se requiera validar la vida útil de los productos, siendo la compactación en la mayoría de casos, una de las variables de deterioro más relevantes. Dicha validación implica tiempo y recursos asignados para realizar seguimientos semanales y mensuales hasta por al menos un año para definir el nivel de compactación y con ello, la vida útil de los productos. En promedio, la compañía maneja 70 a 80 proyectos que cruzan por el área de Investigación y Desarrollo simultáneamente, lo que implica que continuamente se están realizando pruebas de compactación.

Adicionalmente, los proyectos de innovación requieren el uso de ingredientes nuevos, que en algunos casos resultan altamente higroscópicos y susceptibles a la compactación. La panela, por ejemplo, es uno de los ingredientes recientemente incorporados como materia prima en la compañía y que ha tenido una gran acogida en el mercado colombiano pues es reconocido por su tradición y valor nutritivo (Alarcón et al., 2021); en casos como este, desde la etapa de factibilidad del proyecto, es necesario tener acercamientos rápidos del nivel de compactación que puede sufrir un ingrediente, de modo tal que durante la formulación y elaboración de prototipos se pueda prever el problema y anticiparse a las posibles alternativas de solución, aplicando metodologías rápidas y confiables para predecir su comportamiento en el tiempo.

La compañía en la cual se desarrollará la presente propuesta cuenta con metodologías claras para validar la vida útil de productos en polvo en condiciones aceleradas, donde usualmente se utiliza la temperatura como factor acelerador, pero la definición de la vida útil en condiciones reales requiere alcanzar el mismo grado de compactación en las dos temperaturas de prueba (ambiente/real y acelerada) para establecer un factor de relación; dado que los productos en polvo son no perecederos, lo anterior significa tiempo y recursos enfocados en el seguimiento de pruebas de estabilidad en tiempo real. Adicionalmente, dentro de los productos más relevantes del portafolio se encuentran los alimentos o mezclas en polvo con panela, que han tenido un rápido crecimiento y son un foco de innovación para la compañía, pero que también son muy susceptibles a la compactación debido a la humedad que contiene la panela y a su higroscopicidad.

Por otra parte, las compañías de alimentos en general, deben asegurar la evaluación de la vida útil de un producto bajo las condiciones declaradas en el empaque, pero adicionalmente, considerar la realidad a la que se enfrenta el producto en el mercado; durante el manejo, almacenamiento, procesamiento y distribución al consumidor final, los productos en polvo puede experimentar variaciones de temperatura y humedad, que pueden alterar su apariencia y compactación, especialmente si se transportan a climas más húmedos y cálidos (Fitzpatrick et al., 2010), lo cual es muy común en Colombia, y en especial para la compañía en la que se desarrolla esta propuesta, cuyo centro productivo está ubicado en Bogotá y distribuye diversos tipos de productos en polvo a todas las zonas del país.

Por lo anterior, la aplicación de nuevas metodologías que permitan tener una mayor certeza en la medición de compactación y que permitan predecir en poco tiempo (1-2 meses) el grado de compactación de los productos durante la vida útil constituyen una oportunidad para aumentar la competitividad y promover la toma de decisiones oportunamente.

Finalmente, con el presente trabajo se pretende incorporar los modelos de vida útil en situaciones reales a las que se enfrenta la industria de alimentos, planteando alternativas

más robustas y generando conocimientos nuevos, dado que, a saber, por el autor, a la fecha del presente documento, no se han planteado modelos para la predicción de compactación mediante el uso de técnicas visuales, medición del tamaño de partícula o texturómetros.

Objetivos General y Específicos

Objetivo general

Evaluar la estabilidad de un alimento en polvo con incorporación de panela a partir de la medición de su nivel de compactación.

Objetivos específicos

- Seleccionar una técnica adecuada para la medición de compactación en un alimento en polvo con panela, aplicando métodos visuales y físicos.
- Evaluar la compactación de un alimento en polvo con panela sometido a diferentes temperaturas como factor acelerador, usando la técnica seleccionada.
- Determinar los parámetros de un modelo predictivo de estabilidad tomando como indicador de calidad la compactación para un alimento en polvo con panela.

1. Marco Conceptual

1.1 Alimentos en polvo

Los polvos son materiales en estado sólido que contienen partículas discretas de diferentes tamaños, variando desde nanómetros a milímetros y cuyas propiedades son el efecto combinado de las propiedades de las partículas individuales (Cookson & Stirk, 2019).

Los alimentos en polvo han tenido un rápido crecimiento en la industria, dado que son más fáciles de usar, ocupan menos espacio, su procesamiento es sencillo y mantienen mejor su calidad (Cookson & Stirk, 2019).

Dentro de la categoría de polvo se pueden encontrar diferentes terminologías para referirse a estos productos, que dependen del tamaño de la partícula, tales como: polvo, gránulos, harina, polvillo. La tabla 1-1 detalla las diferentes categorías de polvos.

A nivel molecular, los alimentos en polvo pueden ser cristalinos, amorfos o una mezcla de ambos. Los polvos cristalinos se caracterizan por una estructura en un arreglo molecular empaquetado, de modo que solo las moléculas en la interfaz externa interactúan con otros materiales en el ambiente como el agua. Algunos ejemplos son sales, azúcares y ácidos orgánicos. Por su parte, la estructura amorfa es desordenada, abierta y porosa, lo que permite mayor interacción de las moléculas individuales con el medio, haciéndolos más susceptibles a absorber agua. Como se encuentra en un estado de no equilibrio, la estructura puede sufrir cambios hacia la cristalización o relajaciones estructurales para alcanzar una condición de mínima energía. Normalmente están constituidos por carbohidratos y proteínas de alto y bajo peso molecular, tales como polvos lácteos, miel en polvo, proteínas hidrolizadas o jugos de fruta en polvo (Cookson & Stirk, 2019).

Tabla 1-1 Terminologías usadas en la categoría de polvos alimenticios.

Terminología	Tamaño de partícula (μm)	Ejemplos	Características
Polvo	Fino 50 - 200	Leche, café, colorantes	Más cohesivo, alta densidad en granel
Gránulos	Grueso 200 - 4000	Café instantáneo, semolina	Fluye libremente, baja densidad en granel
Harina	100 – 5000	Harinas de cereales	Forma irregular, baja fluidez, tamaño más grande
Polvillo	5 - 100	Cualquier polvo	Más fino que el tamaño deseado, normalmente están en el ambiente durante el procesamiento y manejo (volátil)

Tomado de: (Cookson & Stirk, 2019)

1.1.1 Interacciones entre partículas

Los polvos experimentan diferentes tipos de interacciones o fuerzas entre partículas que, de acuerdo con su magnitud, se clasifican de la más fuerte a la más débil de la siguiente manera:

- a. Puentes sólidos: Es la interacción más fuerte y crucial en la compactación de polvos, formando una conexión continua a partir de diferentes mecanismos como sinterización, fundición-solidificación, disolución-cristalización, reacciones químicas y solidificación de un aglomerante. En la sinterización el sistema busca la minimización de la energía superficial libre mediante la reducción del área de contacto, provocando la coalescencia entre partículas. Los factores que influyen en la sinterización son el tiempo de contacto interpartícula y el estrés aplicado (Zafar et al., 2017).
- b. Puentes líquidos: La presencia de líquido en un polvo ocurre bien sea de forma intencional, añadiendo un agente aglomerante, o como resultado de la

condensación de vapor. Las fuerzas capilares son entonces el mecanismo inicial para la compactación del polvo, que se componen de la presión hidroestática reducida y la tensión superficial axial. Cuando existe un puente líquido que contiene un material soluble, es posible que se forme un puente sólido por la solidificación del soluto tras evaporación del líquido. El tamaño de partícula, la humedad y fluidez de los polvos se ven afectadas por la presencia de puentes líquidos (Cookson & Stirk, 2019; Zafar et al., 2017).

- c. Fuerzas de van der Waals: Las fuerzas de van der Waals son responsables de la cohesión interpartícula de polvos finos a distancias muy cercanas y ocurre por la atracción electrostática entre los electrones de dos moléculas. Esta fuerza es relativamente débil, por lo que se puede romper fácilmente, y se da principalmente en partículas de menos de una micra o nanopartículas (Cookson & Stirk, 2019).
- d. Interacciones electrostáticas: Las fuerzas de van der Waals tienen un menor rango que las fuerzas electrostáticas, aunque tienen la misma naturaleza. Las partículas que tienen electrones en exceso debido a la fricción, se alinean con partículas con menos electrones de carga opuesta (Cookson & Stirk, 2019). Hay poca evidencia científica que indique que este tipo de fuerzas jueguen un rol significativo en la compactación de polvos; sin embargo, en presencia de campos eléctricos, las partículas pueden adherirse fuertemente entre ellas (Zafar et al., 2017).

1.1.2 Temperatura de transición vítrea y compactación

La temperatura de transición vítrea, T_g , es aquella en la cual un sólido amorfo pasa a un estado gomoso o desordenado. Este parámetro depende del grado de polimerización de la molécula y su geometría, y de la cristalinidad y el peso molecular del soluto (Mosquera et al., 2015).

Para varios polímeros amorfos, T_g disminuye a medida que el peso molecular promedio decrece o a medida que la concentración de plastificantes aumenta. El agua es el principal plastificante de biomateriales y reduce la T_g de varios materiales deshidratados a una tasa de aproximadamente 10°C por cada 0.01 g de agua en el material (Aguilera et al., 1995;

Zafar et al., 2017). La Figura 1-1 muestra el efecto del contenido de humedad en la temperatura de transición vítrea de una muestra de jugo de naranja deshidratado. La presencia de agua induce la formación de puentes líquidos en el polvo por la condensación de la humedad, lo cual ocurre si la temperatura de la muestra se encuentra por debajo del punto de rocío del aire (Aguilera et al., 1995).

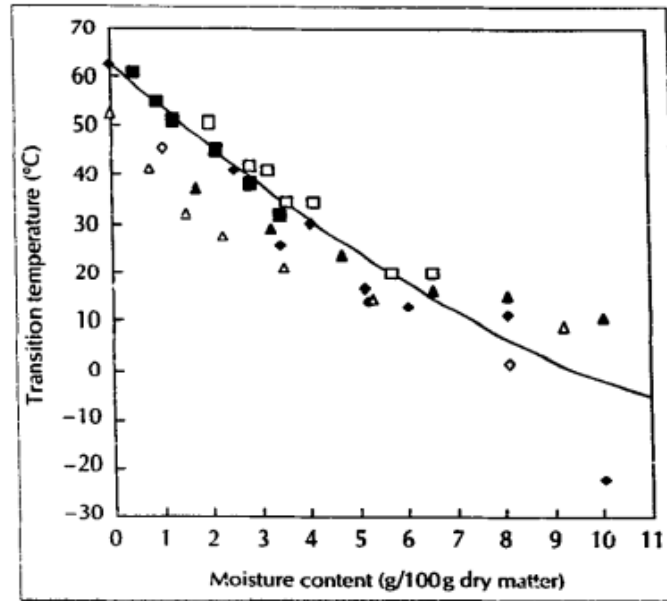


Figura 1-1 Efecto del contenido de humedad en la temperatura de transición vítrea de jugos de fruta deshidratados.

Tomado de: (Aguilera et al., 1995)

Durante la transición del estado vítreo al estado gomoso, la energía superficial de un material incrementa, ocasionando que las moléculas empiecen a interactuar con la superficie sólida de otras partículas en contacto (Cookson & Stirk, 2019). Este cambio de movilidad influye significativamente en las propiedades mecánicas de los alimentos deshidratados, desarrollando fenómenos como la pegajosidad, apelmazamiento, colapso estructural y cristalización de azúcares (Mosquera et al., 2015).

Por tanto, los polvos se compactan durante el almacenamiento si las condiciones son apropiadas para convertir la superficie de la partícula sólida a un estado gomoso, es decir, si la temperatura está por encima de la temperatura de transición vítrea o si el contenido

de humedad aumenta por absorción o condensación del ambiente (Cookson & Stirk, 2019; Zafar et al., 2017).

1.1.3 Mecanismos de compactación de polvos

Por definición, la compactación de polvos se entiende como una agregación de las partículas, que transforma un polvo que fluye libremente en un sólido, ocasionando la pérdida de funcionalidad y calidad del producto (Aguilera et al., 1995; Salish & Ambrose, 2021; Zafar et al., 2017).

A nivel macroscópico, se pueden distinguir diferentes etapas en el proceso de compactación de polvos: en la fase inicial, el polvo se vuelve pegajoso y las partículas se adhieren unas a otras reduciendo su fluidez (grumos). Esta formación de grumos frágiles continua hasta obtener una torta compactada mecánicamente estable (sólido aglomerado). En una fase posterior, las partículas forman una estructura interna estable, perdiendo su forma hasta obtener una masa amorfa, en la cual los poros abiertos de la estructura inicial desaparecen (ver Figura 1-2) y la masa se torna en un material pegajoso.

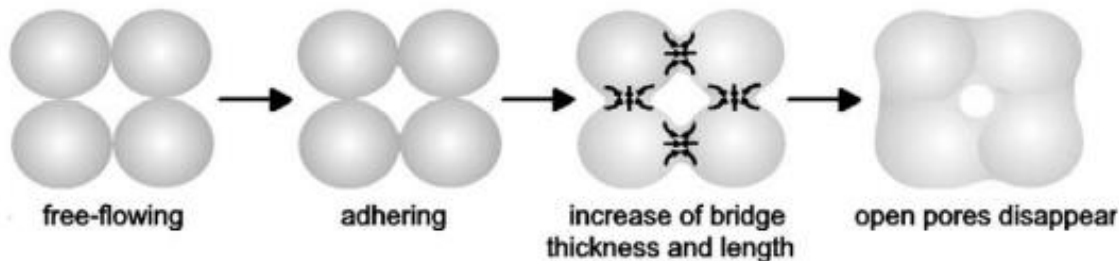


Figura 1-2 Diferentes etapas en el proceso de compactación.

Tomado de: (Hartmann & Palzer, 2011).

Aguilera et al. (1995) han propuesto un índice de compactación para la medición cuantitativa del avance de la compactación en un tiempo dado relativo a su estado inicial. Estos dos indicadores morfológicos del estado de un sistema son: la relación de la porosidad instantánea del sistema y la porosidad inicial del sistema ($p(t)/p_0$) y la relación del diámetro del puente interpartícula y el diámetro de la partícula ($D_{puente}/D_{particula}$). Así, las

etapas de la compactación se clasifican en: polvo que fluye libremente (*free flowing*), formación de puentes (*bridging*), aglomeración (*agglomeration*), compactación (*compaction*) y licuefacción (*liquefaction*). La Figura 1-3 muestra los valores de las relaciones anteriores para las diferentes etapas del proceso de compactación.






Stage	$p(t)/p_0$	$D_{\text{bridge}}/D_{\text{particle}}$	Morphology
Free flowing	1	0	
Bridging	$\rightarrow 1$	$\rightarrow 0$	
Agglomeration	< 1	> 0	
Compaction	$\rightarrow 0$	$\rightarrow 1$	
Liquefaction	0	1	

Figura 1-3 Etapas durante el proceso de compactación típico, indicando los cambios en la porosidad del sistema ($p(t)/p_0$) y el diámetro interpartícula en cada etapa ($D_{\text{puente}}/D_{\text{partícula}}$).

Tomado de: (Aguilera et al., 1995)

La compactación en polvos amorfos y cristalinos ocurre de forma diferente. Cuando una sustancia amorfa soluble en agua se almacena en un ambiente con alta humedad, la absorción de agua disminuye su viscosidad y aumenta la sinterización del polvo. A medida que aumenta el contenido de agua, la fuerza de tensión entre las partículas primero aumenta debido al mayor diámetro de las uniones, y en una segunda etapa, disminuye por la reducción de la viscosidad, hasta que la estructura colapsa formando una masa pastosa (Hartmann & Palzer, 2011).

En el caso de polvos cristalinos, éstos se disuelven parcialmente cuando se exponen temporalmente a una humedad relativa crítica. Los puentes de unión de baja viscosidad son frágiles, pero se estabilizan si se evapora el agua nuevamente, por lo que la compactación se da por condensación y evaporación inducida causada por variaciones de temperatura (Hartmann & Palzer, 2011).

- **Principios de adhesión relevantes para la compactación**

El aumento de las fuerzas de adhesión entre partículas es un pre-requisito para la aglomeración y compactación. En polvos amorfos solubles en agua, los siguientes mecanismos de adhesión son relevantes (Hartmann & Palzer, 2011):

- Aumento de las fuerzas de Van der Waals debido a la deformación plástica y/o deformación visco-elástica
- Puentes líquidos con baja viscosidad
- Puentes amorfos con alta viscosidad
- Puentes sólidos cristalinos

1.1.4 Medición de la compactación en polvos

Existen diferentes técnicas para la medición de la compactación en polvos, incluyendo la evaluación visual y física.

Técnicas visuales

Una de las alternativas más simples para la medición de compactación en polvos consiste en llenar un recipiente o envase con el polvo y almacenarlo durante ciertas condiciones de temperatura y humedad relativa. Tras un período de tiempo definido, se realiza una calificación visual usando una escala cualitativa (Hartmann & Palzer, 2011). También se pueden utilizar fotografías digitales para evidenciar los cambios en la compactación del polvo, tales como humectación y granulación (Ermiş, 2015).

En la compañía en la cual se pretende desarrollar la presente propuesta, se utiliza la escala mostrada en la Tabla 1-2 para la calificación del nivel de compactación de polvos (Figura 1-4). Así, por ejemplo, un producto a los dos meses de evaluación a temperatura ambiente puede calificarse como: **80% P, 20% IG.**

Tabla 1-2 Escala de calificación para la compactación de forma visual.

Calificación	Descripción
Polvo (P)	El producto fluye libremente. Se califica de 0 a 100%.
Inicio granulación (IG)	Se encuentran pequeños gránulos en el producto. Se califica de 0 a 100%.
Granulación (G)	Se encuentran gránulos más grandes y en mayor proporción en el producto. Se califica de 0 a 100%.
Inicio compactación (IC)	Se encuentran zonas del producto compactadas (unión de varios gránulos, formando una masa compactada). Se califica de 0 a 100%.
Compactado (C)	El producto se encuentra totalmente aglomerado formando una masa que puede ser frágil o dura. Se califica de 0 a 100%.

Fuente: Archivo particular

**Figura 1-4** Calificación de la compactación de alimento en polvo con panela.

Tomado de: Archivo particular

Otros métodos reportados en la literatura, describen el uso de un microscopio digital (Bresser LCD Micro 40X-1600X) capaz de tomar fotografías digitales a dos partículas en contacto expuestas a una condición dada de temperatura y humedad, para lo cual, se coloca el polvo dentro de una caja Petri junto con una solución salina saturada en un

pequeño recipiente plástico (ver Figura 1-5). La caja Petri se sella con una película plástica para mantener la humedad relativa y se toman fotografías de las dos partículas en contacto durante el tiempo, para visualmente observar los cambios que ocurren en éste (Ermış, 2015).

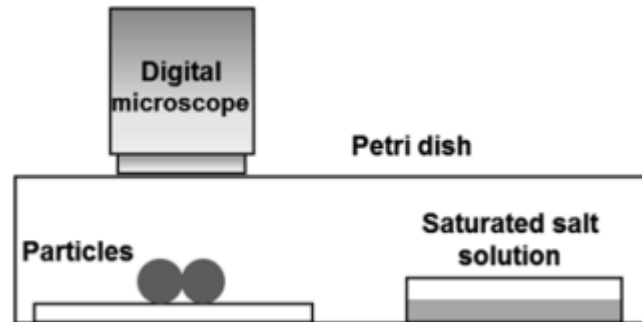


Figura 1-5 Esquema representativo para la calificación visual de dos partículas en contacto usando un microscopio digital.

Tomado de: (Ermış, 2015).

Técnicas físicas

Algunos métodos más avanzados para la medición de compactación utilizan diferentes instrumentos como texturómetros, reómetros, penetrómetros, entre otros (Salehi et al., 2019).

- Método de compresión uniaxial inducida por fuerza: Esta prueba busca medir la fuerza requerida para romper una muestra del polvo compactado. Algunos autores han propuesto modificaciones a este método, usando un plato de aluminio con una apertura circular en su centro. Una lámina de aluminio cubre inicialmente la apertura; se adiciona una capa de polvo homogénea con un espesor de 7mm y posteriormente se expone a una humedad relativa constante (ver Figura 1-6). Tras la exposición por un tiempo específico, se remueve la lámina de aluminio y se coloca el plato en un texturómetro, pasando una varilla a una velocidad constante de 30 mm/min y midiendo la fuerza requerida para atravesar el polvo compactado (ver Figura 6) (Ermış, 2015; Fitzpatrick et al., 2008; Salehi et al., 2019).

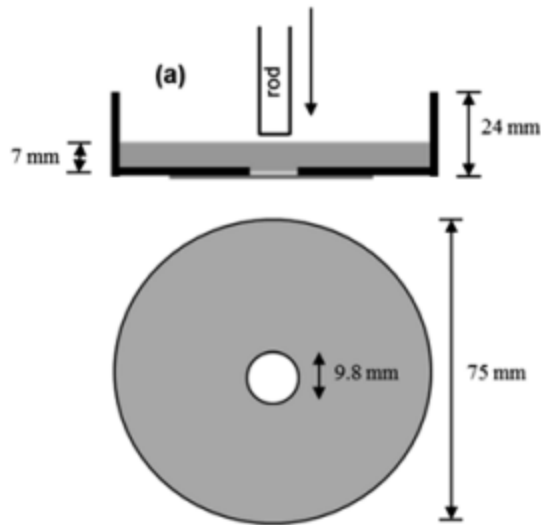


Figura 1-6 Esquema del plato de aluminio usado para la compresión uniaxial con apertura en el centro y lámina de aluminio en la parte inferior para evitar que el polvo salga.

Tomado de: (Ermış, 2015).

- Prueba basada en una probeta de agitación (reómetro): Esta prueba mide la fuerza vertical o torque necesario para mover un agitador en movimiento en dirección hacia el polvo compactado (Salehi et al., 2019). La prueba no es adecuada para un polvo fuertemente compactado.
- Prueba de lecho fluidizado: Esta prueba estudia el efecto de la humedad relativa y temperatura en la pegajosidad del polvo, exponiéndolo a una corriente de aire a una humedad relativa que se incrementa gradualmente, hasta que el polvo se compacta. Este método es útil para determinar la humedad y/o temperatura a la cual el polvo se compacta, pero no mide la fuerza de la torta compactada (Salehi et al., 2019).
- Prueba de soplado: Este método consiste en introducir una corriente de aire al polvo compactado; la velocidad del aire se incrementa gradualmente hasta que

remueve partículas del polvo compactado y se correlaciona con la fuerza de la torta compactada (Salehi et al., 2019).

- Método de penetración: Se basa en la medición de la fuerza requerida para atravesar el polvo compactado, mediante la penetración de una probeta (Salehi et al., 2019).
- Medida del contenido de humedad: La medición del contenido de humedad se realiza al polvo compactado posterior a la aplicación de los métodos anteriores (Ermış, 2015).
- Análisis de tamaño de partícula: Todas las propiedades físicas de un polvo están gobernadas por el tamaño, distribución y forma de las partículas individuales que lo componen. En un alimento, esta característica determina la fluidez, tasa de disolución, densidad, comprensibilidad, segregación, entre otros (Carpin et al., 2017). Sin embargo, la medición de todas las partículas en un polvo resulta muy complejo e inmanejable, por lo que, en la práctica, se establece un rango en el cual se distribuyen las partículas según su tamaño (Cookson & Stirk, 2019). Uno de los métodos más usados para la medición del tamaño de partícula, es el tamizaje, el cual se basa en la separación física por tamaño usando mallas o tamices de alambre tejido de diferentes tamaños de apertura. El polvo a ser analizado se coloca en la parte superior de una pila de tamices, organizados de mayor a menor tamaño de apertura y una base en la parte inferior para recolectar los polvos de menor tamaño; los tamices se colocan sobre una base que vibra para lograr la separación física en cada tamiz, y posteriormente se pesa la cantidad retenida en cada uno de ellos, para obtener la información de la distribución másica en cada tamaño de apertura de los tamices (Cookson & Stirk, 2019).

Para analizar los datos obtenidos por granulometría se calcula el diámetro medio de partícula, entendido como la media aritmética de la distribución másica (Ec. 1-1).

$$\bar{D}_{m\acute{a}sico} = \frac{\sum m_i D_i}{\sum m_i} \quad \text{Ec. 1-1}$$

Donde:

m_i es la fracción másica del polvo en el tamiz i

D_i es el diámetro medio aritmético en el tamiz i

El diámetro medio aritmético en el tamiz i se calcula a partir de la Ec. 1-2:

$$D_i = \frac{D_{i+1} - D_i}{2} + D_i \quad \text{Ec. 1-2}$$

Algunos estudios han usado el análisis de tamaño de partícula de productos como café y lactosa para determinar su influencia en la compactación (Carpin et al., 2017; Doğan et al., 2019). Si bien no se han reportado estudios que empleen el análisis de tamaño de partícula como una alternativa para la medición de la compactación, durante este proceso, se aglomeran las partículas conformando gránulos de mayor tamaño, lo que ocasiona que el diámetro medio se desplace. De esta manera podría utilizarse como una técnica para evaluar el grado de compactación de un producto.

1.2 Panela

La panela es un endulzante obtenido de la caña de azúcar mínimamente procesada. Se usa principalmente en regiones como Asia, África, Latinoamérica y el Caribe como endulzante y su importancia radica en su sabor característico tradicional y su valor nutritivo (Velásquez et al., 2019).

La producción mundial de panela se estima alrededor de 12000 kt/año, siendo los mayores productores India (60%), Colombia (14.9%), Pakistán (5%), China (3.9%) y Brasil (3.7%) (Alarcón et al., 2021). Particularmente en Colombia, la producción de panela es una actividad artesanal tradicional con una significancia económica y social relevante, no solo porque el sector productivo genera alrededor de 1.2 millones de empleos principalmente en las áreas rurales (Alarcón et al., 2021), sino porque Colombia es el principal consumidor per cápita de panela, con un promedio de 24 kg/año (Velásquez et al., 2019).

La panela está compuesta principalmente de sacarosa (65-85%), de azúcares reductores (10-15%), agua (3-10%) y de materiales insolubles como grasas, proteínas, hierro y fósforo (<1%). A nivel molecular, la panela consiste en microcristales anhidros de forma irregular rodeados de varios constituyentes como los azúcares reductores, minerales, vitaminas y aminoácidos (Velásquez et al., 2019).

El proceso productivo ocurre en tres etapas principales (Velásquez et al., 2019):

1. Extracción del jugo de caña a través de un proceso de molienda.
2. Evaporación de agua y concentración del jugo de caña con el propósito de obtener un jarabe (60 +/- 10 °Brix). En este proceso, también ocurre la clarificación del jugo, adicionando mucílago natural como agente coagulante. Posteriormente, la solución clarificada se somete a una alcalinización con cal para ajustar el pH alrededor de 6.0, de tal manera que se evite la hidrólisis de la sacarosa (Alarcón et al., 2021).
3. El jarabe se cristaliza por agitación mecánica a temperaturas entre 115 y 120°C en moldes (92 +/- 4 °Brix). Para la producción de panela en polvo o granular, el jarabe se raspa con una pala de madera hasta la formación de gránulos; luego, ésta se enfría y tamiza. Los cristales formados son de color amarillo a dorado de un tamaño aproximado de 3 mm (Kouhestani & Honarvar, 2021).

En Colombia, la panela se rige por la Resolución No. 779 de 2006, que establece los requisitos sanitarios que se deben cumplir en la producción y comercialización de la panela para consumo humano. En particular, la panela granulada o en polvo usada como materia prima en la fabricación del alimento en polvo para preparar bebida con panela, debe cumplir los requisitos fisicoquímicos presentados en la Tabla 1-3.

Tabla 1-3 Requisitos fisicoquímicos de la panela granulada o en polvo.
Tomado de: (Resolución 779, 2006).

Requisitos	Mínimo	Máximo
Azúcares reductores, expresados en glucosa, en %	5.74%	-
Azúcares no reductores expresados en sacarosa, en %	-	90%
Proteínas, en % (N x 6.25)	0.2%	-
Cenizas, en %	1.0%	-
Humedad, en %	-	5.0%
Plomo expresado como Pb en mg/kg	-	0.2
Arsénico expresado como As en mg/kg	-	0.1
SO ₂	Negativo	
Colorantes	Negativo	

La panela en forma de gránulos, secada al sol, con un contenido de humedad menor a 2% y empacada en bolsas de poliéster se puede almacenar hasta por un período de 2 años (Kouhestani & Honarvar, 2021). Sin embargo, con una humedad entre 2 y 5% como comercialmente se encuentra, la panela sufre cambios fisicoquímicos durante su vida útil, volviéndose más oscura y aumentando su contenido de humedad y actividad acuosa. Estas variaciones pueden influir en las especificaciones de los productos terminados que se fabriquen con panela (Asikin et al., 2014).

Verma et al. (2019) estudiaron la estabilidad de la panela en polvo a diferentes temperaturas mediante el análisis de isotermas de sorción de humedad. Los autores encontraron que el contenido de humedad en el equilibrio aumenta con el incremento de la temperatura y que, a humedad relativa superior a 76%, la panela pasa a un estado líquido por la absorción de humedad; igualmente, el contenido de humedad en el equilibrio aumenta al incrementar la temperatura a humedad relativa alta (absorción) y se reduce con un incremento en la temperatura a baja humedad relativa (desorción). Esto causa una inversión en la tendencia con un cruce a una actividad acuosa entre 0.6 y 0.7 como se observa en la Figura 1-7.

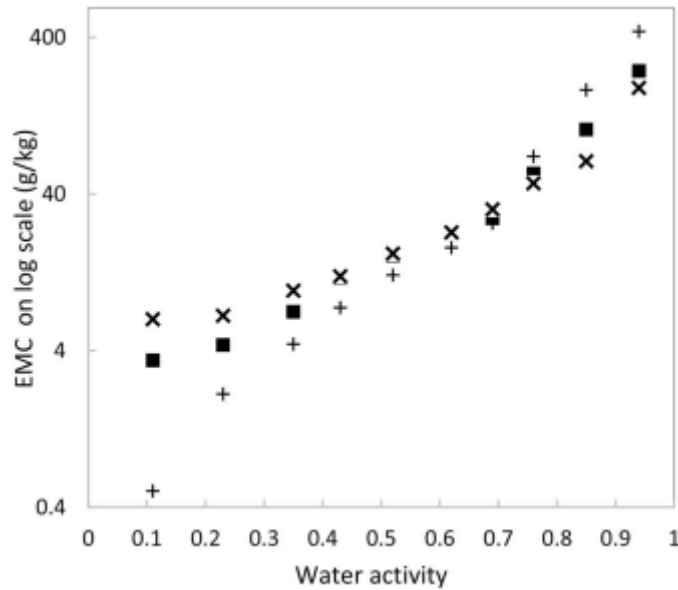


Figura 1-7 Isothermas de sorción de panela a 25°C, 35°C y 45°C. EMC: Contenido de humedad en el equilibrio.
Tomado de: (Verma et al., 2019).

La reducción del contenido de humedad en el equilibrio con el incremento de la temperatura a baja actividad acuosa es común en alimentos y se explica por la capacidad de absorción del agua o el incremento en el calor de sorción. A mayor actividad acuosa, la higroscopicidad de la panela incrementa con la temperatura.

1.3 Vida útil y modelos predictivos

La vida útil de un producto se define como el período del tiempo después de su fabricación en el cual el alimento es considerado seguro para su consumo (Rasane et al., 2015); otros autores, lo definen como el tiempo en que el alimento mantiene un nivel de calidad requerido bajo condiciones de almacenamiento definidas, incluyendo parámetros sensoriales, químicos, físicos, biológicos y legales (Manzocco et al., 2010; Mizrahi, 2011).

Usualmente, la vida útil de un producto se define monitoreando los cambios que ocurren en la calidad del alimento empacados en su envase original, bajo condiciones ambientales específicas (p. ej. Temperatura, luz, humedad relativa, etc.) que imitan la realidad que enfrentará el producto durante su transporte y almacenamiento. Este enfoque de determinación de vida útil en tiempo real es idóneo para productos perecederos, en los cuales rápidamente el producto se degrada. Por el contrario, en alimentos no perecederos, los cambios que resultan en la degradación del producto ocurren lentamente, por lo que es necesario acelerar los estudios de vida útil, monitoreando la degradación del alimento en condiciones ambientales que desencadenan el deterioro más rápido (Mizrahi, 2011).

La evaluación de vida útil se divide entonces en tres etapas fundamentales, las cuales se esquematizan en la Figura 1-8.

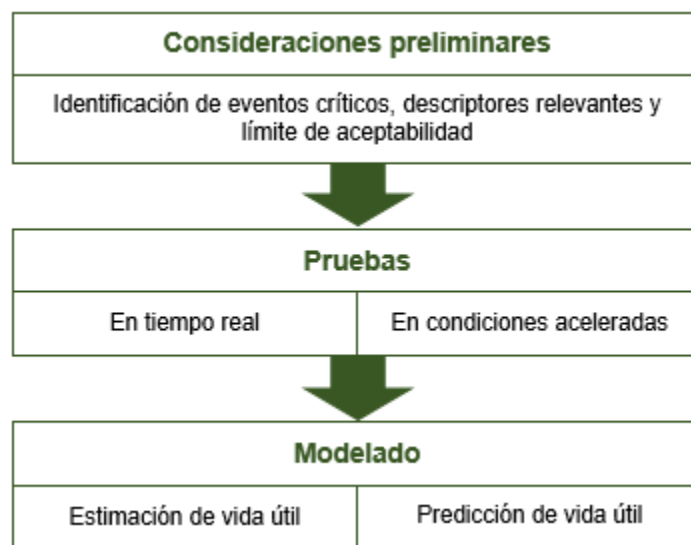


Figura 1-8 Representación esquemática del protocolo de determinación de vida útil. Adaptado de: (Mizrahi, 2011).

En la primera fase de consideraciones preliminares se identifican todas las condiciones que son más críticas en la calidad del alimento. En el caso de los alimentos en polvo, que normalmente son no perecederos y estables a condiciones ambientales debido a su bajo contenido de humedad, la pérdida de calidad usualmente se da por la afectación de las características sensoriales, causadas por cambios químicos como oxidación de lípidos, sabores, pigmentos y caramelización no enzimática, o cambios físicos como colapso de la

estructura (Mizrahi, 2011; Rasane et al., 2015). El límite de aceptabilidad se define como el nivel de calidad en el cual un producto deja de ser aceptable, pero es aún seguro para el consumo por lo que no representa un riesgo para la salud (Mizrahi, 2011). Cuando el límite de aceptabilidad no está definido a nivel regulatorio, el productor puede deliberadamente definirlo de acuerdo con sus propias políticas y objetivos de calidad, de acuerdo con su experiencia en el desempeño del producto en el mercado, los consumidores o la emulación de los competidores (Manzocco et al., 2010).

En la fase de pruebas, el protocolo para la evaluación de vida útil se lleva a cabo, monitoreando de forma rigurosa la evolución de los indicadores de calidad en condiciones ambientales que imitan la realidad del producto en el mercado (en tiempo real). Para productos no perecederos, la condición real de temperatura de almacenamiento es de 20 a 25°C, pero considerando las fluctuaciones de temperatura durante la distribución y almacenamiento, es razonable llevar a cabo las pruebas a temperaturas de 30-35°C. Para el caso de los estudios de vida útil en condiciones aceleradas, se pueden aplicar diferentes parámetros ambientales que afectan el producto, como temperatura, humedad relativa, intensidad de luz, entre otros. La premisa es que el deterioro del alimento aumente como función de la intensidad del factor acelerador escogido (Mizrahi, 2011).

Finalmente, en la etapa de modelado se utilizan los datos obtenidos durante la fase de pruebas para describir la evolución del indicador de calidad (I) como una función del tiempo de almacenamiento (t), mediante la integral de la ecuación cinética general Ec. 1-3 (Manzocco et al., 2010; Mizrahi, 2011):

$$\int_{I_0}^I \frac{dI}{I^n} = \int_0^t k dt \quad \text{Ec. 1-3}$$

Donde k es una constante de la reacción y n el orden de la reacción, que se selecciona dependiendo del modelo que mejor se ajuste a los valores experimentales. Los órdenes de reacción más comunes en alimentos son de orden cero, primer y segundo orden. En esos casos, la constante se calcula por regresión lineal de I , $\ln I$ o $1/I$ como función del tiempo de almacenamiento, respectivamente. Generalmente, también se acompaña de un

análisis estadístico basado en la comparación de los coeficientes de la regresión lineal (R^2), el valor P y un análisis visual de la regresión de los residuos.

Una vez se determina la constante k , la vida útil bajo las condiciones definidas en la prueba, se puede estimar resolviendo la Ec. (1-4) como una función del tiempo:

$$\text{Vida útil} = \frac{1}{k} \int_{I_0}^{I_{lim}} \frac{dI}{I^n} \quad \text{Ec. 1-4}$$

Donde I_0 es el valor del indicador de calidad justo después de la producción del alimento y I_{lim} es el valor crítico del indicador correspondiente al límite de aceptabilidad.

La Figura 1-9 muestra la representación esquemática de los cambios de un indicador de calidad I siguiendo reacciones de orden cero, primer orden y segundo orden y ecuaciones de vida útil relevantes.

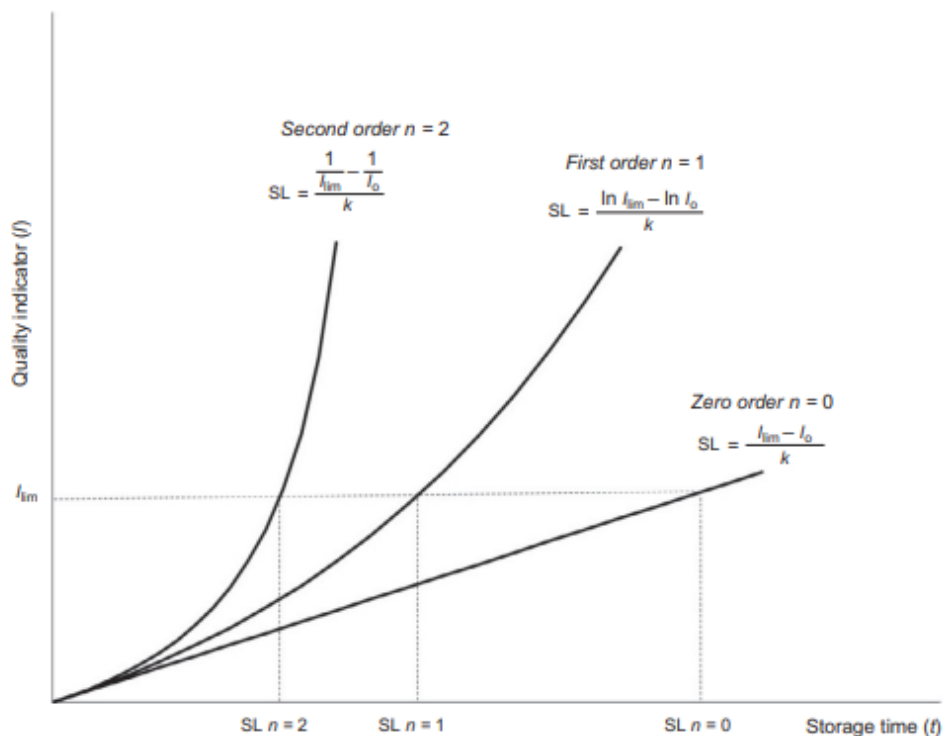


Figura 1-9 Representación esquemática de reacciones de orden cero, primer y segundo orden. SL=Vida útil por sus siglas en inglés.

Tomado de: (Mizrahi, 2011).

1.3.1 Temperatura como factor acelerador

Dentro de los diferentes factores que afectan la vida útil de un producto, la temperatura es uno de los más usados para acelerar la degradación de un alimento y llevar a cabo análisis de vida útil acelerados. La temperatura no solo acelera las cinéticas de reacción en los alimentos, sino que además su efecto está modelado por la ecuación de Arrhenius (Ec. 1-5), la cual se utiliza para estimar la velocidad de cambios químicos, físicos y sensoriales en alimentos (Manzocco et al., 2010; Mizrahi, 2011).

$$k = k_0 e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad \text{Ec. 1-5}$$

Donde:

k es la constante de velocidad de la reacción (cinética de reacción)

R es la constante molar de los gases (8.31 J/K.mol)

T es la temperatura absoluta (K)

E_a es la energía de activación aparente (J/mol)

K_0 es el factor pre-exponencial

La ecuación de Arrhenius puede reescribirse como una relación lineal entre el $\ln k$ y la temperatura, lo cual permite modelar la cinética de la reacción como función de la temperatura, estimando los parámetros a través de una regresión lineal de los datos (Ec. 1-6) (Mizrahi, 2011).

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E_a}{RT} \quad \text{Ec. 1-6}$$

También es posible estimar los parámetros de la ecuación, adicionando una temperatura de referencia T_{ref} , de modo que la ecuación se escribe incluyendo ésta temperatura y la constante k a dicha temperatura (Ec. 1-7) (Mizrahi, 2011):

$$\ln k = \ln k_{ref} - \frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \quad \text{Ec. 1-7}$$

Considerando el indicador de calidad seleccionado para la modelación de la vida útil, la Ec. 1-2 se transforma en la Ec. 1-8.

$$Vida \text{ útil} = \frac{\int_{l_0}^{l_{lim}} \frac{dl}{l^n}}{k_{ref} \exp \left[-\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right]} \quad \text{Ec. 1-8}$$

Una de las limitaciones del modelo descrito recae en la energía de activación, la cual no tiene un valor constante para cada tipo de reacción; éste cambia dependiendo de las características del alimento y las condiciones de procesamiento y almacenamiento (Mizrahi, 2011).

Finalmente, en el rango de temperatura en el que la ecuación de Arrhenius modela correctamente el fenómeno, es posible correlacionar de forma directa la vida útil de un alimento a diferentes temperaturas, a través de un factor (Ec. 1-9) (Mizrahi, 2011):

$$F_{VU} = \frac{VU_T}{VU_{T_{ref}}} \quad \text{Ec. 1-9}$$

Dónde: F_{VU} es el factor de vida útil, y VU_T y $VU_{T_{ref}}$ es la vida útil a cierta temperatura y a la temperatura de referencia.

1.4 Análisis estadístico

1.4.1 Prueba de Friedman

La prueba de Friedman se utiliza para analizar datos categóricos en más de dos periodos de tiempo, evaluando si las medianas de cada tiempo o tratamiento difieren entre sí (Minitab, 2021). La prueba considera las siguientes hipótesis:

Hipótesis nula: H_0	Las medianas de población son todas iguales.
Hipótesis alterna: H_1	No todas las medianas de la población son iguales.

El valor p obtenido se compara con el nivel de significancia α para evaluar la hipótesis nula. Si $p < \alpha$ se rechaza la hipótesis nula y se concluye que no todas las medianas de población son iguales. Normalmente se utiliza un nivel de significancia α de 0,05, que indica un riesgo de 5% de concluir que existe una diferencia cuando no hay una diferencia real (Minitab, 2021).

1.4.2 Diferencia Mínima Significativa

Es un método comúnmente usado para comparar una pareja de medias de tratamientos y determina el valor mínimo necesario para considerar dos tratamientos diferentes. La

diferencia mínima significativa (DSM) depende del percentil t de la distribución t-Student, el cuadrado medio del error experimental y el número de réplicas (Mendoza-Rivera, 2021).

1.4.3 Anova

Un análisis de varianza (ANOVA) prueba la hipótesis de que las medias de dos o más poblaciones son iguales. Considera las mismas hipótesis de la prueba de Friedman y se utiliza para variables de respuesta continua y al menos un factor con dos o más niveles. Requiere de datos de poblaciones que sigan una distribución aproximadamente normal, con varianzas iguales entre los niveles de factores. Cuando solo se tienen 2 grupos o niveles de factores, Minitab realiza la prueba F para validar el supuesto de varianzas iguales (Minitab, 2021). El estadístico F es un cociente de dos varianzas:

$$F = \text{Variación entre las medias de las muestras} / \text{variación dentro de las muestras}$$

En la salida del ANOVA de un solo factor, se obtiene el cuadrado medio ajustado (CM ajust.) del factor, que se utiliza como la variación entre las medias de las muestras. El cuadrado medio es la suma de las desviaciones cuadráticas divididas por los grados de libertad para el factor, e implica que entre más dispersas estén las medias de los grupos, mayor será este número. La variación dentro de las muestras se obtiene como la suma de las desviaciones cuadráticas de cada observación con respecto a la media de su grupo dividida por los grados de libertad para el error (Minitab, 2023).

En general, una estadística F es un cociente de dos cantidades que se espera que sean aproximadamente iguales bajo la hipótesis nula, lo que produce una estadística F de aproximadamente 1. Para rechazar la hipótesis nula de que las medias de los grupos son iguales, se necesita un valor F alto (Minitab, 2023).

1.4.4 Prueba de Tukey

Se utiliza en ANOVA para realizar comparaciones entre parejas sin un control. Es muy similar a la DMS, pero en lugar de utilizar las distribuciones de t como base para realizar las comparaciones, se emplea la distribución de rango estandarizado o estudentizado (Mendoza-Rivera, 2021).

1.4.5 Regresión Lineal por Mínimos Cuadrados

1.5 Estado del arte

Diversos autores han propuesto métodos y nuevos equipos para evaluar la compactación de polvos, entre los que se destacan reómetros, texturómetros y la medición de la fuerza de desplazamiento.

Doğan et al. (2019) estudiaron los perfiles de compactación de muestras de café con diferentes niveles de tueste utilizando un analizador de textura TA XT Plus, también conocido como reómetro de polvos. Los autores indican que la cohesividad de los polvos y la tendencia a compactarse aumenta a menores tamaños de partícula por una mayor área superficial y mayor nivel de tueste, dado que el contenido de grasa es más relevante en la superficie de la partícula. Igualmente, Addo et al. (2019) evaluaron la compactación de jugo de dátiles chinos en polvo utilizando un reómetro de polvos FT4 para cuantificar la resistencia a fluir mediante la medición del flujo de energía antes y después de la compactación. Para ello, expusieron el jugo en polvo a ciertas condiciones ambientales por diferentes tiempos (1 a 5 h) con tres humedades relativas diferentes (33%, 53% y 75%), tres temperaturas (25°C, 35°C y 45°C) y tres presiones o cargas (3, 6, 9 kPa). Dentro de los resultados obtenidos se encuentra que el jugo tuvo el mayor pico de energía cuando se expuso a la más alta humedad relativa y a la mayor presión. Con la temperatura, la compactación fue tan alta que no pudo ser medida.

Carpin et al. (2017) midieron la compactación de diferentes fracciones de lactosa tamizada, mediante una prueba de corte anular utilizando un equipo medidor de flujo (RST-XS). Los autores comprobaron que la tendencia a la compactación es mayor en las fracciones más finas y en fracciones con mayor rango de distribución de tamaño de partícula, aun cuando el diámetro medio es similar. Para este último caso, se atribuye la mayor compactación a la condensación capilar y a la compactación mecánica, la cual se da en partículas de forma y tamaño irregular que se enredan entre ellas (Cookson & Stirk, 2019).

Paterson & Bröckel (2015) caracterizaron la compactación de jugo de limón en polvo usando el método de penetración, construyendo un equipo a la medida; para ello, utilizaron una probeta de 2 mm de diámetro para penetrar un lecho de 2 mm de polvo a una velocidad de 12.5 mm/s. La fuerza se midió con una celda de carga, tomando el valor máximo como la métrica para determinar la fuerza de la torta compactada.

Fitzpatrick et al. (2008) desarrollaron un medidor de fuerza de desplazamiento para obtener el valor de la fuerza de la torta o polvo compactado; este equipo lo usaron para investigar el efecto de la temperatura, humedad relativa, tiempo de exposición y transición vítrea en la fuerza de compactación de leche descremada en polvo. El equipo fue descrito en el numeral 1.1.4 y se presenta en la Figura 1-6. Basado en esta propuesta, Salehi et al. (2019) propusieron ajustes sobre las dimensiones y diseño del equipo para minimizar la fricción y maximizar la repetitividad de las mediciones. Esta propuesta, conocida como medidor de compactación Greenwich (GTC por sus siglas en inglés) se aplicó en la evaluación de compactación de detergentes, variando la temperatura y tiempo de exposición.

Fitzpatrick et al. (2010) compararon el comportamiento de compactación de tres polvos fisicoquímicamente diferentes: leche descremada en polvo, maltodextrina amorfa y sal común cristalina. Estos productos fueron expuestos a humedades relativas altas (76% a 100%) durante una semana y a ciclos de humedad (2 días a alta HR, 2 días a 11% HR, 2 días a alta HR) para caracterizar e interpretar los mecanismos de compactación. El método usado fue el método de compresión uniaxial inducido por fuerza en un equipo empírico, similar al presentado en la Figura 1-6. Como conclusiones, los autores indican que la fuerza de compactación a altas humedades se ve influenciada por el tipo de polvo; la maltodextrina amorfa tuvo la mayor fuerza de compactación, seguida en su orden, por la leche descremada en polvo y por la sal.

La revisión de los estudios anteriores evidencia la complejidad de encontrar métodos para medir la compactación de polvos y ligado en la mayoría de los casos, a la fuerza requerida para romper la torta o mover el polvo. Contrario a los métodos convencionales, Salish & Ambrose (2021) utilizaron el modelo simplificado de Johnson-Kendall-Roberts (JKR) para

predecir la compactación de polvos a través de la densidad de energía de cohesión, la cual se usa para explicar las fuerzas cohesivas interpartícula. El modelo requiere la energía de cohesión y el volumen de partículas para calcular la fuerza requerida para separar dos partículas en contacto; para validar el modelo, los autores compactaron isomaltosa y midieron la fuerza requerida para romper la torta, tomando la fuerza máxima como el valor de las fuerzas cohesivas interpartícula. El coeficiente de correlación del modelo (R^2) fue de 0,99, demostrando que el método propuesto es útil para determinar la tendencia de un polvo de compactarse.

Con relación a la predicción de la compactación en el tiempo, no se encontraron estudios que reporten modelos para ello. Sin embargo, diversos estudios se han realizado para predecir la vida útil de diferentes tipos de productos, basados en la medición de propiedades fisicoquímicas y sensoriales y en la influencia de la temperatura. Dentro de los modelos utilizados se encuentra la ecuación de Arrhenius, modelos multivariados, método de Weibull, entre otros.

Jiang et al. (2021) estudiaron los cambios en las características químicas de una fórmula infantil de leche suplementada con vitaminas, minerales, ácidos grasos poliinsaturados y otros nutrientes, almacenada a 25°C, 30°C y 40°C durante seis meses. Los parámetros evaluados fueron el contenido de vitaminas, la oxidación lipídica, la formación de compuestos volátiles y la composición de ácidos grasos. El modelo matemático se basó en una prueba de vida útil multivariada acelerada (MASLT por sus siglas en inglés) combinada con el modelo de Arrhenius. Esta prueba permite monitorear varias características de forma simultánea, mientras el modelo de Arrhenius se utilizó para establecer el orden del modelo, la constante de aglomeración, la energía de activación y el factor de aceleración a partir de una temperatura de referencia.

Rasane et al. (2015) propusieron un modelo de vida útil para una formulación de alimento para bebé fermentado a base de nutricereales almacenado a 10, 25, 37 y 45°C por un período de 180 días. Se llevó a cabo un estudio de vida útil para evaluar a nivel sensorial el producto mediante paneles con consumidores y con panelistas semi-entrenados y análisis químicos (humedad y acidez). Estos últimos parámetros resultaron inadecuados

para determinar la vida útil, por lo que utilizaron un análisis de peligros mediante el método de Weibull y los resultados del análisis sensorial con un nivel de rechazo de 25% y 50% para determinar la vida útil.

Jena & Das (2012) establecieron un modelo matemático para predecir la vida útil de leche de coco en polvo empacada al vacío en bolsas de polietileno y aluminio, almacenadas por 9 días a temperatura de $38 \pm 2^\circ\text{C}$ y humedad relativa de $90 \pm 1\%$. La vida útil fue estimada considerando como índices de fallo el contenido crítico de humedad para causar compactación y la concentración de oxígeno para un índice de peróxido máximo de 10 mEq de O_2 por kilogramo de grasa, como indicador de la rancidez oxidativa. Los autores concluyen que la compactación ocurre primero que la rancidez oxidativa para el producto evaluado.

La revisión del estado del arte frente al tema central de la investigación corrobora el panorama ya mencionado, donde existen algunos estudios que evalúan la compactación de polvos y otros estudios donde se proponen modelos predictivos de vida útil. Sin embargo, no se encontraron estudios específicos de compactación en panela, ni utilizando métodos para predecir la compactación en el tiempo, de modo que la presente propuesta cobra relevancia para generar conocimiento en este campo.

2. Metodología

A continuación, se presenta la metodología utilizada para la evaluación de compactación de un alimento en polvo con incorporación de panela.

2.1 Producto

El producto seleccionado para evaluar su grado de compactación consiste en un alimento en polvo para preparar bebida con panela sabor a limón. El producto se comercializa en el mercado colombiano y contiene 65% de panela, además de otros ingredientes como los que se listan a continuación: acidulante (ácido cítrico), sabores idénticos al natural, regulador de acidez (citrato de sodio), edulcorantes artificiales (aspartame, acesulfame-k, sucralosa), sal, anticompactantes (dióxido de silicio, fosfato tricálcico), espesantes (goma xanthan, goma arábiga), colorante caramelo, sabor natural, colorante artificial (amarillo no. 6). La información anterior se obtiene de la lista de ingredientes declarada en el empaque del producto; la composición exacta no se indica por considerarse secreto industrial para la empresa fabricante. La presentación del producto es en sobres de 29 g de un trilaminado de dos capas de polietileno y una capa de aluminio.

El producto se adquirió directamente en la planta de fabricación de una empresa de alimentos de la ciudad de Bogotá, tomando aleatoriamente de cada lote, las unidades presentadas en la Tabla 2-1.

Tabla 2-1 Identificación de las muestras experimentales.

Etapa	Lote	Fecha vencimiento	No. De unidades	Cantidad de producto (kg)
Ciclos de temperatura	Li527	Abr-2023	288	8,4
Estabilidad	Li515	May-2023	608	17,6

2.1.1 Evaluación de la compactación de producto a diferentes ciclos de temperatura

Para la evaluación del producto a diferentes ciclos de temperatura, se dividieron aleatoriamente las muestras del lote Li527 en seis paquetes de 48 unidades. Uno de los paquetes se tomó para evaluar la compactación del producto en tiempo cero. Los otros cinco paquetes fueron sometidos a ciclos de alta y baja temperatura por cinco días (Tabla 2-2). Cada 12 horas el producto fue alternado de temperatura pasando de 50°C en un horno a -18°C en un congelador y cada 24 horas (cumplimiento de un ciclo), se tomó uno de los paquetes para medir su grado de compactación.

Tabla 2-2 Plan de evaluación del método acelerado para medir compactación.

Día	Hora	Horas transcurridas	Ambiente/ Temperatura	No. Muestras
Día 1	6:00 am	0	50°C	48
	6:00 pm	12	-20°C	
Día 2	6:00 am	24	50°C	48
	6:00 pm	36	-20°C	
Día 3	6:00 am	48	50°C	48
	6:00 pm	60	-20°C	
Día 4	6:00 am	72	50°C	48
	6:00 pm	84	-20°C	
Día 5	6:00 am	96	50°C	48

2.1.2 Evaluación de la estabilidad del producto

Para la evaluación de estabilidad del producto alimenticio con panela se seleccionaron tres temperaturas: 20°C (ambiente Bogotá), 37°C (cámara climática) y 50°C (horno). En cada uno de estos ambientes se pusieron 192 unidades de 29 g (5.6 kg) del alimento en polvo con panela del lote i515 indicadas en la Tabla 2-1. Durante seis semanas, se tomaron 32 unidades de cada ambiente por semana para evaluar la compactación del producto. También se realizó la medición de compactación al comienzo de la evaluación (Semana 0).

Tabla 2-3 Plan de muestras para evaluación de compactación a tres temperaturas.

Semana	Ambiente			No muestras/ lote
	Real (T=20°C)	CC (37°C)	Horno (50°C)	
0	32			32
1	32	32	32	96
2	32	32	32	96
3	32	32	32	96
4	32	32	32	96
5	32	32	32	96
6	32	32	32	96
Total	224	192	192	608

2.2 Métodos de medición de compactación

2.2.1 Visual

Para la calificación del grado de compactación de las muestras, se propuso la escala presentada en la Tabla 2-4, la cual parte de una metodología propia de la empresa. Cabe anotar que el porcentaje de compactación se estima visualmente por proporción del producto compactado con respecto al producto inicial.

Tabla 2-4 Escala de calificación de compactación propuesta por el autor.

Calificación	Descripción
1	0% de compactación
2	Menos del 10% del producto presenta compactación
3	Entre el 10% y el 25% del producto está compactado
4	Entre el 25% y el 40% del producto está compactado
5	Entre el 40% y el 60% del producto está compactado
6	Entre el 60% y el 75% del producto está compactado
7	Entre el 75% y el 90% del producto está compactado
8	Más del 90% del producto está compactado
9	El 100% del producto está compactado

En cada ciclo, se tomaron seis sobres de forma aleatoria y se examinaron visualmente inmediatamente después de cortar con delicadeza una de las caras del sobre (Figura 2-1) para evitar la manipulación excesiva y la posible fractura de producto compactado. Para cada sobre se asignó entonces una calificación acorde con la escala presentada en la Tabla 2-4.



Figura 2-1 Evaluación visual de muestras sometidas a ciclos de horno-congelador.
Archivo particular.

2.2.2 Determinación del tamaño de partícula

La determinación del tamaño de partícula se realizó siguiendo la metodología de medición de granulometría usada por la empresa productora del alimento. Para ello, se tomaron 300 g del producto sometido a cada uno de los ciclos de temperatura y se analizaron utilizando una tamizadora analítica Retsch AS 200 (Alemania) (Figura 2-2), que funciona con accionamiento electromagnético regulado, logrando una gran precisión de separación en tiempos cortos de tamizado. Se utilizaron tamices estándar ASTM de los siguientes tamaños: 850 μm , 600 μm , 425 μm , 355 μm , 250 μm , 180 μm , 150 μm y 75 μm . Cada muestra se colocó en la parte superior y se tamizó por un tiempo de 5 min con una amplitud de vibración de 1 mm. Previo a iniciar cada medición, se pesó cada uno de los tamices en una balanza analítica Mettler Toledo PB3002-S (Estados Unidos) y una vez realizado el tamizaje, la masa retenida en cada tamiz junto con el tamiz se pesaron nuevamente, para calcular el valor retenido por sustracción del peso final y el inicial. Posterior a cada medición, los tamices se limpiaron con aire comprimido para remover las trazas de polvo retenidas. Para cada ciclo de temperatura, se realizaron mediciones por triplicado.



Figura 2-2 Tamizadora Retsch AS 200.

Tomado de: (Retsch, 2022)

2.2.3 Medición de la compresión uniaxial inducida por fuerza

Para la medición de compactación por compresión uniaxial con texturómetro TA.XT Plus (Reino Unido) (Figura 2-3), se tomó como referencia el método propuesto por CXCálculo (Figura 1-6), para lo cual se utilizó un aditamento de 60 mm de diámetro y 40 mm de alto, con una apertura circular en el centro de aproximadamente 10 mm (Figura 2-4).



Figura 2-3 Texturómetro TA.XT Plus usado para medir compactación.

Fuente: Archivo particular.

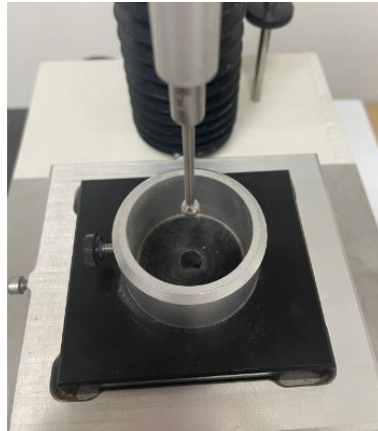


Figura 2-4 Aditamento usado en el texturómetro TA.XT Plus para medir compactación.

Fuente: Archivo particular.

Se adicionaron $12.00 \text{ g} \pm 0.20 \text{ g}$ del alimento en polvo sometido a los ciclos de temperatura indicados en el numeral 2.1.1, de modo que se generara una capa de polvo con un espesor de 7 mm. Dado que el alimento no estaba totalmente compactado, se cubrió la apertura por la parte inferior con una lámina de aluminio, replicando el método propuesto. Se utilizó una probeta esférica de acero inoxidable de $\frac{1}{4}$ " (P/0.25S) y se pasó a través del polvo a una velocidad constante de 0.5 mm/sec (equivalente a 30 mm/min), midiendo la fuerza

máxima requerida para atravesar el polvo (Figura 2-5). Para cada ciclo de temperatura, se midieron seis muestras.

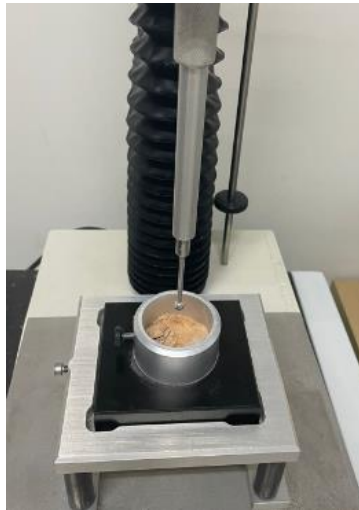


Figura 2-5 Aditamento usado en el texturómetro TA.XT Plus para medir compactación de Alimento en polvo con panela.

Fuente: Archivo particular.

2.3 Análisis Estadístico

2.3.1 Método visual

Las calificaciones dadas para cada ciclo de temperatura se analizaron con la prueba de Friedman utilizando el software Matlab® y las siguientes hipótesis:

Hipótesis nula: H_0

Las medianas de población son todas iguales.

Hipótesis alterna: H_1

No todas las medianas de la población son iguales.

Para determinar cuál o cuáles de los ciclos difieren entre sí, se realizó una prueba de Diferencia Mínima Significativa en el mismo software.

2.3.2 Tamaño de partícula

Para analizar los datos obtenidos por granulometría, se calculó el Diámetro Medio de partícula con la Ec. 1-1, y posteriormente se realizó un análisis de varianza (ANOVA) de un factor utilizando el software estadístico Minitab®. Para ello, el factor es el ciclo de horno-congelador al que se expusieron las muestras con seis niveles o ciclos (T0, T1, T2, T3, T4 y T5) o el tiempo de estabilidad en días a los que se sometieron las muestras en cada temperatura (0, 7, 14, 21, 28, 35, 42) y la variable de respuesta es el diámetro medio de partícula. Para identificar cuál o cuáles niveles son diferentes entre sí, se realizó una prueba de Tukey.

2.3.3 Compresión uniaxial inducida por fuerza

Los datos obtenidos del texturómetro se analizaron directamente aplicando un análisis de varianza (ANOVA) de un factor utilizando el software estadístico Minitab®. Para esta prueba, las hipótesis son:

Hipótesis nula: H_0	Las medias de población son todas iguales.
Hipótesis alterna: H_1	No todas las medias de la población son iguales.

Igual que en el numeral anterior, el factor es el ciclo de horno-congelador y la variable de respuesta es la fuerza máxima obtenida en cada medición. Posterior al ANOVA, se realizó una prueba de Tukey para identificar las medias que son diferentes entre sí.

2.3.4 Análisis de datos de estabilidad

Para los datos obtenidos del diámetro medio aritmético de partícula en cada ambiente, se calculó el logaritmo natural y el inverso del diámetro medio aritmético de partícula, con el objetivo de realizar una regresión lineal simple por el método de mínimos cuadrados utilizando el software estadístico Minitab®.

- Orden cero: Diámetro medio aritmético de partícula en cada temperatura T, en función del tiempo

$$\bar{D}_{m\acute{a}sico, T} = f(t) \quad \text{Ec. 2-1}$$

- Primer orden: Logaritmo natural del diámetro medio aritmético de partícula en cada temperatura T, en función del tiempo

$$\ln(\bar{D}_{m\acute{a}sico, T}) = f(t) \quad \text{Ec. 2-2}$$

- Segundo orden: Inverso del diámetro medio aritmético de partícula en cada temperatura T, en función del tiempo

$$\frac{1}{\bar{D}_{m\acute{a}sico, T}} = f(t) \quad \text{Ec. 2-3}$$

De esta manera se estiman los coeficientes de regresión de la ecuación lineal, es decir, la pendiente y la intersección.

Adicionalmente, se realiza un análisis de varianza (Anova) sobre los datos obtenidos en cada observación con la prueba de hipótesis para la pendiente β y la intersección γ , como se muestran a continuación:

Pruebas de hipótesis para la pendiente:

$$\text{Hipótesis nula: } H_0 \quad \beta = 0$$

$$\text{Hipótesis alterna: } H_1 \quad \beta \neq 0$$

Y para la intersección γ :

$$\text{Hipótesis nula: } H_0 \quad \gamma = 0$$

$$\text{Hipótesis alterna: } H_1 \quad \gamma \neq 0$$

Los datos obtenidos también se graficaron en Microsoft Excel® para evidenciar el comportamiento de los mismos como función del tiempo.

2.3.5 Límite de aceptabilidad

El límite de aceptabilidad para el producto alimento en polvo para preparar bebida con panela está definido por el fabricante del producto, de acuerdo al historial de pruebas de estabilidad que se han realizado para el mismo. Para el producto Alimento en polvo con panela, el límite de aceptabilidad corresponde a máximo 20 a 40% de gránulos (Figura 1-4). Normalmente, esta condición se obtiene cuando se somete el producto a 37°C por cuatro semanas. Por tanto, para las pruebas de estabilidad del producto a 20°C, 37°C y 50°C se estimó el límite de aceptabilidad con la técnica de tamizaje de la siguiente manera:

1. Se calculó el diámetro medio de partícula con el modelo de vida útil propuesto a 37°C con un tiempo de 4 semanas. Este diámetro medio de partícula corresponde al límite de aceptabilidad del producto en términos de compactación bajo el método de tamizaje.
2. Con el diámetro medio de partícula calculado en el numeral anterior, se determinó el tiempo requerido a 20°C y a 50 °C para obtener este valor usando el modelo de vida útil propuesto.

3.Resultados y discusión

3.1 Selección del método de medición de compactación

3.1.1 Determinación de compactación por método visual

La tabla 3-1 muestra los resultados de las calificaciones dadas a cada una de las muestras evaluadas, así como la mediana, el rango, el valor mínimo y máximo de cada una de las calificaciones. Estos datos evidencian la variabilidad en las muestras bajo este método de evaluación, en donde se pueden tener rangos entre 0 y 4 unidades en la escala categórica, es decir, entre 0% de compactación y hasta 40% del producto compactado.

Por otra parte, la Figura 3-1 presenta una imagen de una de las muestras evaluadas para cada uno de los ciclos de temperatura junto con la calificación dada, de acuerdo con la escala presentada en la Tabla 3-1.

Tabla 3-1 Resultados obtenidos de la calificación visual de las muestras para cada ciclo horno-congelador.

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

Muestra	Tratamiento					
	T0	T1-HC	T2-HC	T3-HC	T4-HC	T5-HC
m1	1	4	3	3	7	3
m2	1	3	4	2	4	6
m3	1	2	4	3	6	6
m4	1	3	3	4	7	4
m5	1	3	5	5	6	7
m6	1	2	4	2	3	5
Mediana	1	3	4	3	6	6
Rango	0	2	2	3	4	4
Min	1	2	3	2	3	3
Max	1	4	5	5	7	7

Los resultados de la prueba de Friedman comprueban que las diferencias entre algunas de las medianas son estadísticamente significativas, dado que se obtuvo un valor p de 0,0004 (Ver Anexo). La prueba de Diferencia Mínima Significativa evidenció que el nivel de compactación en tiempo cero es significativamente diferente a los resultados de compactación obtenidas en el ciclo 4 y 5 (Ver Anexo A).







Salida	T0	T1-HC	T2-HC
Evidencia fotográfica			
Calificación	1	2	3
Salida	T3-HC	T4-HC	T5-HC
Evidencia fotográfica			
Calificación	4	6	7

Figura 3-1 Ejemplificación de la calificación dada para una muestra en cada uno de los ciclos de Horno-Congelador.

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

Fuente: Archivo particular.

3.1.2 Determinación de compactación por tamaño de partícula

Los resultados obtenidos en la granulometría se graficaron inicialmente en Microsoft Excel® para visualizar el comportamiento de los datos. En la Figura 3-2 se puede observar que los ciclos de temperatura a los cuales se sometieron las muestras generaron un cambio en el perfil granulométrico del producto, aumentando el porcentaje de producto retenido en la malla de 600 μm y disminuyendo la cantidad producto retenido en la malla

de 250 μm principalmente, lo cual podría deberse a la formación de gránulos de mayor tamaño causada por condensación y evaporación durante los ciclos de temperatura, tal y como lo expone Hartmann & Palzer (2011). Dicho comportamiento no llega a ser evidente sólo con la evaluación visual de las muestras.

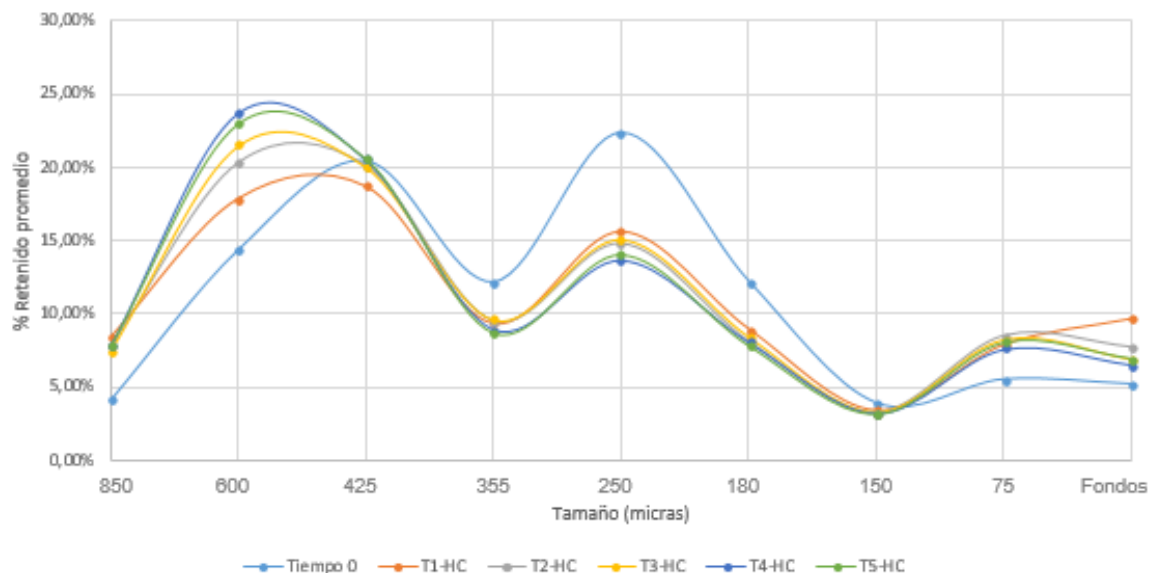


Figura 3-2 Curva granulométrica para cada ciclo de temperatura.

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

Fuente: Archivo particular.

En la Tabla 3-2 se muestra el diámetro medio de partícula calculado a partir de la Ec. 2-1 y Ec. 2-2, la desviación estándar σ y el coeficiente de variación (CV). Se puede observar que la variabilidad en los datos alcanza hasta 11 μm en el diámetro medio de partícula (T4-5C), que representa un 3% con respecto al promedio de esta medición, lo cual en general, se puede considerar bajo.

Gooch (2015) indica que el muestreo aleatorio para una prueba de granulometría conlleva a resultados variables y no reproducibles, obteniendo variaciones hasta de 20% en una

misma fracción. Para el caso del experimento, si bien se realizó un muestreo aleatorio de los sobres, no se tomaron sub-muestras de ellos, por lo que más allá de atribuir la variabilidad al muestreo, se podría atribuir a la heterogeneidad del producto dentro de los mismos sobres; dicha heterogeneidad debido a que el producto es una mezcla de ingredientes de diferentes tamaños de partícula lo que conlleva a la segregación natural del producto por esta razón. Pese a que todas las muestras evaluadas fueron sometidas a la misma condición, entre los diferentes sobres se observaron diferencias en la cantidad de gránulos formados.

Tabla 3-2 Diámetro medio de partícula calculado para cada ciclo de temperatura.

ID	Diámetro medio de partícula (μm)				DE (μm)	CV
	m1	m2	m3	Promedio		
T0	315	304	311	310	6	1,88%
T1-HC	340	345	343	343	2	0,62%
T2-HC	346	345	348	346	1	0,43%
T3-HC	338	357	347	347	10	2,75%
T4-HC	368	347	359	358	11	3,00%
T5-HC	358	353	354	355	3	0,82%

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

El análisis de varianza realizado en el software estadístico Minitab® arrojó un valor $p=0,000$, lo cual indica que con un nivel de significancia $\alpha = 0,05$ hay diferencias significativas entre el diámetro medio de partícula calculado en cada ciclo (ver Anexo B).

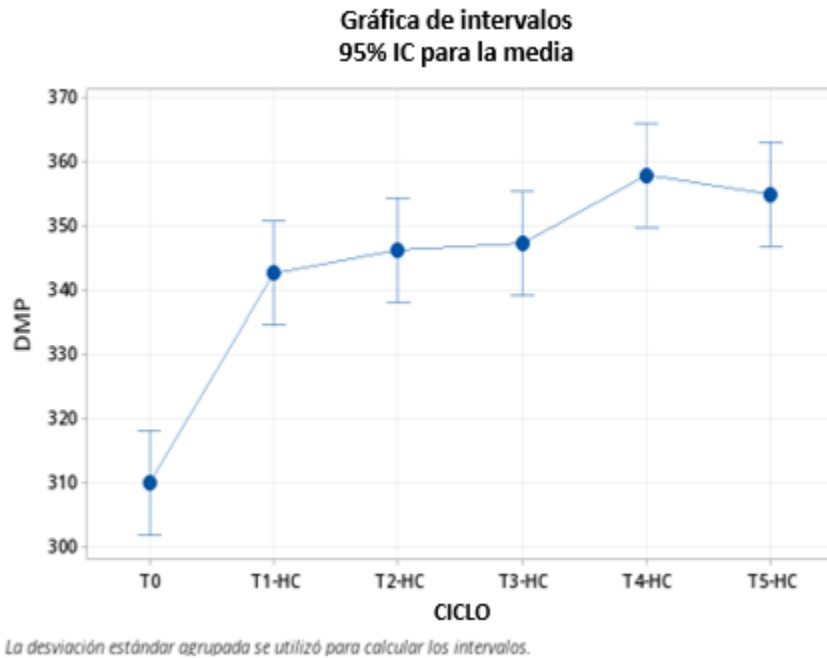


Figura 3-3 Gráfica de intervalos del Diámetro Medio de Partícula (DMP) para cada ciclo de temperatura.

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

Fuente: Archivo particular.

Al aplicar la prueba de Tukey para identificar las diferencias entre las medias, se encuentra que con un 95% de confianza, el diámetro medio de partícula en tiempo 0 (T0) es diferente al diámetro medio obtenido después de aplicar el tratamiento (ver Anexo C); sin embargo, no hay diferencia significativa entre las demás medias de los diferentes niveles aplicados; esto puede deberse a una incorrecta amplitud en la vibración del tamizador, ya que, si ésta es muy alta, las partículas saltan dentro de las mallas muy alto (Gooch, 2015), lo cual puede ocasionar la ruptura de las uniones interpartícula generadas por los ciclos de temperatura y humedad, que pueden ser frágiles si se dan por puentes de unión de baja viscosidad (Hartmann & Palzer, 2011).

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos y buscando visualizar mejor las diferencias entre los diferentes niveles del tratamiento o los ciclos de temperatura, se realizó un ajuste al método de medición, disminuyendo la amplitud de la vibración a la mínima posible del equipo (0,25 mm) con tan solo un minuto de vibración, de tal forma que no se desintegraran completamente los grumos ocasionados por la compactación. Para este caso, la variable de respuesta se tomó como el porcentaje másico retenido en la malla de mayor diámetro (malla 850), ya que visualmente era evidente la compactación con diámetros mayores a 850 μm (ver Tabla 3-3).

Tabla 3-3 Porcentaje retenido en la malla 850 μm para cada ciclo de temperatura con amplitud del tamizador de 0,25 mm.

ID	% Retenido Malla 850 μm			Promedio (%)	DE (%)	CV (%)
	m1	m2	m3			
T0	4,15%	4,84%	4,04%	4,34%	0,43%	9,98%
T1-HC	16,29%	12,95%	12,69%	13,98%	2,01%	14,35%
T2-HC	14,38%	14,09%	13,83%	14,10%	0,28%	1,95%
T3-HC	54,15%	29,31%	16,13%	33,20%	19,31%	58,16%
T4-HC	52,90%	59,76%	56,95%	56,54%	3,45%	6,10%
T5-HC	48,95%	47,80%	58,75%	51,83%	6,02%	11,61%

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

En este caso, se observan cambios más relevantes en el promedio del porcentaje retenido en malla 850 con el paso del tiempo, pese a que también se evidencia una mayor variabilidad en los datos, con coeficientes de variaciones muy por encima a los obtenidos en la Tabla 3-2. Este aumento en la variabilidad se debe a un tiempo muy corto de tamizaje, que impide lograr una buena separación de la muestra.

Igual que en el caso anterior, los resultados se analizaron mediante una prueba de análisis de varianza (ANOVA) de un factor, seguida de una prueba de Tukey de comparaciones múltiples entre las medias. En este caso se obtuvo un valor $p < 0,05$ (Ver Anexo D) para el análisis de varianza, con lo cual se concluye que con un 95% de confianza, hay diferencias entre el diámetro medio de partícula obtenido entre uno o varios ciclos de temperatura.

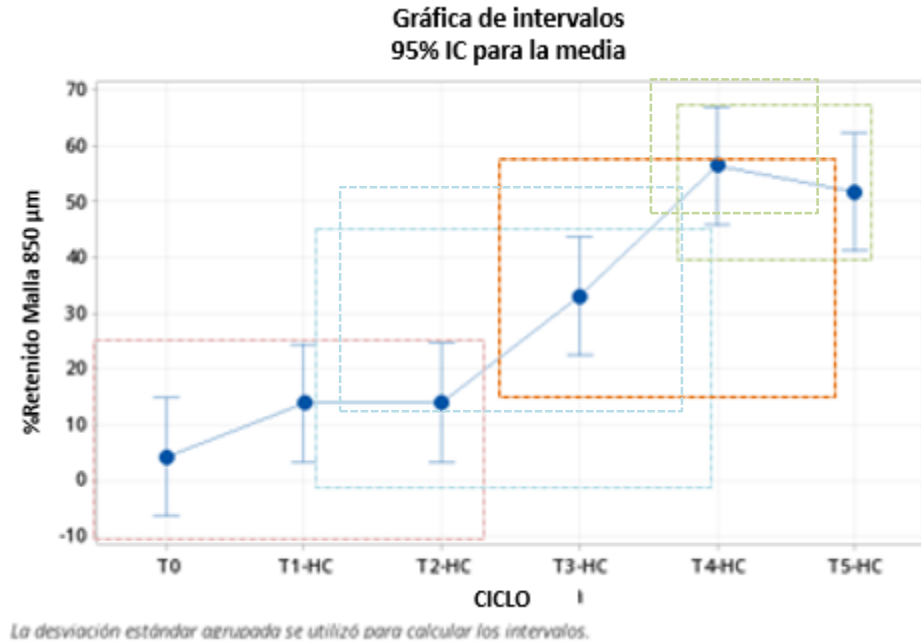


Figura 3-4 Gráfica de intervalos del porcentaje retenido en malla 850 para cada ciclo de temperatura con amplitud de tamizaje de 0,25mm.

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

Fuente: Archivo particular.

La prueba de Tukey arrojó cuatro agrupaciones para la fracción másica retenida en la malla de 850 µm, como se muestra en la Figura 3-4. El porcentaje retenido en la malla de 850 µm en tiempo cero es significativamente diferente del valor obtenido en los ciclos 3, 4 y 5; los valores obtenidos en el ciclo 1 y en el ciclo 2, son diferentes significativamente de los

valores obtenidos en los ciclos 4 y 5; el valor retenido en el ciclo 3 es significativamente diferente del valor obtenido en tiempo cero y en el ciclo 4; y finalmente, el ciclo 4 es significativamente diferente de tiempo 0 y del ciclo 1, 2 y 3 (ver Anexo E).

Con estos resultados es más claro el impacto de los ciclos de temperatura en la compactación de la muestra, por lo que se evidencia que la amplitud de la vibración del tamizador es una variable que debe ajustarse a 0,25 mm para los fines del presente estudio. Sin embargo, para reducir también la variabilidad en los datos, se requiere mantener el tiempo de vibración en 5 minutos, de tal manera que se logre una adecuada separación de finos y gruesos entre las mallas, sin desintegrar el tamaño de las partículas afectadas por el factor acelerador seleccionado.

3.1.3 Determinación de compactación por compresión uniaxial

En la Tabla 3-5 se muestran los resultados obtenidos de la fuerza máxima promedio requerida para atravesar el polvo sometido a cada ciclo de temperatura, así como su desviación estándar y su coeficiente de variación. Los datos obtenidos evidencian una alta variabilidad en los datos, especialmente al compararlos con el método de tamizaje, que exhibió coeficientes de variabilidad hasta de 58% en una condición no idónea de tiempo de vibración (1 min en comparación con 5 min de tiempo estándar); la medición por compresión uniaxial muestra coeficientes de variabilidad hasta de 150%.

Esta variabilidad se explica por la heterogeneidad en la muestra evaluada, dado que a diferencia del método propuesto por Ermiş (2015), el polvo no se compactó dentro del cilindro en el que se realiza la medición, sino que se compactó en su empaque original, del cual se extrajo una sub-muestra de 12 gramos. Como se observa en la Figura 3-1, en un mismo sobre pueden encontrarse grumos de diferentes tamaños, por lo que la medición de la fuerza requerida para atravesar el polvo, variará considerablemente.

La Figura 3-5 muestra gráficamente el resultado de la medición de cada ciclo.

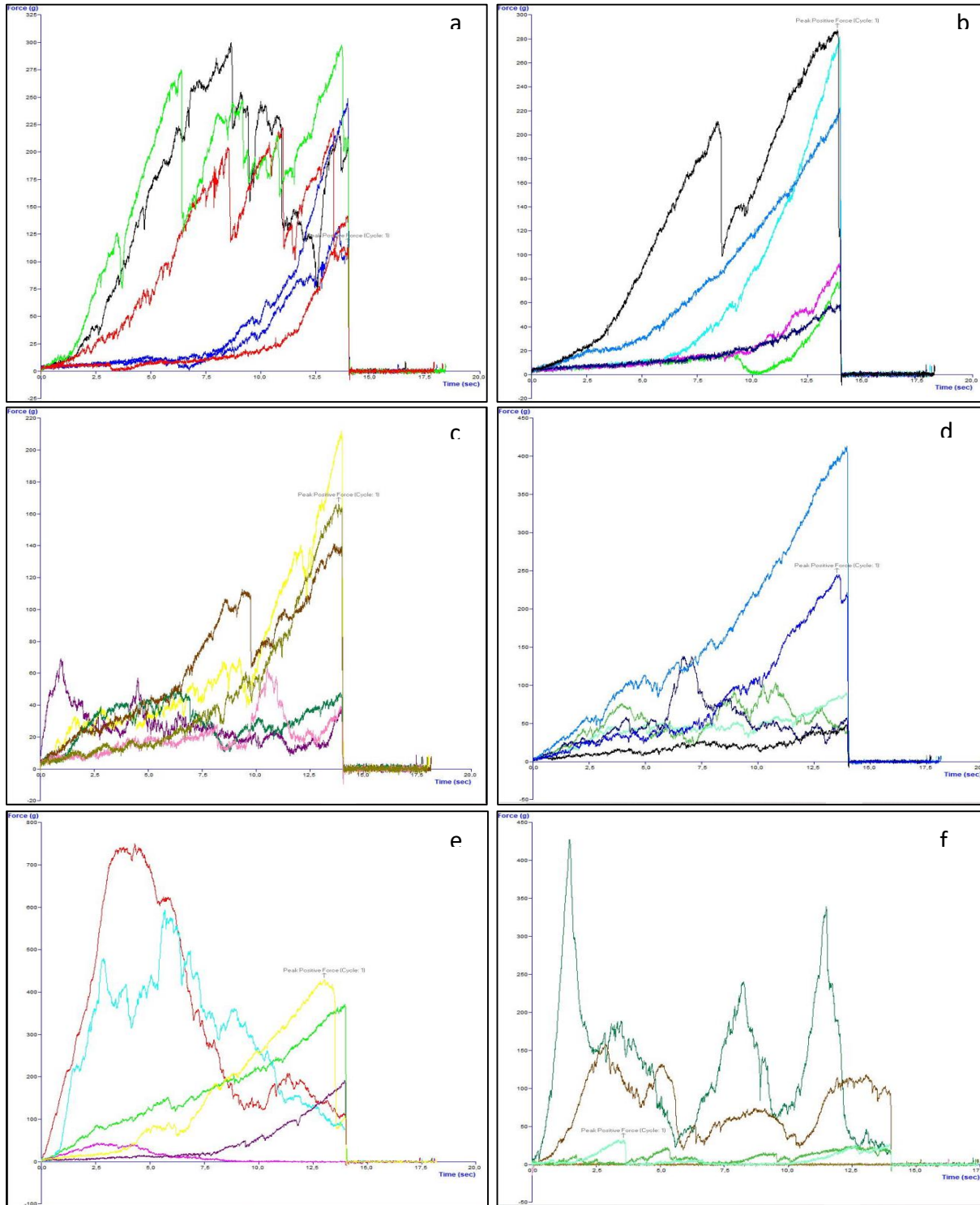
Tabla 3-4 Fuerza máxima requerida para atravesar el polvo compactado medido en Texturómetro TA.XT Plus.

Ciclo	Fuerza máxima ¹ (gf) promedio	DE (gf)	CV (%)
T0	219,885	79,700	36,246
T1-HC	170,706	105,719	61,930
T2-HC	117,424	66,093	56,286
T3-HC	174,135	135,139	77,606
T4-HC	398,466	257,772	64,691
T5-HC	110,489	165,763	150,027

Los datos se analizaron con una prueba de ANOVA de un factor en Minitab® donde se obtuvo un valor $p = 0,025$, con lo cual se rechaza la hipótesis nula con un nivel de significancia $\alpha = 0,05$ (Ver Anexo F), es decir, que hay diferencias significativas entre la fuerza requerida para atravesar el polvo de uno o varios ciclos de horno-congelador.

La prueba de comparaciones de Tukey arrojó dos grupos: la media de la fuerza en tiempo cero es similar a la media de las fuerzas del ciclo 1, 3 y 4, pero es diferente de la media de la fuerza del ciclo 2 y 5 (Ver Anexo G). En la Figura 3-6, se observa la gráfica de intervalos para cada ciclo, mostrando las agrupaciones de la prueba de Tukey, así como la amplia variación de los datos en cada medición, sin una tendencia clara de los mismos.

¹ Peak positive force



Ciclo 3 de Horno-Congelador, e) Ciclo 4 de Horno-Congelador, f) Ciclo 5 de Horno-Congelador.

Figura 3-5 Gráficos de fuerza (gf) vs tiempo (s) para cada ciclo de compactación obtenidas en el texturómetro. Unidades: eje x: tiempo en segundos, eje y: fuerza en gramo fuerza. Archivo particular.

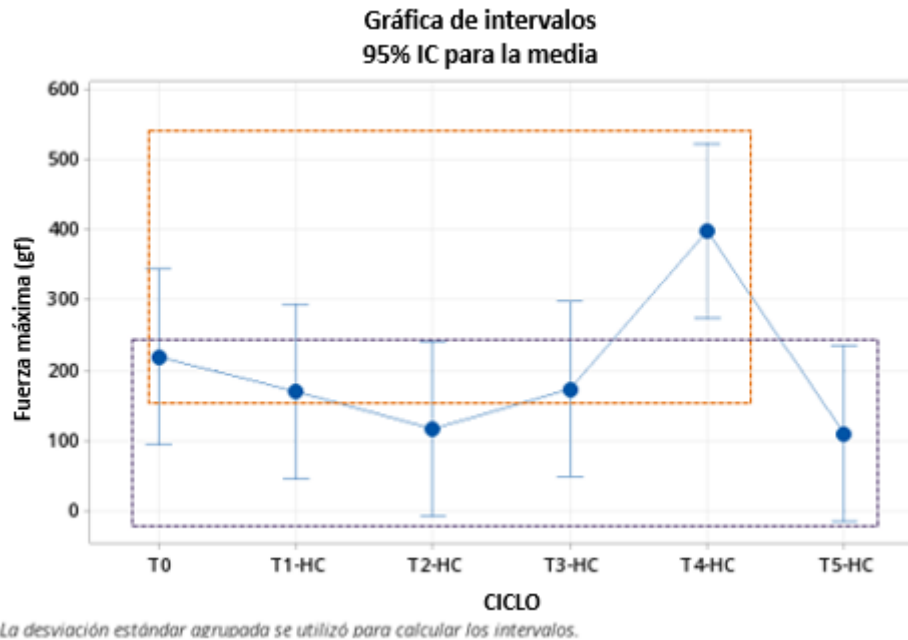


Figura 3-6 Gráfica de intervalos de la fuerza máxima de compresión para cada ciclo de temperatura usando el texturómetro TA.XT Plus.

T0=Tiempo 0 (muestras sin tratamiento), T1-HC= Ciclo 1 de Horno-Congelador, T2-HC= Ciclo 2 de Horno-Congelador, T3-HC= Ciclo 3 de Horno-Congelador, T4-HC= Ciclo 4 de Horno-Congelador, T5-HC= Ciclo 5 de Horno-Congelador.

3.1.4 Selección del método para medición de compactación

Los resultados obtenidos muestran que el método visual no permite evidenciar diferencias significativas en la compactación en las etapas iniciales de la misma, ya que es posible que la adhesión de las partículas (Figura 1-2) ocurra a nivel microscópico, de modo que sólo hasta una etapa avanzada, pueden evidenciarse los cambios en el polvo para el ojo humano. Adicionalmente, tiene la desventaja de la subjetividad en la calificación, por lo que, para reducir la variabilidad de los datos, se requeriría que varias personas pudieran calificar la misma muestra, lo cual no es viable para los fines del presente estudio.

Por su parte, la medición de compactación por compresión uniaxial es el menos preciso y los resultados no evidencian ninguna tendencia en el comportamiento esperado, es decir, un aumento en la fuerza requerida a medida que aumenta la compactación en el producto. Este método no es útil para evaluar la compactación del producto en su empaque final y requiere un alto grado de homogeneidad en el producto compactado para obtener resultados confiables.

La distribución de tamaño de partícula por tamizaje arroja los resultados con mayor precisión (menor coeficiente de variación) y muestra una mejor tendencia en cuanto al comportamiento esperado, es decir, permite evidenciar un aumento del tamaño de la partícula con el tiempo y la temperatura, ocasionado por los diferentes mecanismos por los que ocurre la compactación.

Teniendo en cuenta los resultados anteriores, se selecciona el método de distribución de tamaño de partícula para evaluar la estabilidad del alimento en polvo para preparar bebida con panela a diferentes temperaturas, corrigiendo la amplitud de la vibración a un valor de 0,25 mm con un tiempo de tamizaje de 5 minutos para reducir la variabilidad de los datos.

3.2 Medición de compactación por tamaño de partícula a diferentes temperaturas

3.2.1 Compactación a 20°C

La Figura 3-7 muestra los resultados obtenidos del perfil granulométrico del producto alimento en polvo con panela almacenado a 20°C durante seis semanas de evaluación. Se observa que en tiempo cero hay una distribución ligeramente diferente en comparación con las demás curvas, con un mayor contenido de partículas retenidas en la malla de 250 μm y un menor contenido en las mallas de 425 μm y 355 μm .

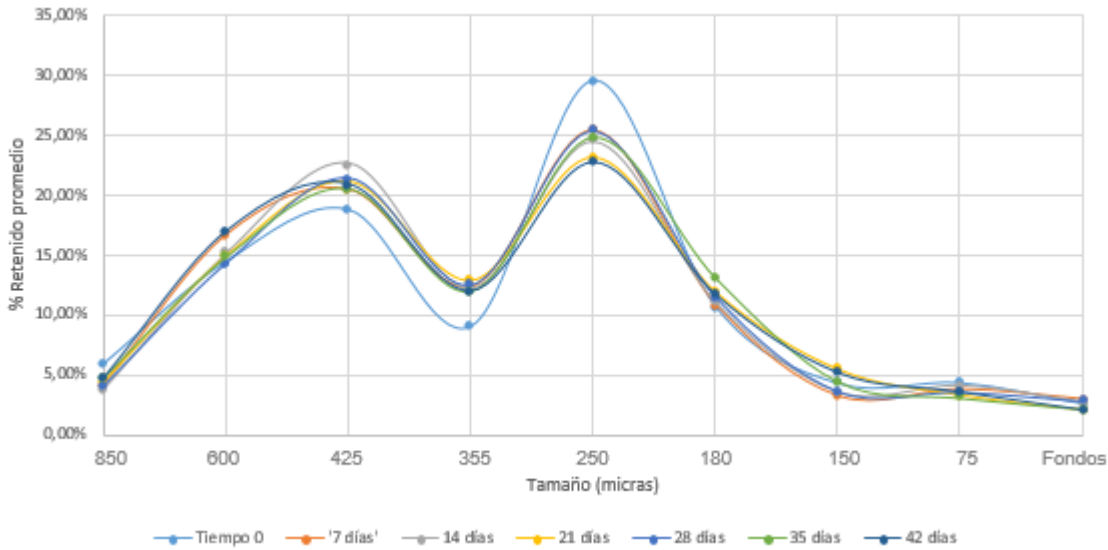


Figura 3-7 Perfil granulométrico de alimento en polvo con panela para cada semana de evaluación a 20°C.

La Figura 3-8 presenta un registro fotográfico de una muestra representativa del producto en tiempo cero, a los 7, 21 y 42 días de evaluación, con lo cual se evidencia que visiblemente los cambios en la compactación del producto son poco perceptibles a lo largo del tiempo.

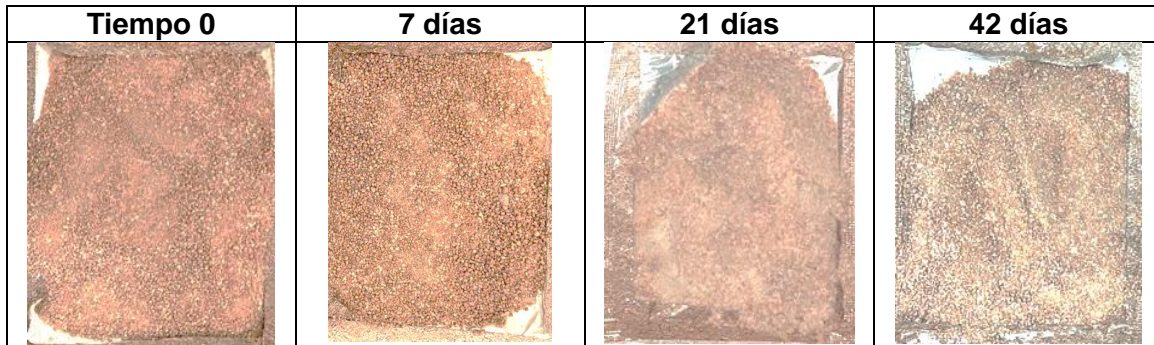


Figura 3-8 Evidencia fotográfica de una muestra del producto evaluado en tiempo 0 y a los 7 días, 21 días y 42 días almacenados en ambiente Bogotá a 20°C.

Con los datos obtenidos, se calculó el diámetro medio aritmético de partícula aplicando las ecuaciones Ec. 1-1 y Ec. 1-2. La Tabla 3-5 presenta los resultados obtenidos para cada

muestra (m1, m2, m3), junto con el valor promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación. Se observa que, en general, se tiene una variabilidad en los resultados relativamente baja y muy cercana a la variabilidad obtenida con un tiempo de vibración de 5 minutos.

Tabla 3-5 Diámetro medio aritmético obtenido para cada semana de evaluación de Alimento en polvo con panela almacenado a 20°C.

Tiempo (d)	Diámetro medio aritmético (μm)				DE (μm)	CV
	m1	m2	m3	m promedio		
0	310	317	317	315	4	1,23%
7	308	323	316	316	8	2,42%
14	318	321	310	316	6	1,93%
21	311	316	320	316	5	1,46%
28	313	316	316	315	2	0,60%
35	320	312	316	316	4	1,34%
42	316	328	321	322	6	1,85%

Estos resultados indican que el producto es estable a 20°C durante el tiempo de evaluación y no presenta cambios significativos de forma visible.

3.2.2 Compactación a 37°C

La Figura 3-9 muestra las curvas granulométricas obtenidas para cada semana de evaluación a 37°C. En este caso se evidencia claramente el desplazamiento de la curva hacia un mayor porcentaje de gruesos con el paso del tiempo (mallas de 425 μm , 600 μm y 850 μm), mientras disminuye paulatinamente el porcentaje en la malla de 250 μm principalmente.

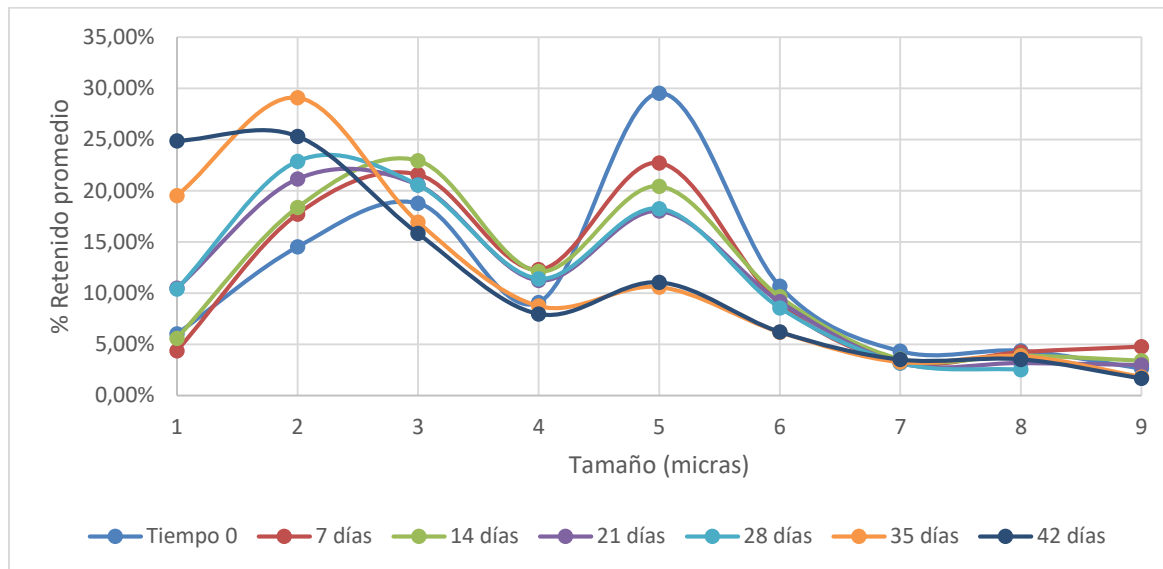


Figura 3-9 Perfil granulométrico de alimento en polvo con panela para cada semana de evaluación a 37°C.

Visualmente, el cambio en la granulometría no se evidencia a los 7 días, pero a partir de los 14 días empiezan a formarse grumos visibles, que evolucionan significativamente en tamaño hasta los 42 días (Figura 3-10). También se observó un cambio en la coloración del producto tornándose más café oscuro. Asikin et al. (2014) estudiaron los cambios en las características fisicoquímicas de la panela almacenada a temperatura ambiente (26,8°C) durante 0, 3, 6, 9 y 12 meses, encontrando un comportamiento similar en cuanto al color, atribuible a reacciones progresivas de caramelización, incluyendo la reacción de Maillard. Los autores no evaluaron la compactación, pero si evidenciaron que tanto el contenido de humedad como la actividad acuosa incrementaron con el tiempo; esta absorción de humedad puede dar lugar a la formación de puentes de unión de baja viscosidad, que resultan en la aglomeración de partículas y formación de grumos.

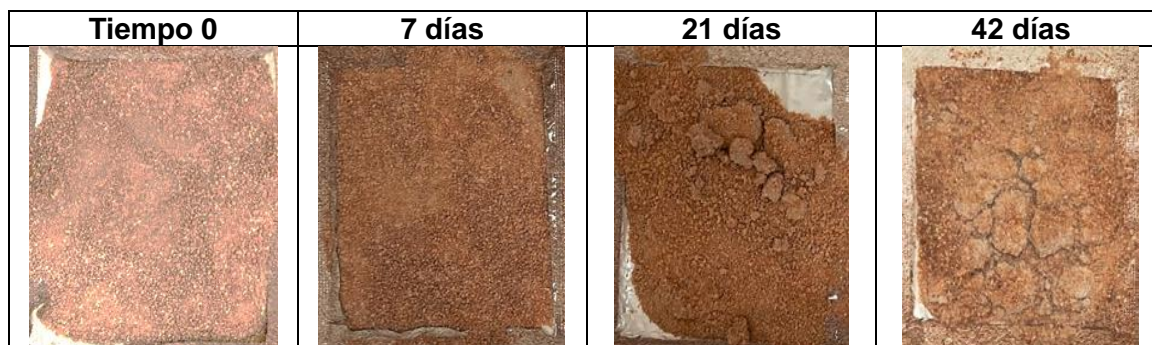


Figura 3-10 Evidencia fotográfica de una muestra del producto evaluado en tiempo 0 y a los 7 días, 21 días y 42 días almacenados a 37°C.

En la Tabla 3-6 se presenta el diámetro medio de partícula obtenido a partir de las ecuaciones Ec. 1-1 y 1-2 para cada una de las muestras evaluadas (m1, m2, m3), junto con el promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación de los datos, mostrando una variabilidad similar de los datos en comparación a la temperatura de 20°C.

Tabla 3-6 Diámetro medio aritmético obtenido para cada semana de evaluación de alimento en polvo con panela almacenado a 37°C.

Tiempo (d)	Diámetro medio aritmético (μm)				DE (μm)	CV
	m1	m2	m3	m prom		
0	310	317	317	315	4	1,23%
7	323	339	323	329	9	2,82%
14	347	337	330	338	9	2,59%
21	362	374	370	368	6	1,64%
28	368	369	384	374	9	2,51%
35	443	414	430	429	15	3,47%
42	442	444	443	443	1	0,22%

A diferencia del comportamiento observado a 20°C, a 37°C es posible evidenciar un aumento en el diámetro medio de partícula con el paso del tiempo, lo cual puede deberse a una temperatura ambiente muy cercana a la temperatura de transición vítrea de la panela. Ruiz-Cabrera & Schmidt (2015) determinaron la temperatura de transición de diferentes mezclas de azúcares de baja humedad, encontrando que en una proporción aproximada a la composición de la panela (2/3 de sacarosa y 1/3 de fructosa y glucosa),

el valor de T_g se encuentra alrededor de 34,7 a 38,3°C +/- 4,4. Por tanto, es esperado que, a una temperatura ambiente de 37°C, el fenómeno de compactación sea mucho más evidente en el producto.

3.2.3 Compactación a 50°C

La Figura 3-11 muestra el perfil granulométrico del producto para cada semana de evaluación a 50°C, evidenciando que, a esta temperatura, la distribución del tamaño de partícula cambia rápidamente concentrándose en la malla de 850 micras principalmente.

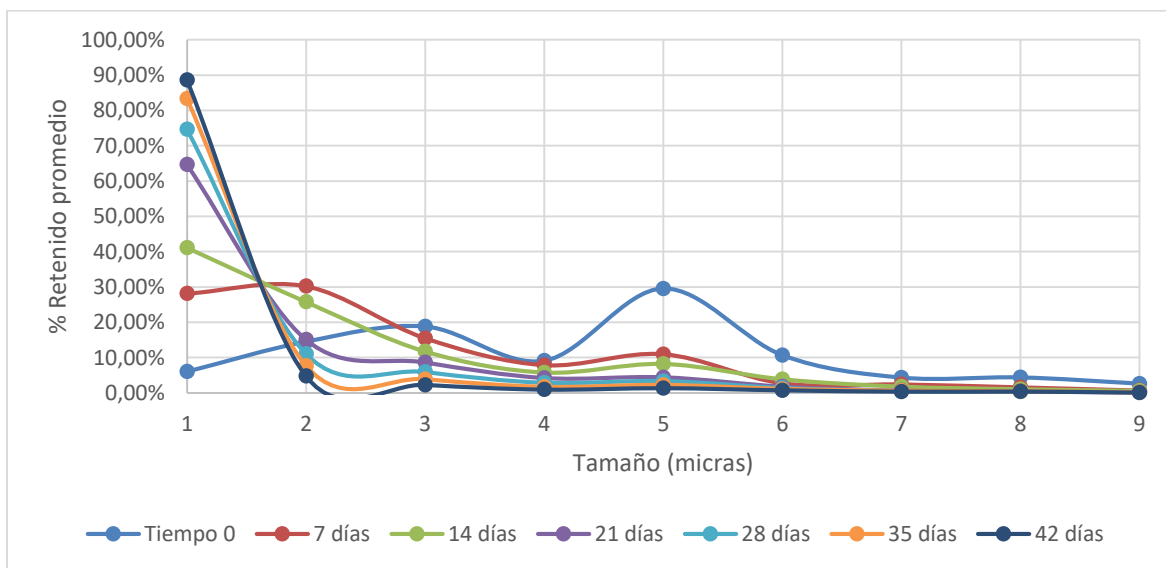


Figura 3-11 Perfil granulométrico de alimento en polvo con panela para cada semana de evaluación a 50°C.

Visualmente, el cambio es notorio a partir de la primera salida (Figura 3-12), llegando a formar una masa totalmente compactada al final del tiempo de evaluación con un oscurecimiento relevante del producto. En este caso, la temperatura ambiente está por encima de la temperatura de transición vítrea del producto, lo cual impacta de forma contundente sobre la compactación del producto y la caramelización del mismo.

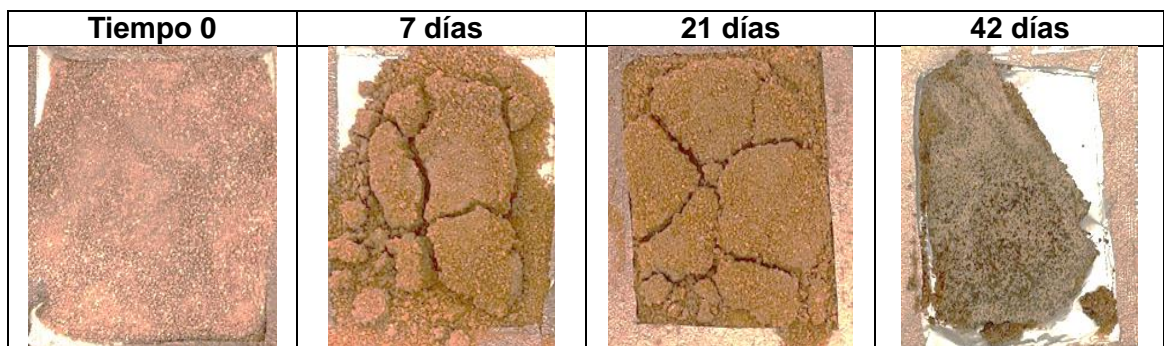


Figura 3-12 Evidencia fotográfica de una muestra del producto evaluado en tiempo 0 y a los 7 días, 21 días y 42 días almacenados a 50°C.

Aplicando las ecuaciones Ec. 1-1 y Ec. 1-2, se calculó el diámetro medio aritmético de partícula para cada tiempo (Tabla 3-7), el cual muestra que, a partir de los primeros siete días, la muestra ya se encuentra claramente compactada y por ende el diámetro medio de partícula se incrementa en más de 150 micras. Pese a que la desviación estándar tiende a ser mayor que en ambiente Cámara y Bogotá, se encuentra un coeficiente de variación similar, por lo que la variabilidad de los datos se mantiene equivalente entre los diferentes ambientes evaluados.

Tabla 3-7 Diámetro medio aritmético obtenido para cada semana de evaluación de Alimento en polvo con panela almacenado a 50°C.

Tiempo (d)	$\bar{D}_{másico}$ (μm)				DE (μm)	CV
	m1	m2	m3	m prom		
0	310	317	317	315	4	1,23%
7	490	456	486	477	18	3,85%
14	525	507	538	523	16	3,00%
21	601	608	610	606	5	0,84%
28	633	639	645	639	6	0,95%
35	671	647	678	665	16	2,43%
42	676	696	690	687	11	1,54%

El comportamiento en horno confirma el efecto de la temperatura en la compactación del producto, deteriorándolo rápidamente.

3.3 Modelo predictivo de vida útil a partir de compactación

3.3.1 Orden del modelo y constante de aglomeración k a 20°C

La Tabla 3-8 muestra los valores obtenidos en Microsoft Excel® para realizar las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden, de acuerdo con las ecuaciones 2,2, 2,2 y 2,3.

Tabla 3-8 Datos utilizados para las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden a 20°C.

Tiempo (d)	$\bar{D}_{másico}$ (μm)			Logaritmo natural ($\bar{D}_{másico}$) (μm)			$(1/\bar{D}_{másico})$ (μm ⁻¹)		
	m1	m2	m3	m1	m2	m3	m1	m2	m3
0	310	317	317	5,7	5,8	5,8	3,22x10 ⁻³	3,16 x10 ⁻³	3,15 x10 ⁻³
7	308	323	316	5,7	5,8	5,8	3,25 x10 ⁻³	3,10 x10 ⁻³	3,17 x10 ⁻³
14	318	321	310	5,8	5,8	5,7	3,14 x10 ⁻³	3,11 x10 ⁻³	3,23 x10 ⁻³
21	311	316	320	5,7	5,8	5,8	3,21 x10 ⁻³	3,16 x10 ⁻³	3,12 x10 ⁻³
28	313	316	316	5,7	5,8	5,8	3,20 x10 ⁻³	3,16 x10 ⁻³	3,16 x10 ⁻³
35	320	312	316	5,8	5,7	5,8	3,12 x10 ⁻³	3,21 x10 ⁻³	3,16 x10 ⁻³
42	316	328	321	5,8	5,8	5,8	3,16 x10 ⁻³	3,05 x10 ⁻³	3,11 x10 ⁻³

- **Regresión lineal de orden cero**

Los datos presentados en la Tabla 3-8 del diámetro medio aritmético de partícula se analizaron directamente mediante una regresión lineal por el método de estimación de mínimos cuadrados ordinarios en el software Minitab®. La ecuación de la regresión (Ec. 3-4) se muestra a continuación:

$$\bar{D}_{másico_{20^{\circ}C}}^{Orden\ 0} = 314,27 + 0,750t \quad \text{Ec.3-4}$$

Donde DMP es el diámetro medio de partícula y t es el tiempo de estabilidad en días. El R2 obtenido para este modelo de orden cero es de 9,58% (Tabla 3-9), lo cual significa que

la ecuación obtenida solo explica el 9,58% de los datos, confirmando que no se encuentra una relación lineal entre el diámetro medio de partícula y el tiempo.

Tabla 3-9 Resumen del modelo de regresión lineal de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
4,84490	9,58%	4,82%	0,00%

La Figura 3-13 muestra la gráfica con los puntos obtenidos y la línea que representa la Ec. 3-4.

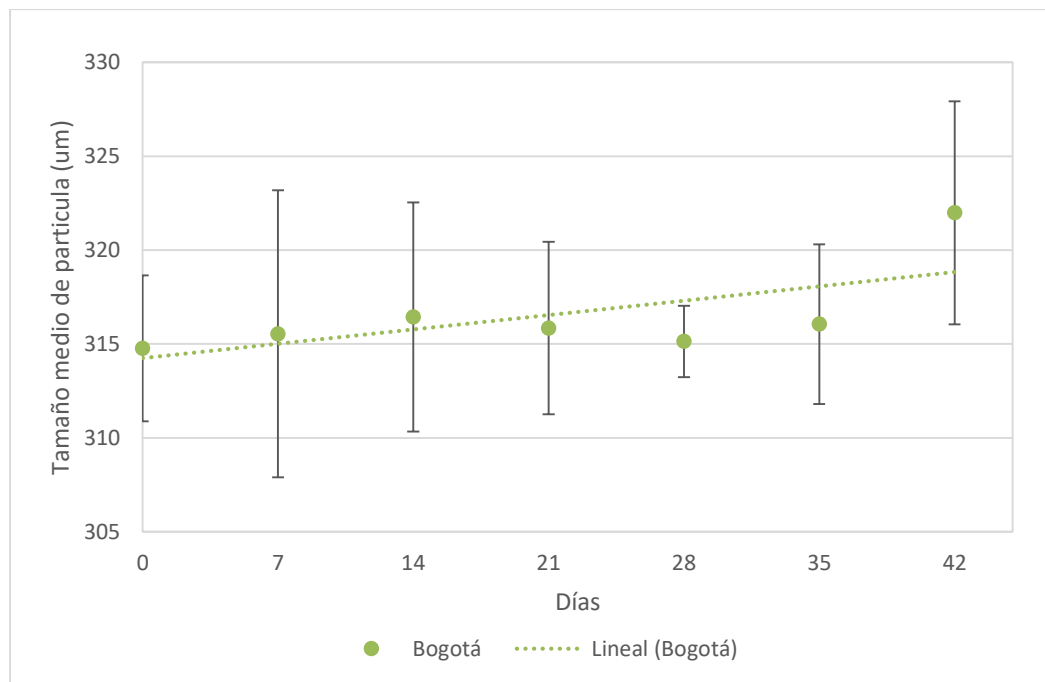


Figura 3-13 Tamaño medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

La Tabla 3-10 muestra el error estándar de los coeficientes obtenidos (EE del Coef.) y el valor estadístico T, que resulta de dividir el coeficiente en su error estándar. En el caso de la constante, el valor p asociado con este estadístico T es mayor que el nivel de significancia $\alpha = 0,05$, por lo que se concluye que el coeficiente es significativamente diferente de cero. Esto hace sentido, dado que en cualquier caso hay un diámetro medio de partícula inicial en tiempo cero, que marca la intersección en el eje y. Por el contrario, el coeficiente del tiempo tiene un valor p mayor al nivel de significancia, por lo que se

concluye que el coeficiente no es significativamente diferente de cero, evidenciando que el tiempo no tiene ninguna afectación en el diámetro medio de partícula a 20°C durante las seis semanas de evaluación.

Tabla 3-10 Coeficientes de la regresión lineal de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	314,27	1,91	164,89	0,000	
Tiempo	0,750	0,529	1,42	0,172	1,00

Adicionalmente, el valor p del coeficiente del tiempo es mayor a 0,05 (ver Tabla 3-11), lo cual rechaza la hipótesis de que esta variable es significativa en el diámetro medio de partícula.

Tabla 3-11 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	12,96	12,96	0,28	0,605
Tiempo	1	12,96	12,96	0,28	0,605
Error	19	888,85	46,78		

- **Regresión lineal de primer orden**

Al realizar la regresión lineal del logaritmo natural del diámetro medio de partícula presentado en la Tabla 3-8 como función del tiempo, se obtiene la Ec. 3-5, presentada a continuación:

$$\ln(\bar{D}_{m\acute{a}sico_{20^{\circ}C}}^{Orden\ 1}) = 5,75214 + 2,14 \times 10^{-3}t \quad \text{Ec.3-5}$$

En este caso, los resultados del modelo muestran que el valor p para el coeficiente del tiempo, sigue siendo superior al nivel de significancia (Tabla 3-12), por lo que estadísticamente no es diferente de cero; el valor de R2 obtenido es ligeramente inferior al de orden cero (Tabla 3-13), explicando el 8,28% de los datos y el valor p del análisis de

varianza (Tabla 3-14) es mayor al nivel de significancia, comprobando nuevamente que el tiempo no tiene un efecto significativo sobre la variable de respuesta.

Tabla 3-12 Coeficientes de la regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo en ambiente Bogotá.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	5,75214	0,00590	975,19	0,000	
Tiempo (d)	0,00214	0,00164	1,31	0,206	1,00

Tabla 3-13 Resumen del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0,0149937	8,28%	3,45%	0,00%

Tabla 3-14 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	0,000386	0,000386	1.72	0,206
Tiempo (d)	1	0,000386	0,000386	1.72	0,206
Error	19	0,004271	0,000225		

La Figura 3-14 muestra la gráfica que representa la Ec. 3-5. En esta se visualiza un comportamiento casi constante para el logaritmo natural del tamaño medio de partícula.

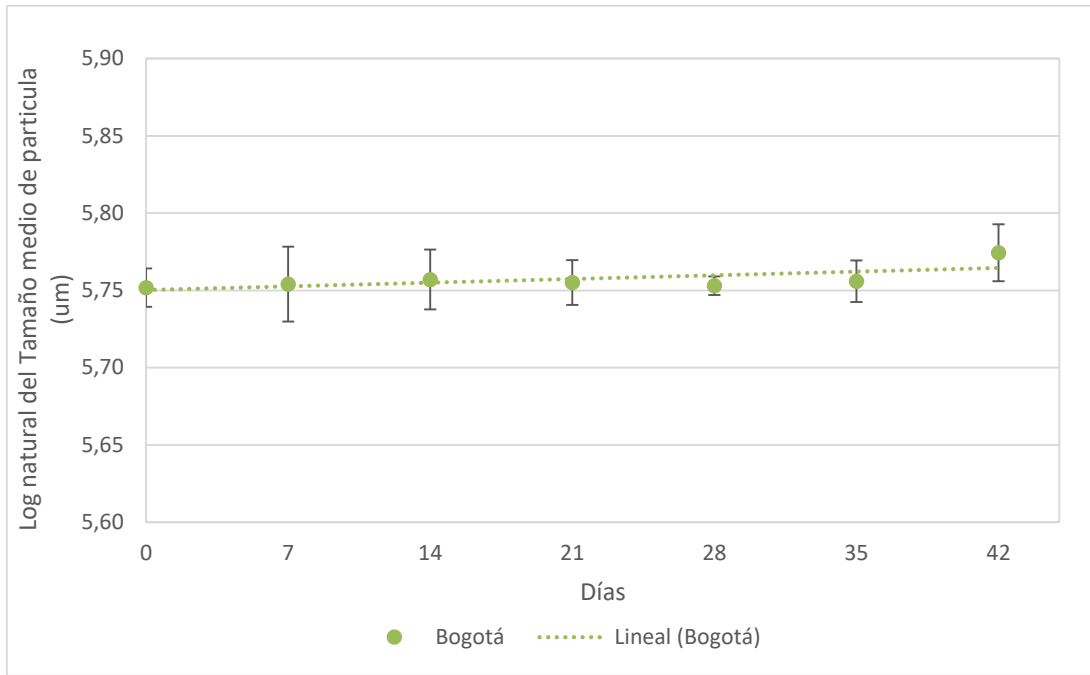


Figura 3-14 Logaritmo natural del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

- **Regresión lineal de segundo orden**

La regresión lineal del inverso del diámetro medio de partícula de la Tabla 3-8 como función del tiempo, arroja la Ec. 3-6:

$$\frac{1}{\bar{D}_{m\acute{a}sico}_{20^{\circ}C}^{Orden\ 2}} = 3,182 \times 10^{-3} - 7 \times 10^{-6}t \tag{Ec.3-6}$$

Al igual que en los casos anteriores, el coeficiente del tiempo no es significativamente diferente de cero (Tabla 3-15); el R-cuadrado continúa siendo muy bajo, explicando solo el 8,61% de los datos (Tabla 3-16) y el tiempo continúa siendo una variable sin impacto significativo en el diámetro medio de partícula (Tabla 3-17).

Tabla 3-15 Coeficientes de la regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	0,003182	0,000019	165,32	0,000	

Tiempo (d)	-0,000007	0,000005	-1,34	0,197	1,00
------------	-----------	----------	-------	-------	------

Tabla 3-16 Resumen del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0,0000489	8,61%	3,80%	0,00%

Tabla 3-17 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	0,000000	0,000000	1,79	0,197
Tiempo (d)	1	0,000000	0,000000	1,79	0,197
Error	19	0,000000	0,000000		

La Figura 3-15 muestra la representación gráfica de la Ec. 3-6 junto con los valores calculados a partir de los datos experimentales.

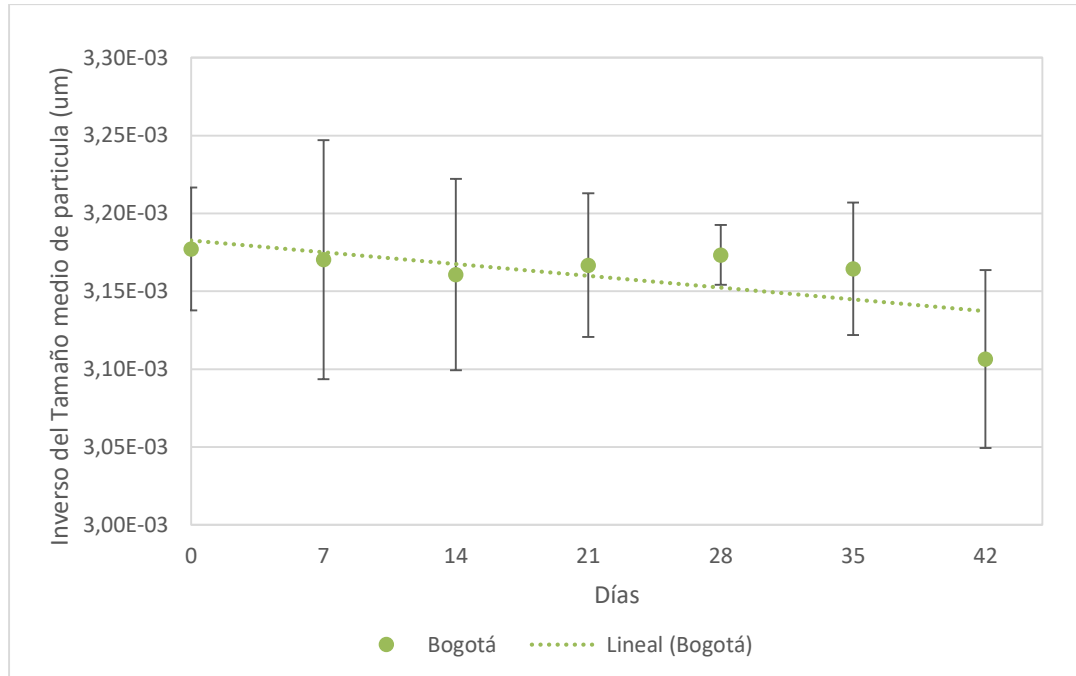


Figura 3-15 Inverso del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 20°C.

Con los resultados obtenidos se concluye que en ambiente Bogotá, el tiempo no tiene una influencia significativa en el diámetro medio de partícula y el comportamiento del mismo durante las seis semanas de evaluación es prácticamente constante. El coeficiente de correlación para los modelos de orden cero, primer y segundo orden es muy bajo en todos los casos, por lo que la linealización no representa el comportamiento real de los datos.

3.3.2 Orden del modelo y constante de aglomeración k a 37°C

A continuación, se muestran los valores obtenidos en Microsoft Excel® para realizar las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden a 37°C (ver Tabla 3-18).

Tabla 3-18 Datos utilizados para las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden en a 37°C.

Tiempo (d)	$\bar{D}_{m\acute{a}sico}$ (μm)			Logaritmo natural ($\bar{D}_{m\acute{a}sico}$) (μm)			$(1/\bar{D}_{m\acute{a}sico})$ (μm^{-1})		
	m1	m2	m3	m1	m2	m3	m1	m2	m3
0	310	317	317	5,7	5,8	5,8	$3,22 \times 10^{-3}$	$3,16 \times 10^{-3}$	$3,15 \times 10^{-3}$
7	323	339	323	5,8	5,8	5,8	$3,09 \times 10^{-3}$	$2,95 \times 10^{-3}$	$3,09 \times 10^{-3}$
14	347	337	330	5,8	5,8	5,8	$2,88 \times 10^{-3}$	$2,97 \times 10^{-3}$	$3,03 \times 10^{-3}$
21	362	374	370	5,9	5,9	5,9	$2,76 \times 10^{-3}$	$2,68 \times 10^{-3}$	$2,71 \times 10^{-3}$
28	368	369	384	5,9	5,9	6,0	$2,72 \times 10^{-3}$	$2,71 \times 10^{-3}$	$2,60 \times 10^{-3}$
35	443	414	430	6,1	6,0	6,1	$2,26 \times 10^{-3}$	$2,42 \times 10^{-3}$	$2,32 \times 10^{-3}$
42	442	444	443	6,1	6,1	6,1	$2,26 \times 10^{-3}$	$2,25 \times 10^{-3}$	$2,26 \times 10^{-3}$

- **Regresión lineal de Orden Cero**

Tras realizar la regresión lineal del Diámetro Medio Aritmético de partícula como función del tiempo (Tabla 3-18), se encuentra la ecuación que los representa (Ec. 3-6) (ver Tabla 3-19):

$$\bar{D}_{m\acute{a}sico}_{37^{\circ}\text{C}} = 304,12 + 22,21t \quad \text{Ec. 3-6}$$

Tabla 3-19 Coeficientes de la regresión lineal del modelo de orden cero del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	304,12	5,33	57,07	0,000	
Tiempo	22,21	1,48	15,03	0,000	1,00

En este caso, el R-Cuadrado obtenido es de 92,24% (Tabla 3-20), lo cual evidencia una tendencia lineal con un buen ajuste entre el diámetro medio de partícula y el tiempo.

Tabla 3-20 Resumen del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

S	R-cuadrado	R-cuadrado (ajustado)	R-cuadrado (pred)
13,5452	92,24%	91,83%	90,72%

Los valores p obtenidos para la constante y para el tiempo (ver Tabla 3-21) son menores al nivel de significancia $\alpha = 0,05$, con lo cual se concluye que ambos coeficientes son diferentes estadísticamente de cero y, por tanto, sí hay una incidencia del tiempo en el diámetro medio de partícula a 37°C. La Figura 3-16 muestra los datos del diámetro medio de partícula en cada semana obtenidos a 37°C y la línea representada por la Ec. 3-6.

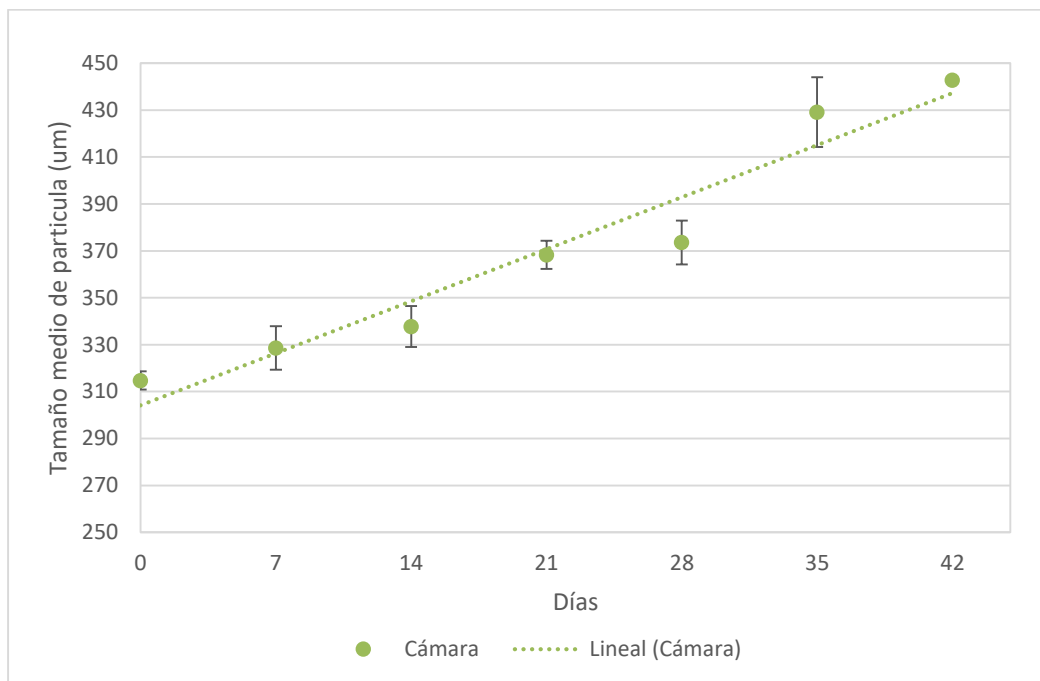


Figura 3-16 Tamaño medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

Finalmente, el valor p del coeficiente y de la variable tiempo fueron iguales a 0,00 (ver Tabla 3-21), probando la hipótesis nula de que el tiempo es un predictor significativo del modelo.

Tabla 3-21 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	41452	41451,9	225,93	0,000
Tiempo	1	41452	41451,9	225,93	0,000
Error	19	3486	183,5		

- **Regresión lineal de Primer Orden**

La regresión lineal del logaritmo natural del diámetro medio aritmético de partícula en función del tiempo (Tabla 3-18) arroja la Ec. 3-7.

$$\ln(\bar{D}_{m\acute{a}sico})_{37^{\circ}C} = 5,7317 + 0,05881t \quad \text{Ec. 3-7}$$

Con los valores p obtenidos para cada coeficiente (ver Tabla 3-22) se comprueba que son significativamente diferentes de cero; el R-cuadrado obtenido es de 93.68% (ver Tabla 3-23), evidenciando un mejor ajuste de los datos con el modelo de primer orden que con el modelo de orden cero. Con el análisis de varianza, se obtienen valores p menores al nivel de significancia (ver Tabla 3-24), con lo que se comprueba que el tiempo tiene un efecto en el diámetro medio de partícula a 37°C.

Tabla 3-22 Coeficientes de la regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	5,7317	0,0126	453,57	0,000	
Tiempo (d)	0,05881	0,00350	16,78	0,000	1,00

Tabla 3-23 Resumen del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0,0321221	93,68%	93,35%	92,48%

Tabla 3-24 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	0,290519	0,290519	281,56	0,000
Tiempo (d)	1	0,290519	0,290519	281,56	0,000
Error	19	0,019605	0,001032		

La Figura 3-17 muestra la línea obtenida en la Ec. 3-7 junto con los datos calculados del logaritmo natural del diámetro medio de partícula a partir de los datos experimentales.

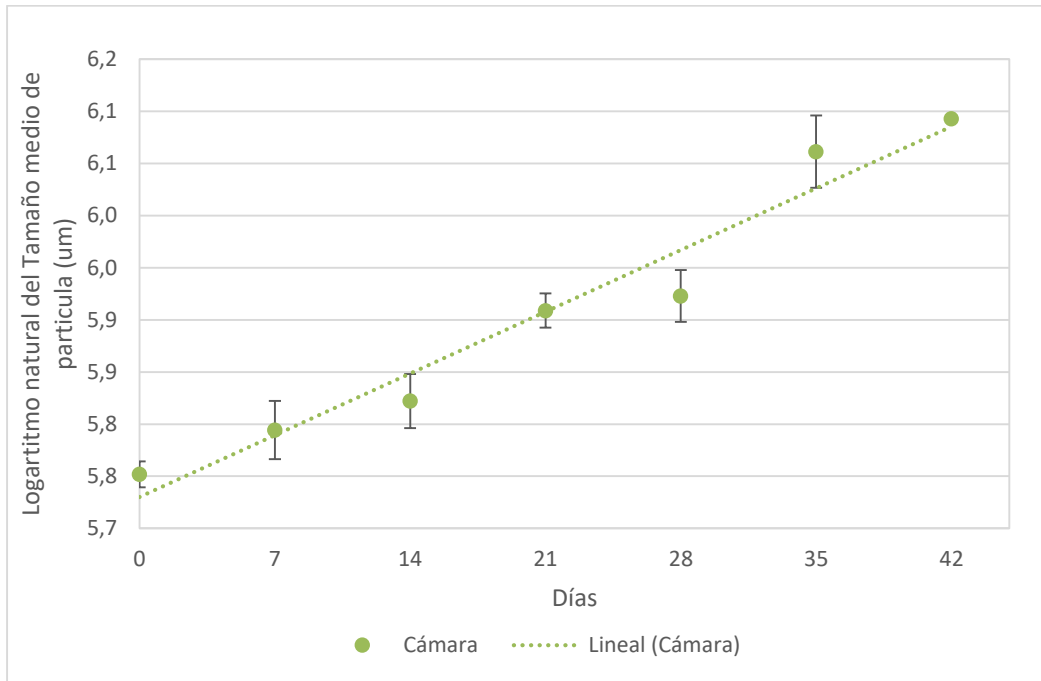


Figura 3-17 Logaritmo natural del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

- **Regresión lineal de Segundo Orden**

La regresión lineal del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo de los datos presentados en la Tabla 3-18, arroja la Ec. 3-8.

$$\frac{1}{\bar{D}_{m\acute{a}sico}_{37^{\circ}C}^{Orden\ 2}} = 3,217 \times 10^{-3} - 1,60 \times 10^{-4}t \quad \text{Ec.3-8}$$

El valor p de los coeficientes de regresión es cero, comprobando que éstos son significativamente diferentes a cero (ver Tabla 3-25); el R-cuadrado de los datos obtenidos es 94,49% (ver Tabla 3-26), ligeramente superior al modelo de primer orden. El análisis de varianza de los coeficientes de regresión, también muestra que el impacto del tiempo es significativo (ver Tabla 3-27).

Tabla 3-25 Coeficientes de la regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	0,003217	0,000032	100,85	0,000	
Tiempo (d)	-0,000160	0,000009	-18,05	0,000	1,00

Tabla 3-26 Resumen del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0,0000811	94,49%	94,20%	93,47%

Tabla 3-27 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	0,000002	0,000002	325,63	0,000
Tiempo (d)	1	0,000002	0,000002	325,63	0,000
Error	19	0,000000	0,000000		

La Figura 3-18 representa la línea obtenida en la Ec. 3-18 junto con los datos calculados del inverso del diámetro medio de partícula obtenidos de datos experimentales a 37°C.

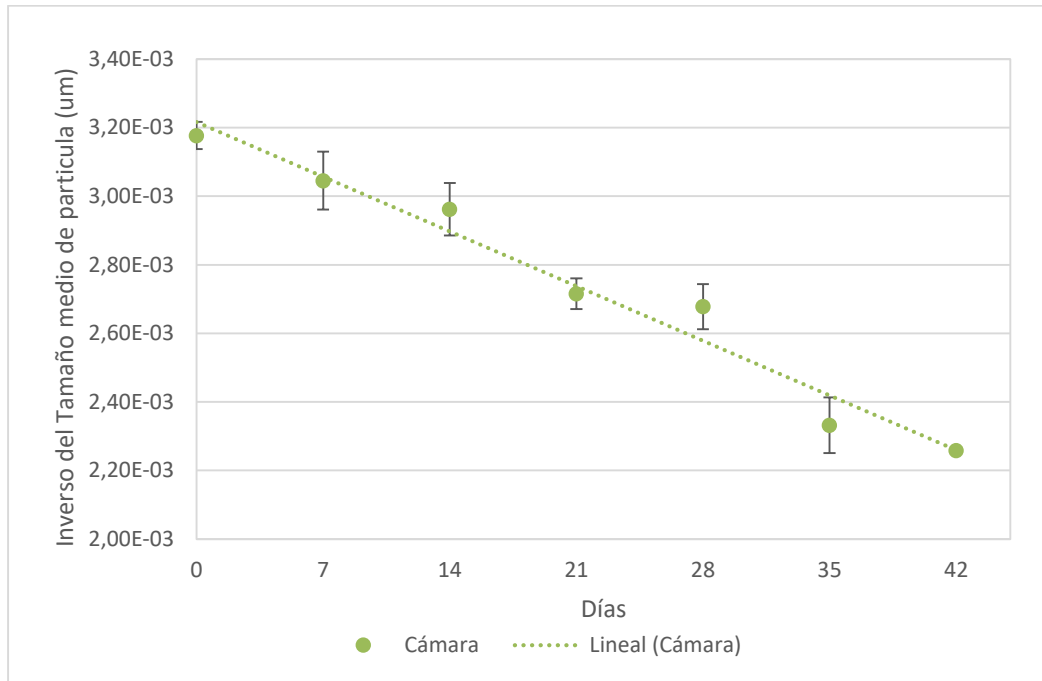


Figura 3-18 Inverso del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 37°C.

Los diferentes modelos evaluados para el diámetro medio de partícula a 37°C muestran una clara tendencia lineal, que se ve mejor representada por un modelo de segundo orden.

3.3.3 Orden del modelo y constante de aglomeración k a 50°C

Los datos utilizados para las regresiones lineales a 50°C se presentan en la Tabla 3-28.

Tabla 3-28 Datos utilizados para las regresiones lineales de orden cero, primer y segundo orden en a 50°C.

Tiempo (d)	$\bar{D}_{másico}$ (µm)			Logaritmo natural ($\bar{D}_{másico}$) (µm)			$(1/\bar{D}_{másico})$ (µm ⁻¹)		
	m1	m2	m3	m1	m2	m3	m1	m2	m3
0	310	317	317	5,7	5,8	5,8	3,22x10 ⁻³	3,16 x10 ⁻³	3,15 x10 ⁻³
7	490	456	486	6,2	6,1	6,2	2,04x10 ⁻³	2,19 x10 ⁻³	2,06 x10 ⁻³
14	525	507	538	6,3	6,2	6,3	1,91x10 ⁻³	1,97 x10 ⁻³	1,86 x10 ⁻³
21	601	608	610	6,4	6,4	6,4	1,67x10 ⁻³	1,64 x10 ⁻³	1,64 x10 ⁻³
28	633	639	645	6,5	6,5	6,5	1,58x10 ⁻³	1,56 x10 ⁻³	1,55 x10 ⁻³
35	671	647	678	6,5	6,5	6,5	1,49x10 ⁻³	1,55 x10 ⁻³	1,47 x10 ⁻³
42	676	696	690	6,5	6,5	6,5	1,48x10 ⁻³	1,44 x10 ⁻³	1,45 x10 ⁻³

- **Regresión lineal de Orden Cero**

La regresión lineal aplicada sobre los datos de la Tabla 3-28 del diámetro medio de partícula, arroja la Ec. 3-9 (ver Tabla 3-29), que se representa gráficamente en la Figura 3-19, donde también se encuentran los datos del diámetro medio de partícula promedio obtenidos con su rango de variación en cada salida.

$$\bar{D}_{m\acute{a}sico\ Horno} = 393,7 + 55,85t \quad \text{Ec. 3-9}$$

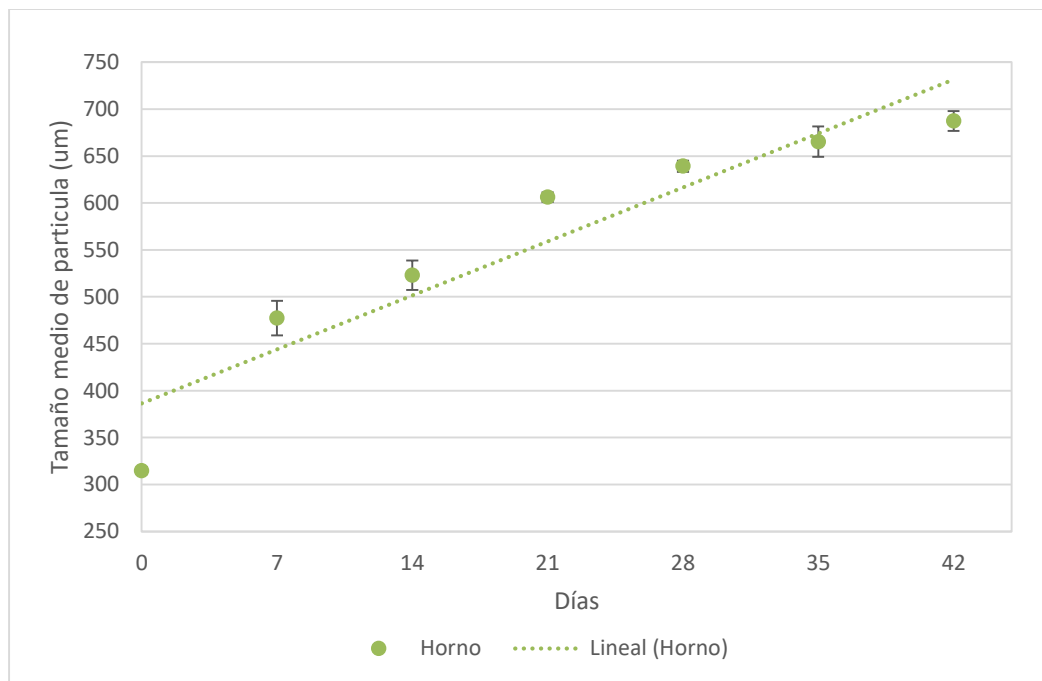


Figura 3-19 Tamaño medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Al igual que el comportamiento observado a 37°C, los valores p de los coeficientes de regresión resultaron menores al nivel de significancia (ver Tabla 3-29), confirmando la hipótesis de que son estadísticamente diferentes a cero, y que, por ende, tienen un impacto en el diámetro medio de partícula a 50°C.

Tabla 3-29 Coeficientes de la regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	393,7	16,0	24,63	0,000	
Tiempo	55,85	4,43	12,60	0,000	1,00

El valor de R-cuadrado obtenido es de 89,31%, lo cual muestra un buen ajuste de la ecuación obtenida con el comportamiento de los datos (ver Tabla 3-30). Igual que en el caso anterior, el valor p obtenido para el tiempo, confirma la hipótesis nula de que este predictor tiene incidencia significativa sobre la variable de respuesta (ver Tabla 3-31).

Tabla 3-30 Resumen del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
40,6317	89,31%	88,74%	86,15%

Tabla 3-31 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	261970	261970	158,68	0,000
Tiempo	1	261970	261970	158,68	0,000
Error	19	31368	1651		

- **Regresión lineal de Primer Orden**

De la regresión de los datos del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo (ver Tabla 3-28), se obtiene la Ec. 3-10.

$$\ln(\bar{D}_{m\acute{a}sico})_{50^{\circ}C} = 5,9731 + 0,1102t \quad \text{Ec. 3-10}$$

Nuevamente, el valor p de los coeficientes menores al valor de significancia (ver Tabla 3-32) confirma que son significativamente diferentes de cero; el valor de R-cuadrado obtenido es de 82,85% (ver Tabla 3-33), por lo que el modelo de orden cero tiene un mejor ajuste de los datos. El análisis de varianza sobre los coeficientes indica que tienen un impacto sobre el diámetro medio de partícula, dado que el valor p obtenido es menor al nivel de significancia (ver Tabla 3-34).

Tabla 3-32 Coeficientes de la regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	5,9731	0,0415	143,98	0,000	
Tiempo (d)	0,1102	0,0115	9,58	0,000	1,00

Tabla 3-33 Resumen del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0,105454	82,85%	81,95%	77,63%

Tabla 3-34 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de primer orden del logaritmo natural del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	1,02080	1,02080	91,79	0,000
Tiempo (d)	1	1,02080	1,02080	91,79	0,000
Error	19	0,21129	0,01112		

La Figura 3-20 muestra gráficamente la línea obtenida de la Ec. 3-10 junto con los valores experimentales obtenidos.

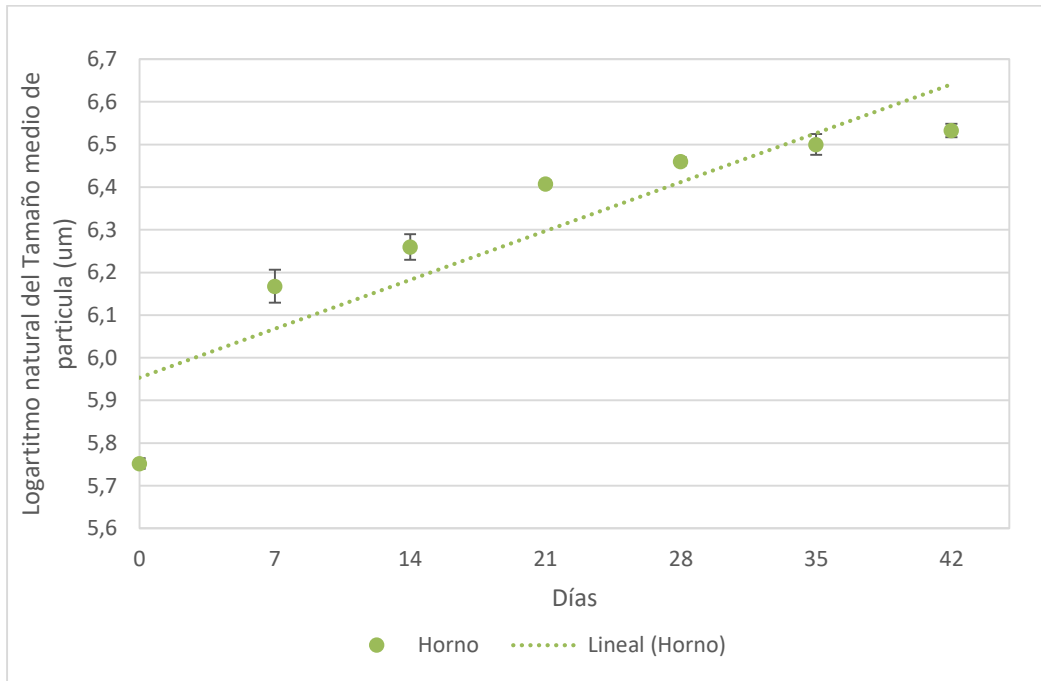


Figura 3-20 Logaritmo natural del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

- **Regresión lineal de Segundo Orden**

Finalmente, se realizó la regresión lineal del modelo de segundo orden con los datos de la Tabla 3-28 del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo. Se obtiene la Ec. 3-11.

$$\frac{1}{\bar{D}_{m\acute{a}sico}_{50^{\circ}C}^{orden\ 2}} = 2,560 \times 10^{-3} - 2,24 \times 10^{-4}t \quad \text{Ec.3-11}$$

Ratificando el comportamiento de los datos, los valores p de los coeficientes son menores al valor de significancia, por lo que son diferentes de cero (ver Tabla 3-35); el valor de R-cuadrado es 74,17% (ver Tabla 3-36), evidenciando un menor ajuste de los datos que los modelos de orden cero y de primer orden. Del análisis de varianza de los coeficientes, se comprueba que tienen un impacto en el diámetro medio de partícula, con valores p menores al valor de significancia (ver Tabla 3-37).

Tabla 3-35 Coeficientes de la regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	0,002560	0,000109	23,41	0,000	
Tiempo (d)	-0,000224	0,000030	-7,39	0,000	1,00

Tabla 3-36 Resumen del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0,0002780	74,17%	72,81%	66,14%

Tabla 3-37 Análisis de Varianza del modelo de regresión lineal de segundo orden del inverso del diámetro medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	1	0,000004	0,000004	54,56	0,000
Tiempo (d)	1	0,000004	0,000004	54,56	0,000
Error	19	0,000001	0,000000		

Finalmente, la Figura 3-21 muestra la gráfica obtenida de la Ec. 3-11 junto con los datos experimentales obtenidos.

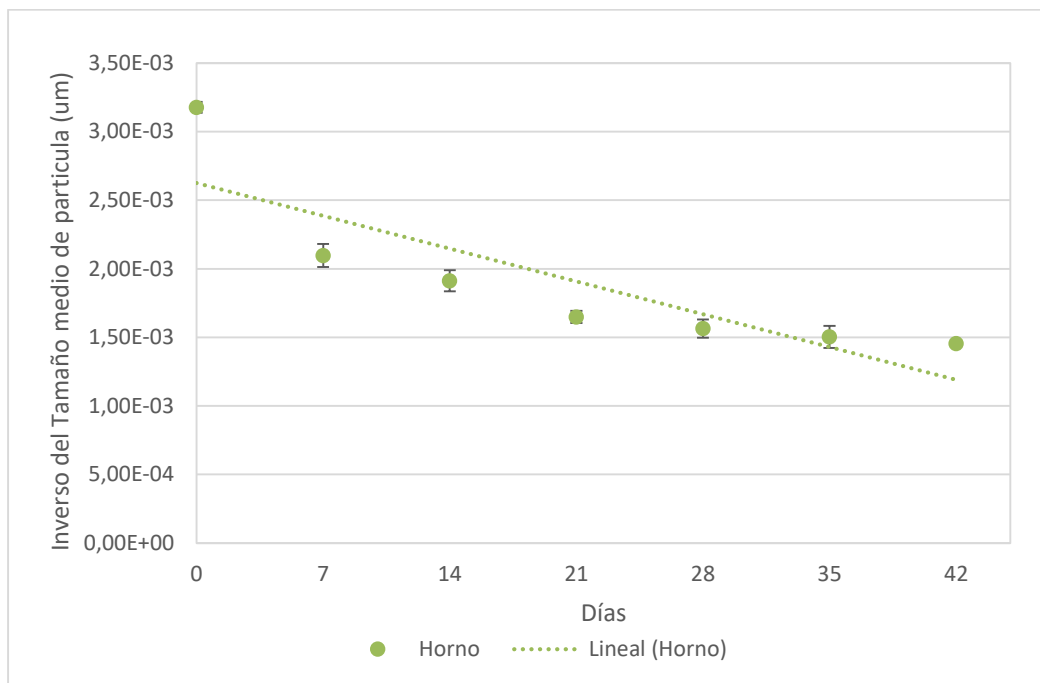


Figura 3-21 Inverso del tamaño medio de partícula como función del tiempo a 50°C.

Los diferentes modelos evaluados para el diámetro medio de partícula a 50°C muestran una tendencia lineal, que se ve mejor representada por un modelo de orden cero.

3.3.4 Constante de aglomeración, k

La información obtenida de las regresiones lineales de orden cero, uno y dos, sumado a la evidencia física de las muestras durante el tiempo de evaluación, indican que el almacenamiento del producto a 20°C es muy estable en cuanto a compactación, y que los fenómenos de agregación entre las partículas se dan a una velocidad muy baja. Ninguno de los modelos tuvo un buen ajuste de los datos, por lo que puede considerarse un comportamiento casi constante durante el tiempo. Por tanto, para los fines del análisis de la constante de aglomeración como función de la temperatura, se seleccionó el modelo de orden cero para la temperatura de 20°C.

A 37°C, el fenómeno de compactación es evidente, causando un aumento del tamaño de partícula con el paso de los días. Con los resultados obtenidos se encuentra que el modelo

que mejor se ajusta a los datos obtenidos es de segundo orden, aunque el modelo de orden cero y de primer orden también tienen un muy buen ajuste.

Finalmente, en el caso del almacenamiento a 50°C, se encontró que el modelo que mejor ajustó es el de orden cero; en este caso, visualmente se encontró que la compactación ocurre rápidamente desde la primera semana (ver Figura 3-12), y tiende a alcanzar la compactación máxima hacia el día 28, donde ya el incremento del diámetro medio de partícula es menor.

Entendiendo la constante de aglomeración para cada temperatura como la pendiente de la recta, y considerando que, para las temperaturas de 20°C y 50°C, el modelo seleccionado es de orden cero, se presenta un resumen de los modelos de regresión lineal finales en la Tabla 3-38, así como el R-cuadrado y la constante de aglomeración k seleccionados.

Tabla 3-38 Resumen de modelo seleccionado para cada temperatura.

Temperatura (°C)	Orden del modelo	Ecuación del modelo	R ²	Constante de aglomeración, k
20	Cero	$\bar{D}_{m\acute{a}sico} = 314,27 + 0,750t$	9,58%	0,750
37	Cero	$\bar{D}_{m\acute{a}sico} = 304,12 + 22,21t$	92,24%	22,21
50	Cero	$\bar{D}_{m\acute{a}sico} = 393,7 + 55,85t$	89,31%	55,85

3.3.5 Energía de activación y modelo de vida útil

Para determinar la energía de activación en el proceso de compactación del alimento en polvo con panela, se aplicó la ecuación de Arrhenius linealizada (Ec. 1-4), graficando el logaritmo natural de la constante de aglomeración k de la Tabla 3-38 como función de $1/T$ en escala Kelvin (ver Figura 3-22).

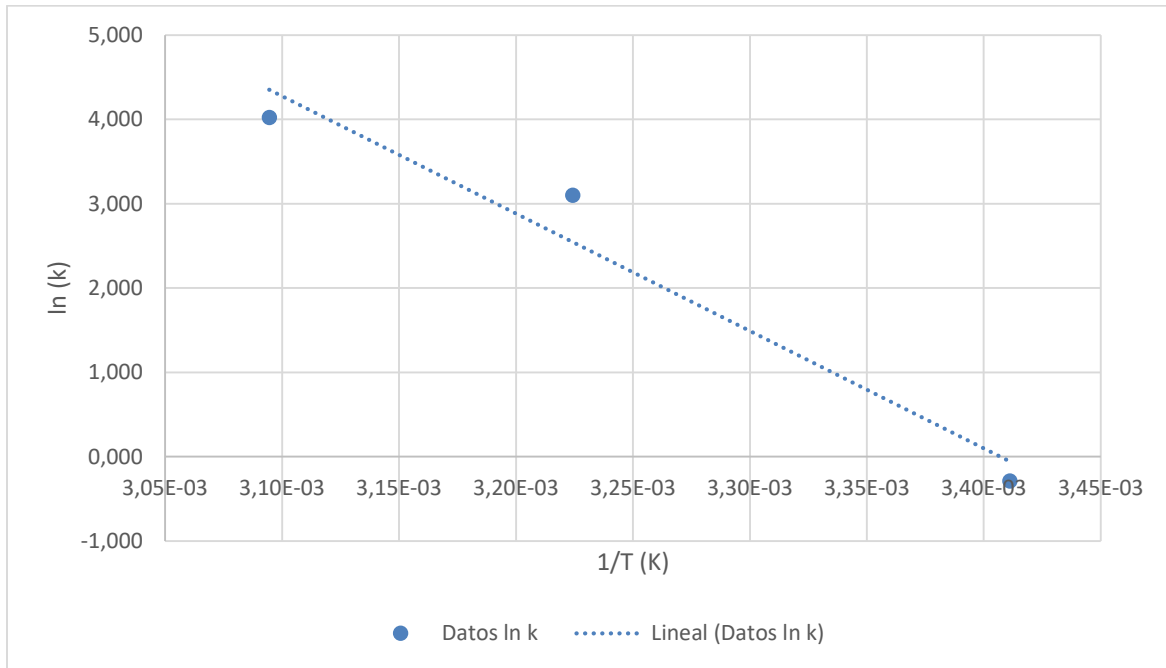


Figura 3-22 Gráfico de $\ln k$ en función de $1/T$. Modelo de Arrhenius linealizado.

La regresión lineal de los datos mostrados en la Figura 3-22 resulta en la Ec. 3-12.

$$\ln k = 46,97 - \frac{13792}{T} \quad \text{Ec. 3-12}$$

En la Tabla 3-39 se muestra el valor de R-cuadrado obtenido en la regresión lineal de la constante, encontrando un 95,60% de explicación de los datos.

Tabla 3-39 Resumen del modelo de regresión lineal del logaritmo natural de la constante de aglomeración k , en función del inverso de la temperatura en Kelvin.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0,673223	95,60%	91,21%	33,96%

Teniendo en cuenta que la pendiente de la recta de la Ec. 3-12 corresponde a la relación de la energía de activación y la constante molar de los gases, se puede determinar la energía de activación, como se muestra en la Ec. 3-13.

$$\frac{E_a}{R} = 13792 \rightarrow E_a = 114612 \text{ J/mol} \quad \text{Ec. 3-13}$$

Donde R es $8,31 \text{ J}/(\text{K}\cdot\text{mol})$. Reescribiendo la Ec. 3-12 para despejar la constante de aglomeración k , se obtiene la Ec. 3-14.

$$k = e^{(46,97-13792/(T+273,15))} \quad \text{Ec. 3-14}$$

Incorporando al modelo de vida útil por compactación, la dependencia de la constante de aglomeración k con la temperatura, resulta la Ec. 3-15.

$$\bar{D}_{m\acute{a}sico} = \bar{D}_{m\acute{a}sico_0} + e^{(46,97-13792/(T+273,15))} t \quad \text{Ec. 3-15}$$

Donde:

$\bar{D}_{m\acute{a}sico}$ es el diámetro medio aritmético de partícula medido por granulometría en micrómetros.

$\bar{D}_{m\acute{a}sico_0}$ es el diámetro medio aritmético de partícula medido por granulometría inicial (tiempo cero).

T es la temperatura en °C.

t es el tiempo en días.

Si se desea calcular la estabilidad del producto, a partir de un diámetro medio de partícula crítico ($\bar{D}_{m\acute{a}sico_c}$), la Ec. 3-15 se reescribe despejando esta variable como se muestra en la Ec. 3-16.

$$t = \frac{\bar{D}_{m\acute{a}sico_c} - \bar{D}_{m\acute{a}sico_0}}{e^{(46,97-13792/(T+273,15))}} \quad \text{Ec. 3-16}$$

3.3.6 Análisis de estabilidad del alimento en polvo con panela

Teniendo en cuenta el límite de aceptabilidad indicado en la sección 2.3.5, correspondiente a máximo 20 a 40% de gránulos que normalmente se obtiene tras 4 semanas a 37°C, se calculó el diámetro medio de partícula crítico en esta condición mediante la Ec. 3-15. El diámetro medio de partícula inicial se tomó a partir de los datos experimentales en tiempo cero.

$$\bar{D}_{m\acute{a}sico_0} = 315 \mu m$$

De esta manera, se obtiene un Diámetro medio de partícula de $656 \mu m$, como el valor máximo aceptable de compactación.

Con este valor, se estima entonces la estabilidad del producto a $20^{\circ}C$ y $50^{\circ}C$ utilizando la Ec. 3-16, encontrando que a $20^{\circ}C$ se estima un tiempo estable de 369 días, mientras en una condición a $50^{\circ}C$, el producto tan solo duraría 5 días para alcanzar la compactación máxima aceptable. Si bien a esta temperatura la vida útil es muy corta, en situaciones reales del producto difícilmente se expondría a una condición tan extrema. La utilidad de esta prueba, radica en que se pueden implementar ensayos acelerados por 5 días a $50^{\circ}C$, y si el diámetro de partícula promedio obtenido es menor al límite calculado ($656 \mu m$), el producto podría ser aceptado.

A temperaturas entre $25^{\circ}C$ y $35^{\circ}C$, se podrían evaluar diferentes alternativas para incrementar la estabilidad a la compactación, tales como:

- Anticompactantes: Los agentes anticompactantes como el dióxido de silicio y el fosfato tricálcico son frecuentemente utilizados en polvos finos e higroscópicos para evitar la formación de grumos, mejorar la fluidez y evitar la compactación. La mayoría de agentes anticompactantes son insolubles en agua, pero tienen la capacidad de absorber cantidades considerables de agua como resultado de su gran área superficial. Estas partículas recubren las partículas del alimento, de modo que los puntos de contacto son entre moléculas del mismo anticompactante, que normalmente se eligen debido a su baja atracción (Cookson & Stirk, 2019). Aunque el producto con panela evaluado, en la declaración de sus ingredientes indica que contiene dióxido de silicio y fosfato tricálcico, las dosis de estos ingredientes y su morfología pueden incidir en la efectividad de su función anticompactante.
- Empaque: El alimento en polvo con panela se comercializa en un trilaminado de dos capas de polietileno y una capa de aluminio. Aunque la laminación del plástico permite su sello con calor, éste no protege los alimentos completamente de la humedad y el aire (Marsh & Bugusu, 2007). Uno de los puntos que se deben garantizar para asegurar la estabilidad del producto, es reducir al máximo la

formación de fugas o microfugas en el selle, lo cual tiende a ser frecuente por la volatilidad de los polvos durante el llenado. Otra alternativa, que inclusive podría ser más económica que el uso de un trilaminado, es el uso de películas metalizadas, que son plásticos que contienen una delgada capa de aluminio y que tienen propiedades de barrera a la humedad, aceites, aire y olores mejoradas (Marsh & Bugusu, 2007),

- Reducción de la humedad: La mejor solución para evitar la compactación de polvos es reducir la humedad del ambiente. Dado que suele ser complejo el control de humedad en los ambientes a los que se ve expuesto el alimento, otra alternativa posible sería la reducción de humedad en el alimento en polvo con panela, tal y como lo indican Kouhestani & Honarvar (2021), quienes lograron un período de 2 años de vida útil para una panela con un contenido de humedad menor a 2%.

3.3.7 Validación del método

Con el modelo final obtenido se realizó el cálculo de los valores del diámetro medio de partícula en cada tiempo y para cada temperatura. Las Figuras 3-23, 3-24 y 3-25 muestran la representación del modelo en comparación con los datos experimentales obtenidos.

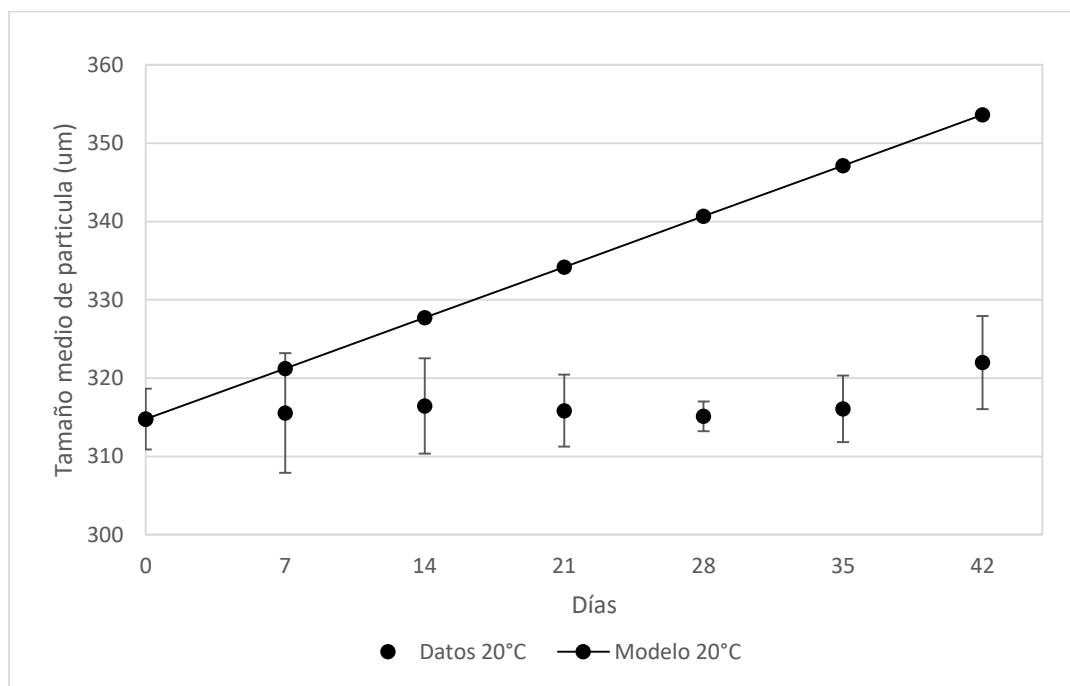


Figura 3-23 Comparación del modelo de estabilidad y los datos experimentales obtenidos a 20°C.

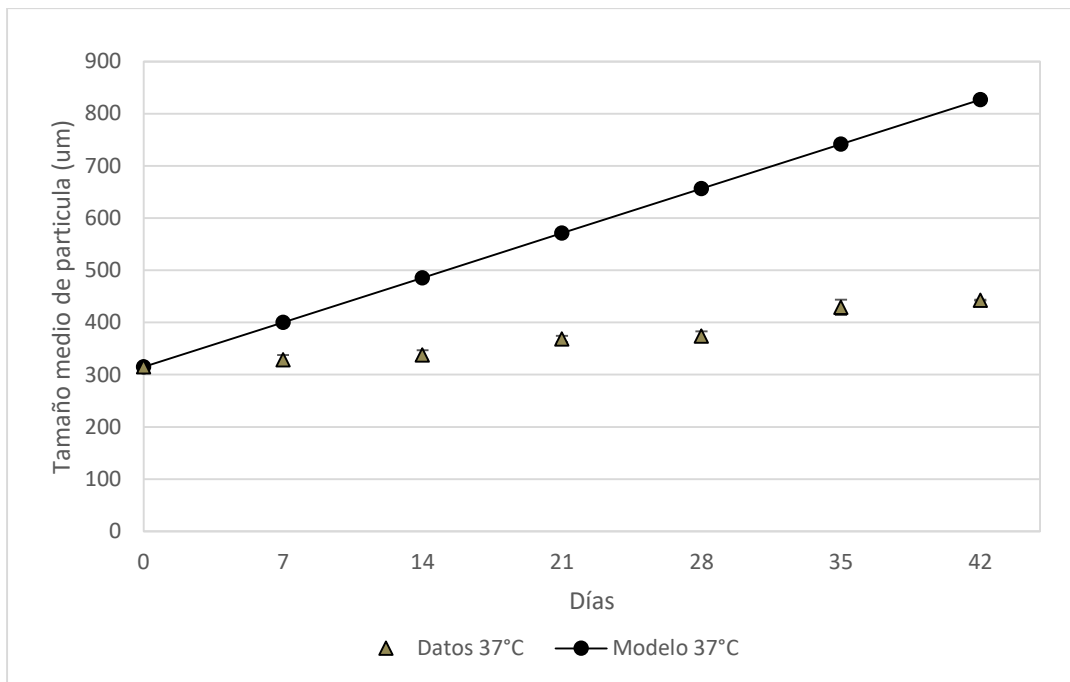


Figura 3-24 Comparación del modelo de estabilidad y los datos experimentales obtenidos a 37°C.

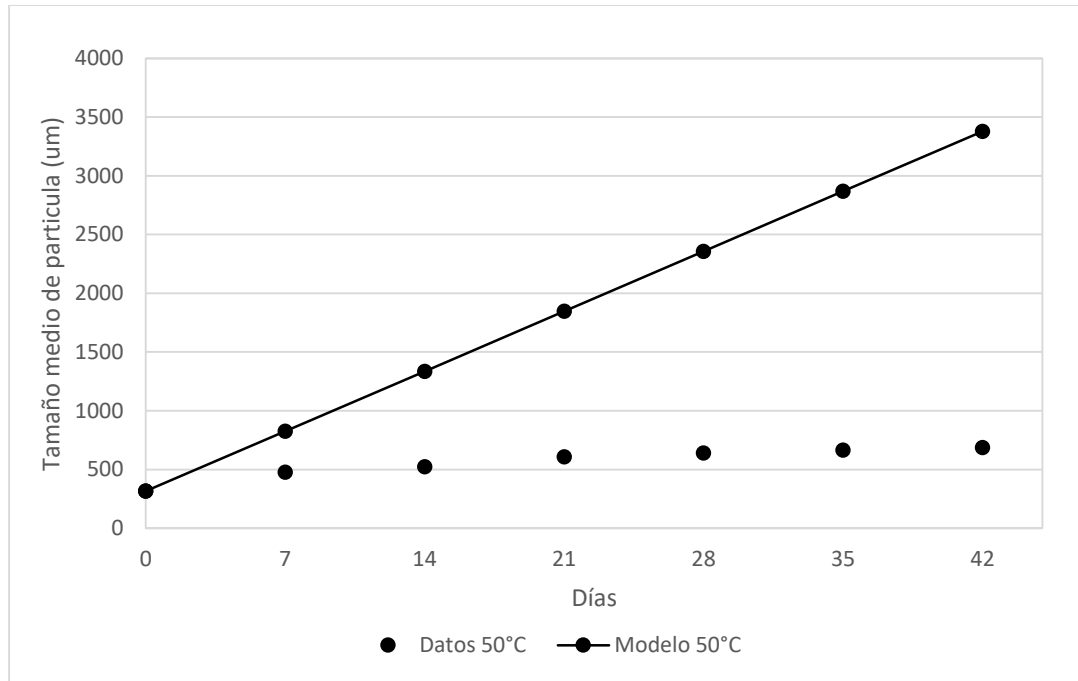


Figura 3-25 Comparación del modelo de estabilidad y los datos experimentales obtenidos a 50°C.

Puede observarse que el modelo de la Ec. 3-15 no representa adecuadamente el comportamiento de los datos experimentales obtenidos, lo cual significa que, para este caso, el modelo de Arrhenius no explica la dependencia de la compactación con la temperatura. Mizrahi (2011) indica que en algunos casos se puede presentar desviaciones en la linealidad de la ecuación de Arrhenius cuando el rango de temperatura no se selecciona adecuadamente, causando errores significativos en las predicciones de vida útil. Igualmente, la ecuación de Arrhenius puede presentar desviaciones considerables cuando se presentan transiciones de fase como consecuencia de los cambios de temperatura. Para el caso del producto propuesto, es posible que alrededor de 37°C puedan presentarse cambios en las características del producto por su posible cercanía a la temperatura de transición vítrea de la panela. Igualmente, para entender adecuadamente la dependencia de la constante de aglomeración k con la temperatura, puede que se necesite una mayor cantidad de datos a diferentes temperaturas, de modo que pueda identificarse si realmente los datos obtenidos siguen un modelo lineal.

4. Conclusiones y recomendaciones

4.1 Conclusiones

Tras la evaluación de la compactación por diferentes métodos, se encontró que la determinación del diámetro medio de partícula a partir de tamizaje es la alternativa más precisa entre las evaluadas para cuantificar el nivel de compactación de un alimento. El método es simple y tiene variabilidad baja en comparación con el método visual y el método de compresión uniaxial. Adicionalmente, responde al comportamiento esperado, es decir, a un incremento del diámetro medio de partícula ocasionado por las interacciones entre partículas a medida que el alimento se expone a un factor acelerador como la temperatura.

El método visual y el método de compresión uniaxial no se recomiendan para la medición de compactación, dado que, para disminuir la variabilidad, requerirían un número elevado de muestras y condiciones específicas. En el caso de la compresión uniaxial no es viable para validar la estabilidad del producto en su empaque final, por lo que pierde utilidad a la hora de definir la vida útil de un alimento en polvo.

Al someter el producto a diferentes temperaturas se encontró un efecto contundente en la compactación a 37°C y a 50°C, posiblemente debido a que en estas temperaturas se sobrepasa la temperatura estimada de transición vítrea de la panela, la cual es una condición que da lugar a la formación de puentes de unión entre las partículas por efecto

de absorción de humedad. A 20°C, el producto se mantiene muy estable en términos de la compactación y el tiempo no resultó ser una variable significativa sobre el diámetro medio de partícula.

Los modelos de regresión lineal aplicados sobre los datos mostraron que, tanto a 37°C como a 50°C, el diámetro medio de partícula responde a un comportamiento lineal de un modelo de orden cero con coeficientes de correlación superiores a 90%. Estos modelos se pueden aplicar para estimar la estabilidad del producto en términos de la compactación para cada una de las temperaturas evaluadas, teniendo un límite crítico para el diámetro medio de partícula definido. Así pues, se obtiene un tiempo de estabilidad estimado de 369 días a 20°C y 5 días a 50°C.

Finalmente, se concluye que el modelo de Arrhenius no representa adecuadamente la dependencia de la constante de aglomeración k con la temperatura, posiblemente debido a los cambios de fase que pueden ocurrir alrededor de la temperatura de transición vítrea.

4.2 Recomendaciones

Para mejorar la precisión del método de determinación del diámetro medio de partícula por tamizaje se recomienda en lo posible, utilizar la mayor cantidad de mallas posible, de tal manera que se tenga una mejor segregación del polvo. También se recomienda validar el tiempo de tamizaje y la amplitud óptima para estandarizar el método, realizando pruebas en la cual adicionando un minuto más de agitación el resultado solo varíe hasta un máximo de 0,1%, tal y como lo propone (Retsch, 2022). Igualmente, se recomienda validar otros métodos de medición de tamaño de partícula, utilizando equipos más sofisticados como analizadores de tamaño de partícula por difracción láser, que permitan tener la distribución detallada.

En cuanto al modelo predictivo propuesto, se recomienda realizar análisis en rangos de temperatura más pequeños (por ejemplo, 25°C, 30°C, 35°C, 40°C, 45°C y 50°C), de modo tal que se pueda establecer una relación mucho más precisa de la constante de aglomeración k con la temperatura, y de esta forma se pueda plantear un modelo específico para entender dicha dependencia. También es importante considerar el intervalo de linealidad de los datos para obtener un modelo que se ajuste mejor a los datos, y para ello se deben variar las frecuencias de medición según la velocidad a la cual se presente la aglomeración.

Con los datos obtenidos de granulometría, también se sugiere realizar una regresión multivariada a fin de obtener un modelo que se ajuste a los datos experimentales. Adicionalmente, se recomienda acompañar la evaluación de la compactación con mediciones de actividad acuosa, humedad en el alimento y humedad relativa, de modo tal que se pueda complementar el análisis con base a las variaciones resultantes de estas variables.

Finalmente, aprovechando el modelo obtenido a 37°C, se recomienda evaluar la estabilidad del alimento con panela a esta temperatura reduciendo el contenido de humedad al máximo posible, dado que este podría ser un factor fundamental para mejorar la estabilidad a la compactación. Otras pruebas que podrían realizarse incluye la validación de películas metalizadas o el uso o mezcla de diferentes anticompactantes. Dichos

experimentos podrían realizarse en un período de tiempo corto aplicando el modelo propuesto, para predecir las mejoras en la estabilidad del producto variando estos factores.

Referencias

- Addo, K. A., Bi, J., Chen, Q., Wu, X., Zhou, M., Lyu, J., & Song, J. (2019). Understanding the caking behavior of amorphous jujube powder by powder rheometer. *Lwt*, *101*(June 2018), 483–490. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.11.059>
- Aguilera, J. M., Valle, J. M., & Ka, M. (1995). Caking phenomena in amorphous food powders. *Trends in Food Science & Technology*, *6*(5), 149–155.
- Alarcón, A. L., Palacios, L. M., Osorio, C., César Narváez, P., Heredia, F. J., Orjuela, A., & Hernanz, D. (2021). Chemical characteristics and colorimetric properties of non-centrifugal cane sugar (“panela”) obtained via different processing technologies. *Food Chemistry*, *340*(August 2020). <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128183>
- Asikin, Y., Kamiya, A., Mizu, M., Takara, K., Tamaki, H., & Wada, K. (2014). Changes in the physicochemical characteristics, including flavour components and Maillard reaction products, of non-centrifugal cane brown sugar during storage. *Food Chemistry*, *149*, 170–177. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.10.089>
- Carpin, M., Bertelsen, H., Dalberg, A., Bech, J. K., Risbo, J., Schuck, P., & Jeantet, R. (2017). How does particle size influence caking in lactose powder? *Journal of Food Engineering*, *209*, 61–67. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.04.006>
- Cookson, M. D., & Stirk, P. M. R. (2019). *Handbook of food powders*.
- Doğan, M., Aslan, D., Gürmeriç, V., Özgür, A., & Göksel Saraç, M. (2019). Powder caking and cohesion behaviours of coffee powders as affected by roasting and particle sizes: Principal component analyses (PCA) for flow and bioactive properties. *Powder Technology*, *344*, 222–232. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.12.030>
- Ermış, E. (2015). Food Powders: Properties and Characterization. In *Gida / the Journal of Food*. <https://doi.org/10.15237/gida.gd14072>

- Fitzpatrick, J. J., Descamps, N., O'Meara, K., Jones, C., Walsh, D., & Spitere, M. (2010). Comparing the caking behaviours of skim milk powder, amorphous maltodextrin and crystalline common salt. *Powder Technology*, *204*(1), 131–137. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2010.07.029>
- Fitzpatrick, J. J., O'Callaghan, E., & O'Flynn, J. (2008). Application of a novel cake strength tester for investigating caking of skim milk powder. *Food and Bioproducts Processing*, *86*(3), 198–203. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2007.10.009>
- Gooch, J. W. (2015). Sieve Analysis. In *Retsch GmbH Haan*. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-6247-8_10621
- Hartmann, M., & Palzer, S. (2011). Caking of amorphous powders - Material aspects, modelling and applications. *Powder Technology*, *206*(1–2), 112–121. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2010.04.014>
- Jena, S., & Das, H. (2012). Shelf life prediction of aluminum foil laminated polyethylene packed vacuum dried coconut milk powder. *Journal of Food Engineering*, *108*(1), 135–142. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.06.036>
- Jiang, Y., Yang, X., Jin, H., Feng, X., Tian, F., Song, Y., Ren, Y., Man, C., & Zhang, W. (2021). Shelf-life prediction and chemical characteristics analysis of milk formula during storage. *Lwt*, *144*(March). <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111268>
- Kouhestani, S., & Honarvar, M. (2021). An Overview on Panela. *Journal of Food Biosciences and Technology*, *11*(1), 35–42. https://jfbt.srbiau.ac.ir/article_16846.html
- Manzocco, L., Calligaris, S., & Nicoli, M. C. (2010). Methods for food shelf life determination and prediction. *Oxidation in Foods and Beverages and Antioxidant Applications: Understanding Mechanisms of Oxidation and Antioxidant Activity*, 196–222. <https://doi.org/10.1533/9780857090447.1.196>
- Marsh, K., & Bugusu, B. (2007). Food packaging - Roles, materials, and environmental issues: Scientific status summary. *Journal of Food Science*, *72*(3). <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.00301.x>
- Mendoza-Rivera, H. (2021). *Diseño Experimental*. Universidad Nacional de Colombia.

http://red.unal.edu.co/cursos/ciencias/2000352/html/un3/cont_315-58.html

Resolución 779, (2006).

Minitab. (2021). *Soporte de Minitab(R) 20*. <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/20/>

Mizrahi, S. (2011). Accelerated shelf life testing of foods. In *Food and Beverage Stability and Shelf Life*. <https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-701-3.50015-3>

Mosquera, L., Arias, S., Jimenez, D., Lopez, D., & Osorio, A. (2015). Transición vítrea en alimentos: sistemas binarios agua-carbohidratos. *Revista Vector*, 9(2014), 24. http://vector.ucaldas.edu.co/downloads/Vector9_4.pdf

Paterson, A. H. J., & Bröckel, U. (2015). Caking development in lemon juice powder. *Procedia Engineering*, 102, 142–149. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2015.01.117>

Rasane, P., Jha, A., & Sharma, N. (2015). Predictive modelling for shelf life determination of nutricereal based fermented baby food. *Journal of Food Science and Technology*, 52(8), 5003–5011. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1545-x>

Retsch. (2022). *Retsch*. <https://www.retsch.com/>

Ruiz-Cabrera, M. A., & Schmidt, S. J. (2015). Determination of glass transition temperatures during cooling and heating of low-moisture amorphous sugar mixtures. *Journal of Food Engineering*, 146, 36–43. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.08.023>

Salehi, H., Berry, R., Deng, T., Larsson, S. H., Farnish, R., & Bradley, M. (2019). Development and application of a novel cake strength tester. *Powder Technology*, 350, 36–42. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.03.024>

Salish, K., & Ambrose, R. P. K. (2021). Predicting powder caking using cohesion energy density. *Powder Technology*, 393, 312–322. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.07.079>

Velásquez, F., Espitia, J., Mendieta, O., Escobar, S., & Rodríguez, J. (2019). Non-centrifugal cane sugar processing: A review on recent advances and the influence of process variables on qualities attributes of final products. *Journal of Food Engineering*, 255(March), 32–40. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2019.03.009>

- Verma, P., Shah, N. G., & Mahajani, S. M. (2019). Why jaggery powder is more stable than solid jaggery blocks. *Lwt*, 110(December 2018), 299–306. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.04.093>
- Zafar, U., Vivacqua, V., Calvert, G., Ghadiri, M., & Cleaver, J. A. S. (2017). A review of bulk powder caking. *Powder Technology*, 313, 389–401. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.02.024>

ANEXO B: Anova de un factor - Método tamaño de partícula para diámetro medio de partícula

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Tabla 4-2 Información del factor.

Factor	Niveles	Valores
Ciclo	6	T0, T1-HC, T2-HC, T3-HC, T4-HC, T5-HC

Tabla 4-3 Análisis de varianza.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Ciclo	5	4463.1	892.62	21.60	0.000
Error	12	496.0	41.33		
Total	17	4959.1			

Tabla 4-4 Resumen del modelo.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
6.42910	90.00%	85.83%	77.50%

Tabla 4-5 Medias

Ciclo	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
T0	3	310.00	5.57	(301.91, 318.09)
T1-HC	3	342.67	2.52	(334.58, 350.75)
T2-HC	3	346.333	1.528	(338.246, 354.421)
T3-HC	3	347.33	9.50	(339.25, 355.42)
T4-HC	3	358.00	10.54	(349.91, 366.09)
T5-HC	3	355.00	2.65	(346.91, 363.09)

Desv.Est. agrupada = 6.42910

ANEXO C: Comparaciones en parejas de Tukey - Método tamaño de partícula para diámetro medio de partícula

Tabla 4-6 Agrupaciones por el Método de Tukey con una confianza de 95%.

M_G1_Salida	N	Media	Agrupación	
T4-HC	3	358.00	A	
T5-HC	3	355.00	A	
T3-HC	3	347.33	A	
T2-HC	3	346.333	A	
T1-HC	3	342.67	A	
T0	3	310.00		B

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Tabla 4-7 Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias.

Diferencia de niveles	Diferencia de las medias	EE de diferencia	IC de 95%	Valor T	Valor p ajustado
T1-HC - T0	32.67	5.25	(15.04, 50.30)	6.22	0.000
T2-HC - T0	36.33	5.25	(18.70, 53.96)	6.92	0.000
T3-HC - T0	37.33	5.25	(19.70, 54.96)	7.11	0.000
T4-HC - T0	48.00	5.25	(30.37, 65.63)	9.14	0.000
T5-HC - T0	45.00	5.25	(27.37, 62.63)	8.57	0.000
T2-HC - T1-HC	3.67	5.25	(-13.96, 21.30)	0.70	0.979

T3-HC - T1-HC	4.67	5.25	(-12.96, 22.30)	0.89	0.942
T4-HC - T1-HC	15.33	5.25	(-2.30, 32.96)	2.92	0.103
T5-HC - T1-HC	12.33	5.25	(-5.30, 29.96)	2.35	0.247
T3-HC - T2-HC	1.00	5.25	(-16.63, 18.63)	0.19	1.000
T4-HC - T2-HC	11.67	5.25	(-5.96, 29.30)	2.22	0.296
T5-HC - T2-HC	8.67	5.25	(-8.96, 26.30)	1.65	0.584
T4-HC - T3-HC	10.67	5.25	(-6.96, 28.30)	2.03	0.380
T5-HC - T3-HC	7.67	5.25	(-9.96, 25.30)	1.46	0.693
T5-HC - T4-HC	-3.00	5.25	(-20.63, 14.63)	-0.57	0.991

Nivel de confianza individual = 99.43%

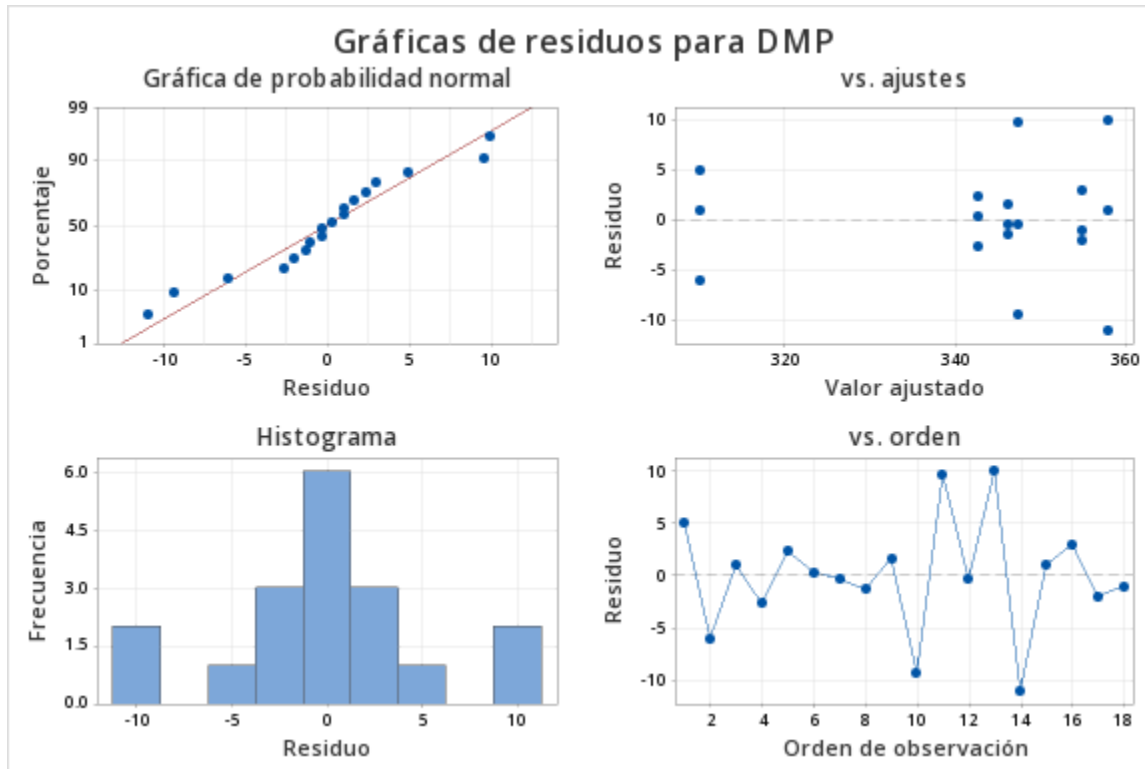


Figura 4-2 Gráficas de residuos para el diámetro medio de partícula.

ANEXO D: Anova de un factor - Método tamaño de partícula para % retenido en malla 850

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Tabla 0-1 Información del factor.

Factor	Niveles	Valores
M_G2_Salida	6	T0, T1-HC, T2-HC, T3-HC, T4-HC, T5-HC

Tabla 0-2 Análisis de varianza.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
M_G2_Salida	5	7058.7	1411.74	19.93	0.000
Error	12	850.2	70.85		
Total	17	7908.9			

Tabla 0-3 Resumen del modelo.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
8.41732	89.25%	84.77%	75.81%

Tabla 0-4 Medias

M_G2_Salida	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
T0	3	4.343	0.434	(-6.245, 14.932)
T1-HC	3	13.98	2.01	(3.39, 24.57)
T2-HC	3	14.100	0.275	(3.512, 24.688)
T3-HC	3	33.2	19.3	(22.6, 43.8)
T4-HC	3	56.54	3.45	(45.95, 67.13)
T5-HC	3	51.83	6.02	(41.24, 62.42)

Desv.Est. agrupada = 8.41732

ANEXO E: Comparaciones en parejas de Tukey - Método tamaño de partícula para % retenido en malla 850

Tabla 0-5 Agrupaciones por el Método de Tukey con una confianza de 95%.

M_G2_Salida	N	Media	Agrupación			
T4-HC	3	56.54	A			
T5-HC	3	51.83	A	B		
T3-HC	3	33.2		B	C	
T2-HC	3	14.100			C	D
T1-HC	3	13.98			C	D
T0	3	4.343				D

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Tabla 0-6 Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias.

Diferencia de niveles	Diferencia de las medias	EE de diferencia	IC de 95%	Valor T	Valor p ajustado
T1-HC - T0	9.63	6.87	(-13.45, 32.72)	1.40	0.726
T2-HC - T0	9.76	6.87	(-13.33, 32.84)	1.42	0.716
T3-HC - T0	28.85	6.87	(5.77, 51.94)	4.20	0.012
T4-HC - T0	52.19	6.87	(29.11, 75.28)	7.59	0.000
T5-HC - T0	47.49	6.87	(24.41, 70.57)	6.91	0.000
T2-HC - T1-HC	0.12	6.87	(-22.96, 23.21)	0.02	1.000
T3-HC - T1-HC	19.22	6.87	(-3.86, 42.30)	2.80	0.126
T4-HC - T1-HC	42.56	6.87	(19.48, 65.64)	6.19	0.001
T5-HC - T1-HC	37.86	6.87	(14.77, 60.94)	5.51	0.001
T3-HC - T2-HC	19.10	6.87	(-3.99, 42.18)	2.78	0.129
T4-HC - T2-HC	42.44	6.87	(19.35, 65.52)	6.17	0.001
T5-HC - T2-HC	37.73	6.87	(14.65, 60.82)	5.49	0.001

T4-HC - T3-HC	23.34	6.87	(0.26, 46.42)	3.40	0.047
T5-HC - T3-HC	18.64	6.87	(-4.45, 41.72)	2.71	0.144
T5-HC - T4-HC	-4.70	6.87	(-27.79, 18.38)	-0.68	0.980

Nivel de confianza individual = 99.43%

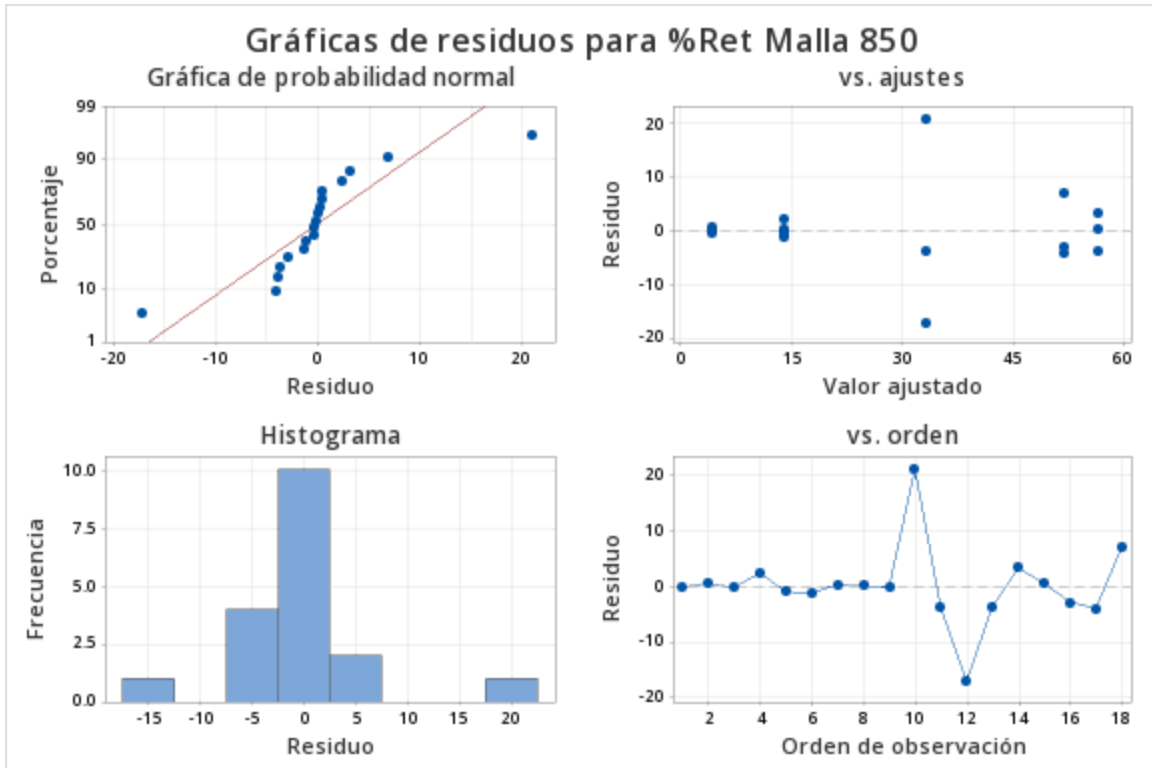


Figura 0-1 Gráficas de residuos para el diámetro medio de partícula.

ANEXO F: Anova de un factor - Método compresión uniaxial

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Tabla 0-7 Información del factor.

Factor	Niveles	Valores
C1	6	T0, T1-HC, T2-HC, T3-HC, T4-HC, T5-HC

Tabla 0-8 Análisis de varianza.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
C1	5	336775	67355	3.01	0.025
Error	30	670416	22347		
Total	35	1007191			

Tabla 0-9 Resumen del modelo.

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
149.490	33.44%	22.34%	4.15%

Tabla 0-10 Medias

C1	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
T0	6	219.9	79.7	(95.2, 344.5)
T1-HC	6	170.7	105.7	(46.1, 295.3)
T2-HC	6	117.4	66.1	(-7.2, 242.1)
T3-HC	6	174.1	135.1	(49.5, 298.8)
T4-HC	6	398	258	(274, 523)
T5-HC	6	110.5	165.8	(-14.1, 235.1)

Desv.Est. agrupada = 149.490

ANEXO G: Comparaciones en parejas de Tukey - Método de compresión uniaxial

Tabla 0-11 Agrupaciones por el Método de Tukey con una confianza de 95%.

C1	N	Media	Agrupación
T4-HC	6	398	A
T0	6	219.9	A B
T3-HC	6	174.1	A B
T1-HC	6	170.7	A B
T2-HC	6	117.4	B
T5-HC	6	110.5	B

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

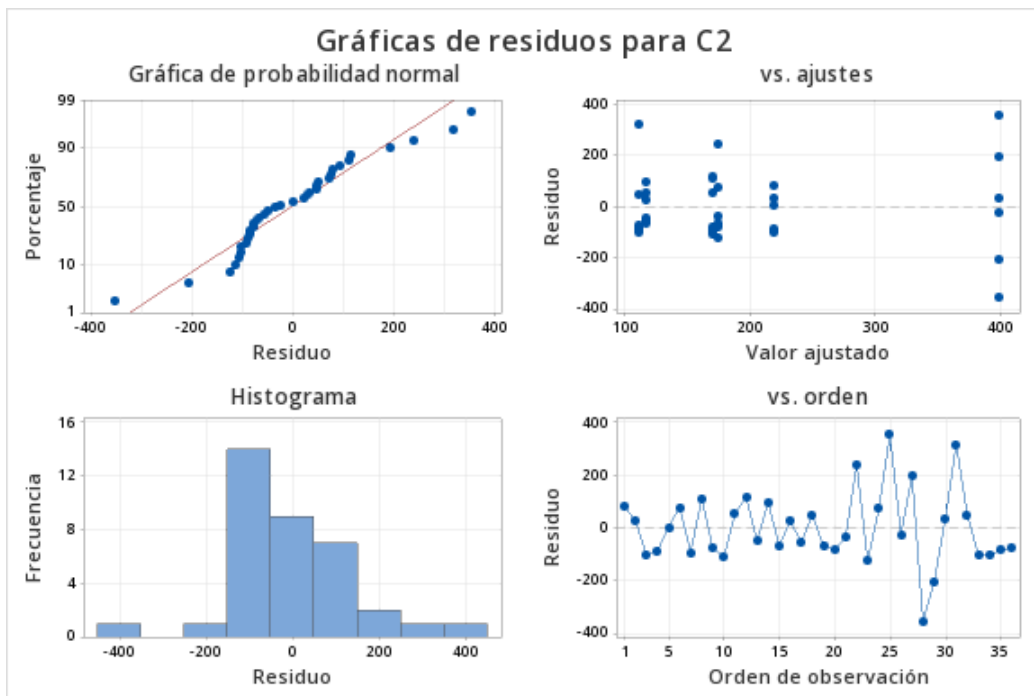


Figura 0-2 Gráficas de residuos para el diámetro medio de partícula.