

ESTANDARIZACIÓN DE LA ETAPA DE PUNTEO EN LA ELABORACIÓN  
DE PANELA GRANULADA

CARLOS ALBERTO VARGAS BERMÚDEZ

UNIVERSIDAD DEL VALLE

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESCUELA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS

MAESTRÍA EN INGENIERÍA DE ALIMENTOS

SANTIAGO DE CALI - VALLE DE CAUCA

2017

ESTANDARIZACIÓN DE LA ETAPA DE PUNTEO EN LA ELABORACIÓN  
DE PANELA GRANULADA

CARLOS ALBERTO VARGAS BERMÚDEZ

Trabajo de investigación en la modalidad de profundización presentado como  
requisito parcial para optar al título de Magister en Ingeniería de Alimentos

DIRECTORA

CLAUDIA ISABEL OCHOA MARTÍNEZ, Ph.D.

UNIVERSIDAD DEL VALLE

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESCUELA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS

MAESTRÍA EN INGENIERÍA DE ALIMENTOS

SANTIAGO DE CALI - VALLE DE CAUCA

2017

## DEDICATORIA

A Dios, el creador de todo, quien me ha dado fortaleza para continuar hacia adelante.

A mi madre quien me formó con buenos sentimientos, hábitos y valores, lo cual me ha ayudado a salir adelante en los momentos más difíciles.

A mi padre por estar atento en todo este proceso.

A mi hermana que siempre ha estado junto a mí brindándome su apoyo.

A mi novia Gloria Patricia Duran Loaiza, por brindarme un apoyo incondicional para alcanzar este logro durante todo este tiempo, y ser la persona que quiero y está día a día orientándome en muchos aspectos de la vida.

A mis familiares y amigos quienes estuvieron atentos y me brindaron mucha colaboración en los momentos que más necesité.

## **AGRADECIMIENTOS**

Doy gracias infinitas al creador nuestro Dios, por haberme dado fuerza y valor culminar esta etapa de mi vida.

A la Directora del Trabajo de Investigación, la Ingeniera Claudia Isabel Ochoa Martínez Ph. D., por toda la colaboración y el apoyo brindado durante la formulación, ejecución, y presentación final de este proyecto.

Al trapiche Agroquilichao en la vereda Agua Blanca de Santander de Quilichao y sus administradores Wilderman Zuñiga y Carlos Zuñiga, y el personal operativo, quienes me ofrecieron sus instalaciones de forma incondicional y con mucha amabilidad para la ejecución del proyecto.

Agradezco también la confianza de mi madre, mi padre, mi hermana, mi novia Gloria Patricia Durán Loaiza, mis familiares y amigos, que sin duda alguna el trayecto de mi vida me ha demostrado su amor, corrigiendo mis faltas y celebrando mis triunfos.

## CONTENIDO

RESUMEN.....	12
1. INTRODUCCIÓN .....	14
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	15
3. JUSTIFICACIÓN .....	16
4. OBJETIVOS .....	17
4.1. General.....	17
4.2. Específicos .....	17
5. ANTECEDENTES .....	18
6. MARCO TEÓRICO.....	20
6.1. Aspectos generales de la caña panelera.....	20
6.2. Variedades de la caña panelera .....	20
6.3. Proceso de elaboración de panela en bloque y granulada .....	21
6.4. Transiciones de fase.....	23
6.4.1 Sólidos amorfos.....	24
6.4.2 Transiciones de primer orden.....	26
6.4.3 Transiciones de segundo orden .....	26
6.4.4 Transición vítreo-gomosa.....	27
6.4.5 Cristalización.....	29
7. MATERIALES Y METODOLOGÍA .....	33
7.1 Localización.....	33
7.2 Proceso de elaboración de panela granulada .....	33

7.2.1 Apronte.....	33
7.2.2 Molienda.....	33
7.2.3 Preparación de aglutinante vegetal.....	34
7.2.4 Clarificación del jugo.....	34
7.2.5 Evaporación y concentración de mieles.....	35
7.2.6 Punteo.....	35
7.2.7 Reposo y batido (mezclado).....	37
7.2.8 Enfriamiento.....	38
7.3 Determinación del contenido de humedad.....	38
7.4 Determinación de color ( $\Delta E$ ).....	39
7.5 Determinación de azúcares reductores en el jugo de caña.....	41
7.6 Granulometría.....	42
7.7 Caracterización de panela granulada.....	44
7.7.1 Densidad aparente de panela granulada.....	44
7.7.2 Área de la superficie específica ( $A_w$ ).....	44
7.7.3 Número de partículas en la mezcla de panela granulada ( $N_w$ ).....	45
7.7.4 Diámetro medio de volumen ( $D_v$ ).....	45
7.7.5 Diámetro medio superficie-volumen ( $D_s$ ).....	46
7.7.6 Diámetro medio de masa ( $D_w$ ).....	46
7.8 Determinación de actividad de agua ( $a_w$ ).....	46
7.9 Determinación de la temperatura de cristalización ( $T_c$ ) de la miel de caña.....	47
8. RESULTADOS.....	49
8.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LAS VARIABLES DE PROCESO HASTA LA ETAPA DE PUNTEO.....	49

8.2 ETAPA DE BATIDO Y REPOSO POSTERIOR.....	51
8.2.1 Temperatura.....	52
8.2.2 Humedad.....	54
8.2.3 Contenido de sólidos totales .....	58
8.2.4 Color ( $\Delta E$ ).....	61
8.3 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE LA PANELA GRANULADA.....	65
8.3.1 Caracterización de la panela granulada .....	68
8.4 ACTIVIDAD DE AGUA .....	70
8.5 TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN ( $T_c$ ) DE LA MIEL DE CAÑA	71
CONCLUSIONES .....	74
RECOMENDACIONES.....	75
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	76
ANEXOS .....	86

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Antecedentes .....	18
Tabla 2. Diferencias entre variedades de caña.....	21
Tabla 3. Diseño experimental en la etapa de batido y reposo .....	37
Tabla 4. Dilución de la solución patrón de glucosa anhidra .....	41
Tabla 5. Caracterización del proceso de elaboración de panela granulada variedad RD-7511 .....	51
Tabla 6 Variables de respuesta etapa batido y reposo posterior .....	52
Tabla 7. Resumen del modelo estadístico para temperatura (°C) .....	53
Tabla 8. Resumen del modelo estadístico para contenido de humedad (%)	56
Tabla 9. Resumen del modelo estadístico para contenido de sólidos totales (%) .....	59
Tabla 10. Resumen del modelo estadístico para cambio de color ( $\Delta E$ ).....	62
Tabla 11 Análisis granulométrico de panela granulada .....	65
Tabla 12. Caracterización de panela granulada variedad RD-7511.....	69



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama de flujo de la elaboración de panela granulada .....	23
Figura 2. Estados de equilibrio termodinámico .....	25
Figura 3. Curva para un polímero semicristalino .....	28
Figura 4. Zonas de concentración .....	31
Figura 5. Apronte de caña de azúcar .....	33
Figura 6. Extracción y prelimpieza de jugos .....	34
Figura 7. Clarificación y ajuste de pH de jugo.....	35
Figura 8. Evaporación y concentración de mieles.....	35
Figura 9. Determinación de la temperatura de punteo.....	36
Figura 10. Proceso de elaboración de panela en la etapa de batido y reposo (T1:130°C) .....	37
Figura 11. Muestras de panela a diferentes tiempos en la etapa de batido y reposo.....	38
Figura 12. Muestra de panela granulada (T1:130°C).....	38
Figura 13. Determinación de humedad en horno al vacío .....	39
Figura 14. Medición de color usando colorímetro .....	40
Figura 15. Muestra de panela granulada en columna de tamices estándar..	43
Figura 16. Masa retenida de panela granulada en cada tamiz .....	43
Figura 17. Registro de la humedad relativa en equilibrio (HRE) .....	47
Figura 18. Esquema de funcionamiento del calorímetro diferencial de barrido (DSC) (Mutlur, 2006).....	48
Figura 19. Perfil de temperatura durante la etapa de batido y reposo .....	52
Figura 20. Gráfica de efectos principales para Temperatura (°C).....	54
Figura 21. Cinética de humedad durante la etapa de batido y reposo.....	55
Figura 22. Gráfica de efectos principales para contenido de humedad (%)..	57
Figura 23. Comportamiento del contenido de sólidos totales .....	58
Figura 24. Gráfica de efectos principales para contenido de sólidos totales (%) .....	60
Figura 25. Comportamiento de color ( $\Delta E$ ) .....	61

Figura 26. Gráfica de efectos principales para el cambio de color ( $\Delta E$ ) .....	63
Figura 27. Abanico colorímetro para panela y derivados .....	65
Figura 28. Distribución acumulativa de panela granulada .....	67

## LISTA DE ANEXOS

Anexo 1. Curva patrón de concentración de glucosa y absorbancia .....	86
Anexo 2. Tamaños estándar de apertura de tamices .....	87
Anexo 3 ANOVA de variables de proceso hasta la etapa de punteo .....	88
Anexo 4. ANOVA de variables en etapa de batido y reposo posterior .....	93
Anexo 5. ANOVA actividad de agua de panela granulada.....	116
Anexo 6. Análisis térmico de muestras de miel de caña .....	118

## RESUMEN

La panela granulada es un edulcorante natural obtenido por concentración y batido de mieles de caña azúcar. El objetivo del presente estudio fue estandarizar la etapa de punteo en el proceso de elaboración de panela granulada empleando caña de azúcar variedad RD-7511. Se estudió el efecto de la temperatura de punteo (T1:130°C y T2:135°C) sobre la humedad, el contenido de sólidos totales, el color ( $\Delta E$ ), la temperatura en la etapa de batido y reposo, la granulometría y la actividad de agua. Adicionalmente, se determinó la temperatura de cristalización ( $T_c$ ) en la miel de caña de la misma variedad. Como referencia para algunas variables de respuesta se tomaron las normas técnicas colombiana y ecuatoriana para panela.

Se estandarizó el proceso en cada una de las etapas (clarificación, evaporación y concentración) hasta antes de la etapa de punteo. Las variables de control estuvieron dentro de los rangos establecidos, sin presentar diferencias estadísticamente significativas ( $p > 0,05$ ) en cada tratamiento. Así mismo, los resultados de la temperatura de cristalización ( $T_c$ ) de las mieles de caña ( $117,25 \pm 12,8^\circ\text{C}$  y  $115 \pm 2,4^\circ\text{C}$  para los tratamientos a T1 y T2 respectivamente) no presentaron diferencias estadísticas significativas ( $p > 0,05$ ) y se encontró que los resultados están en el punto de inicio para granulación de panela en bloque.

En la etapa de batido y reposo, posterior a la etapa de punteo, que tuvo una duración de 10 min, se presentó en los dos tratamientos un descenso de la temperatura (de  $130 \pm 0^\circ\text{C}$  a  $81 \pm 1,4^\circ\text{C}$  y de  $135 \pm 0^\circ\text{C}$  a  $103 \pm 1,4^\circ\text{C}$  respectivamente); una disminución en el contenido de humedad (de  $5,1 \pm 0,08\%$  a  $2,7 \pm 0,26\%$  y de  $4,5 \pm 0,33\%$  a  $2,0 \pm 0,5\%$ ), en donde las muestras finales cumplieron con lo establecido en la norma ecuatoriana (máximo 3%); un incremento en la concentración de sólidos totales (de  $94,9 \pm 0,08\%$  a

97,3±0,26% y de 95,5±0,34 a 98,0±0,06%); y un cambio en la tonalidad del color  $\Delta E$  (de 7,6±0,05 a 11,6±0,26 y de 19,3±2,98 a 21,4±2,66), siendo mayor en las muestras sometidas a temperatura de punteo de 135°C debido a la alta velocidad de reacciones de oscurecimiento (caramelización y Maillard). Se demostró estadísticamente que la temperatura de punteo influye significativamente ( $p < 0,05$ ) en las variables de respuesta mencionadas de la etapa de batido y reposo. El análisis granulométrico mostró un porcentaje de retenido de partículas gruesas (conglomerados) hasta la malla No.6 y apertura de tamiz de 3,35 mm de 44,66% (T1:130°C) y 38,92% (T2:135°C) consideradas un factor de pérdida económica alto en los dos tratamientos, siendo más representativo en las muestras de temperatura de punteo de 130°C; así mismo, este tratamiento presentó mayor fracción másica acumulativa respecto al tratamiento realizado a 135°C. Los valores de actividad de agua de la panela granulada fueron de 0,56±0,022 y 0,54±0,004, respectivamente, sin presentar diferencias estadísticas ( $p > 0,05$ ). Considerando que están por debajo del límite de la zona de condensación (0,7), se puede deducir que no presentan proliferación de mohos xerófilos y levaduras osmófilas. Finalmente se concluye, que la temperatura de punteo es un factor fundamental y a la vez, un sensible indicador que afecta las características fisicoquímicas de la panela granulada y en consecuencia su calidad.

Palabras clave: Panela granulada, temperatura de punteo, RD-7511

## 1. INTRODUCCIÓN

La actividad panelera y su agroindustria es un subsector que tiene participación directa en el Producto Interno Bruto (PIB) agrícola, debido a: cantidad de área sembrada de caña panelera, la generación de empleo rural, y la importancia en la dieta de los colombianos, situación que la posiciona en el segundo renglón de la actividades económicas del país (Fedepanela, 2014).

Según la FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación) Colombia es el segundo productor mundial de panela, después de India, y el primer consumidor a nivel mundial con un consumo de 31 kg de panela per cápita. Los cultivos de caña panelera están distribuidos en los departamentos de Boyacá, Santander, Cundinamarca, Antioquia, Huila y Nariño, ocupando el departamento del Cauca posiciones intermedias de producción (Espinal, 2007).

La panela granulada se presenta en forma de polvo o granos ligeramente esféricos, cuyos diámetros pueden variar de 1 mm a 2,5 mm. En Colombia, gran parte se comercializa para consumo directo, con una participación del 3% en el mercado de la industria alimenticia (Fedepanela, 2014).

Las oportunidades que ofrece este producto alimenticio en el mercado nacional e internacional justifican efectuar estudios durante el proceso de obtención. El propósito de este trabajo fue estandarizar la etapa de punteo en el proceso de elaboración de panela granulada.

## 2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La panela granulada es un edulcorante natural obtenido por concentración y batido de mieles de caña azúcar procedentes de establecimientos denominados “*Trapiches*” ubicados en zona rural, que funcionan con tecnología tradicional y artesanal empleando hornillas paneleras con material vegetal para la combustión. Los trapiches se caracterizan por una producción poco organizada y por falta de control en las variables de proceso que permitan estandarizar la calidad del producto terminado respecto a sus características fisicoquímicas y microbiológicas (Hernández, 2002) .

Los factores que afectan la calidad de la panela granulada se pueden clasificar en agroecológicos y de proceso. Entre los primeros están la variedad y la edad de la caña, el tipo de suelo, las condiciones climáticas y el manejo del cultivo (García, 2007).

Entre los factores más importantes asociados al proceso están el pH y el método de encalado (agregado de cal para la corrección de acidez), la velocidad de calentamiento y la temperatura de punteo. Este último factor puede utilizarse como un indicador del punto en el cual se debe detener el calentamiento e iniciar la etapa de batido (Mujica *et al.*, 2008). Se encuentran divergencias en relación a la temperatura de punteo ideal, ya que Rivero y Torres (2000) indican que debe encontrarse entre 130 y 133°C, mientras que Espinoza (1997) afirma que debe estar entre 124 y 126°C. Estas discrepancias se deben posiblemente a que la temperatura de ebullición, y por consiguiente, la de punteo, dependen de la altura sobre el nivel del mar del sitio donde se elabore la panela.

### 3. JUSTIFICACIÓN

La panela granulada elaborada con Buenas Prácticas de Manufactura tiene un gran potencial de consumo, debido a que presenta ventajas competitivas y comparativas frente a la panela en bloque, tales como: fácil dosificación (empacado en bolsitas individuales), mayor estabilidad en el almacenamiento a temperatura ambiente y mayor velocidad de disolución (Palacios Corredor, 2012).

Los mercados regionales en el departamento del Cauca están saturados debido a la amplia oferta de panela en bloque en diferentes presentaciones (cuadrada de 1kg, 500g, 125g; redonda de 500g; cubo de 125g, entre otras) las cuales se empacan en bolsas de polietileno y se termo-sellan para evitar contaminación del producto. Esta demanda satisfecha produce un descenso en los precios de venta del producto, que en muchos casos se ofrecen por debajo del punto de equilibrio, generando pérdidas económicas al productor de panela en bloque (Fedepanela, 2014).

La panela granulada es un producto versátil, y muy útil como ingrediente en el desarrollo de nuevos productos alimenticios bajos en calorías. Esta condición, permite abrir nuevas oportunidades de innovación en el mercado para el sector panelero, generando un valor agregado en la cadena productiva, e incrementando las utilidades a cada uno de los actores (Agrospectiva, 2007).

Sin embargo, la obtención de un producto granulado de tamaño uniforme demanda mayor esfuerzo y alta manipulación; una baja productividad en las operaciones de obtención incrementa sus costos notablemente, y la manipulación incrementa el riesgo de contaminación. Por lo tanto, es importante estudiar en las zonas productoras de panela, el efecto del tiempo y la temperatura de punteo sobre la calidad del producto, con el fin de minimizar costos de producción y evitar peligros de contaminación a la panela granulada por excesiva manipulación.



## **4. OBJETIVOS**

### **4.1. General**

Estandarizar la etapa de punteo en el proceso de elaboración de panela granulada.

### **4.2. Específicos**

- Evaluar el efecto de la temperatura de punteo sobre la granulometría, el color y el contenido de humedad del producto.
- Determinar el tiempo necesario de reposo posterior a la etapa de punteo en función de la temperatura y la concentración de sólidos del producto en proceso.
- Determinar la temperatura de cristalización ( $T_c$ ) de la miel de caña panelera.

## 5. ANTECEDENTES

En la Tabla 1, se registran estudios relacionados con panela granulada, variables de proceso y la influencia sobre determinadas variables de respuesta.

Tabla 1. Antecedentes

Autor(es)	Factor de análisis	Variables de respuesta	Conclusión
<b>Fajardo et al. (1999)</b>	Panela granulada de diferentes zonas productoras del país (Hoya del Río Suarez, Antioquia, Cundinamarca)	Contenido de humedad, densidad aparente y real, porosidad, tamaño de las partículas y color.	Relación inversa entre el contenido de humedad y la porosidad.
<b>Gómez Meneses (2007)</b>	Estudio técnico para la elaboración de panela pulverizada saborizada	Sólidos solubles, temperatura de punteo y tiempo.	Tiempo óptimo de punteo: 5 minutos, temperatura: 128°C y sólidos solubles: 95°Brix.
<b>Gamboa Contreras et al. (2006)</b>	Prototipo pulverizador-pH y temperatura de mieles-	Velocidad de giro (rpm), granulometría.	Homogeneidad en el producto final con presencia de partículas gruesas (>3mm) en menor proporción.
<b>Mujica et al. (2008)</b>	Variedad, lavado de caña y temperatura de punteo	Color, pH, sólidos solubles, contenido de humedad y azúcares reductores.	La variedad de caña influyó significativamente en los azúcares reductores, el pH y el color.
<b>Yoplac Tafur (2010)</b>	Efecto de pH y concentración de floculantes	Contenido de sacarosa, humedad y pureza	Los tratamientos con cadillo al 2,5 % de concentración y pH de 6,0; balso al 1,5 % de concentración y pH de 6,0 reportaron altos contenidos de sacarosa.
<b>Palacios Corredor (2012)</b>	Instantaneación de la panela granulada por extrusión	Velocidad de disolución y estabilidad al ambiente	La técnica de la aglomeración por extrusión es factible e introduce mejoras de producto instantáneo a panelas de composición y estructura promedio, provenientes de trapiches tradicionales.

Los estudios registrados en la Tabla 1, describen el comportamiento de las diferentes variables de respuesta para un factor de análisis determinado, se evidencia en términos generales que la variedad de caña panelera, el lavado, el pH, la concentración de floculante, y la temperatura de punteo, ejercen influencia significativa en las propiedades físicas y químicas de la panela granulada.

## **6. MARCO TEÓRICO**

### **6.1. Aspectos generales de la caña panelera**

La caña panelera (*Saccharum officinarum*) se desarrolla apropiadamente entre 500 y 1500 metros sobre el nivel del mar, aunque puede establecerse hasta 2000 msnm (Fedepanela, 2009).

Las condiciones agroecológicas características del cultivo de caña panelera son: temperaturas de 20 a 30°C; cambios de temperatura superiores a los 8°C entre el día y la noche, permiten la formación de sacarosa, indispensable para la buena calidad de la miel y la panela; precipitación anual promedio de 1500 a 1700 mm (se considera que precipitaciones mayores o menores reducen la producción y el rendimiento de la caña); humedad relativa entre 70 y 80%; brillo solar propicio entre 4 y 6 h de luz diarias.

La caña para miel y panela se puede cultivar en una amplia gama de suelos, pero preferiblemente en los arcillo-limosos, profundos y bien drenados donde su pH se encuentra entre 5,5 y 7,5. La maduración de la caña (con el aumento en la concentración de sólidos solubles) ocurre entre 10 y 13 meses y su medición se expresa en °Brix (Osorio, 2007).

### **6.2. Variedades de la caña panelera**

En Colombia se encuentran diferentes variedades de caña; las primeras variedades en la industria panelera fueron las “criollas”, posteriormente, fueron ingresando otras variedades como POJ, Canal Point, Puerto Rico, República Dominicana, y Cenicaña, entre otras.

En la Tabla 2, se muestran las diferencias entre algunas variedades de caña.

Tabla 2. Diferencias entre variedades de caña

Parámetro	POJ 28-78	CC 8475	RD 75 – 11	CANAL POINT
Altura promedio planta (m)	2,62	3,30	3,77	3,50
Diámetro de tallo (cm)	2,30	3,10	2,93	3,45
Índice de crecimiento (cm/mes)	13,1	17,9	18,33	15,91
Azúcares reductores (%)	1,1	0,51	1,1	1,1
Contenido de sólidos solubles (°Brix)	19,8	22,4	21,4	20,0

Fuente: Fedepanela, 2009.

### 6.3. Proceso de elaboración de panela en bloque y granulada

Para la fabricación de panela en bloque y granulada se requieren las siguientes etapas (ver Figura 1):

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

**Limpieza:** En esta etapa se retiran impurezas gruesas de carácter no nutricional por medios físicos (decantación y flotación en el prelimpiador), térmicos (en las primeras pailas) y bioquímicos (empleando aglutinantes). El jugo crudo (guarapo) se limpia en frío utilizando un sistema de decantación natural, por efecto de la gravedad, desarrollado por el centro de investigación para el mejoramiento de la agroindustria panelera (CIMPA) y que se ha denominado prelimpiador. Este dispositivo retiene por precipitación una importante proporción de los sólidos contenidos en el jugo de la caña, como partículas de tierra, lodo y arena; simultáneamente, por flotación, el

prelimpiador separa partículas livianas como bagacillo, hojas, insectos, etc. Esta etapa contribuye a reducir el consumo energético y mantener la calidad del jugo sin que se fermente (Osorio, 2007).

**Clarificación:** Esta fase tiene lugar en la paila recibidora o descachazadora, y consiste en la eliminación de las cachazas que son sólidos en suspensión, tales como bagacillos, hojas, arenas, tierra, sustancias coloidales y sólidos solubles presentes en el jugo de la caña. La limpieza de los jugos ocurre gracias a la acción combinada del calentamiento suministrado por la hornilla y la acción aglutinante de ciertos compuestos naturales como los cadillos, el balso, el guásimo, el juan blanco, el san Joaquín, entre otros. El control de esta operación es indispensable para la calidad del jugo si se desea producir miel, pues la presencia de sedimentos en este proceso afectan directamente la calidad del producto final, reflejada en una cristalización (Osorio, 2007).

**Evaporación y concentración:** Terminada la clarificación, se inicia la evaporación del agua aumentando de esta manera la concentración de azúcares en los jugos. La eficiencia térmica de la hornilla, y su efecto sobre los jugos, se cuentan dentro del conjunto de factores que influyen en la calidad de la miel. Cuando los jugos alcanzan un contenido de sólidos solubles cercano a 70°Brix adquieren el nombre de mieles, éstas se concentran entre 88 y 96°Brix a una temperatura de punteo que varía, según la altura sobre el nivel del mar y la pureza de las mieles, entre 120°C para panela en bloque y 125 a 130°C para panela granulada como se muestra en la Figura 1 (Osorio, 2007).

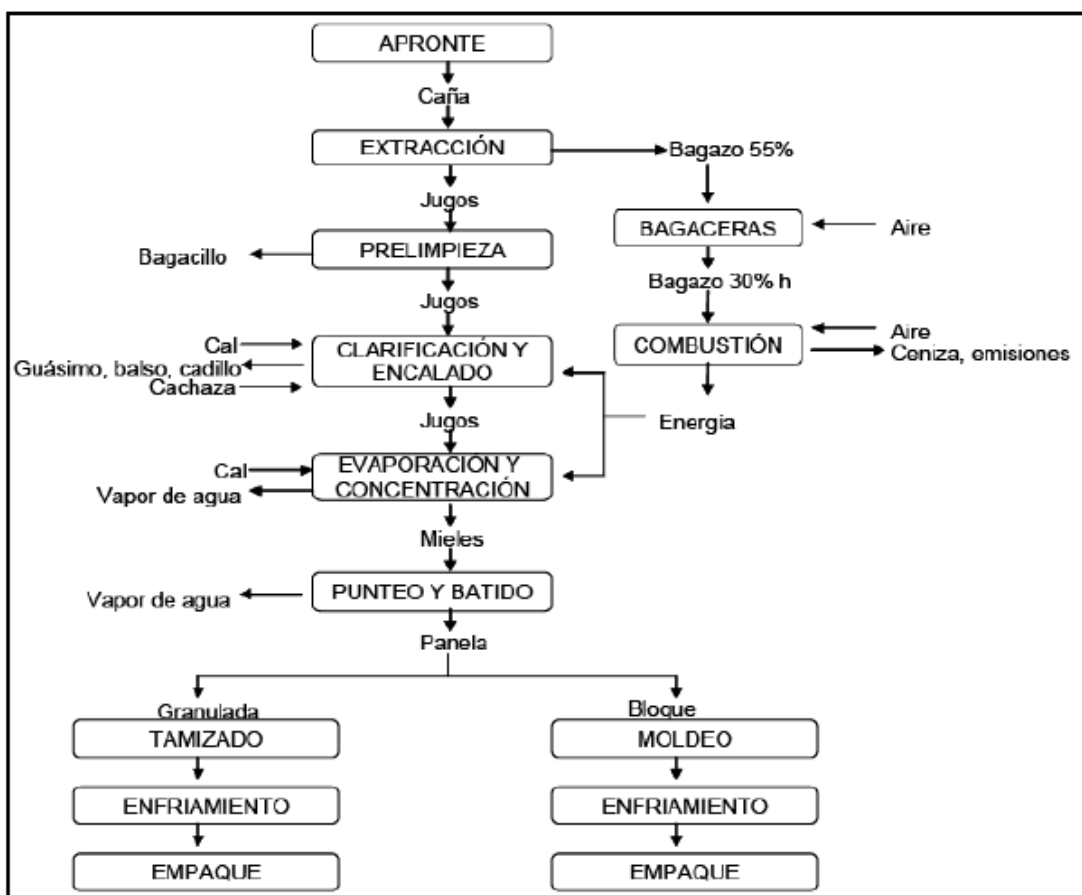


Figura 1. Diagrama de flujo de la elaboración de panela granulada

#### 6.4 Transiciones de fase

Una fase se puede definir como un sistema que presenta una cierta uniformidad en su composición y en sus propiedades físicas. Una transición de fase se define como el cambio brusco de las propiedades macroscópicas de un sistema, por efecto de la variación de algún parámetro de control externo (temperatura y/o presión) y tiene como consecuencia cambios en la movilidad molecular, lo cual está relacionado con variaciones en las propiedades físicas (térmicas, eléctricas, mecánicas y difusionales), en las cinéticas de reacciones químicas y enzimáticas y en los fenómenos de transporte. Como los alimentos son multifásicos pueden experimentar cambios de fase en el intervalo de temperaturas o presiones en que son procesados, almacenados o consumidos. Estos cambios de fase afectan

significativamente la estabilidad y calidad de los alimentos y pueden ser determinantes en las condiciones de procesado (Palacios Corredor, 2012).

#### **6.4.1 Sólidos amorfos**

Los estados básicos en los que se encuentra la materia son: sólido, líquido o gaseoso. Sin embargo, la estructura de los sólidos puede variar a formas muy complejas, cristalinas o amorfas, de acuerdo a las condiciones geométricas impuestas por las uniones o empaquetamiento de los átomos o moléculas en el espacio. Los sólidos se encuentran en estado de equilibrio termodinámico cuando hay una ordenación de los átomos o moléculas en verdaderos retículos cristalinos; los sólidos no cristalinos o amorfos, por su parte, presentan estructuras químicas muy complejas que hacen difícil la ordenación de los átomos y moléculas. Los sólidos amorfos, por tanto, se encuentran en estado de no equilibrio o equilibrio metaestable y difieren de los materiales líquidos en que no muestran fluidez a los niveles de esfuerzo manejados comúnmente. Los sólidos amorfos pueden estar en estado vítreo o gomoso dependiendo de la temperatura. En estado vítreo las moléculas presentan un grado de inmovilidad similar al de los sólidos cristalinos, mientras que en el estado gomoso, parecido al líquido, la movilidad aumenta drásticamente y el alimento adquiere propiedades mecánicas viscoelásticas (Palacios Corredor, 2012).

En la Figura 2 se esquematiza, sobre un hipotético eje de temperatura, los estados más frecuentes en que pueden encontrarse los constituyentes más importantes de los alimentos sólidos y sus posibles transiciones de fase.



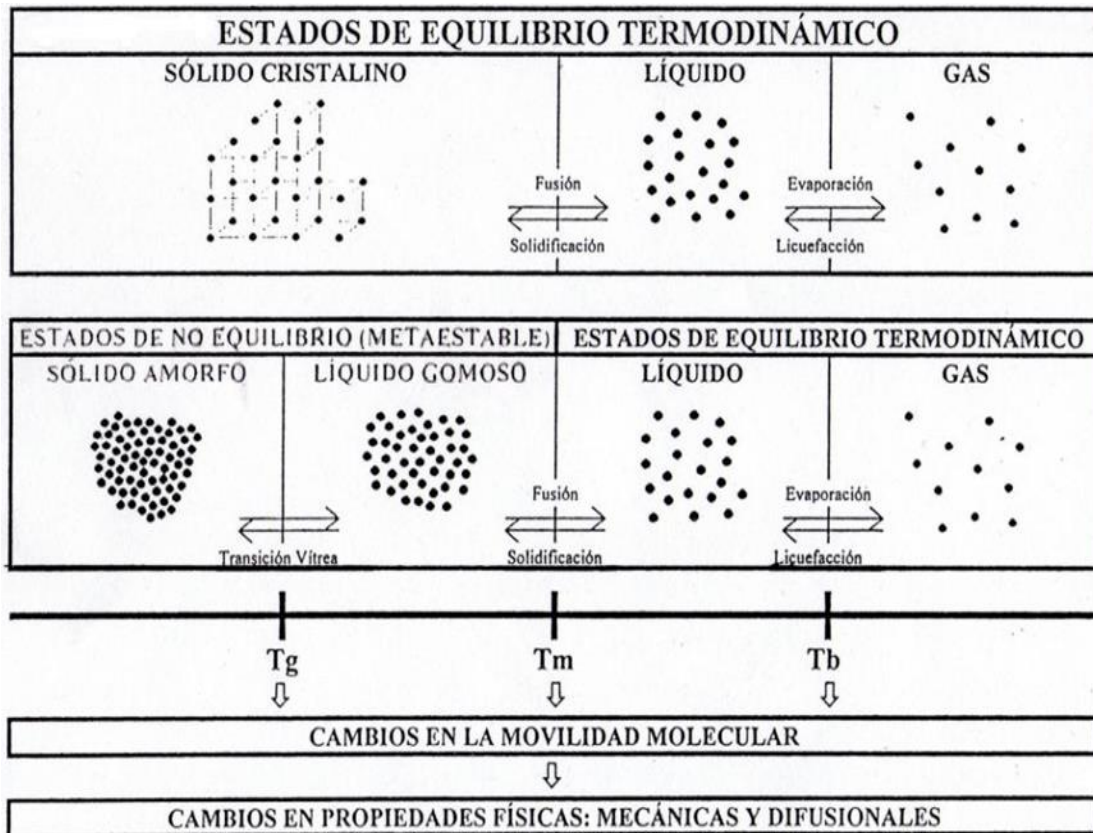


Figura 2. Estados de equilibrio termodinámico (Sablani et al., 2007)

Los materiales amorfos pueden obtenerse por distintas técnicas, todas relacionadas con un cambio rápido del material de un estado de equilibrio a uno de no equilibrio, al no dejar tiempo necesario para que el material se ajuste a los cambios ocurridos en sus alrededores. Los métodos más comunes para producir sólidos amorfos son el enfriamiento rápido a temperaturas inferiores a la de fusión o la eliminación rápida del disolvente. Dicho enfriamiento o evaporación ha de producirse a velocidades más rápidas que la de nucleación, para evitar la cristalización, y son operaciones muy comunes en la industria de alimentos en procesos como la extrusión, evaporación, deshidratación y congelación, pues en todos estos se mezclan los distintos componentes con el agua a altas temperaturas y enseguida se procede al enfriamiento rápido o eliminación de agua, dando lugar a materiales amorfos con bajo contenido en agua (Palacios Corredor, 2012).

La transición de fase juega un papel importante en el desarrollo de productos en donde el constituyente principal es la sacarosa o un sistema de azúcares, como es el caso de la panela y, en última instancia, la tecnología para la modificación de las propiedades funcionales de la panela, como la de solubilidad en agua o estabilidad al ambiente, se basa en el manejo adecuado de las condiciones que introducen transiciones de fase al sistema (Martínez, 1992).

Las transiciones de fase pueden ser de primer orden, de segundo orden, y de orden superior, pero estas últimas no han sido descritas para alimentos.

#### **6.4.2 Transiciones de primer orden**

Las transiciones de primer orden son las que tienen que ver con cambios en los estados sólido, líquido y gaseoso. A una temperatura de transición de primer orden, como la temperatura de fusión, cristalización, condensación y evaporación, los cambios en el estado físico ocurren isotérmicamente y cierta cantidad de calor se libera o se requiere como el calor latente de transición. En transiciones de fase de primer orden la energía de Gibbs es la misma en ambas fases. Ejemplos de transiciones de primer orden son las sólido-sólido, sólido-líquido, líquido-vapor y sólido-vapor. La gelatinización de almidón y desnaturalización de proteínas, que suponen cambios conformacionales de los biopolímeros, son transiciones que presentan también las mismas características termodinámicas (Martínez, 1992).

#### **6.4.3 Transiciones de segundo orden**

El paso de vítreo a gomoso se denomina transición vítrea y es el caso más importante de las transiciones de segundo orden. Estas transiciones, por tanto, ocurren en sólidos amorfos donde la energía de Gibbs y su primera derivada son funciones continuas de la temperatura y la presión. Al menos una de las segundas derivadas de la energía de Gibbs tiene discontinuidad en la temperatura de transición. Estas segundas derivadas están

relacionadas respectivamente con la capacidad calorífica, compresibilidad isotérmica y coeficiente de expansión térmica del sistema. Por consiguiente, no se involucra calor latente en el cambio de fase de la temperatura de transición vítrea ni cambios netos en el volumen del sistema (Martínez, 1992; Palacios Corredor, 2012).

#### **6.4.4 Transición vítreo-gomosa**

La mayoría de los alimentos de baja humedad no están en estado cristalino, sino que se encuentran en estado vítreo o gomoso, dependiendo de si su temperatura está por debajo o por encima de su temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ). Muchos cambios en las propiedades físicas de estos productos tienen lugar en el rango de temperatura alrededor de la  $T_g$ , por tanto, la temperatura de transición vítrea es de gran importancia para entender muchos aspectos de la estabilidad y procesamiento de los alimentos (Martínez, 1992).

La transición vítrea de los alimentos es el fenómeno observado cuando un sólido en estado vítreo, altamente viscoso, se calienta hasta que se comporta como un líquido subenfriado o sobresaturado (gomoso), cuya viscosidad disminuirá drásticamente a medida que se incrementa la temperatura, en el caso de alimentos de bajo peso molecular. El cambio de estado vítreo-gomoso ocurre una vez que se alcanza la  $T_g$ , por lo que un pequeño cambio en la temperatura, por arriba de la  $T_g$ , resulta en cambios significativos en las propiedades sensoriales de textura y color. Como la  $T_g$  es fuertemente dependiente del contenido de agua, un cambio de gomoso a vítreo, que supone una reducción importante en la movilidad, puede también ocurrir cuando disminuye el contenido de agua durante el almacenamiento del producto, sin embargo, este no es el caso de alimentos de baja humedad. Se puede decir que la  $T_g$  disminuye conforme aumenta el contenido de agua (o actividad de agua). Entre mayor sea la  $T_g$ , mayor será la posibilidad de que el producto se mantenga en estado vítreo. Muchos procesos físicos y

químicos que limitan la vida de anaquel de los productos son dependientes de la posición de la temperatura de almacenamiento respecto a la  $T_g$  (Martínez, 1992; Palacios Corredor, 2012).

La cristalización de los componentes amorfos es probablemente el cambio dependiente del tiempo más dramático que afecta las propiedades estructurales y calidad de alimentos de baja humedad. Por arriba de la  $T_g$  se incrementa la movilidad molecular y muchos componentes amorfos cristalizan (Figura 3). La velocidad de cristalización por encima de la  $T_g$  y determinada por la diferencia de temperaturas ( $T-T_g$ ) es dependiente del tiempo, de la viscosidad, del contenido de agua y de la composición de la matriz amorfa. La plastificación del agua disminuye la temperatura de cristalización de materiales cristalinos amorfos y la temperatura de fusión de los cristales. Los carbohidratos amorfos en alimentos deshidratados pueden encapsular compuestos aromáticos y lípidos, los cuales se retienen durante la deshidratación y almacenamiento. Una matriz de encapsulamiento de carbohidratos protege de la pérdida de los volátiles y la oxidación de lípidos. Sin embargo, la cristalización libera tales compuestos encapsulados y consecuentemente causa la pérdida de aroma y exposición de los lípidos al oxígeno atmosférico (Palacios Corredor, 2012).

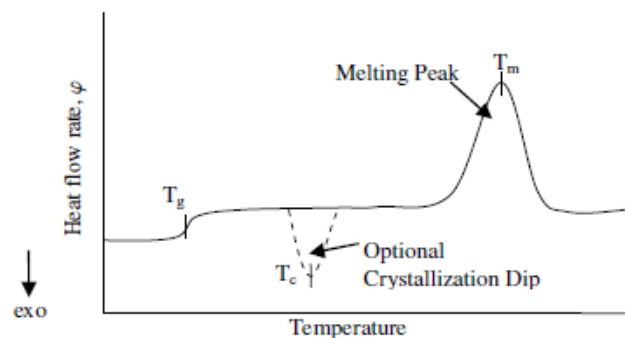


Figura 3. Curva para un polímero semicristalino (Mutlur, 2006)

## **6.4.5 Cristalización**

### **6.4.5.1 Conceptos generales**

La cristalización es un proceso en el que se realiza un cambio de fase, pasando el sistema de un estado de desequilibrio (desde disolución, estado fundido, etc.) al estado de equilibrio. En este proceso, el sistema incrementa el orden ya que pasa de un sistema relativamente desordenado (la disolución) a un sistema mucho más ordenado (el cristal). Por tanto, de acuerdo con las leyes de la termodinámica, para que el proceso sea espontáneo, debe producirse un descenso de energía que compense el incremento de orden, ya que en la naturaleza todo sistema tiende a un mínimo de energía y a un máximo de desorden (2° principio de la termodinámica). Así, esta acción debe ir acompañada de un descenso de la función termodinámica de estado. Si durante el cambio se mantienen constantes la temperatura y la presión, la función de estado característica es la energía de Gibbs. Por lo tanto, para que tenga lugar el cambio de fase en el sistema, esta acción tiene que estar unida al descenso de la energía total de Gibbs del sistema, o sea  $\Delta G < 0$ . Así, cuanto mayor sea la disminución de la energía de Gibbs, mayor será también la fuerza impulsora de la cristalización (Grases Freixedas *et al.*, 2000).

De igual manera, según Dominguez Alonso & Díaz Bravo (2003), la cristalización en el seno de soluciones impuras, es un proceso físico-químico, y la formación y crecimiento de los cristales está asociado con la creación de cierto grado de inestabilidad en el medio, para conseguir que las moléculas del soluto, se difundan a través del seno de la misma y se depositen sobre los cristales ya presentes o formen nuevos cristales. La inestabilidad que se necesita en el medio, para que se formen nuevos cristales o crezcan los ya existentes, se obtiene manipulando la solubilidad del soluto en el sistema, es decir, mediante un estado de sobresaturación del sistema, por lo que la información de solubilidad es básica para seleccionar el método de cristalización que será usado.

La temperatura, la presión, el grado de agitación y la presencia de partículas extrañas afectan directamente la solubilidad de una solución, independientemente de las características de la misma, modificando radicalmente el límite superior de la cantidad de soluto que puede disolverse (Grases Freixedas *et al.*, 2000).

La sobresaturación es el prerrequisito para la nucleación y crecimiento del cristal. El grado de sobresaturación está determinado por los flujos de materia y energía, así como también por las cinéticas de cristalización (nucleación y crecimiento) (Dominguez Alonso & Díaz Bravo, 2003).

#### **6.4.5.2 Nucleación**

En muchos sistemas el cambio de fase no empieza en el momento que es termodinámicamente posible, sino en condiciones que sobrepasan el equilibrio. La estabilidad aparente del sistema se debe a que el comienzo del cambio de fase viene condicionado por las formaciones de los gérmenes de la nueva fase en el sistema (Grases Freixedas *et al.*, 2000).

La nucleación se define como el aglutinamiento de átomos, moléculas o iones constituyentes de la nueva fase en pequeñas zonas separadas en el interior de la antigua fase. Posteriormente estos aglutinamientos formados, crecen y se desmoronan. Cuando un clúster crece alcanza una dimensión macroscópica. La velocidad del cambio de fase depende del número de gérmenes capaces de un posterior crecimiento por unidad de volumen y por unidad de tiempo (Grases Freixedas *et al.*, 2000).

#### **6.4.5.3 Crecimiento de cristales**

Los gérmenes con dimensiones críticas originados en el sistema por medio de la nucleación son demasiados pequeños para poder ser detectados por métodos experimentales. Sin embargo, estas partículas se encuentran en un sistema sobresaturado y se pueden unir a ellas otras unidades constructivas y con esto aumentan su volumen (Grases Freixedas *et al.*, 2000).

Los cristales más grandes que están en contacto con la disolución sobresaturada se comportan en forma similar. Las unidades constructivas se unen al cristal al aumentar el volumen de éste, salvo que el proceso sea impedido por razones específicas como las impurezas (Grases Freixedas *et al.*, 2000).

#### 6.4.5.4 Curvas de solubilidad

Las curvas de solubilidad describen el balance entre el soluto y el solvente y representan las condiciones bajo las cuales los cristales del soluto y el licor madre coexisten en un equilibrio termodinámico. Estas curvas para un sistema dado son definibles y reproducibles y representan el punto de saturación máximo que el sistema puede tolerar, en el cual la nucleación empieza a darse espontáneamente (Singh, 1997).

La información de solubilidad se presenta en los Diagramas de Miers (gráficos de concentración vs temperatura), en los que se representan los estados de saturación del sistema, como se muestra en la Figura 4.

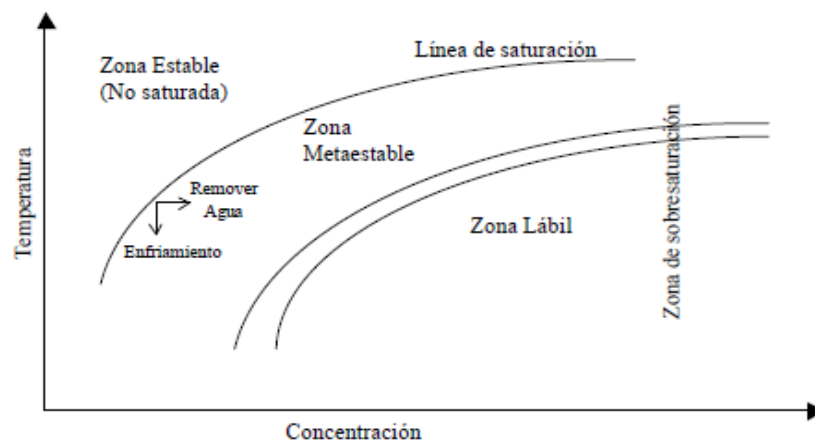


Figura 4. Zonas de concentración (Dominguez Alonso & Díaz Bravo, 2003)

De acuerdo al diagrama, cualquier combinación de temperatura-concentración que se ubique por encima de la línea de saturación, es indicativo de que la solución se encuentra insaturada, mientras que debajo

de esta línea se encuentra la solución sobresaturada (Dominguez Alonso & Díaz Bravo, 2003).

Las zonas de concentración de soluto, se describen a continuación (Dominguez Alonso & Díaz Bravo, 2003):

- Zona de disolución o estable. No existe formación ni crecimiento de cristales.
- Zona metaestable. Próxima a la saturación; los cristales existentes crecen, pero no se pueden formar nuevos.
- Zona intermedia. Se pueden formar nuevos cristales, pero sólo en presencia de los existentes.
- Zona lábil. Se pueden formar nuevos cristales aún en ausencia de cristales.



## 7. MATERIALES Y MÉTODOLÓGÍA

### 7.1 Localización

El estudio se realizó en el Trapiche panelero “Agroquilichao” ubicado en la vereda Agua Blanca del municipio de Santander de Quilichao, Cauca, a una altura de 1500 m.s.n.m

### 7.2 Proceso de elaboración de panela granulada

#### 7.2.1 Apronte

Se utilizó caña de azúcar de variedad RD-7511 con edad de corte de 15 meses, la cual se transportó hasta la zona de apronte del trapiche panelero (Figura 5).



Figura 5. Apronte de caña de azúcar

#### 7.2.2 Molienda

Se realizó la extracción de jugo a la caña de azúcar empleando un molino, el jugo se pasó por un prelimpiador en donde se retiraron impurezas de gran tamaño por diferencia de peso, posteriormente, se depositó en un tanque (Figura 6). Se midió el contenido de sólidos solubles totales (°Brix) con un

refractómetro portátil (marca Brixco®), y el pH con un pH-metro portátil (marca Hanna pHep®).



Figura 6. Extracción y prelimpieza de jugos

### 7.2.3 Preparación de aglutinante vegetal

Previo a la clarificación de jugos, se preparó en un recipiente una mezcla de mucílagos vegetales empleando cortezas maceradas de balso (*Heliocarpus popayanensis*), y cadillo (*Triumfetta affinis mollissima*) en una solución acuosa de 2,5% (p/v), sumergidas durante 6 horas.

### 7.2.4 Clarificación del jugo

Se pasó el jugo a la caldera pirotubular de 500 L en donde se inició el calentamiento en hornilla. Para la floculación de las impurezas se utilizaron 12,5 L del aglutinante vegetal. Se dosificaron 9,4 L de aglutinante a 65°C para retirar cachaza negra, y 3,1 L de aglutinante a 75°C para retirar cachaza blanca respectivamente, empleando un remillón (recipiente recolector de impurezas en la superficie). De igual manera, se adicionó una solución de óxido de cal grado alimenticio tipo E (lechada de cal) a una concentración de 100 g/L para ajuste de pH del jugo clarificado (Figura 7).



Figura 7. Clarificación y ajuste de pH de jugo

### 7.2.5 Evaporación y concentración de mieles

El jugo clarificado se pasó a pailas abiertas de acero inoxidable a través de una malla filtrante durante el proceso de evaporación. A la miel obtenida se le determinó el contenido de sólidos solubles totales empleando un refractómetro portátil (marca Brixco®). Posteriormente, se pasaron las mieles a la paila punteadora para iniciar concentración de sólidos totales (Figura 8).



Figura 8. Evaporación y concentración de mieles

### 7.2.6 Punteo

Para finalizar el calentamiento en la hornilla panelera de las mieles concentradas, se midió la temperatura de punteo como punto de referencia. Se utilizó un termómetro de punzón (marca Brixco® modelo 4195) con escala de 0 a 300°C previamente calibrado, el cual se introdujo en el centro de la paila punteadora a 2/3 de profundidad (Figura 9).



Figura 9. Determinación de la temperatura de punteo

A partir de esta etapa, se desarrolló un diseño experimental completamente al azar (DCA) con arreglo factorial mixto 2x4 con dos factores, temperatura de punteo (130 y 135°C), y tiempo de batido y reposo (0, 3, 7, 10 min). Se realizaron dos réplicas por tratamiento. Las variables de respuesta fueron: temperatura, contenido de sólidos totales, contenido de humedad y color ( $\Delta E$ ) (Tabla 3). Adicionalmente, se evaluó la granulometría y la actividad de agua al producto final (t=10 min), y la temperatura de cristalización ( $T_c$ ) a la miel.

Se realizó un análisis de varianza (ANOVA) y una prueba de comparación de Fisher usando el software Minitab 17®. Se determinaron las diferencias significativas ( $p < 0,05$ ) entre los tratamientos para cada variable de respuesta.

Tabla 3. Diseño experimental en la etapa de batido y reposo

Factor	Nivel	Variables de respuesta
Temperatura de punteo (°C)	130	Temperatura (°C) Humedad (%) Sólidos totales (%) Color ( $\Delta E$ ) Granulometría* Actividad de agua*
	135	
Tiempo (min)	0	
	3	
	7	
	10	

\* Variables evaluadas al producto en t=10 min.

### 7.2.7 Reposo y batido (mezclado)

Una vez que las mieles alcanzaron la temperatura de punteo, se depositaron en bateas de acero inoxidable, previamente lavadas y desinfectadas con solución de hipoclorito de sodio (100 ppm) para iniciar la etapa de reposo y batido. El mezclado se realizó con un palín en acero inoxidable hasta que la panela mostró una granulación característica; durante toda esta etapa, se registró el tiempo y la temperatura como se muestra en la Figura 10.



Figura 10. Proceso de elaboración de panela en la etapa de batido y reposo (T1:130°C)

De igual manera, se tomaron 4 muestras a diferentes tiempos (0, 3, 7, 10 min) y se depositaron en recipientes de vidrio con cierres herméticos previamente desinfectados y esterilizados (Figura 11).



Figura 11. Muestras de panela a diferentes tiempos en la etapa de batido y reposo

### 7.2.8 Enfriamiento

La panela granulada se depositó en sacos de papel kraft de primer uso (Figura 12) para su enfriamiento. De cada saco se extrajo una muestra de 1 kg, se almacenaron en bolsas con cierre hermético y se trasladaron al laboratorio de análisis de alimentos de la Universidad del Valle.



Figura 12. Muestra de panela granulada (T1:130°C)

### 7.3 Determinación del contenido de humedad

Se determinó el contenido de humedad por triplicado a las muestras de panela con base al método oficial internacional de la AOAC 925.45 (1998). Se pesaron de 2 a 5 g de muestra en cajas Petri previamente taradas, y se introdujeron en un horno al vacío a  $70^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  y 17 pulgadas de Hg de vacío (Figura 13), durante 3,5 horas (Suzanne, 1994). Finalmente, por diferencia

de pesos se obtuvo el porcentaje de humedad de la muestra, empleando la Ecuación 1.

$$\%H = \left[ \frac{Ph-Pr}{Ph-Pr} \right] * 100 \quad (1)$$

Donde:

*%H*: contenido de humedad (b.h) (%)

*Pr*: peso del recipiente (g)

*Ph*: peso del recipiente con la muestra húmeda (g)

*Ps*: peso del recipiente con la muestra seca (g)



Figura 13. Determinación de humedad en horno al vacío

#### 7.4 Determinación de color ( $\Delta E$ )

Se determinó el cambio de color mediante un colorímetro (ColorFlex® Standards Box, USA) basado en el sistema CIE  $L^*a^*b^*$  con iluminación D65 y ángulo de 10°. Se llenó con suficiente muestra una caja de Petri de manera homogénea y cuidando de no dejar espacios en el fondo. La caja de Petri con panela se ubicó en el colorímetro (Figura 14), y se tomó la lectura. Se

rotó la muestra 45° y se tomó nuevamente la lectura, de este modo se repitió tres veces y se promediaron estas lecturas (Novoa & Ramirez-Navas, 2012).



Figura 14. Medición de color usando colorímetro

Las diferencias de color ( $\Delta E$ ) se determinaron usando los parámetros  $L^*$  (blanco – negro),  $a^*$ (verde - rojo), y  $b^*$ (azul - amarillo), mediante la Ecuación 2 (Mathias-Rettig & Ah-Hen, 2014):

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

Donde:

$$\Delta L = L^* - L_0$$

$$\Delta a = a^* - a_0$$

$$\Delta b = b^* - b_0$$

El subíndice cero de cada parámetro se refiere a las condiciones iniciales (tiempo cero) en la etapa de reposo y batido.



### 7.5 Determinación de azúcares reductores en el jugo de caña

Se empleó el método oficial de análisis volumétrico de *Lane – Eynon* de la AOAC 923.09 (1995). Para realizar la curva estándar patrón, se pesaron aproximadamente 120 mg de glucosa anhidra disuelta en 100 mL de agua destilada (solución patrón), posteriormente se prepararon las diluciones como se muestra en la Tabla 4:

Tabla 4. Dilución de la solución patrón de glucosa anhidra

Volumen solución patrón (mL)	Volumen agua destilada (mL)
0,0	10,0
0,25	9,75
0,5	9,5
1,0	9,0
1,5	8,5
2,0	8,0
2,5	7,5

Para cada dilución, se tomaron 0,5 mL de solución patrón y se adicionaron 0,5 mL de solución Fehling A (sulfato de cobre) preparada previamente, colocándolas en ebullición durante 10 minutos. Posteriormente, se se dejaron en agua fría, y se adicionaron 0,5 mL de solución Fehling B (tartrato de sodio y potasio) y 8,5 mL de agua destilada, se agitaron y se leyó cada muestra diluida en un espectrofotómetro (marca Génesys 20) a una absorbancia de 520 nm para construir la curva patrón de concentración de glucosa vs absorbancia, encontrándose una ecuación de línea recta.

Análogamente, se pesó 1 g de jugo de caña aproximadamente para cada tratamiento y se diluyó en 100 mL de agua destilada. Se tomaron 10 mL de la solución y se diluyeron en 100 mL de agua destilada respectivamente. Se tomaron 0,5 mL de muestra diluida y se continuó con el procedimiento anterior por triplicado. Todas las muestras, se leyeron en el espectrofotómetro, y se encontraron valores de absorbancia dentro del rango

de la curva de la solución patrón, como se muestra en el Anexo 1 (AOAC, 1995).

A partir de la ecuación de línea recta, se obtuvo la concentración de azúcares reductores para cada lectura de absorbancia de la muestra por triplicado, empleando la Ecuación 3:

$$C = \left[ \frac{a - i}{p} \right] \quad (3)$$

Donde:

*C*: Concentración de azúcares reductores (mg/mL)

*a*: Absorbancia de la muestra

*i*: intercepto en la abscisa

*p*: pendiente de la línea recta

Finalmente, se calculó la concentración de azúcares reductores (%) en la muestra empleando la Ecuación 4:

$$\%AR = \left[ \frac{C * 100}{Pm} \right] \quad (4)$$

Donde:

*%AR*: Concentración de azúcares reductores (expresados en glucosa) (%)

*Pm*: Peso de la muestra (mg)

## 7.6 Granulometría

Se utilizó un tamiz serie Tyler (marca Ro-Tap® W.S Tyler Modelo *RX-29*) con un juego de tamices metálicos (ver anexo 2) con números de malla 4, 6, 8, 12, 16, 30, 40 y fondo. Se pesó cada tamiz vacío, posteriormente, se armó en orden descendente el juego de tamices de acuerdo a la abertura (4,75

mm hasta 0 mm) colocando el fondo al final. Se pesaron aproximadamente 100 g de muestra de panela granulada y se depositaron en el primer tamiz. Se colocó el juego de tamices en el RO-TAP durante 15 minutos (Figura 15). Se pesó el contenido de cada tamiz y el fondo, y por diferencia de pesos, se determinó la masa retenida de panela granulada respectivamente (Figura 16) (Ibarz *et al.*, 2000).



Figura 15. Muestra de panela granulada en columna de tamices estándar



Figura 16. Masa retenida de panela granulada en cada tamiz

Se calculó la fracción retenida empleando la Ecuación 5.

$$\%R = \left( \frac{Pr}{PT} \right) * 100 \quad (5)$$

Donde:

*%R*: Porcentaje de retenido

*Pr*: Peso retenido en malla (g)

*PT*: Peso total (g)

## 7.7 Caracterización de panela granulada

### 7.7.1 Densidad aparente de panela granulada

Se tomó una probeta previamente tarada y se depositó una cantidad de muestra de panela granulada para determinar el peso, teniendo los datos de masa y volumen, se determinó la densidad aparente de la panela granulada ( $\rho_p$ ). La medición se realizó por triplicado.

### 7.7.2 Área de la superficie específica ( $A_w$ )

Para calcular el área de la superficie específica ( $A_w$ ) [mm<sup>2</sup>/g panela granulada] de la panela granulada se empleó la Ecuación 6 (Mc Cabe *et al.*, 1998):

$$A_w = \left( \frac{6}{\emptyset_s * \rho} \right) \sum \left( \frac{X_i}{D_{piav}} \right) \quad (6)$$

Donde:

*X<sub>i</sub>*: fracción másica retenida en cada tamiz

*∅<sub>s</sub>*: esfericidad de la partícula (0,571) (Mc Cabe *et al.*, 1998)

*ρ*: densidad aparente de la panela granulada

*D<sub>piav</sub>*: diámetro medio de la panela granulada, tomado como la media aritmética de los diámetros mayor y menor en el incremento de los tamices.

### 7.7.3 Número de partículas en la mezcla de panela granulada ( $N_w$ )

Por análisis acumulativo se calculó el número de partículas ( $N_w$ ) expresado como número de partículas/g panela granulada, según la Ecuación 7 (Mc Cabe *et al.*, 1998):

$$N_w = \left( \frac{1}{a * \rho} \right) \sum \left( \frac{X_i}{D_{p_i a v^3}} \right) \quad (7)$$

Donde:

$X_i$  : fracción másica retenida en cada tamiz

$\rho$ : densidad aparente de la panela granulada

$D_{p_i a v}$  : diámetro medio de la panela granulada, tomado como media aritmética de los diámetros mayor y menor en el incremento de los tamices.

$a$ : factor geométrico de forma, que relaciona el volumen ( $V_p$ ) de cualquier partícula con diámetro ( $D_p$ ), y viene dado por la Ecuación 8 (Mc Cabe *et al.*, 1998):

$$V_p = a * D_p^3 \quad (8)$$

Asumiendo que las partículas de panela granulada son esféricas (Fajardo, Molina, Ospina, & García, 1999),  $a$  está definido como  $\pi/6$  ó 0,5236 (Acurio Arcos, 2010).

### 7.7.4 Diámetro medio de volumen ( $D_v$ )

Se calculó el diámetro medio de volumen ( $D_v$ ) (mm) para la panela granulada empleando la Ecuación 9 (Mc Cabe *et al.*, 1998):

$$D_v = \left[ \frac{1}{\sum \left( \frac{X_i}{D_{p_i a v^3}} \right)} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (9)$$

Donde:

$X_i$ : fracción másica retenida en cada tamiz

$D_{piav}$ : diámetro medio de la panela granulada, tomado como media aritmética de los diámetros mayor y menor en el incremento de los tamices.

### 7.7.5 Diámetro medio superficie-volumen ( $D_s$ )

Para el cálculo del diámetro medio superficie-volumen ( $D_s$ ) (mm), se utilizó la Ecuación 10 (Mc Cabe *et al.*, 1998):

$$D_s = \left[ \frac{1}{\sum \left( \frac{X_i}{D_{piav}} \right)} \right] \quad (10)$$

Donde:

$X_i$ : fracción másica retenida en cada tamiz

$D_{piav}$ : diámetro medio de la panela granulada, tomado como media aritmética de los diámetros mayor y menor en el incremento de los tamices.

### 7.7.6 Diámetro medio de masa ( $D_w$ )

Para el cálculo del diámetro medio de masa ( $D_w$ ) (mm) se utilizó la Ecuación 11 (Mc Cabe *et al.*, 1998):

$$D_w = \sum(X_i * D_{piav}) \quad (11)$$

Donde:

$X_i$ : fracción másica retenida en cada tamiz

$D_{piav}$ : diámetro medio de la panela granulada, tomado como media aritmética de los diámetros mayor y menor en el incremento de los tamices.

## 7.8 Determinación de actividad de agua ( $a_w$ )

Se pesaron 40 g aproximadamente de panela granulada en un erlenmeyer de 100 mL. Se introdujo el sensor del termohigrómetro (marca Vaisala®) al espacio de cabeza del erlenmeyer y, se selló herméticamente el sistema

utilizando cinta. Se colocó en una cámara ambiental (marca HOTPACK® model 417532) a 28°C aproximadamente. Este procedimiento se efectuó por triplicado para cada muestra (Troller, 1983; Sahin *et al.*, 2006). Se registraron los datos de humedad relativa hasta llegar al equilibrio. En la Figura 17, se muestra el montaje respectivo.



Figura 17. Registro de la humedad relativa en equilibrio (HRE)

Se relacionó la humedad relativa en equilibrio (HRE) del ambiente, con la  $a_w$  de la panela granulada mediante la Ecuación 12 (Welti & Vergara, 1997; Macias Esparza, *et al.*, 1990).

$$a_w = \left( \frac{HRE}{100} \right) \quad (12)$$

### 7.9 Determinación de la temperatura de cristalización ( $T_c$ ) de la miel de caña

Para obtener un barrido endotérmico de la miel de caña se utilizó un calorímetro diferencial de barrido (DSC) (marca Metler Toledo®) el cual proporcionó un flujo de calor a una velocidad constante de 10°C/min desde 25°C hasta 220°C y posteriormente se disminuyó la temperatura hasta 25°C (Beckett *et al.*, 2006). El equipo se calibró usando un crisol de indio a la misma velocidad de calentamiento de las muestras. Posteriormente, se

pesaron 3 mg de miel de caña aproximadamente en un crisol de aluminio. El crisol se tapó sin sellar la tapa. Se usó un crisol de aluminio vacío cerrado herméticamente como referencia. La diferencia en el flujo de calor entre la muestra y la referencia se registró para detectar el pico endotérmico de cristalización de la miel (Figura 18).

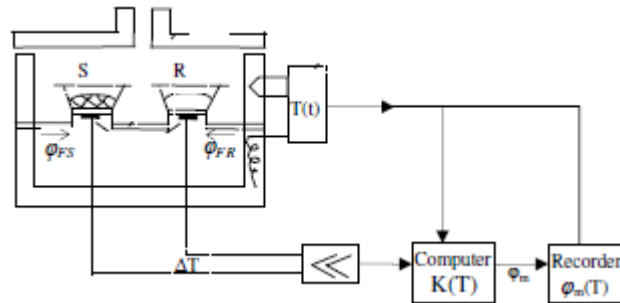


Figura 18. Esquema de funcionamiento del calorímetro diferencial de barrido (DSC) (Mutlur, 2006)

La diferencia del flujo de calor entre la muestra y la referencia se puede describir inicialmente mediante la ecuación 13 de la siguiente forma:

$$\Delta T = T_s - T_r \quad (13)$$

Donde,  $T_s$  es la temperatura de la muestra y  $T_r$  es la temperatura de la muestra de referencia.

La velocidad de flujo de calor  $\phi_m$  ( $\mu W$  ó  $mW$ ) se obtuvo multiplicando la señal diferencial de temperatura por un factor de calibración ( $k'$ ), dado por la Ecuación 14 (Mutlur, 2006):

$$\phi_m = -k' * \Delta T \quad (14)$$



## 8. RESULTADOS

### 8.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LAS VARIABLES DE PROCESO HASTA LA ETAPA DE PUNTEO

Los resultados para cada tratamiento en las diferentes etapas del proceso de elaboración de panela granulada variedad RD-7511, se presentan en la Tabla 5. En el Anexo 3 se presentan los análisis de varianza respectivos.

Durante la etapa de prelimpieza se retiraron por sedimentación impurezas (bagacillo, arena, tierra, entre otros) de mayor peso que el jugo extraído. El contenido de sólidos solubles totales (°Brix) del jugo de caña de azúcar fue  $18,05 \pm 0,07$  y  $19,7 \pm 0,28$  para los tratamientos T1 y T2, respectivamente. Estos valores están dentro del rango establecido por García *et al.* (2007) para el proceso, aunque presentaron diferencias estadísticas significativas ( $p < 0,05$ ). Respecto al contenido de azúcares reductores del jugo de caña, se obtuvieron valores similares a los reportados por Chacon Diaz (2001) que encontró valores entre 0,6% y 0,8% y, Prada Forero *et al.* (2015) quienes reportaron valores de 0,99% para esta variedad. El análisis estadístico para esta variable no presentó diferencias significativas ( $p < 0,05$ ) entre los dos tratamientos. Según Narvaez (2002) y Rodriguez Zevallos & Segura Armas (2004) para producir panela granulada de buena calidad el contenido de azúcares reductores en el jugo de caña debe ser inferior al 1,5%, por lo tanto, los jugos de la variedad usada están por debajo del límite establecido.

En la etapa de clarificación se determinó el pH inicial del jugo. Insuasty *et al.* (2003) y Durán *et al.* (2014) reportaron valores similares (entre 5,38 y 5,66). Para ajustar el pH que permita la desestabilización de las cargas iónicas coloidales en el jugo, se adicionó una solución de óxido de cal hidratado grado alimenticio tipo E como coadyuvante, la cual incrementó el pH final de los jugos a  $6,1 \pm 0,10$  y  $6,1 \pm 0,014$ , respectivamente. Pawar & Dongare (2001),

Mujica *et al.* (2008) y Singh *et al.* (2013) reportaron valores similares (entre 6,0 y 6,4). El punto isoeléctrico del jugo de caña (pH entre 5,6 y 6,0) que asegura el equilibrio de los azúcares (sacarosa y reductores) en el proceso de panela, indica que los valores de pH de los jugos usados se encuentran en un rango ligeramente superior que permite la coagulación de sustancias coloidales como almidón, ceras y grasas, y además, contribuye a mejorar la granulación de la panela debido a las reacciones químicas en las que participa la molécula de sacarosa en presencia de fosfatos, calcio, fenoles y otros compuestos según Rodríguez Zevallos & Segura Armas (2004) y Prada Forero *et al.* (2014). Ningún tratamiento presentó diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0,05$ ).

Durante la etapa de evaporación y concentración se convirtió el jugo clarificado en miel de caña por efecto del calentamiento en las pailas a presión atmosférica. Los valores de sólidos solubles totales no presentaron diferencias estadísticas significativas ( $p < 0,05$ ); posteriormente, se continuó con la concentración de las mieles, finalizando el calentamiento a las temperaturas de punteo de 130°C y 135°C para cada tratamiento.

Al observar que los parámetros en cada etapa del proceso se encontraron en los rangos establecidos, y que además, el ANOVA en cada etapa no presentó diferencias estadísticas, se infiere que el proceso de elaboración de panela granulada para la variedad RD-7511 fue estándar hasta la etapa de punteo.

Tabla 5. Caracterización del proceso de elaboración de panela granulada

TTO	PRELIMPIEZA		CLARIFICACIÓN DE JUGOS		EVAPORACIÓN Y CONCENTRACIÓN	
	SST jugo (°Brix)	AR jugo (%)	pH inicial jugo	pH final jugo	SST miel (°Brix)	Tc (°C)
T1	18,05 ± 0,07 <sup>a</sup>	0,84 ± 0,01 <sup>a</sup>	5,38 ± 0,05 <sup>a</sup>	6,1 ± 0,10 <sup>a</sup>	75,5 ± 0,7 <sup>a</sup>	117,25 ± 12,8 <sup>a</sup>
T2	19,7 ± 0,28 <sup>b</sup>	0,76 ± 0,03 <sup>a</sup>	5,40 ± 0,05 <sup>a</sup>	6,1 ± 0,014 <sup>a</sup>	73,5 ± 0,7 <sup>a</sup>	115,0 ± 2,4 <sup>a</sup>

variedad RD-7511

TTO: Tratamiento, SST: Sólidos Solubles Totales, AR: Azúcares reductores, T: Temperatura, Tc: Temperatura de cristalización. Letras diferentes en una misma columna indican diferencias significativas ( $p \leq 0,05$ ).

## 8.2 ETAPA DE BATIDO Y REPOSO POSTERIOR

Posterior al proceso de evaporación y concentración en pailas se realizó la operación de batido y reposo, durante 10 minutos. En esta etapa se presentó la granulación por efecto de la evaporación del agua. Los resultados de las variables de respuesta en función del tiempo y la temperatura se muestran en la Tabla 6, teniendo como referencia las temperaturas de punteo (130°C y 135°C).

Tabla 6 Variables de respuesta etapa batido y reposo posterior

T punteo (°C)	Tiempo (min)	T (°C)	Humedad (%)	S.T. (%)	ΔE
130	0	130±0	5,1±0,08	94,9±0,08	-
	3	119±1,4	4,1±0,03	95,9±0,03	7,6±0,05
	7	110±0,7	3,2±0,17	96,8±0,18	12,4±0,53
	10	81±1,4	2,7±0,26	97,3±0,26	11,6±0,26
135	0	135±0	4,5±0,33	95,5±0,34	-
	3	124±1,4	3,4±0,5	96,6±0,53	19,3±2,98
	7	115±4,2	2,5±0,5	97,5±0,54	21,9±0,92
	10	103±1,4	2,0±0,5	98,0±0,06	21,4±2,66

T: Temperatura, S.T: Sólidos Totales, ΔE: cambio de color

### 8.2.1 Temperatura

La variación de la temperatura durante la etapa de batido y reposo para cada tratamiento (130°C y 135°C), se muestra en la Figura 19.

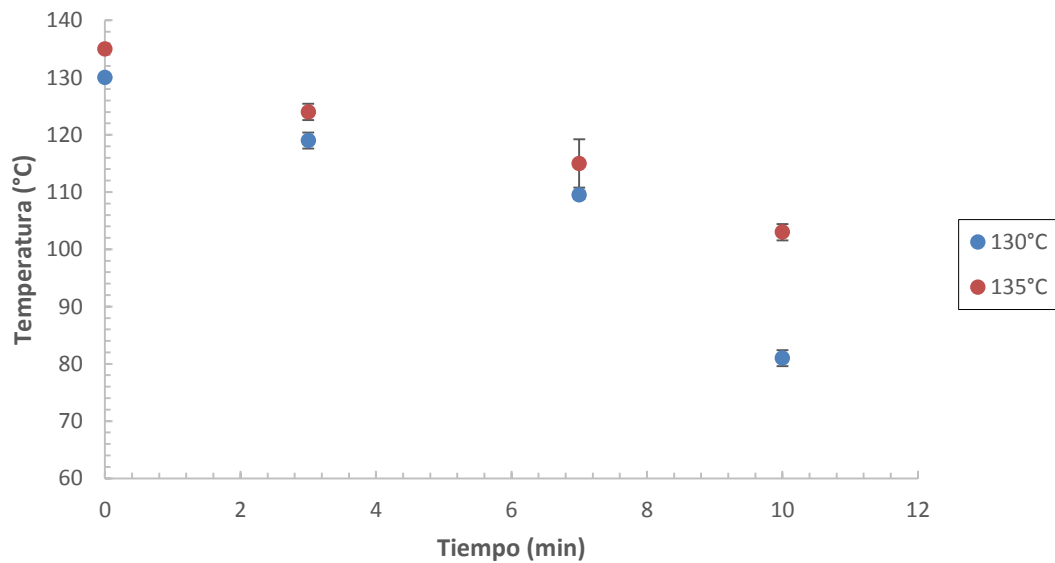


Figura 19. Perfil de temperatura durante la etapa de batido y reposo

En esta etapa, la temperatura en la matriz alimenticia disminuyó para ambos tratamientos, debido a que finaliza el calentamiento en la paila punteadora a presión atmosférica e inicia el enfriamiento por efecto del batido y reposo. De igual manera, el tratamiento que inició a 135°C de temperatura de punteo, reportó valores superiores al término de 10 minutos. Este proceso ha sido reportado por otros autores (Collaguazo Manotoa & Játiva Gavilanes, 2007; Aguilar Cadena & Benalcázar Vaca, 2013). A partir de esta etapa la temperatura en el interior de la matriz alimenticia (panela) disminuye por efecto de la incorporación de aire y un proceso de transferencia de calor por convección forzada hacia el ambiente.

En el Anexo 4, se presenta el análisis de varianza, se muestra que existen diferencias estadísticamente significativas de los factores temperatura de punteo, tiempo, y la interacción entre los dos ( $p < 0,05$ ). De igual manera, el modelo estadístico que se muestra en la Tabla 7 ( $R^2$  ajustado) para esta variable, se explica en el 98,8%.

Tabla 7. Resumen del modelo estadístico para temperatura (°C)

<b>S (error estándar)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup> (ajustado)</b>	<b>R<sup>2</sup> (pronosticado)</b>
1,82003	99,36%	98,8%	97,43%

Posteriormente, al efectuar la prueba de comparaciones por parejas de Fisher o método LSD ( $p < 0,05$ ) para el factor Temperatura de punteo, se determinó que existe diferencia significativa para los niveles de este factor, esto quiere decir que la Temperatura después del punteo en la matriz alimenticia fue diferente a un tiempo de 10 minutos. Del mismo modo, se efectuó la prueba de Fisher ( $p < 0,05$ ) para realizar comparaciones en el factor tiempo, y se encontró que existen diferencias significativas para los cuatro niveles de este factor, y además, para la interacción Temperatura de punteo-tiempo como factor, se encontraron diferencias significativas en todos los niveles menos en los valores de las interacciones 130°C – 3 min y 135°C – 7

min, las cuales no son significativamente diferentes. De esta manera, se demuestra que durante la etapa de batido y reposo la Temperatura difiere a medida que se realiza esta operación para cada tratamiento y a diferentes tiempos (ver Figura 20).

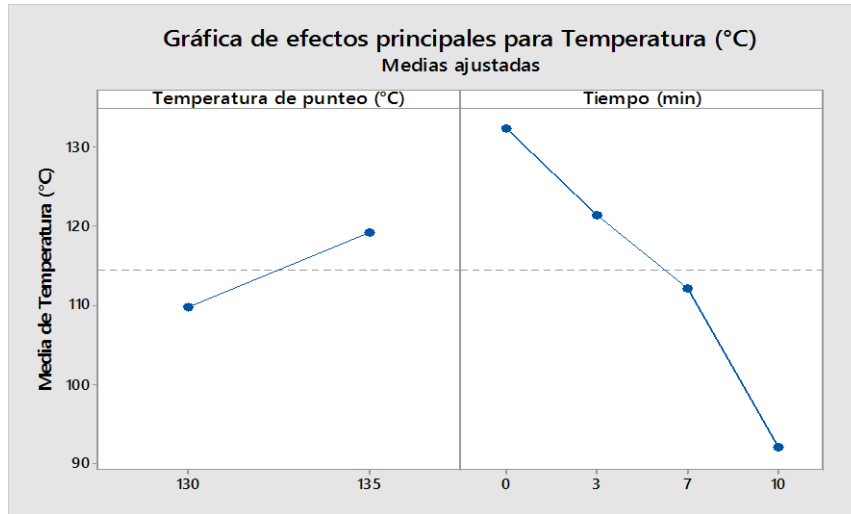


Figura 20. Gráfica de efectos principales para Temperatura (°C)

### 8.2.2 Humedad

La variación del contenido de humedad durante la etapa de batido y reposo respecto al tiempo y para cada tratamiento (130°C y 135°C), se muestra en la Figura 21.

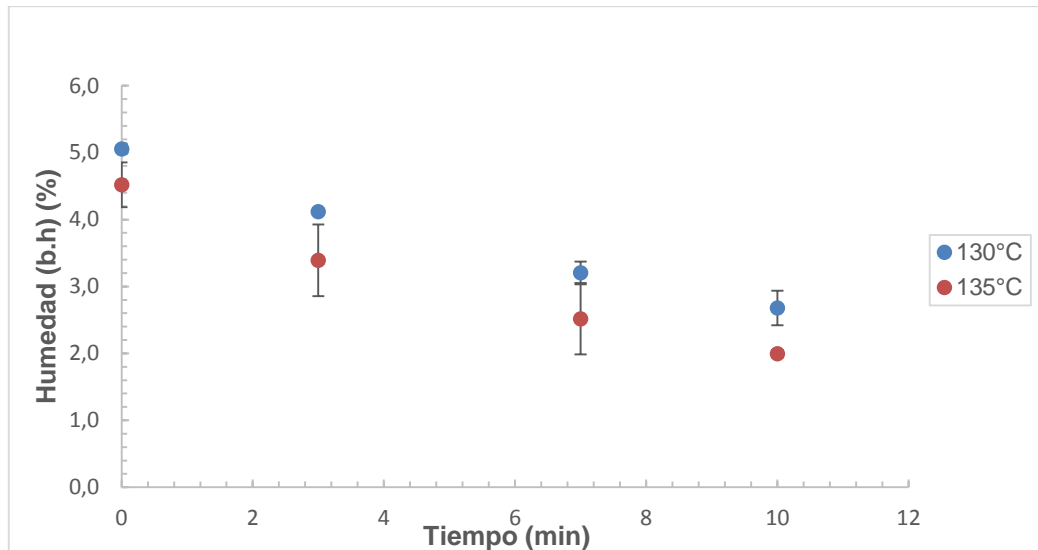


Figura 21. Cinética de humedad durante la etapa de batido y reposo

En esta etapa la matriz alimenticia (panela) disminuye el contenido de humedad a medida que cambia el tiempo de proceso. Se observa que el tratamiento con temperatura de punteo a 135°C presentó valores de contenido de humedad menores que el tratamiento con temperatura de punteo a 130°C durante 10 minutos de batido y reposo. Este comportamiento se debe a que el esfuerzo mecánico manual que se ejerce sobre la masa incorpora aire, permitiendo una liberación constante y espontánea de agua por evaporación hasta que alcanza el equilibrio con el ambiente en la etapa de enfriamiento. Una vez que las mieles han alcanzado el punto de panela y han sido sacadas de la hornilla, se realiza el batido con el propósito de cambiarles la textura y estructura y hacerles perder su capacidad de adherencia. Al incorporarles aire a las mieles, los cristales de sacarosa crecen, adquieren porosidad y la panela adquiere su característica de sólido compacto cuando se enfría (Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, 2002). Conforme la masa batida se va enfriando, pierde humedad (secado) de forma acelerada, originando una masa granulada (cristalizada) a partir de

una masa líquida muy viscosa. Durante la cristalización de la meladura de caña para elaborar panela granulada se manifiesta un ligero aumento de la masa a cristalizar (hinchamiento) debido al aire incorporado. Para que ocurra la formación de los cristales, se incluyen periodos de reposo en intervalos de tiempo (1,5 min) que se pueden repetir por una o dos veces más, para lograr mayor cantidad de cristales (Aguilar Cadena & Benalcázar Vaca, 2013; Quezada Moreno, 2007).

Los resultados del análisis estadístico para esta variable se muestran en el Anexo 4. Se resalta que existen diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0,05$ ) para los factores Temperatura de punteo y tiempo, y se observa que la interacción de los dos factores (Temperatura de punteo-tiempo) no tiene significancia estadística. De igual manera, el modelo estadístico que se muestra en la Tabla 8 ( $R^2$  ajustado) para esta variable, se explica en un 91%.

Tabla 8. Resumen del modelo estadístico para contenido de humedad (%)

<b>S (error estándar)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup> (ajustado)</b>	<b>R<sup>2</sup> (pronosticado)</b>
0,313674	95,21%	91,01%	80,83%

La prueba de comparación por parejas de Fisher ( $p < 0,05$ ) determinó que existen diferencias estadísticamente significativas entre los niveles del factor Temperatura de punteo. El tratamiento a 135°C tuvo menores contenidos de humedad (b.h), es decir, que fue el nivel con mejor comportamiento. De modo similar, la prueba de Fisher ( $p < 0,05$ ) efectuada para los niveles del factor tiempo determinó que existen diferencias significativas entre los cuatro niveles durante un tiempo de 10 minutos, tal como se muestra en la Figura 22.



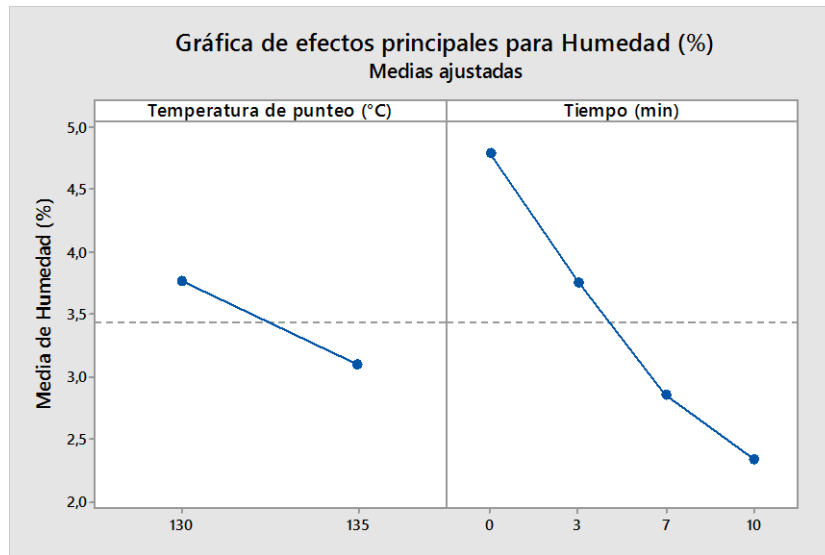


Figura 22. Gráfica de efectos principales para contenido de humedad (%)

Los contenidos de humedad final para las muestras de panela granulada en ambas temperaturas de punteo estudiadas se encontraron por debajo del límite máximo de 3% establecido en la norma técnica ecuatoriana (NTE INEN 2 332:2002) y 5% establecido en la norma técnica colombiana (NTC-1311, 2009). Según Lara, Poaquiza, & Acuña (2008) la región de la monocapa para isoterms de sorción con valores de humedad (b.h) que comprenden entre 1,34% y 1,72% para panela granulada, experimenta mayor estabilidad en el tiempo a temperaturas de almacenamiento de 26, 32 y 38°C. Aguilar Cadena & Benalcázar Vaca (2013), concentraron mieles de caña panelera en pailas a presión atmosférica a una temperatura de punteo de 125°C reportando contenidos de humedad final (b.h) del 2.11%; Quezada Moreno (2007) obtuvo panela granulada (azúcar natural) empleando temperatura de punteo a 127°C dando como resultado un producto final con una humedad (b.h) de 2,11%; y Durán, *et al.* (2014), reportaron valores de contenido de humedad (b.h) en panela granulada variedad RD-7511 de 2,5%. Contrariamente,

Mujica, Guerra, & Soto (2008) elaboraron panela granulada usando dos variedades de caña (Puerto Rico 61632 y Mayarí 5514), empleando temperaturas de punteo a 123°C y 128°C, reportando valores de humedad final (b.h) del 3,49% y 3,58% respectivamente, estos valores superiores al 3%, se deben entre otros factores, a las variedades de caña empleada.

### 8.2.3 Contenido de sólidos totales

La variación del contenido de sólidos totales durante la etapa de batido y reposo, respecto al tiempo y para cada tratamiento (130°C y 135°C), se muestra en la Figura 23.

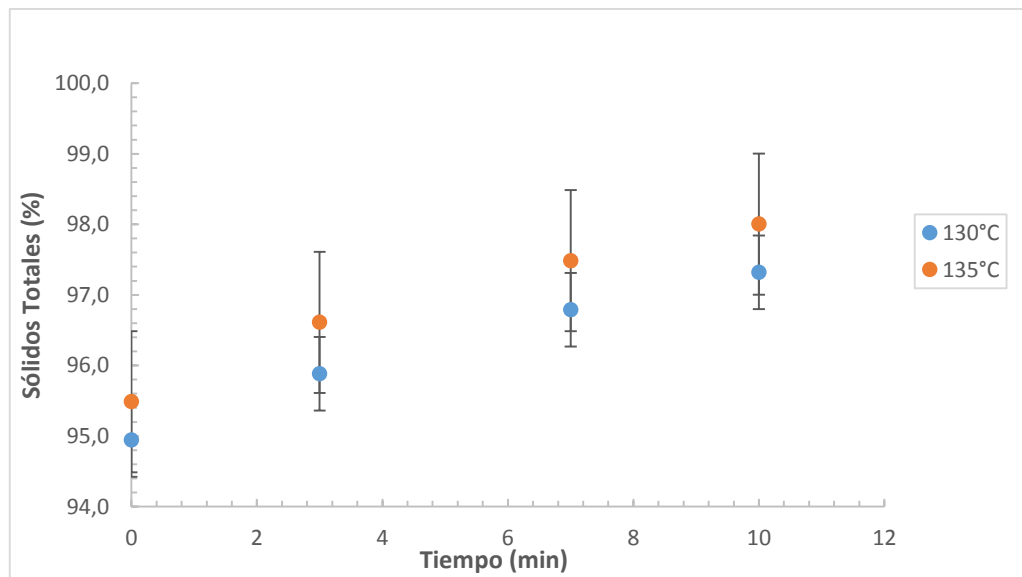


Figura 23. Comportamiento del contenido de sólidos totales

Puede observarse un aumento en el contenido de sólidos totales en la matriz alimenticia en el tiempo, así mismo se observa que, las muestras sometidas a temperatura de punteo de 135°C reportaron mayores valores que las que fueron sometidas a 130°C. Este comportamiento se debe a que durante esta etapa se libera agua por evaporación y se presenta un aumento de volumen (hinchamiento) que favorece la cristalización como se mencionó anteriormente. Quezada Moreno (2007) reporta que la elevación del punto de

concentración es directamente proporcional a la temperatura, es decir, a medida que se incrementa la temperatura de punteo en la solución (jugo de caña), se incrementan los sólidos solubles en la solución azucarada.

El análisis de varianza efectuado para esta variable se muestra en el Anexo 4. Se presentaron diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0,05$ ) para los factores Temperatura de punteo y tiempo, y se observa que la interacción de los dos factores (Temperatura de punteo-tiempo) no tiene significancia estadística. De igual manera, el modelo estadístico que se muestra en la Tabla 9 ( $R^2$  ajustado) para esta variable, se explica en un 90,88%.

Tabla 9. Resumen del modelo estadístico para contenido de sólidos totales (%)

<b>S (error estándar)</b>	<b><math>R^2</math></b>	<b><math>R^2</math> (ajustado)</b>	<b><math>R^2</math> (pronosticado)</b>
0,315747	95,13%	90,88%	80,54%

La prueba de comparación por parejas de Fisher ( $p < 0,05$ ) determinó que existen diferencias estadísticamente significativas entre los niveles del factor Temperatura de punteo, siendo el nivel a 135°C con mayores valores de contenido de sólidos. De modo similar, la prueba de Fisher ( $p < 0,05$ ) efectuada para los niveles del factor tiempo determinó que existen diferencias significativas entre los cuatro niveles durante un tiempo de 10 minutos, tal como se muestra en la Figura 24.

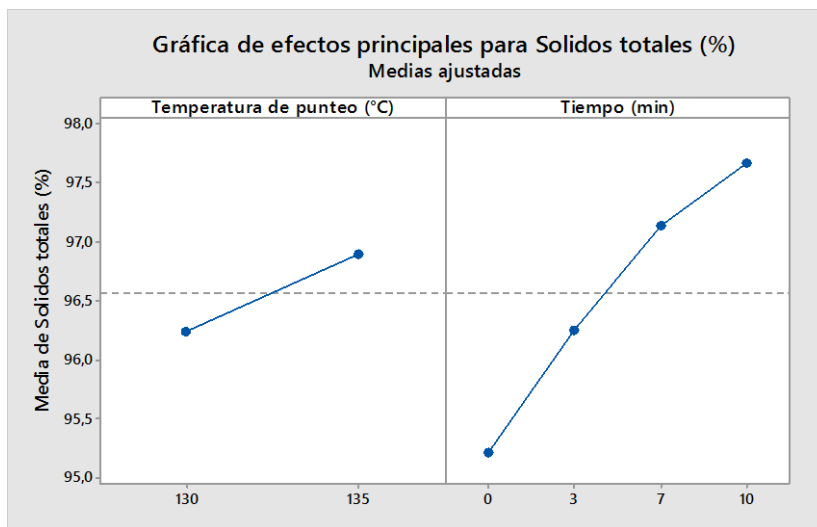


Figura 24. Gráfica de efectos principales para contenido de sólidos totales (%)

Hugot (1984), Dominguez Alonso & Díaz Bravo (2003) y Quezada Moreno (2007), manifiestan que la panela y el azúcar se obtienen de manera natural a sobresaturaciones de 1,4 a 1,6 en la zona lábil (inestable). Esto significa que los cristales de sacarosa se forman y crecen sin la presencia de otros cristales, y adicional a esto, se pueden formar nuevos cristales.

El contenido final de sólidos totales para las muestras sometidas a temperatura de punteo a 130°C y 135°C fueron de 97,3%±0,26 y 98,0%±0,06 respectivamente. Estos valores son similares a los reportados por Durán *et al.* (2014) con valores de 98,1%±0,1 para la variedad RD-7511 y contenido de sacarosa del 91,3%.

Según Hartel (2008) al elevar el punto de ebullición a la miel de caña por encima de 125°C y representar ese comportamiento en un diagrama de estado termodinámico (Concentración (%m/m) vs Temperatura (°C)) para un sistema agua-sacarosa, la panela granulada se ubica en la región de sólido amorfo, comprendida entre la curva de solubilidad y la línea de temperatura de transición vítrea, en ese estado, se inicia la formación de gránulos o cristales (nucleación) instantáneamente, debido a la alta sobresaturación de

sacarosa que actúa como fuerza motriz. Los otros componentes de la panela granulada como la fructosa, la glucosa, y los minerales que para el proceso de cristalización se denominan “impurezas”, se adhieren a la superficie de las moléculas de sacarosa incrementando la probabilidad de desintegración (Grases Freixedas *et al.*, 2000; Martins *et al.*, 2009). Similar comportamiento presentó el diagrama de estado para elaborar leche en polvo, presentado por Vuataz (2002), en donde mostró que la lactosa solidifica, producto de la nucleación espontánea en la región entre la curva de solubilidad y la temperatura de transición vítrea, generando sólidos amorfos en su estructura, debido a los otros componentes contenidos en la leche, que en el proceso de cristalización actúan como impurezas adheridas a la superficie de lactosa (Ho *et al.*, 2017).

#### 8.2.4 Color ( $\Delta E$ )

La variación del color ( $\Delta E$ ) durante la etapa de batido y reposo, respecto al tiempo y para cada tratamiento (130°C y 135°C), se muestra en la Figura 25.

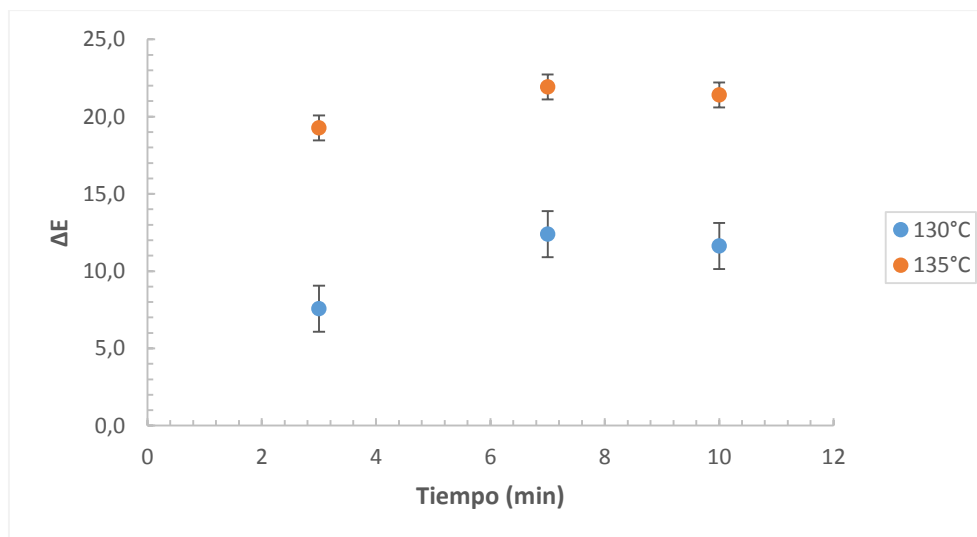


Figura 25. Comportamiento de color ( $\Delta E$ )

Se puede observar que las muestras de los tratamientos a temperatura de punteo de 135°C presentaron cambios de color superiores a los de las

muestras a temperatura de punteo de 130°C durante un tiempo de 10 min de batido y reposo, respecto a la muestra inicial en esta etapa. Este comportamiento se debe al aire (oxígeno) que se incorpora a la matriz alimenticia, generando cambios en la tonalidad, ya que los azúcares a mayor contacto con el oxígeno presentan mayor blanqueamiento a medida que transcurre el tiempo en esta etapa (Quezada Moreno, 2007).

En el Anexo 4, se presenta el análisis de varianza ( $p < 0,05$ ) efectuado para el cambio de color ( $\Delta E$ ). Se observa que existen diferencias estadísticamente significativas de los factores Temperatura de punteo, tiempo, y la interacción entre los dos. El modelo estadístico que se muestra en la Tabla 10 ( $R^2$  ajustado) para esta variable, se explica en un 97,1%.

Tabla 10. Resumen del modelo estadístico para cambio de color ( $\Delta E$ )

<b>S (error estándar)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup> (ajustado)</b>	<b>R<sup>2</sup> (pronosticado)</b>
1,46563	98,45%	97,10%	93,81%

Posteriormente, al efectuar la prueba de comparaciones por parejas de Fisher o método LSD ( $p < 0,05$ ) para el factor Temperatura de punteo, se determinó que existe diferencia significativa para los niveles de este factor, esto quiere decir que el cambio de color ( $\Delta E$ ) después del punteo en la matriz alimenticia fue diferente a un tiempo de 10 minutos. Del mismo modo, se efectuó la prueba de Fisher ( $p < 0,05$ ) para realizar comparaciones en el factor tiempo, y se encontró que existen diferencias significativas en los tiempos 0 y 3 min, y no presentaron diferencias significativas en los tiempos 7 y 10 min, esto quiere decir que después de los 7 minutos no se presentan cambios notorios en el color debido a que se inicia la formación de gránulos en la estructura de la matriz alimenticia (panela). De igual manera, se evaluó la interacción Temperatura de punteo-tiempo como factor, y se encontraron diferencias significativas en la mayoría de los niveles menos en las siguientes agrupaciones de medias de valores: (135°C – 3 min y 135°C – 7 min), (135°C

– 3 min y 135°C – 10 min), (135°C – 7 min y 135°C – 10 min), (130°C – 7 min y 130°C – 10 min), las cuales no son significativamente diferentes. De esta manera, se demuestra que durante la etapa de batido y reposo existe cambio de color ( $\Delta E$ ) en función de la temperatura de punteo y del tiempo de mezclado y reposo (ver Figura 26).

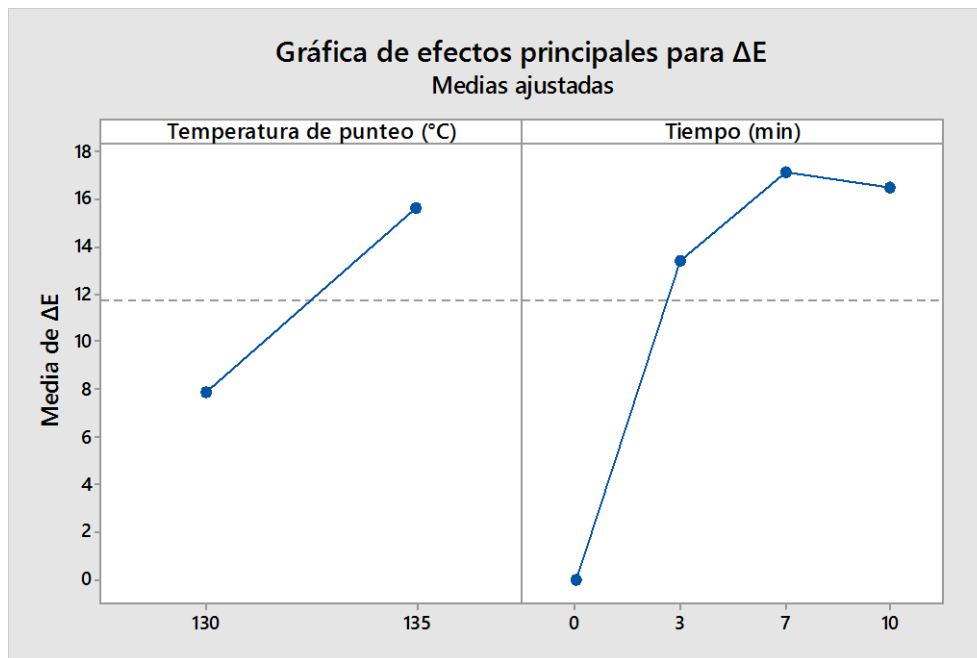


Figura 26. Gráfica de efectos principales para el cambio de color ( $\Delta E$ )

Los cambios de color en la elaboración de panela granulada se presentan durante todo el proceso de calentamiento del jugo de caña (clarificación, evaporación y concentración), siendo más rápido y pronunciado en la etapa final (punteo) (Jagannadha *et al.*, 2009). De acuerdo a Mungare *et al.* (2000), el color es el factor predominante en la calidad de la panela, y en la India es tomado en cuenta como criterio de clasificación de este producto. Diversos autores afirman que las panelas claras, de color amarillo-dorado claro o marrón claro, son preferidas por los consumidores (Rodríguez Zevallos & Segura Armas, 2004; Patil & Adsule, 1998; Guerra & Mujica, 2009).

El color de la panela depende de la concentración del jugo y de los compuestos oscuros presentes que se generan por las siguientes reacciones químicas: primero, al adicionar cal, se producen reacciones entre compuestos fenólicos, polifenólicos y flavonoides con el fósforo y el oxígeno, las cuales incrementan la concentración de calcio. Así, el fosfato de calcio que se forma durante la alcalinización absorbe color, y la separación de partículas no deseadas no elimina todo el color producido durante el proceso (Prada Forero *et al.*, 2014); segundo, las altas temperaturas, provocan hidrólisis de la sacarosa generando reacciones de pardeamiento no enzimático que inician con la reacción de caramelización, en donde se presenta un aumento en la concentración de azúcares reductores y compuestos como furfural y sus derivados insaturados (Badui Dergal, 2006); tercero, se produce la reacción de Maillard entre un grupo amino libre proveniente de aminoácidos y un grupo carbonilo de un azúcar reductor, formando compuestos insolubles y coloreados denominados melanoidinas y sus subproductos que van desde amarillo claro hasta café oscuro, afectando también el sabor y aroma (Instituto Nacional de Salud, 2012; Badui Dergal, 2006).

Por lo tanto, según el abanico colorimétrico para la agroindustria panelera (ACAP) (Quezada Moreno *et al.*, 2015), los tratamientos con temperatura de punteo a 135°C fueron más oscuros y con mayor intensidad en tonos café oscuro al final ( $\Delta E=21,4\pm 2,66$ ), respecto a las muestras de panela granulada con temperatura de punteo a 130°C, que tuvieron tonalidades más cercanas al café claro al final ( $\Delta E=11,6\pm 0,26$ ), como se ilustra en la Figura 27. Esto se debe a un mayor tiempo de calentamiento a altas temperaturas en la paila de punteo, generando reacciones de pardeamiento no enzimático (caramelización y Maillard). Similares resultados obtuvieron Mujica *et al.* (2008) al evaluar el efecto de la temperatura de punteo sobre el color; estos autores reportaron panelas más oscuras y con mayor intensidad en los tonos rojos ( $\Delta E=19,46\pm 0,2$ ) con temperaturas de punteo de 128°C.



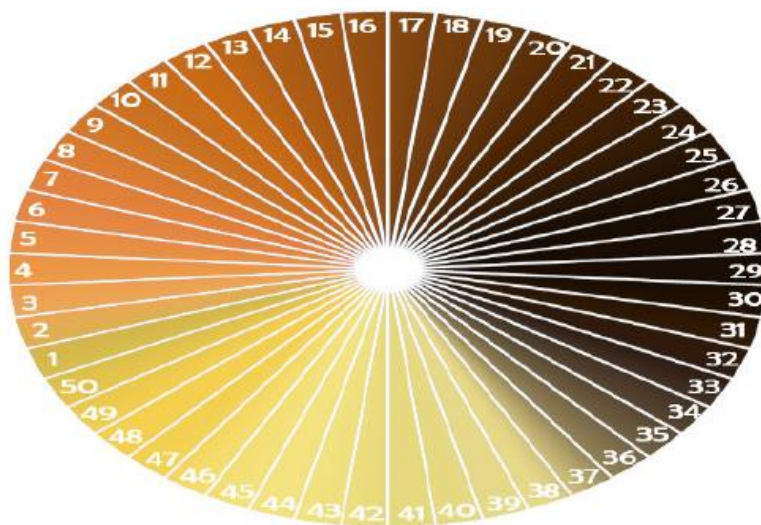


Figura 27. Abanico colorímetro para panela y derivados

### 8.3 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE LA PANELA GRANULADA

Los resultados de la distribución granulométrica realizada a las muestras de panela granulada sometidas a temperatura de punteo de 130 °C y 135 °C se muestran en la Tabla 11.

Tabla 11 Análisis granulométrico de panela granulada

No. Malla	Abertura de tamiz (mm)	% masa retenida (T: 130°C)	% masa retenida (T: 135°C)
4	4,75	34,32 ± 7,7	30,54 ± 0,47
6	3,35	10,34 ± 0,23	8,37 ± 0,71
8	2,36	8,37 ± 0,71	7,72 ± 0,24
12	1,70	7,22 ± 0,47	6,40 ± 0,24
16	1,18	7,22 ± 0,94	8,05 ± 0,24
30	0,60	20,69 ± 1,41	22,17 ± 0,71
40	0,425	10,34 ± 7,31	14,61 ± 0,71
Fondo	0,0	1,48 ± 0,71	2,13 ± 0,24

Se puede observar, que el porcentaje de retenido hasta la malla # 6 (3,35 mm de apertura de tamiz) fue de 44,66% y 38,92% para los tratamientos a 130°C y 135°C de temperatura de punteo respectivamente. De igual manera, a partir de la malla # 8 (2,36 mm) hasta la malla # 16 (1,18 mm) se retuvo 22,82% y 22,17% para los tratamientos a 130°C y 135°C. Finalmente, desde la malla # 30 (0,6 mm) hasta el fondo (0 mm) se retuvo 32,51% y 38,92% para los tratamientos a 130°C y 135°C. Esto significa que, las muestras de panela granulada sometidas a temperatura de punteo a 130°C reportaron mayor retención de partículas gruesas (mayores a 3,35 mm) que aquellas sometidas a temperatura de punteo a 135°C, inversa distribución presentaron las partículas finas entre 0,6 mm y el fondo, en donde la menor retención se observó en las muestras a temperatura de punteo de 130°C.

Teniendo en cuenta los datos obtenidos del porcentaje retenido presentados en la Tabla 7, se obtuvo la distribución de la cantidad acumulada (%) para las muestras de cada temperatura de punteo (130°C y 135°C), en función de la abertura de malla de los tamices usados.

La Figura 28 representa la distribución acumulativa de las partículas de panela granulada para cada tratamiento. Se aprecia que la curva acumulativa a 130°C es ligeramente superior a la curva a 135°C en todos los tamices, es decir que la distribución de partículas difiere para cada temperatura de punteo.

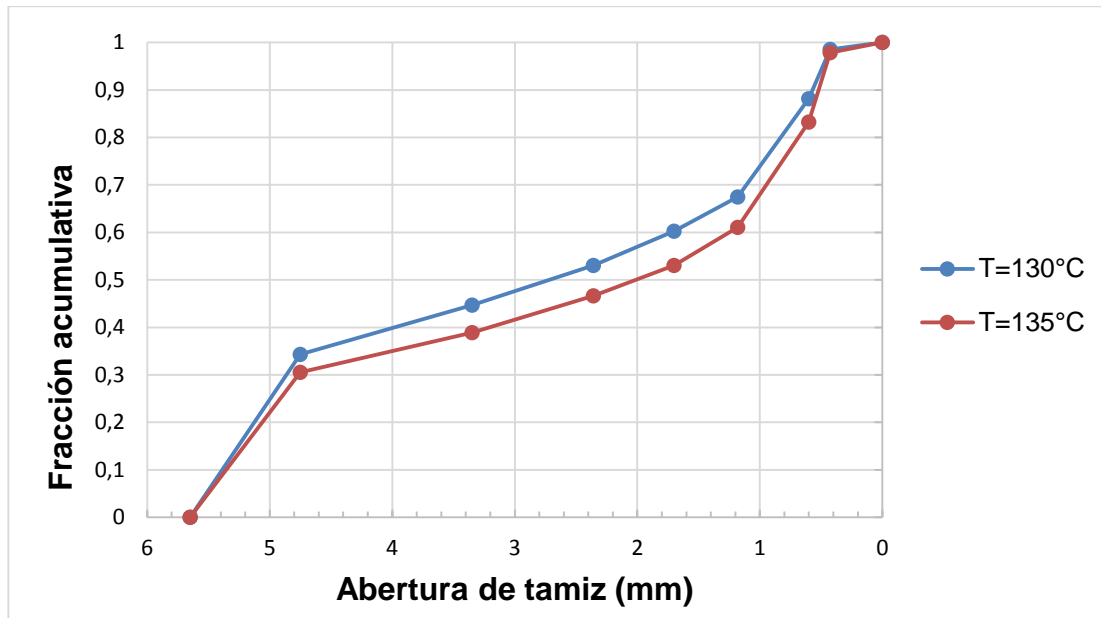


Figura 28. Distribución acumulativa de panela granulada

Mujica Rodriguez (2007), evaluó tres tipos de panela granulada (comercial, marca A y B), en donde reportó un promedio de masa retenida en el tamiz No. 10 del 64,7% para la marca comercial, 40,3% para la marca A, y 38,9% para la marca B, presentando un porcentaje muy alto de partículas gruesas (superior a 2 mm de diametro), y además observó grumos o conglomerados en todas las muestras analizadas. De modo similar, Fajardo *et al.* (1999) estudiaron la granulometría de las panelas producidas en tres regiones de Colombia (Hoya del Río Suarez, Antioquia y Gualivá), usando tamices con aberturas de 2,5 mm, 1,0 mm, 630  $\mu\text{m}$ , 500  $\mu\text{m}$ , 400  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$  y 160  $\mu\text{m}$ , y encontraron que el mayor porcentaje de producto se concentró en el tamiz con orificio de 2,5 mm (de 26,9 a 47,4%), seguido por el tamiz con orificio de 1,0 mm (de 22,5 a 25,7%). Así mismo, Aguilar Cadena & Benalcázar Vaca (2013) evaluaron la velocidad y el tiempo de batido en función de la temperatura de punteo en la elaboración de panela granulada, empleando un prototipo de batidora industrial, y encontraron que a una temperatura de

punteo de 124°C, velocidad de giro de 125 rpm y 5 min de batido y reposo, la masa retenida hasta una abertura de malla de 3mm fue de 42,28%; y a una temperatura de punteo de 125°C velocidad de giro a 95 rpm y 5 min de batido y reposo el porcentaje de masa retenida hasta la abertura de 3 mm fue de 39,32%, seguido del tamiz con abertura 1 mm con masa retenida del 21,73 y 15,79% para cada tratamiento, respectivamente.

La formación de conglomerados se asocia a altos contenidos de humedad y valores de actividad de agua elevados (Quezada Moreno, 2007; Mujica Rodriguez, 2007), por lo tanto, las muestras a temperatura de punteo de 130°C presentaron mayor cantidad de grumos o conglomerados debido a que el contenido de humedad es más alto, que las muestras a temperatura de punteo de 135°C.

El Instituto Ecuatoriano de Normalización (INEN) (2002), clasifica la panela granulada de acuerdo a la cantidad de sólidos sedimentables y granulometría. La panela debe pasar en un 100% por el tamiz N° 14 (abertura 1,4 mm) para clasificarse como “extra”, por el tamiz N° 12 (abertura 1,7 mm) para ser de “primera” y por el tamiz N° 10 (abertura 2 mm) para clasificarse como de “segunda”, por lo tanto, las muestras de panela granulada evaluadas en los dos tratamientos no satisfacen los requisitos establecidos y se requiere una operación adicional de molienda a las partículas gruesas para reducir su tamaño. El molino de cuchillas con reducción de tamaño intermedio, es el equipo recomendado para panela granulada, debido a que ejerce un esfuerzo de corte, que favorece el desmoronamiento del conglomerado (Fellows, 2000).

### **8.3.1 Caracterización de la panela granulada**

Se determinaron algunas propiedades físicas, características de los alimentos en polvo. En la Tabla 12 se presentan los parámetros evaluados.

Tabla 12. Caracterización de panela granulada variedad RD-7511

Propiedad física	Temperatura de punteo	
	130°C	135°C
Área de la superficie total ( <b>Aw</b> ) (mm <sup>2</sup> /g)	8762	10937
Número total de partículas ( <b>Nw</b> ) (partículas/g)	2741	3938
Diámetro medio de volumen ( <b>Dv</b> ) (mm)	0,97	0,88
Diámetro medio volumen-superficie ( <b>Ds</b> ) (mm)	1,56	1,37
Diámetro medio de masa ( <b>Dw</b> ) (mm)	2,93	2,66

En los resultados obtenidos, se aprecia que el área de la superficie total ( $A_w$ ) y el número de partículas ( $N_w$ ), fueron mayores en las muestras a temperatura de punteo de 135°C, debido al bajo contenido de humedad, generando al final del proceso gran cantidad de partículas de menor tamaño. Contrariamente, los diámetros medios de volumen ( $D_v$ ), volumen-superficie ( $D_s$ ), y masa ( $D_w$ ), en las muestras de panela granulada sometidas a una temperatura de punteo de 130°C, fueron mayores a los obtenidos a 135°C, esto se debe probablemente, a que la panela granulada para este tratamiento, presentó mayor contenido de humedad, formando conglomerados y partículas de mayor tamaño, como se observó en el análisis granulométrico.

Similares resultados reportaron Fajardo *et al.* (1999), quienes encontraron diámetros medios de volumen de 0,96; 0,97; y 0,97 mm para los tres tipos de panela estudiados de las regiones de la Hoya del Río Suarez, Antioquia y

Gualivá, respectivamente. De igual manera los valores de Nw fueron de 17643; 5788; y 18096, respectivamente. Estas diferencias se deben al porcentaje de partículas gruesas retenidas superiores a 2,5 mm que se observaron en las tres regiones, como se mencionó anteriormente. Acurio Arcos (2010) reportó valores de Dv, Ds Dw para panela granulada de 1,04; 1,17; 1,186 mm, respectivamente.

#### **8.4 ACTIVIDAD DE AGUA**

Se determinó la actividad de agua ( $a_w$ ) a temperaturas de punteo de 130°C y 135°C, cuyos valores fueron  $0,56 \pm 0,022$  y  $0,54 \pm 0,004$  respectivamente a una temperatura ambiente de  $28,5 \pm 0,75$  °C. No se observaron diferencias estadísticamente significativas entre los dos tratamientos ( $p > 0,05$ ), como se muestra en el Anexo 5. Estos resultados concuerdan con Verma & Maharaj (1990) y Lara *et al.* (2008), quienes además indican, que la tendencia de las isotermas de adsorción y desorción de humedad para panela granulada tuvo forma de J, característica de las isotermas de sorción tipo III, que se ha establecido para otros azúcares como lactosa en polvo y cristalina, evidenciando que la panela granulada es más higroscópica al aumentar la temperatura del ambiente, y que además la actividad de agua no debe sobrepasar el valor de 0,7 para evitar el fenómeno de histéresis que conlleven al paso de una estructura granular a pegajosa, ya que la presencia de agua libre, genera la inversión de sacarosa, incrementado los azúcares reductores, y a la vez su higroscopicidad, provocando reacciones de pardeamiento no enzimático (Belitz *et al.*, 2009; Macias Esparza *et al.*, 1990; Mujica Rodriguez, 2007), y además, dá inicio a la proliferación de microorganismos como levaduras osmófilas (*Saccharomyces rouxii* y *bisporus*) y de algunos mohos (*Aspergillus equinulatus*, *aspergillus chevalier*, *aspergillus candidus*, *wallemia sebi* y *Monascus bisporus*) (Fennema, 2010).

Las muestras de panela granulada obtenidas no alcanzaron el valor límite de  $a_w$  anteriormente mencionado, por lo tanto, se supone que no hay presencia de microorganismos ni inversión de la sacarosa, pero sí ocurren a una menor

velocidad reacciones de oscurecimiento (caramelización y Maillard) y enzimáticas.

Adicionalmente, la actividad de agua influye en las características físicas y texturales en alimentos en polvo o granulados. Como se mencionó anteriormente, la panela granulada con temperatura de punteo de 130°C, presentó mayor humedad y a su vez mayor valor de actividad de agua comparada con las muestras sometidas a temperatura de punteo de 135°C, por lo tanto, éstas últimas presentaron menor cantidad de conglomerados (grumos), resultados comprobados en el análisis granulométrico.

Mujica Rodriguez (2007) reportó valores de 0,69; 0,48; 0,60 para tres tipos de panela granulada evaluados  $27,8 \pm 0,8$  °C en donde las panelas con mayor actividad de agua fueron más higroscópicas y más propensas a la proliferación microbiana (mohos y levaduras osmófilas), y a la inversión de azúcares. Del mismo modo, Dominguez Carvajal (2009) y Acurio Arcos (2010), evaluaron el efecto de tres condiciones de almacenamiento: normal (26°C y 50%HR), acelerada (32°C y 75%HR), y extrema (38°C y 100%HR) de tres tipos de panela granulada sobre la actividad de agua durante 90 días de almacenamiento y encontraron que la actividad de agua permanece constante en condiciones normales ( $0,55 \pm 0,001$ ;  $0,61 \pm 0,001$ ;  $0,60 \pm 0,001$ ), y en condiciones extremas, se presentó un incremento considerable de los valores de actividad de agua para los tres ( $0,74 \pm 0,01$ ;  $0,76 \pm 0,01$ ;  $0,72 \pm 0,01$ ), las cuales presentaron adsorción de humedad efectuando cambios en el tamaño debido a la agregación de partículas; y afectando además, el color debido a las reacciones de pardeamiento no enzimático, generando oscurecimiento en el producto al final del tiempo de almacenamiento.

## **8.5 TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN (T<sub>c</sub>) DE LA MIEL DE CAÑA**

En la Tabla 5, se presentan los valores de temperatura de cristalización (T<sub>c</sub>) de la miel de caña en la etapa de evaporación y concentración, y en el Anexo

7 se aprecia el análisis térmico de cada una, encontrando que las muestras para el tratamiento 1 presentaron picos endotérmicos con un valor de  $117,25 \pm 12,7$  °C, y las muestras del tratamiento 2 presentaron un pico endotérmico con un valor de  $115 \pm 2,4$  °C. El análisis de varianza determinó, que no existen diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0,05$ ) para los tratamientos (ver anexo 3). Las variaciones en la amplitud de los picos endotérmicos encontrados se deben probablemente al efecto del polimorfismo que se deriva de la formación de diferentes estructuras de cristal debido al tipo y cantidad de impurezas (otros componentes) presentes en el licor madre (Okuno, *et al.*, 2003) y a la presencia de alguna fracción amorfa, altamente concentrada en el licor madre (Bhandari & Hartel, 2002). Diversos autores como García *et al.* (2007), Prada Forero *et al.* (2015), Quezada Moreno (2007); manifiestan que la temperatura de punteo para elaborar panela en bloque es de 115°C, es decir, que a esta temperatura se inicia la granulación y solidificación de la panela, y al continuar el calentamiento, hasta una temperatura que comprende entre 125 y 135°C se logra una mayor concentración que permite obtener un producto de estructura granular.

Similares resultados reportaron Kedward *et al.* (2000) quienes estudiaron la cinética de cristalización de lactosa amorfa con diferentes contenidos de humedad usando DSC isotérmica y encontraron entre otros que, la lactosa humidificada (33,1% HR) sobre  $MgCl_2$  a un contenido de humedad de 6,7% (b.h), presentó valores de Temperatura de cristalización de 108°C estimada mediante el método de ajuste de Lauritzen-Hoffman. En otro estudio Kedward *et al.* (2000), estudiaron la cristalización de la sacarosa y lactosa amorfas a bajos contenidos de humedad, y reportaron temperaturas de cristalización de 117°C en las dos muestras, determinados en una curva no-isotérmica en el DSC a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. De igual manera, Roos & Marcus (1990), determinaron la temperatura de cristalización de lactosa amorfa, sacarosa amorfa y mezcla gelatinizada de



sacarosa (80%) y amioca (20%) colocadas sobre diferentes soluciones saturadas de sal equilibradas a distinta actividad de agua, y reportaron valores de temperatura de cristalización de  $162,5 \pm 1,1^{\circ}\text{C}$ ;  $104 \pm 2,3^{\circ}\text{C}$ ; y  $129,5 \pm 8,1^{\circ}\text{C}$  respectivamente, usando la ecuación de Williams-Landel-Ferry (WLF) como modelación de la curva de cristalización. Así mismo, Gabarra & Hartel (1998), evaluaron el efecto de la adición de sacarosa y jarabe de maíz fraccionada "CS" (20 DE y 42 DE) con niveles de inclusión del 10 y 20% (m/m), sobre la cristalización de la sacarosa amorfa, y encontraron que la mezcla de sacarosa y jarabe de maíz de 20 DE e inclusión del 10 y 20% (m/m), reporta valores de temperatura de cristalización de 108 y  $147^{\circ}\text{C}$  respectivamente; y la mezcla con CS de 42 DE e inclusión del 10 y 20% reporta valores de temperatura de cristalización de 135 y  $147^{\circ}\text{C}$  respectivamente.

## CONCLUSIONES

- Se estandarizó el proceso de elaboración de panela granulada hasta la etapa de punteo, debido a que las variables de control estuvieron dentro del rango establecido por distintos autores, sin presentar diferencias estadísticas en cada etapa.
- La temperatura de punteo es un sensible indicador que afecta las características fisicoquímicas de la panela granulada, ya que durante la etapa de batido y reposo se presentaron diferencias significativas para los dos tratamientos en todas las variables de respuesta.
- A una temperatura de punteo de 135°C se obtuvo un producto con menor contenido de humedad y actividad de agua, el cual genera mayor estabilidad, ya que según algunos estudios, está cerca de la región de la monocapa, en donde no hay proliferación de mohos y levaduras; pero presentó mayor oscurecimiento, producto del incremento en la velocidad de las reacciones de pardeamiento no enzimático (caramelización y Maillard).
- La distribución granulométrica de la panela granulada evidenció presencia de partículas gruesas (conglomerados) superior a 3,35 mm de diámetro en gran proporción, y el tratamiento a temperatura de punteo de 130°C presentó mayor cantidad de conglomerados debido al mayor contenido de humedad.
- La temperatura de cristalización de la miel de caña alcanzada, está en el punto de inicio de granulación y solidificación para la obtención de panela en bloque.

## RECOMENDACIONES

- Diseñar un prototipo mecánico de batido, con el fin de reducir la cantidad de partículas gruesas (conglomerados) en la panela granulada y mejorar las propiedades físicas del producto, para lo cual es necesario evaluar además de la temperatura de punteo, la velocidad de batido, incorporación de aire, tiempo de batido y reposo y potencia del equipo.
- Es necesario tamizar el producto final en el trapiche con malla de abertura 3 mm, posteriormente, molturar los conglomerados usando un molino de cuchillas para reducir el tamaño de partícula y evitar pérdidas económicas.
- Realizar estudios acelerados de estimación del tiempo de vida útil teniendo en cuenta factores como temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), temperatura de pegajosidad a diferentes condiciones de almacenamiento.
- Construir un diagrama de fase/estado del jugo de caña variedad RD-7511 desde el estado líquido hasta el estado sólido que permitan identificar entre otras, la curva de solubilidad, la línea de transición vítrea ( $T_g$ ), y la línea de elevación del punto de ebullición, entre otros factores, como herramienta tecnológica para el procesamiento.
- Evaluar el efecto de la temperatura de punteo sobre el contenido de acrilamidas en la elaboración de panela granulada.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Acurio Arcos, L. P. (2010). *Determinación de los principales indicadores en el tiempo de vida de anaquel de panela granulada de las unidades productivas Ingapi y El Paraiso con fines de exportación al mercado norteamericano*. Ambato: Universidad Técnica de Ambato.
- Agrospectiva. (2007). *Propuesta sobre posibilidades futuras de negocios para la cadena de la panela*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia.
- Aguilar Cadena, D. P., & Benalcázar Vaca, A. M. (2013). *Evualuación y optimización de la etapa de batido en el proceso de elaboración de panela granulada en la empresa agroindustrial panelera "La Gardenia" del Cantón Antonio Ante Provincia de Imbabura*. Ibarra: Universidad Técnica del Norte.
- AOAC. (1995). Método oficial de análisis de azúcares reductores en azúcares y jarabes 923.09. Maryland, Estados Unidos: AOAC International.
- AOAC;. (1998). AOAC Official Method of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. *Método para determinación de humedad en azúcares 925.45*. Maryland, Estados Unidos: AOAC International.
- Badui Dergal, S. (2006). *Química de Alimentos*. Mexico: Pearson Educación.
- Beckett, S., Grazia Francesconi, M., Geary, P., Mackenzie, G., & Maulny, A. (2006). DSC study of sucrose melting. *Carbohydrate Research*, 34(1), 2591-2599.
- Belitz, H., Grosch, W., & Schieberle, P. (2009). *Food Chemistry*. Berlin: Springer.

- Bhandari, B., & Hartel, R. (2002). Cocrystallization of sucrose at high concentration in the presence of glucose and fructose. *Journal Food Science*, 67(1), 1797-1802.
- C, R. C. (2000). *Evaluación de mucílagos vegetales como agentes clarificantes del jugo de caña panelera*. . Barquisimeto: Universidad Nacional Experimental Politecnica "Antonio José de Sucre".
- Chacon Diaz, A. (2001). *Proyecto Validación de tecnología para el cultivo de la caña y procesamiento para panela en la región del Ariari*. Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria - Corpoica - . Granada, Meta: Corpoica.
- Collaguazo Manotoa, K., & Játiva Gavilanes, J. (01 de noviembre de 2007). *Construcción de un prototipo mecánico de batido para mejorar el proceso de producción de panela granulada artesanal*. Cotopaxi: Escuela Politecnica Nacional.
- Corpoica. (2007). *Guía tecnológica para el manejo integral del sistema productivo de caña panelera*. Bogotá: Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria.
- Dominguez Alonso, F. J., & Díaz Bravo, T. (2003). *Agotamiento de mieles en la Industria Azucarera*. Matanzas, Cuba: Universidad de Matanzas.
- Dominguez Carvajal, A. L. (2009). *Evaluación del efecto de tres condiciones de almacenamiento sobre la estabilidad y tiempo de vida de anaquel de panela granulada producida por las unidades artesanales en Ingapi y Pacto*. Quito: Escuela Politécnica Nacional.
- Durán, J., Insuasty, O., & Viveros, C. (2014). Comportamiento agroindustrial de diez variedades de caña de azúcar. *Corpoica Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 15(2), 183-195.

- Espinal, C. (2007). *La Cadena Agroindustrial de la panela en Colombia*. Bogotá: Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural.
- Espinoza, A. (1997). *Manejos de jugo de caña y elaboración de panela de buena calidad*. II Curso Internacional de Caña Panelera y su Agroindustria, CIMPA, Barboza.
- Fajardo, B., Molina, D., Ospina, J., & García, H. (1999). Determinación de algunas propiedades físicas y mecánicas de la panela granulada. *Ingeniería e Investigación*, 43(1), 34-39.
- Fedepanela. (2009). *Manejo agronómico de la caña panelera con énfasis en el control biológico*. Bogotá: Roffaprint Editores Ltda.
- Fedepanela. (2014). *Estadísticas del sector panelero*. Bogotá: Ministerio de agricultura.
- Fellows, P. (2000). *Tecnología del procesamiento de los alimentos*. Madrid: Acribia.
- Fennema, O. (2010). *Química de los Alimentos*. Madrid: Acribia Editorial.
- Gabarra, P., & Hartel, R. (1998). Corn Syrup Solids and Their saccharide fractions affect crystallization of amorphous sucrose. *Journal of Food Science*, 63(3), 523-528.
- Gamboa Contreras, W., Gomez Gomez, A. M., González Melgarejo, J., Luque Peñuela, A. M., Guerrero Salazar, W., & Retamoso Llamas, A. (2006). Diseño y construcción de un prototipo pulverizador de panela con la metrología apropiada para el control de las variables físicas que intervienen en el proceso de cristalización. *Matices Tecnológicas*, 10(8), 4-11.
- García, H. (2007). *Guía tecnológica para el manejo integral del sistema productivo de caña panelera* (Vol. 65). Bogotá: Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria.

- Gomez Meneses, F. C. (2007). *Estudio de factibilidad para la elaboración de panela pulverizada saborizada con limón y canela en la empresa Delizia en la ciudad de Pasto*. Trabajo de grado, Universidad de Nariño, Pasto.
- Grases Freixedas, F., Costa Bauza, A., & Söhnel, O. (2000). *Cristalización en disolución. Conceptos básicos*. Barcelona: Reverté, S.A.
- Guerra, M. J., & Mujica, M. V. (08 de julio de 2009). Physical and chemical properties of granulated cane sugar "panelas". *Ciencia e Tecnología de Alimentos, Campinas*, 4-8.
- Hartel, R. (2001). Crystallization. *Food Engineering*, 3, 1-9.
- Hartel, R. (2008). The Crystalline State. En J. M. Aguilera, & P. J. Lillford, *Food Materials Science: Principles and Practice* (págs. 46-65). New York: Springer.
- Hernández, E. (2002). *Alternativas tecnológicas para la producción de caña panelera*. Táchira: INIA-DAINCO.
- Ho, T., Trong, T., & Bhes R, B. (2017). Methods to characterize the structure of food powders - a review -. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*(12), 1-22. Recuperado el 01 de 05 de 2017, de <http://dx.doi.org/10.1080/09168451.2016.1274643>
- Hugot, E. (1984). *Manual para ingenieros azucareros*. Mexico: CECOSA.
- Ibarz, A., Garza, S., Gimeno, V., & Barbosa, G. (2000). *Métodos experimentales en la ingeniería alimentaria*. Zaragoza: Acribia S.A.
- ICONTEC;. (2009). *Norma Técnica Colombiana NTC 1311*. Bogotá: ICONTEC.
- Instituto Ecuatoriano de Normalización;. (2002). *Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 2 332:2002*. Quito: INEN.

Instituto Nacional de Salud. (2012). *Concepto científico Acrilamida en panela*. Bogotá: Ministerio de Salud y Protección Social.

Insuasty, O., Manrique, R., & Palacio, O. (2003). *Catálogo de variedades de caña para la producción de panela en la hoya del río Suárez*. Barbosa, Santander, Colombia: Barbosa Corpoica, Cimpa, Paippec. Recuperado el 16 de 04 de 2017, de <http://biblioteca.minagricultura.gov.co/cgi-bin/koha/opac-detail.pl?biblionumber=16775>

Jagannadha, R., Madhusweta, D., & Das, S. (2009). Changes in physical and thermo-physical properties of sugarcane, palmira-palm and date-pal juices at different concentration of sugar. *Journal of Food Engineering*, 90(1), 559-566.

Kedward, C., Macnaughtan, W., & Mitchell, J. (2000). Crystallization kinetics of amorphous lactose as a function moisture content using Isothermal Differential Scanning Calorimetry. *Journal of Food and Science*, 65(2), 324-328.

Kedward, C., MacNaughtan, W., & Mitchell, J. (2000). Isothermal and non-isothermal crystallization in amorphous sucrose and lactose at low moisture contents. *Carbohydrate Research*, 329(1), 423-430.

Lara, N., Clavijo, A., & Barrera, V. (01 de noviembre de 2010). Modelación de la solubilidad de panela granulada y otros edulcorantes en agua. *Revista Tecnológica ESPOL-RTE*, 23(2), 25-31.

Lara, N., Poaquiza, D., & Acuña, O. (2008). *Panela granulada: Isotermas de sorción de humedad, modelos de ajuste y calor de sorción*. Recuperado el 22 de 04 de 2017, de Panela Monitor: <http://www.panelamonitor.org/documents/462/panela-granulada-isotermas-de-sorcion-de-humedad-m/>



- Macias Esparza, B., García Bernal, H. R., & Galvis, J. A. (1990). Determinación de la humedad de equilibrio en panela. *Agronomía Colombiana*, 70-75.
- Macias Esparza, B., García Bernal, H., & Galvis, J. (1990). Determinación de la humedad de equilibrio en panela . *Agronomía Colombiana*, 70-75.
- Martínez, I. (1992). Termodinámica del cambio de fase e interfases. En I. Martinez, *Termodinámica Básica y Aplicada* (págs. 111-133). Madrid: DOSSAT SA.
- Martins, P., Ferreira, A., Rocha, F., Damas, A., & Rein, P. (2009). Unsteady-state transfer of impurities during crystal growth of sucrose in sugarcane solutions. *Journal of Crystal Growth*, 311(15), 3841-3848.
- Mathias-Rettig, K., & Ah-Hen, K. (2014). El color en los alimentos un criterio de calidad medible. *Agrosur*, 42(2), 39-48.
- Mathlouthi, M., & Genotelle, J. (1998). Role of water in sucrose crystallization. *Carbohydrate Polymers*, 37, 335-342.
- Mc Cabe, W., Smith, J., & Harriot, P. (1998). Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. Madrid: Mc Graw Hill.
- Mendieta, O., & Escalante Hernandez, H. (julio - diciembre de 2013). Análisis experimental de la evaporación de jugo de caña de azúcar en película sobre una placa plana. *14(2)*, 113 - 127.
- Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural;. (2002). *Proyecto de Capacitación en obtención de nuevos productos derivados de la caña y el manejo adecuado de la agroindustria panelera, municipio de Mocoa*. Mocoa: Programa Nacional de Transferencia de Tecnología Agropecuaria. Recuperado el 20 de 03 de 2017, de <http://www.panelamonitor.org/documents/105/guia-para-la-elaboracion-de-panela/>

- Mujica Rodriguez, M. V. (2007). *Evaluación de panelas granuladas artesanales y estudio de algunos factores que afectan su calidad*. Tachira: Universidad Simón Bolívar.
- Mujica, M., Guerra, M., & Soto, N. (2008). Efecto de la variedad, lavado de la caña y temperatura de punteo sobre la calidad de la panela granulada. *Iverciencia*, 33(8), 598-603.
- Mungare, T., Jadhav, H., Patil, J., Hasure, R., Jadhav, B., & Singh, J. (2000). Clarification technique for producing quality jaggery. *Cooperative Sugar*, 32(4), 283-285.
- Mutlur, S. (2006). Thermal Analysis of Composites using DSC. En M. Kessler, *Advanced Topics in Characterization of Composites* (págs. 20-21). Victoria, Canada: TRAFFORD.
- Narvaez, H. (2002). *Capacitación en obtención de nuevos productos derivados de la caña y el manejo adecuado de la agroindustria panelera, municipio de Mocoa*. Mocoa: Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural - MADR -. Obtenido de <http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/handle/11348/4773>
- Novoa, D., & Ramirez-Navas, J. (2012). Caracterización colorimétrica del manjar blanco del valle. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 10(2), 54 - 60.
- Okuno, M., Nakai, N., & Kishihara, S. (2003). Melting point of sucrose crytals prepared in various solvents. *Sugar Refinery*, 51(1), 1-6.
- Osorio. (2007). *Manual Técnico: Buenas Prácticas Agrícolas y Buenas Prácticas de Manuactura en la producción de caña y panela*. Medellín: CTP-Print.

- Palacios Corredor, L. M. (2012). *Factibilidad técnica para la obtención de panela porcionada de alta velocidad de disolución a nivel de trapiche*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia.
- Patil, J., & Adsule, P. (1998). Studies on various quality parameters for grading of jaggery. *Indian Food Industry*, 17(4), 215-217.
- Pawar, S., & Dongare, M. (2001). Scientific studies on jaggery manufacturing process. *Cooperative Sugar*, 32(2), 369-374.
- Prada Forero, L. E., Chaves Guerrero, A., & García Bernal, H. R. (2015). Efectos de la presión de evaporación y la variedad de caña en la calidad de la miel y la panela. *Corpoica Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 16(2), 153-165.
- Prada Forero, L., Garcia Bernal, H., & Chaves Guerrero, A. (2014). Efectos de la presión de evaporación y la concentración de antiespumante y del uso de floculante y coadyuvante en la calidad de la miel y la panela. *Corpoica Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 15(2), 153-172.
- Quezada Moreno, W. (2007). *Guía técnica de agroindustria panelera*. Ibarra: Universidad Técnica del norte. Recuperado el 20 de 04 de 2017, de <http://repositorio.utn.edu.ec/bitstream/123456789/934/1/Gu%C3%ADa%20T%C3%A9cnica%20de%20Agroindustria%20Panelera.pdf>
- Quezada Moreno, W., Giraldo, I., & Torres, M. (26 de mayo de 2015). El color en la calidad de los edulcorantes de la agroindustria panelera. *Afinidad LXXIII*, 26-30.
- Rivero, C., & Torres, C. (2000). *Evaluación de mucilagos vegetales como agentes clarificantes del jugo de caña*. Trabajo Especial, Universidad Nacional Experimental Politécnica "Antonio José de Sucre", Barquisimeto.

- Rodriguez Zevallos, A., & Segura Armas, M. (2004). Panela granulada ecológica. *Revista Antenor Orrego*, 15(22), 47-55.
- Roos, Y., & Marcus, K. (1990). Differential Scanning Calorimetry Study of Phase transitions affecting the quality of dehydrated materials. *Biotechnology progress*, 6(1), 159-163.
- Sablani, S., Kasapis, S., & Rahman, M. (2007). Evaluating water activity and glass transition concepts for food stability. *Journal of Food Engineering*, 78(1), 266 - 271.
- Sahin, S., & Gülüm Sumnu, S. (2006). *Physical properties of foods*. Nueva York: Springer.
- Singh, G. (1997). *Crystallization from solutions*. USA: Mc Graw Hill.
- Singh, J., Solomon, S., & Kumar, D. (2013). Manufacturing Jaggery: A Product of Sugarcane as Health Food. (I. I. Research, Ed.) *Agrotechnology*, 11(7), 1-3.
- Suzanne, S. (1994). En *Introduction to the Chemical Analysis of Foods* (págs. 100-101). Boston: Jones and Bartlett Publishers.
- Troller, J. (1983). Methods to measure water activity. *Journal of food protection*, 46(2), 129-134.
- Verma, V., & Maharaj, N. (1990). Moisture absorption isotherms of jaggery. *Journal of Stored Products Research*, 26(2), 61-66.
- Vuataz, G. (2002). The phase diagram of milk: a new tool for optimising the drying process. (I. Editions, Ed.) *HAL archives ouvertes*, 82(4), 485-500.
- Welti, J., & Vergara, F. (1997). En *Actividad de agua: Temas en Tecnología de Alimentos* (págs. 11-43). México: CYTED.

Yoplac Tafur, I. J. (11 de noviembre de 2010). *Efecto del alcalinizado y aglutinantes vegetales obtenidos a partir del cadillo (Triumfetta aff. mollissima) y balso (Heliocarpus popayanensis) en las características fisico-químicas de la panela granulada*. Recuperado el 14 de mayo de 2015, de <http://ingivesyoplac.blogspot.com.co/2010/10/investigacion-realizada.html>

## ANEXOS

### Anexo 1. Curva patrón de concentración de glucosa y absorbancia

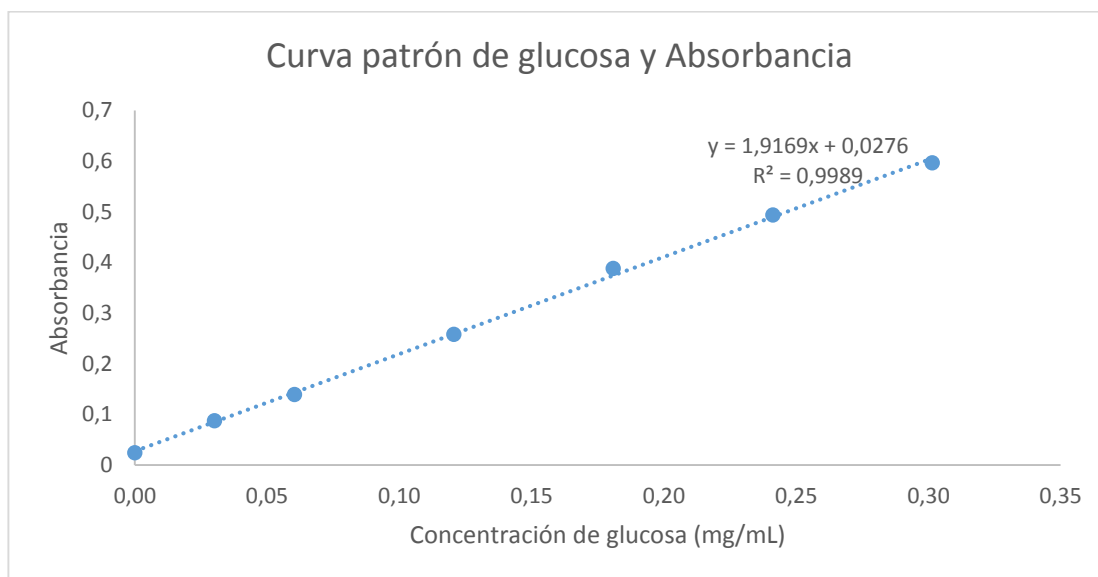


Tabla 1. Absorbancia de jugos de caña de azúcar variedad RD-7511

Jugo de caña (SST*)	Absorbancia	Azúcares reductores, expresados en glucosa (%)
18	0,1885 ± 0,015	0,830
18,10	0,1925 ± 0,012	0,849
19,50	0,172 ± 0,0042	0,741
19,90	0,1885 ± 0,009	0,785

\*SST: Sólidos solubles totales.

## Anexo 2. Tamaños estándar de apertura de tamices

Tabla 1. Tamaños estándar de apertura de tamices

Número del tamiz	Apertura estándar (mm)
4	4,75
5	4,00
6	3,35
7	2,80
8	2,36
10	2,00
12	1,70
14	1,40
16	1,18
18	1,00
20	0,85
25	0,71
30	0,60
35	0,50
40	0,425

*Ibarz et al., 2000*

## Anexo 3 ANOVA de variables de proceso hasta la etapa de punteo

### 3.1 ANOVA unidireccional: Sólidos solubles totales jugo vs. Tratamiento

Método

Hipótesis nula                    Todas las medias son iguales  
Hipótesis alterna                Por lo menos una media es diferente  
Nivel de significancia     $\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Tratamiento	2	130. 135

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Tratamiento	1	2,72250	2,72250	64,06	0,015
Error	2	0,08500	0,04250		
Total	3	2,80750			

Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,206155	96,97%	95,46%	87,89%

Medias

Tratamiento	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
130	2	18,0500	0,0707	(17,4228. 18,6772)
135	2	19,700	0,283	( 19,073. 20,327)

Desv.Est. agrupada = 0,206155

### Comparaciones en parejas de Fisher

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Tratamiento	N	Media	Agrupación
135	2	19,700	A
130	2	18,0500	B

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.



### 3.2 ANOVA unidireccional: Azúcares reductores (%) vs. Tratamiento

Método

Hipótesis nula                    Todas las medias son iguales  
Hipótesis alterna                Por lo menos una media es diferente  
Nivel de significancia     $\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Tratamiento	2	130. 135

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Tratamiento	1	0,005834	0,005834	10,14	0,086
Error	2	0,001150	0,000575		
Total	3	0,006984			

Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,0239813	83,53%	75,30%	34,13%

Medias

Tratamiento	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
130	2	0,83944	0,01340	(0,76648. 0,91240)
135	2	0,7631	0,0312	( 0,6901. 0,8360)

Desv.Est. agrupada = 0,0239813

### 3.3 ANOVA unidireccional: pH inicial vs. Tratamiento

Método

Hipótesis nula                    Todas las medias son iguales  
Hipótesis alterna                Por lo menos una media es diferente  
Nivel de significancia     $\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Tratamiento	2	130. 135

#### Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Tratamiento	1	0,000400	0,000400	0,16	0,725
Error	2	0,004900	0,002450		
Total	3	0,005300			

#### Medias

Tratamiento	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
130	2	5,3850	0,0495	(5,2344. 5,5356)
135	2	5,4050	0,0495	(5,2544. 5,5556)

Desv.Est. agrupada = 0,0494975

### 3.4 ANOVA unidireccional: Solución cal (g) vs. Tratamiento

#### Método

Hipótesis nula                      Todas las medias son iguales  
Hipótesis alterna                    Por lo menos una media es diferente  
Nivel de significancia     $\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

#### Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Tratamiento	2	130. 135

#### Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Tratamiento	1	9,000	9,000	4,50	0,168
Error	2	4,000	2,000		
Total	3	13,000			

#### Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
1,41421	69,23%	53,85%	0,00%

#### Medias

Tratamiento	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
130	2	89,00	1,41	(84,70. 93,30)
135	2	86,00	1,41	(81,70. 90,30)

Desv.Est. agrupada = 1,41421

### 3.5 ANOVA unidireccional: pH final vs. Tratamiento

Método

Hipótesis nula            Todas las medias son iguales  
Hipótesis alterna        Por lo menos una media es diferente  
Nivel de significancia  $\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Tratamiento	2	130. 135

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Tratamiento	1	0,000025	0,000025	0,00	0,953
Error	2	0,011450	0,005725		
Total	3	0,011475			

Medias

Tratamiento	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
130	2	6,1050	0,1061	(5,8748. 6,3352)
135	2	6,1000	0,0141	(5,8698. 6,3302)

Desv.Est. agrupada = 0,0756637

### 3.6 ANOVA unidireccional: Sólidos solubles totales miel vs. Tratamiento

Método

Hipótesis nula            Todas las medias son iguales  
Hipótesis alterna        Por lo menos una media es diferente  
Nivel de significancia  $\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Tratamiento	2	130. 135

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Tratamiento	1	4,000	4,0000	8,00	0,106
Error	2	1,000	0,5000		
Total	3	5,000			

Resumen del modelo

	S	R-cuad.	R-cuad.	R-cuad.
		(ajustado)	(pred)	
0,707107	80,00%	70,00%	20,00%	

Medias

Tratamiento	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
130	2	75,500	0,707	(73,349. 77,651)
135	2	73,500	0,707	(71,349. 75,651)

Desv.Est. agrupada = 0,707107

### 3.7 ANOVA unidireccional: Temperatura de cristalización vs. Jugo

Método

Hipótesis nula	Todas las medias son iguales
Hipótesis alterna	Por lo menos una media es diferente
Nivel de significancia	$\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Jugo	2	A. B

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Miel	1	5,063	5,063	0,06	0,830
Error	2	169,585	84,792		
Total	3	174,647			

Medias

Miel	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
A	2	117,25	12,80	(89,23. 145,27)
B	2	115,00	2,40	(86,98. 143,02)

Desv.Est. agrupada = 9,20828

### Comparaciones en parejas de Fisher

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Miel	N	Media	Agrupación
A	2	117,25	A
B	2	115,00	A

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

## Anexo 4. ANOVA de variables en etapa de batido y reposo posterior

### 4.1 Modelo lineal general: Temperatura (°C) vs. Temperatura de punteo (°C). Tiempo (min)

Método

Codificación de factores (-1. 0. +1)

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Temperatura de punteo (°C)	Fijo	2	130. 135
Tiempo (min)	Fijo	4	0. 3. 7. 10

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura de punteo (°C)	1	351,56	351,56	106,13	0,000
Tiempo (min)	3	3537,19	1179,06	355,94	0,000
Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)	3	212,69	70,90	21,40	0,000
Error	8	26,50	3,31		
Total	15	4127,94			

La tabla ANOVA descompone la variabilidad de Temperatura en contribuciones debidas a varios factores. Puesto que se ha escogido la suma de cuadrados Tipo III (por omisión), la contribución de cada factor se mide eliminando los efectos de los demás factores. Los valores-P prueban la significancia estadística de cada uno de los factores. Puesto que 3 valores-P son menores que 0,05, estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre la Temperatura con un 95,0% de nivel de confianza.

Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
1,82003	99,36%	98,80%	97,43%

Coefficientes

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	VIF
Constante	114,563	0,455	251,78	0,000	
Temperatura de punteo (°C)					
130	-4,688	0,455	-10,30	0,000	1,00
Tiempo (min)					
0	17,938	0,788	22,76	0,000	1,50
3	6,937	0,788	8,80	0,000	1,50
7	-2,312	0,788	-2,93	0,019	1,50
Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)					
130 0	2,187	0,788	2,78	0,024	1,50
130 3	2,188	0,788	2,78	0,024	1,50
130 7	1,938	0,788	2,46	0,039	1,50

Ecuación de regresión

```

Temperatura (°C) = 114,563 - 4,688 Temperatura de punteo (°C)_130
                  + 4,688 Temperatura de punteo (°C)_135 + 17,938 Tiempo (min)_0
                  + 6,937 Tiempo (min)_3                - 2,312 Tiempo (min)_7
22,563 Tiempo (min)_10
                  + 2,187 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 0
                  + 2,188 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 3
                  + 1,938 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 7
                  - 6,313 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 10
                  - 2,187 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 0
                  - 2,188 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 3
                  - 1,938 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 7
                  + 6,313 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 10

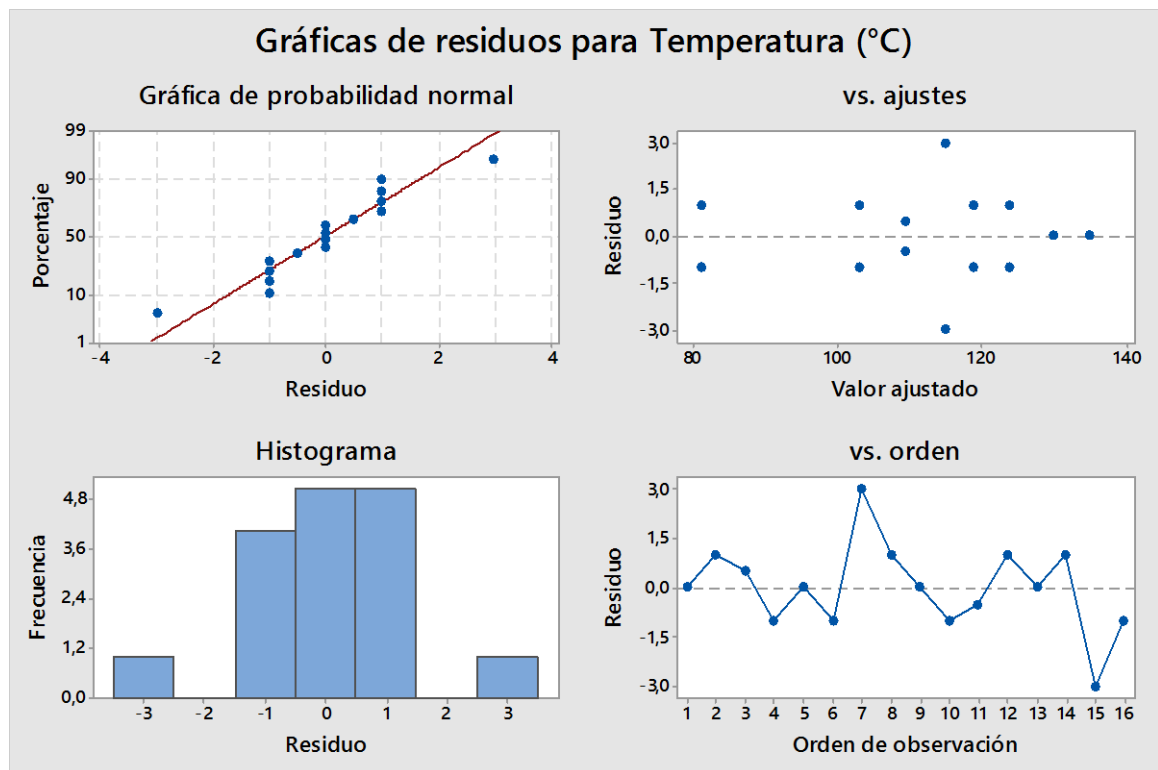
```

Ajustes y diagnósticos para observaciones poco comunes

Obs	Temperatura (°C)	Ajuste	Resid	Resid est.	
7	118,00	115,00	3,00	2,33	R
15	112,00	115,00	-3,00	-2,33	R

Residuo grande R

### Gráficas de residuos para Temperatura (°C)



### Comparaciones para Temperatura

#### Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = Temperatura, Término = Temperatura de punteo

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Temperatura de punteo	N	Media	Agrupación
135	8	119,250	A
130	8	109,875	B

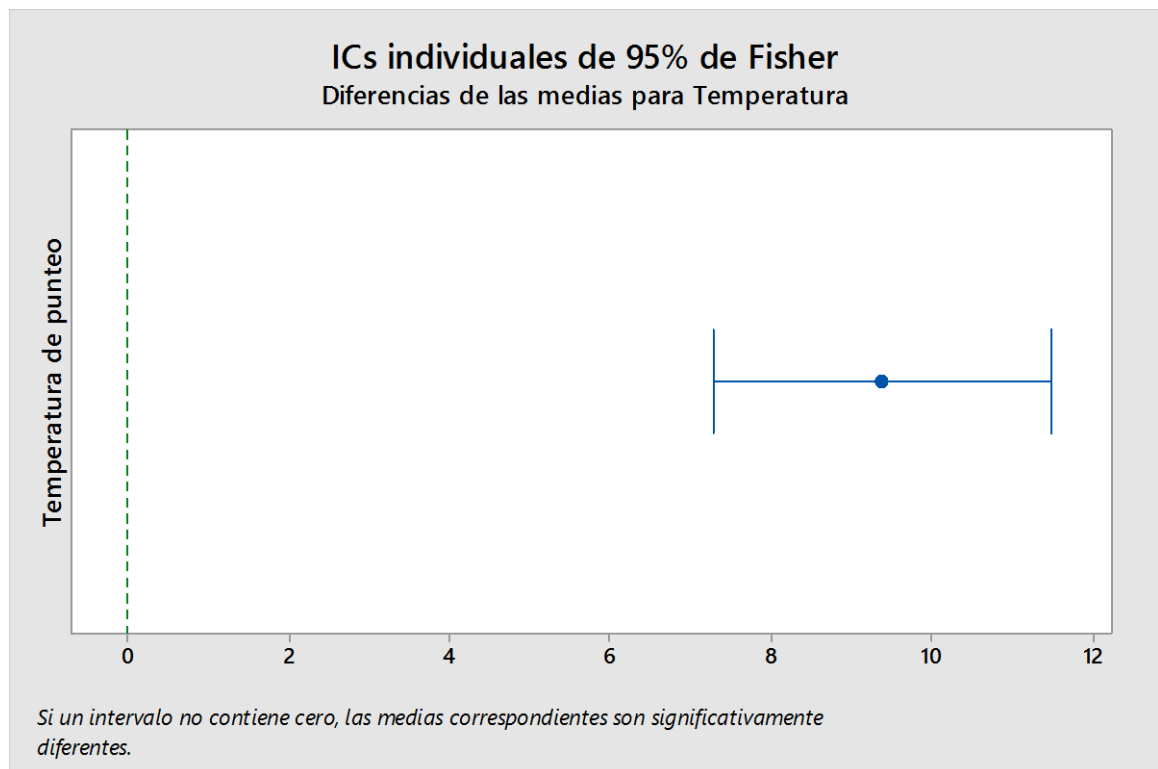
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de Temperatura de punteo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
135 - 130	9,375	0,910	(7,277. 11,473)	10,30	0,000

Nivel de confianza simultánea = 95,00%

#### ICs individuales de 95% de Fisher



### Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = Temperatura, Término = Tiempo

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Tiempo	N	Media	Agrupación
0	4	132,50	A
3	4	121,50	B
7	4	112,25	C
10	4	92,00	D

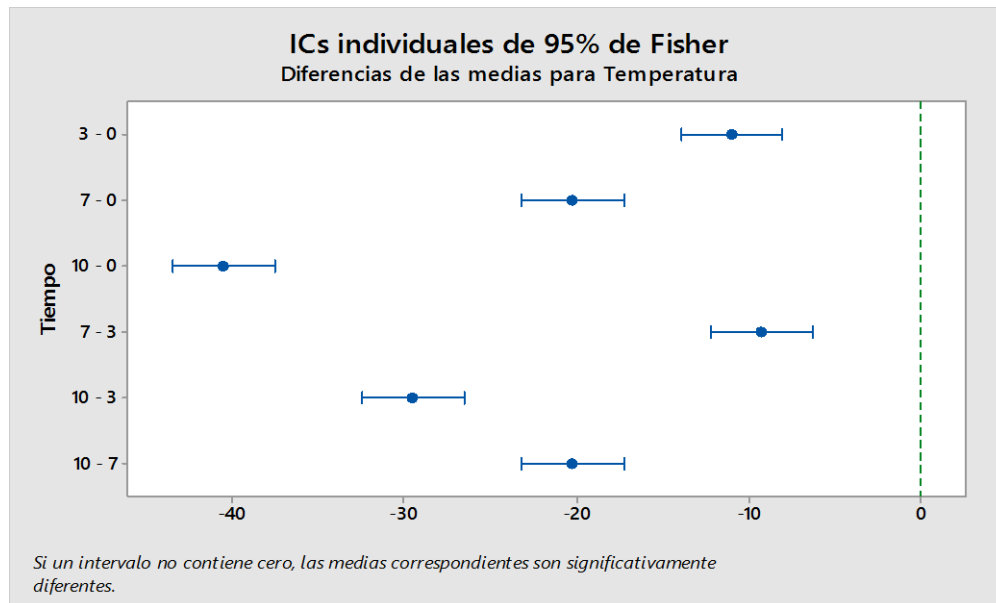
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de Tiempo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
3 - 0	-11,00	1,29	(-13,97. -8,03)	-8,55	0,000
7 - 0	-20,25	1,29	(-23,22. -17,28)	-15,73	0,000
10 - 0	-40,50	1,29	(-43,47. -37,53)	-31,47	0,000
7 - 3	-9,25	1,29	(-12,22. -6,28)	-7,19	0,000
10 - 3	-29,50	1,29	(-32,47. -26,53)	-22,92	0,000
10 - 7	-20,25	1,29	(-23,22. -17,28)	-15,73	0,000

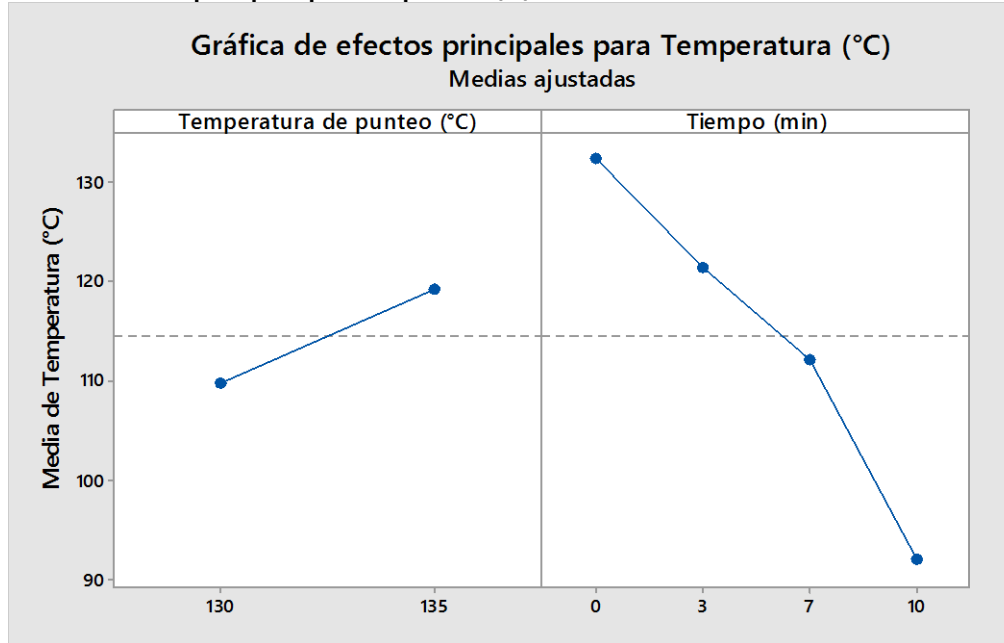
Nivel de confianza simultánea = 82,43%

### ICs individuales de 95% de Fisher





Gráfica de efectos principales para Temperatura (°C)



**Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = Temperatura, Término = Temperatura de punteo\*Tiempo**

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Temperatura de punteo*Tiempo	N	Media	Agrupación
135 0	2	135,0	A
130 0	2	130,0	B
135 3	2	124,0	C
130 3	2	119,0	D
135 7	2	115,0	D
130 7	2	109,5	E
135 10	2	103,0	F
130 10	2	81,0	G

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

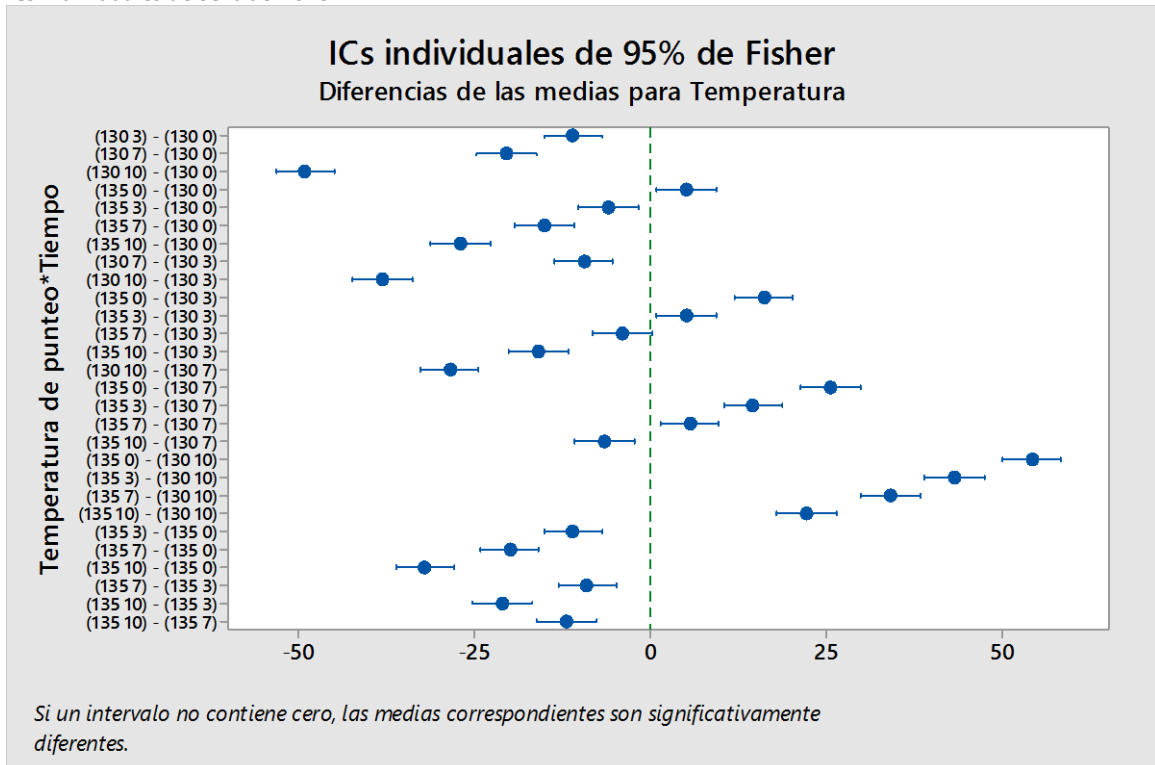
Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de Temperatura de punteo*Tiempo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
(130 3) - (130 0)	-11,00	1,82	(-15,20. -6,80)	-6,04	0,000
(130 7) - (130 0)	-20,50	1,82	(-24,70. -16,30)	-11,26	0,000
(130 10) - (130 0)	-49,00	1,82	(-53,20. -44,80)	-26,92	0,000
(135 0) - (130 0)	5,00	1,82	( 0,80. 9,20)	2,75	0,025
(135 3) - (130 0)	-6,00	1,82	(-10,20. -1,80)	-3,30	0,011
(135 7) - (130 0)	-15,00	1,82	(-19,20. -10,80)	-8,24	0,000
(135 10) - (130 0)	-27,00	1,82	(-31,20. -22,80)	-14,83	0,000
(130 7) - (130 3)	-9,50	1,82	(-13,70. -5,30)	-5,22	0,001
(130 10) - (130 3)	-38,00	1,82	(-42,20. -33,80)	-20,88	0,000
(135 0) - (130 3)	16,00	1,82	( 11,80. 20,20)	8,79	0,000
(135 3) - (130 3)	5,00	1,82	( 0,80. 9,20)	2,75	0,025
(135 7) - (130 3)	-4,00	1,82	( -8,20. 0,20)	-2,20	0,059
(135 10) - (130 3)	-16,00	1,82	(-20,20. -11,80)	-8,79	0,000
(130 10) - (130 7)	-28,50	1,82	(-32,70. -24,30)	-15,66	0,000
(135 0) - (130 7)	25,50	1,82	( 21,30. 29,70)	14,01	0,000
(135 3) - (130 7)	14,50	1,82	( 10,30. 18,70)	7,97	0,000
(135 7) - (130 7)	5,50	1,82	( 1,30. 9,70)	3,02	0,017

(135 10) - (130 7)	-6,50	1,82	(-10,70. -2,30)	-3,57	0,007
(135 0) - (130 10)	54,00	1,82	( 49,80. 58,20)	29,67	0,000
(135 3) - (130 10)	43,00	1,82	( 38,80. 47,20)	23,63	0,000
(135 7) - (130 10)	34,00	1,82	( 29,80. 38,20)	18,68	0,000
(135 10) - (130 10)	22,00	1,82	( 17,80. 26,20)	12,09	0,000
(135 3) - (135 0)	-11,00	1,82	(-15,20. -6,80)	-6,04	0,000
(135 7) - (135 0)	-20,00	1,82	(-24,20. -15,80)	-10,99	0,000
(135 10) - (135 0)	-32,00	1,82	(-36,20. -27,80)	-17,58	0,000
(135 7) - (135 3)	-9,00	1,82	(-13,20. -4,80)	-4,94	0,001
(135 10) - (135 3)	-21,00	1,82	(-25,20. -16,80)	-11,54	0,000
(135 10) - (135 7)	-12,00	1,82	(-16,20. -7,80)	-6,59	0,000

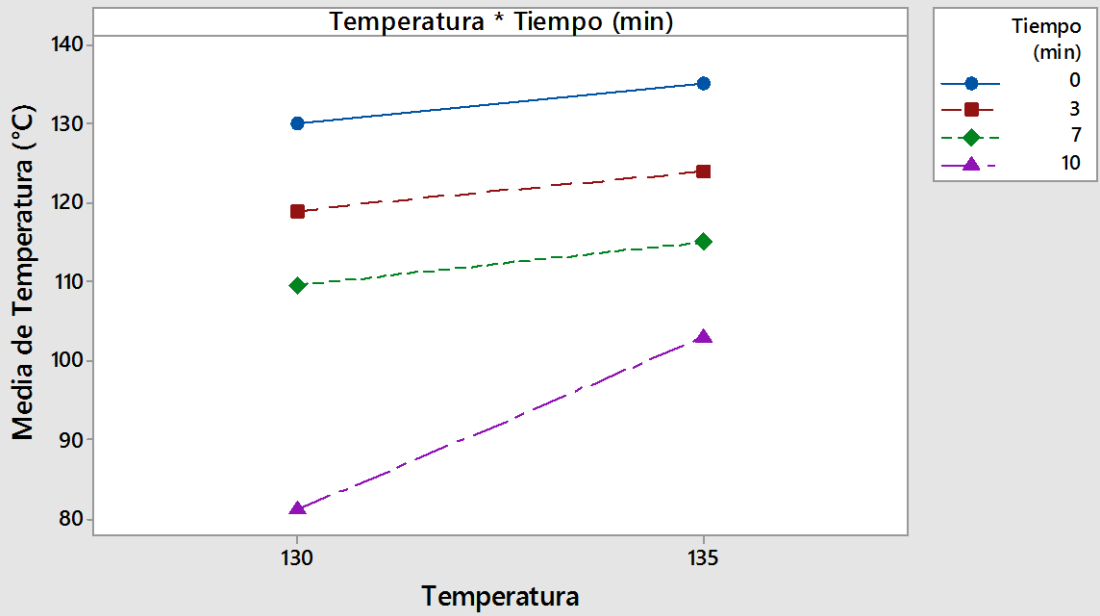
Nivel de confianza simultánea = 61,17%

### ICs individuales de 95% de Fisher

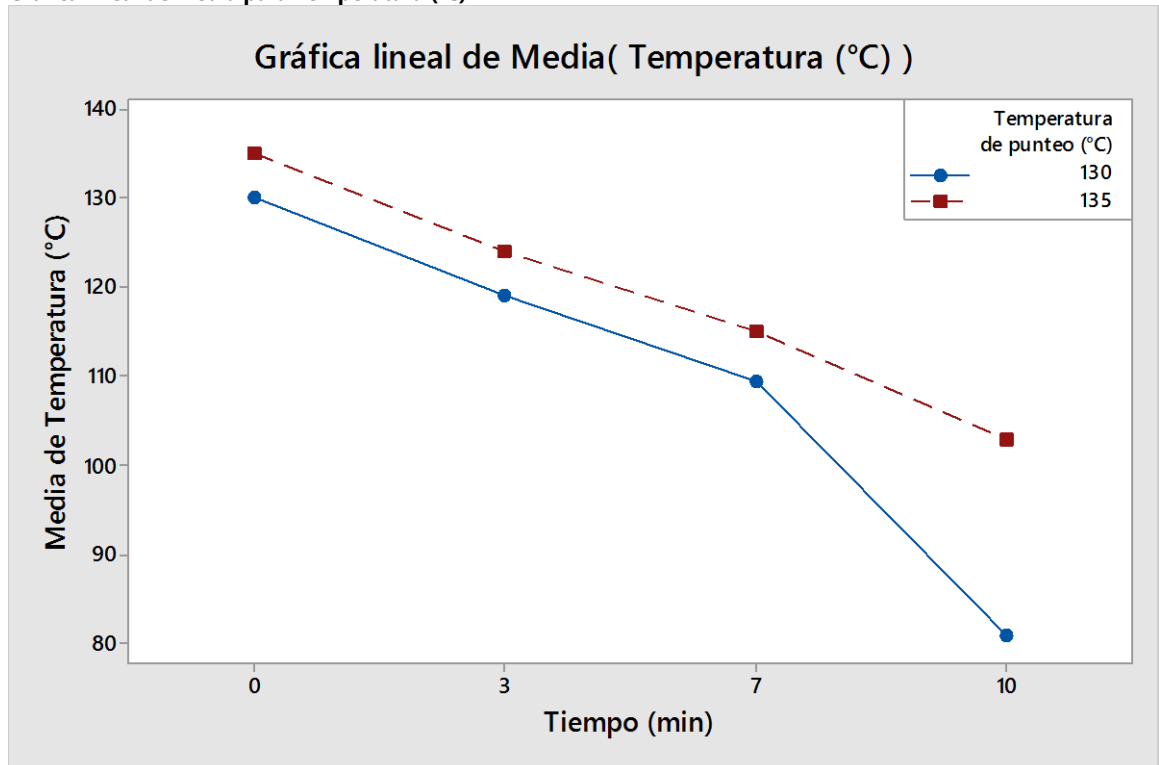


### Gráfica de interacción para Temperatura (°C)

Gráfica de interacción para Temperatura (°C)  
Medias ajustadas



Gráfica lineal de media para Temperatura (°C)



## 4.2 Modelo lineal general: Humedad (%) vs. Temperatura de punteo (°C). Tiempo (min)

Método

Codificación de factores (-1. 0. +1)

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Temperatura de punteo (°C)	Fijo	2	130. 135
Tiempo (min)	Fijo	4	0. 3. 7. 10

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura de punteo (°C)	1	1,7303	1,73029	17,59	0,003
Tiempo (min)	3	13,8845	4,62817	47,04	0,000
Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)	3	0,0205	0,00683	0,07	0,975
Error	8	0,7871	0,09839		
Total	15	16,4224			

La tabla ANOVA descompone la variabilidad de Humedad en contribuciones debidas a varios factores. Puesto que se ha escogido la suma de cuadrados Tipo III (por omisión), la contribución de cada factor se mide eliminando los efectos de los demás factores. Los valores-P prueban la significancia estadística de cada uno de los factores. Puesto que 2 valores-P son menores que 0,05, estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre Humedad con un 95,0% de nivel de confianza.

Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,313674	95,21%	91,01%	80,83%

Coefficientes

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	VIF
Constante	3,4348	0,0784	43,80	0,000	
Temperatura de punteo (°C) 130	0,3289	0,0784	4,19	0,003	1,00
Tiempo (min) 0	1,354	0,136	9,97	0,000	1,50
3	0,319	0,136	2,35	0,047	1,50
7	-0,574	0,136	-4,23	0,003	1,50
Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min) 130 0	-0,060	0,136	-0,44	0,670	1,50
130 3	0,034	0,136	0,25	0,807	1,50
130 7	0,013	0,136	0,10	0,924	1,50

Ecuación de regresión

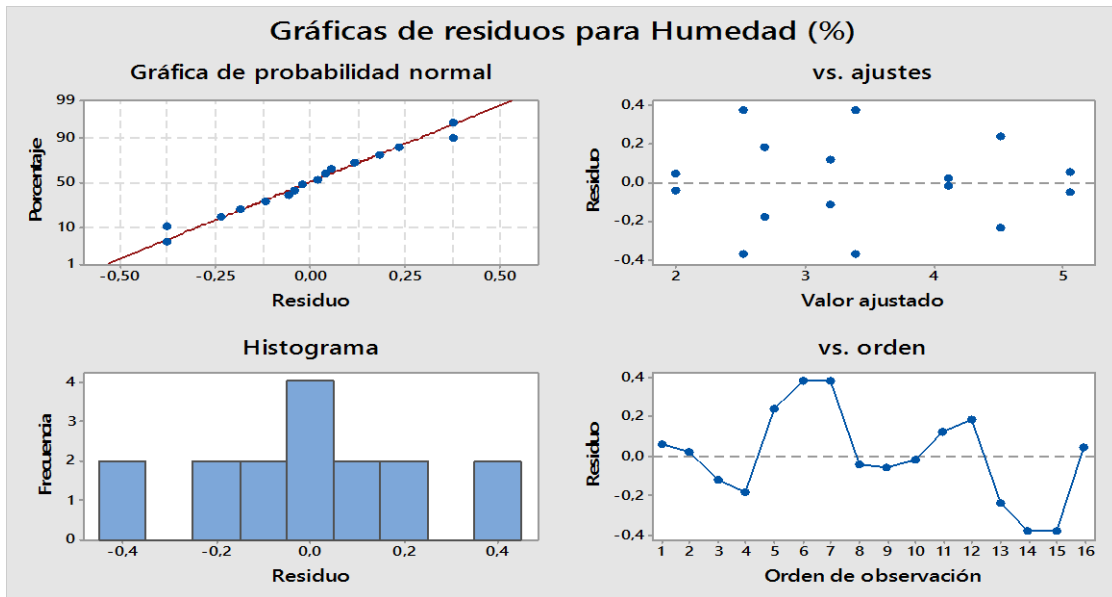
$$\begin{aligned} \text{Humedad (\%)} = & 3,4348 + 0,3289 \text{ Temperatura de punteo (°C)}_{130} \\ & - 0,3289 \text{ Temperatura de punteo (°C)}_{135} + 1,354 \text{ Tiempo (min)}_0 \\ & + 0,319 \text{ Tiempo (min)}_3 - 0,574 \text{ Tiempo (min)}_7 - 1,098 \text{ Tiempo (min)}_{10} \\ & - 0,060 \text{ Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)}_{130 0} \end{aligned}$$

```

+ 0,034 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 3
+ 0,013 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 7
+ 0,012 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 10
+ 0,060 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 0
- 0,034 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 3
- 0,013 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 7
- 0,012 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 10

```

**Gráficas de residuos para Humedad (%)**



**Comparaciones para Humedad**

**Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = Humedad, Término = Temperatura de punteo**

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Temperatura de punteo	N	Media	Agrupación
130	8	3,76361	A
135	8	3,10591	B

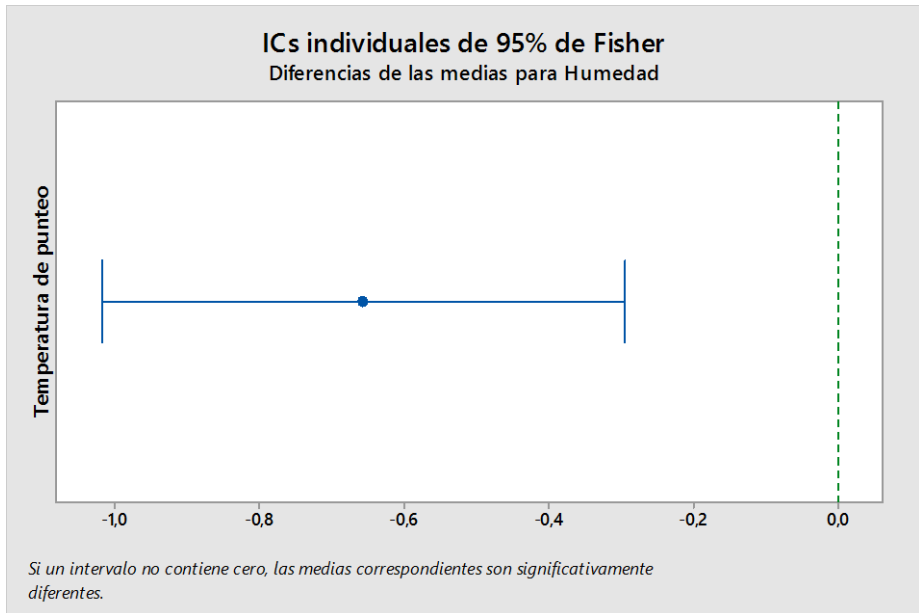
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de temperatura de punteo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
135 - 130	-0,658	0,157	(-1,019. -0,296)	-4,19	0,003

Nivel de confianza simultánea = 95,00%

**ICs individuales de 95% de Fisher**



**Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = Humedad, Término = Tiempo**

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Tiempo	N	Media	Agrupación
0	4	4,78868	A
3	4	3,75364	B
7	4	2,86030	C
10	4	2,33643	D

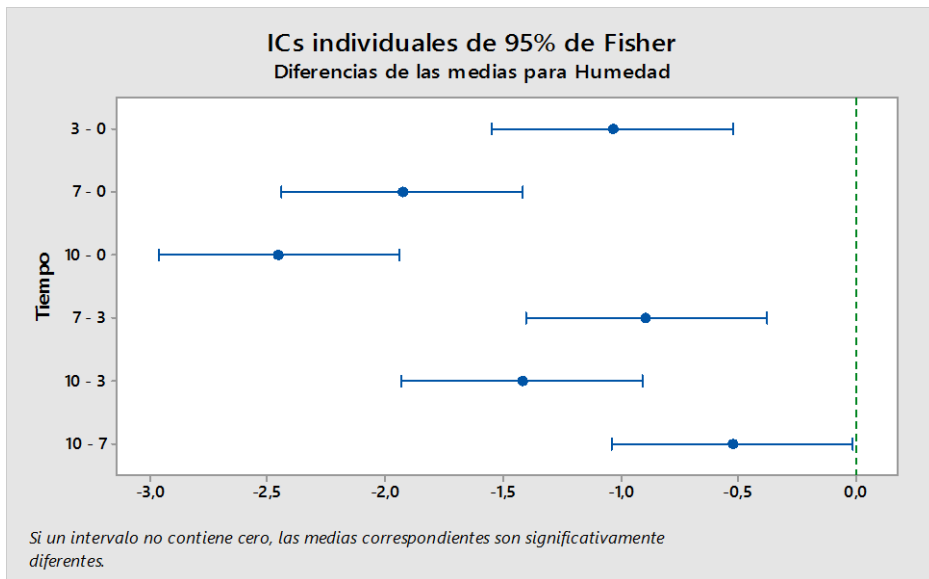
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

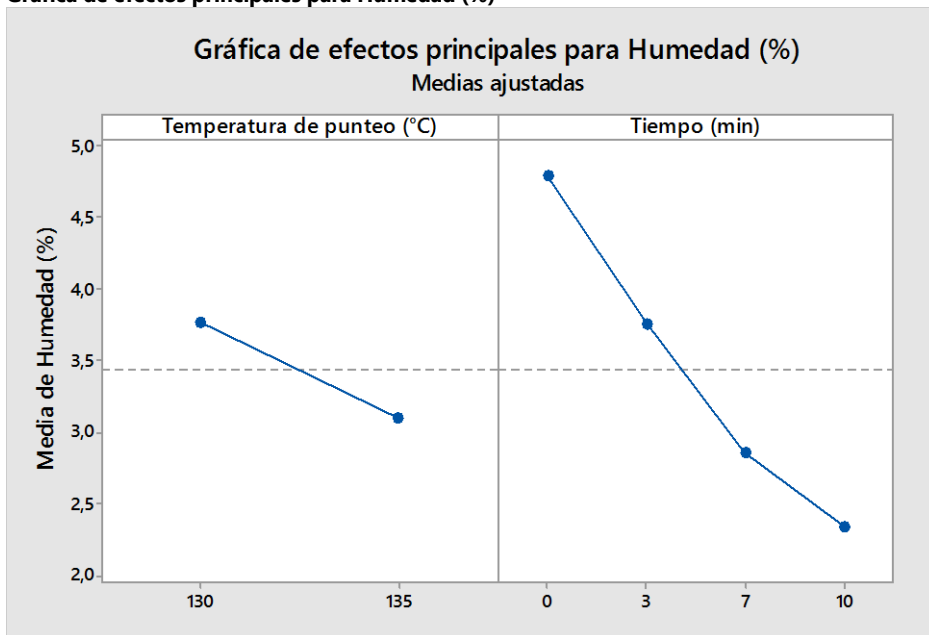
Diferencia de Tiempo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
3 - 0	-1,035	0,222	(-1,547. -0,524)	-4,67	0,002
7 - 0	-1,928	0,222	(-2,440. -1,417)	-8,69	0,000
10 - 0	-2,452	0,222	(-2,964. -1,941)	-11,06	0,000
7 - 3	-0,893	0,222	(-1,405. -0,382)	-4,03	0,004
10 - 3	-1,417	0,222	(-1,929. -0,906)	-6,39	0,000
10 - 7	-0,524	0,222	(-1,035. -0,012)	-2,36	0,046

Nivel de confianza simultánea = 82,43%

**ICs individuales de 95% de Fisher**

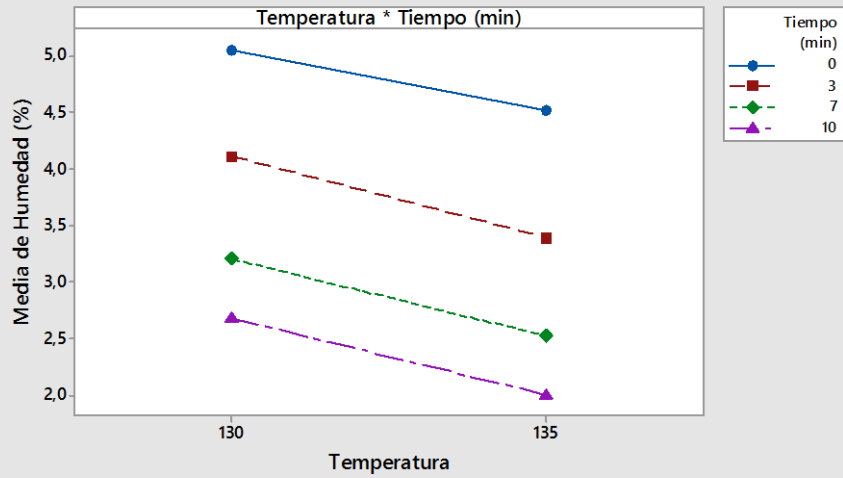


**Gráfica de efectos principales para Humedad (%)**

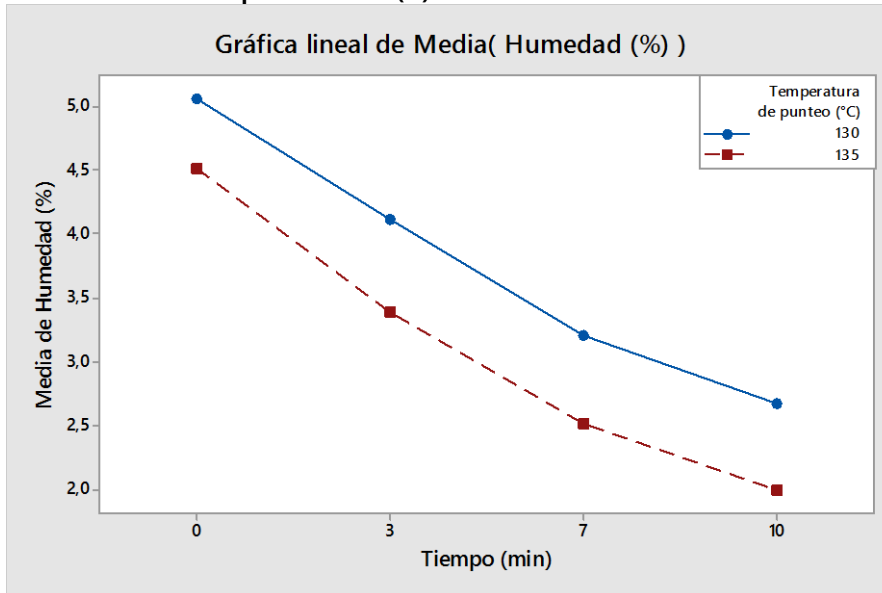


**Gráfica de interacción para Humedad (%)**

Gráfica de interacción para Humedad (%)  
Medias ajustadas



Gráfica lineal de media para Humedad (%)





### 4.3 Modelo lineal general: Sólidos totales (%) vs. Temperatura de punteo (°C). Tiempo (min)

Método

Codificación de factores (-1. 0. +1)

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Temperatura de punteo (°C)	Fijo	2	130. 135
Tiempo (min)	Fijo	4	0. 3. 7. 10

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura de punteo (°C)	1	1,7566	1,75662	17,62	0,003
Tiempo (min)	3	13,8192	4,60640	46,20	0,000
Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)	3	0,0202	0,00672	0,07	0,976
Error	8	0,7976	0,09970		
Total	15	16,3936			

La tabla ANOVA descompone la variabilidad de Sólidos Totales en contribuciones debidas a varios factores. Puesto que se ha escogido la suma de cuadrados Tipo III (por omisión), la contribución de cada factor se mide eliminando los efectos de los demás factores. Los valores-P prueban la significancia estadística de cada uno de los factores. Puesto que 2 valores-P son menores que 0,05, estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre Sólidos Totales con un 95,0% de nivel de confianza.

Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,315747	95,13%	90,88%	80,54%

Coefficientes

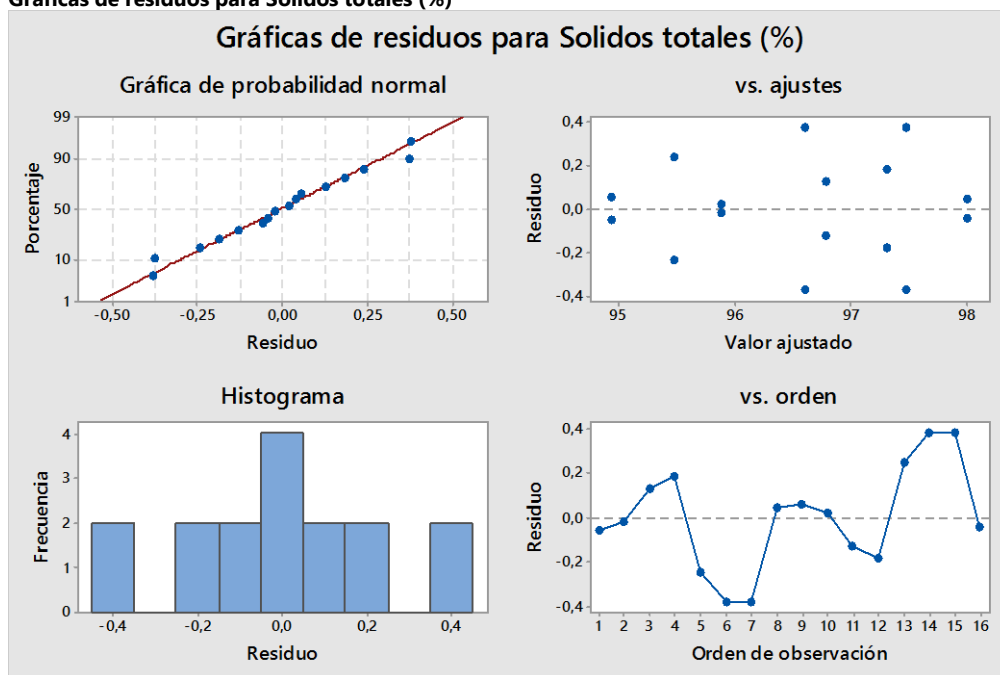
Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	VIF
Constante	96,5655	0,0789	1223,33	0,000	
Temperatura de punteo (°C)					
130	-0,3313	0,0789	-4,20	0,003	1,00
Tiempo (min)					
0	-1,350	0,137	-9,88	0,000	1,50
3	-0,318	0,137	-2,33	0,048	1,50
7	0,572	0,137	4,18	0,003	1,50
Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)					
130 0	0,060	0,137	0,44	0,673	1,50
130 3	-0,033	0,137	-0,24	0,818	1,50
130 7	-0,016	0,137	-0,12	0,908	1,50

Ecuación de regresión

$$\begin{aligned}
 \text{Sólidos totales (\%)} = & 96,5655 - 0,3313 \text{ Temperatura de punteo (°C)}_{130} \\
 & + 0,3313 \text{ Temperatura de punteo (°C)}_{135} - 1,350 \text{ Tiempo (min)}_0 \\
 & - 0,318 \text{ Tiempo (min)}_3 + 0,572 \text{ Tiempo (min)}_7 \\
 & + 1,097 \text{ Tiempo (min)}_{10} \\
 & + 0,060 \text{ Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)}_{130 0} \\
 & - 0,033 \text{ Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)}_{130 3} \\
 & - 0,016 \text{ Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)}_{130 7}
 \end{aligned}$$

- 0,011 Temperatura de punteo (°C)\*Tiempo (min)\_130 10  
 - 0,060 Temperatura de punteo (°C)\*Tiempo (min)\_135 0  
 + 0,033 Temperatura de punteo (°C)\*Tiempo (min)\_135 3  
 + 0,016 Temperatura de punteo (°C)\*Tiempo (min)\_135 7  
 + 0,011 Temperatura de punteo (°C)\*Tiempo (min)\_135 10

**Gráficas de residuos para Solidos totales (%)**



**Comparaciones para Solidos totales**

**Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = Solidos totales, Término = Temperatura de punteo**

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Temperatura de punteo	N	Media	Agrupación
135	8	96,8969	A
130	8	96,2342	B

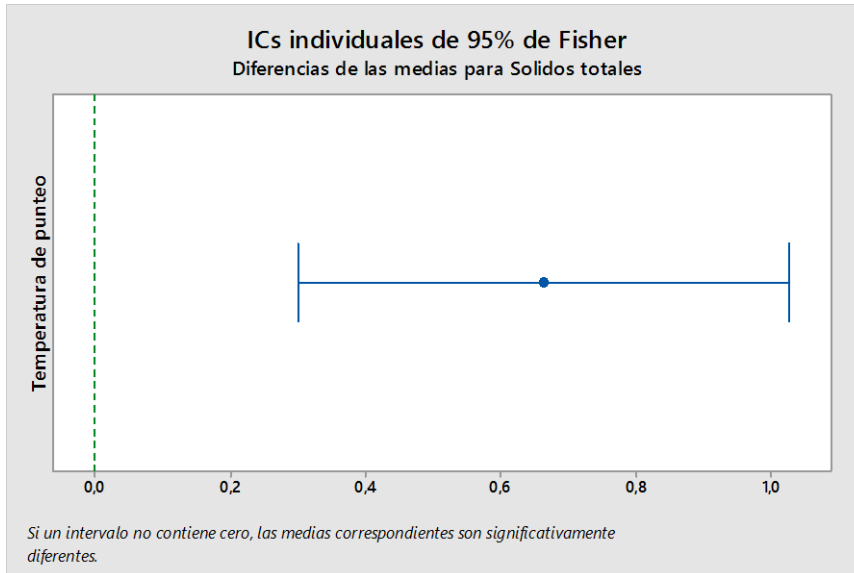
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de temperatura de punteo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
135 - 130	0,663	0,158	(0,299. 1,027)	4,20	0,003

Nivel de confianza simultánea = 95,00%

**ICs individuales de 95% de Fisher**



**Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = Sólidos totales, Término = Tiempo**

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Tiempo	N	Media	Agrupación
10	4	97,6624	A
7	4	97,1371	B
3	4	96,2475	C
0	4	95,2151	D

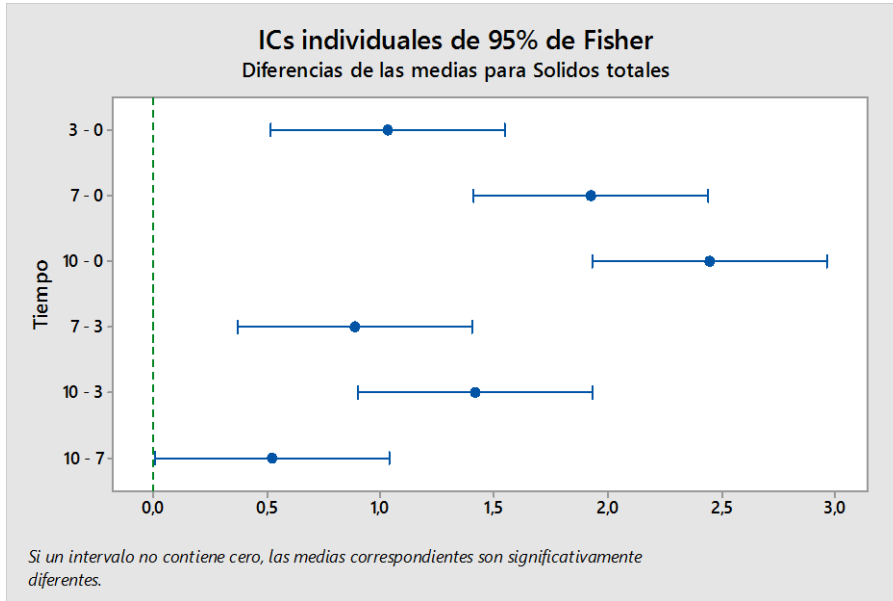
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

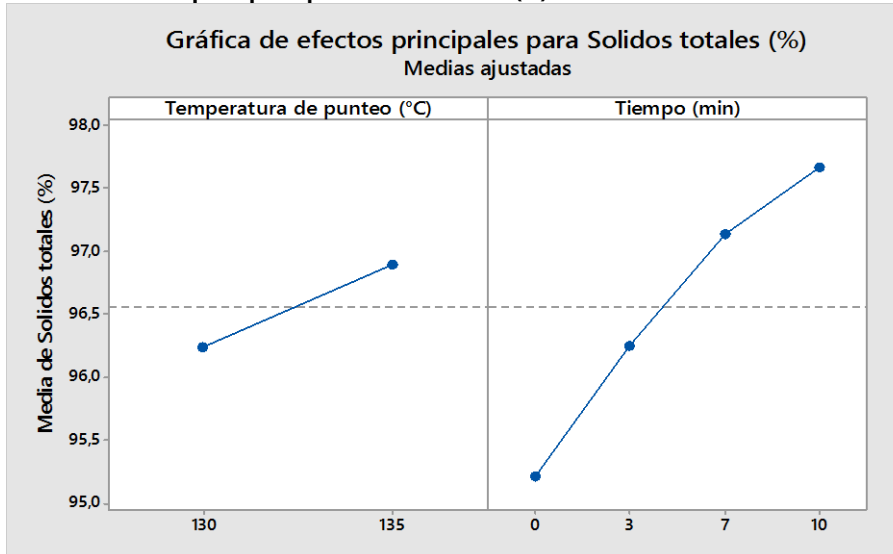
Diferencia de Tiempo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
3 - 0	1,032	0,223	(0,518. 1,547)	4,62	0,002
7 - 0	1,922	0,223	(1,407. 2,437)	8,61	0,000
10 - 0	2,447	0,223	(1,933. 2,962)	10,96	0,000
7 - 3	0,890	0,223	(0,375. 1,404)	3,98	0,004
10 - 3	1,415	0,223	(0,900. 1,930)	6,34	0,000
10 - 7	0,525	0,223	(0,010. 1,040)	2,35	0,046

Nivel de confianza simultánea = 82,43%

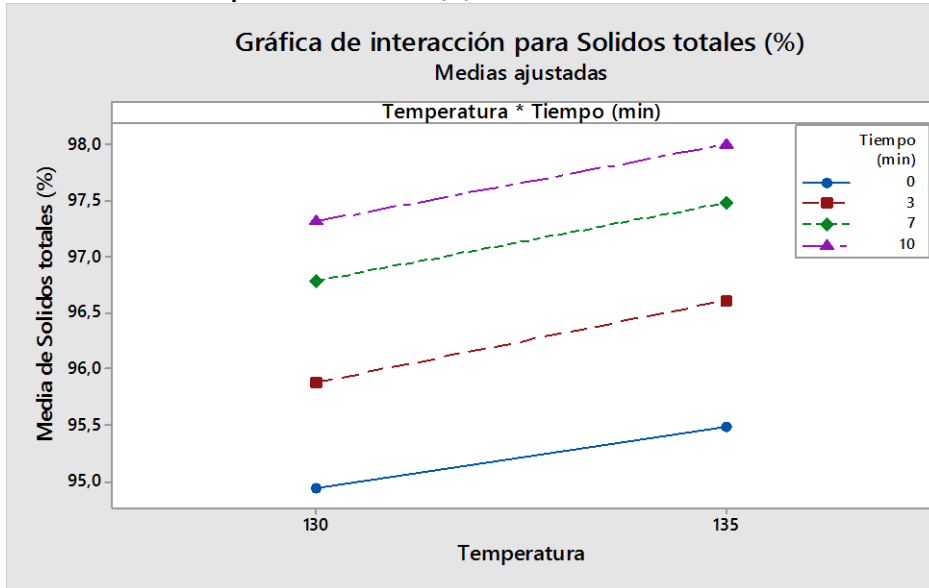
### ICs individuales de 95% de Fisher



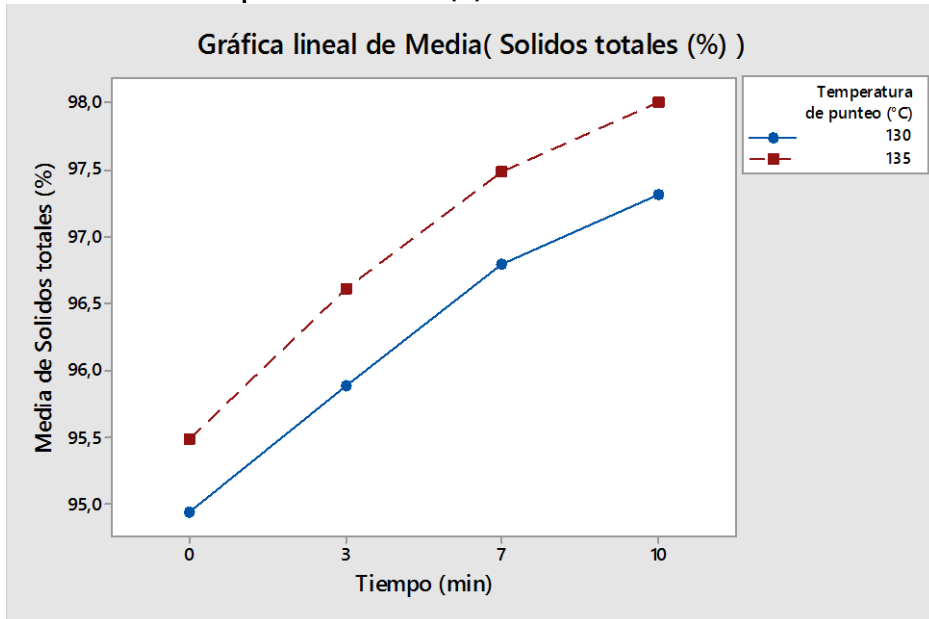
### Gráfica de efectos principales para Sólidos Totales (%)



Gráfica de interacción para Sólidos Totales (%)



Gráfica lineal de media para Sólidos Totales (%)



## 4.4 Modelo lineal general: $\Delta E$ vs. Temperatura de punteo ( $^{\circ}C$ ). Tiempo (min)

Método

Codificación de factores (-1. 0. +1)

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Temperatura de punteo ( $^{\circ}C$ )	Fijo	2	130. 135
Tiempo (min)	Fijo	4	0. 3. 7. 10

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura de punteo ( $^{\circ}C$ )	1	240,11	240,109	111,78	0,000
Tiempo (min)	3	771,14	257,048	119,66	0,000
Temperatura de punteo ( $^{\circ}C$ )*Tiempo (min)	3	82,89	27,630	12,86	0,002
Error	8	17,18	2,148		
Total	15	1111,33			

La tabla ANOVA descompone la variabilidad de Color  $\Delta E$  en contribuciones debidas a varios factores. Puesto que se ha escogido la suma de cuadrados Tipo III (por omisión), la contribución de cada factor se mide eliminando los efectos de los demás factores. Los valores-P prueban la significancia estadística de cada uno de los factores. Puesto que 3 valores-P son menores que 0,05, estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre Color  $\Delta E$  con un 95,0% de nivel de confianza.

Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
1,46563	98,45%	97,10%	93,81%

Coefficientes

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	VIF
Constante	11,773	0,366	32,13	0,000	
Temperatura de punteo ( $^{\circ}C$ )					
130	-3,874	0,366	-10,57	0,000	1,00
Tiempo (min)					
0	-11,773	0,635	-18,55	0,000	1,50
3	1,647	0,635	2,59	0,032	1,50
7	5,382	0,635	8,48	0,000	1,50
Temperatura de punteo ( $^{\circ}C$ )*Tiempo (min)					
130 0	3,874	0,635	6,10	0,000	1,50
130 3	-1,977	0,635	-3,12	0,014	1,50
130 7	-0,885	0,635	-1,39	0,201	1,50

Ecuación de regresión

$$\Delta E = 11,773 - 3,874 \text{ Temperatura de punteo } (^{\circ}C)_{130} + 3,874 \text{ Temperatura de punteo } (^{\circ}C)_{135}$$

```

- 11,773 Tiempo (min)_0 + 1,647 Tiempo (min)_3 + 5,382 Tiempo (min)_7
+ 4,744 Tiempo (min)_10 + 3,874 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 0
- 1,977 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 3
- 0,885 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 7
- 1,012 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_130 10
- 3,874 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 0
+ 1,977 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 3
+ 0,885 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 7
+ 1,012 Temperatura de punteo (°C)*Tiempo (min)_135 10

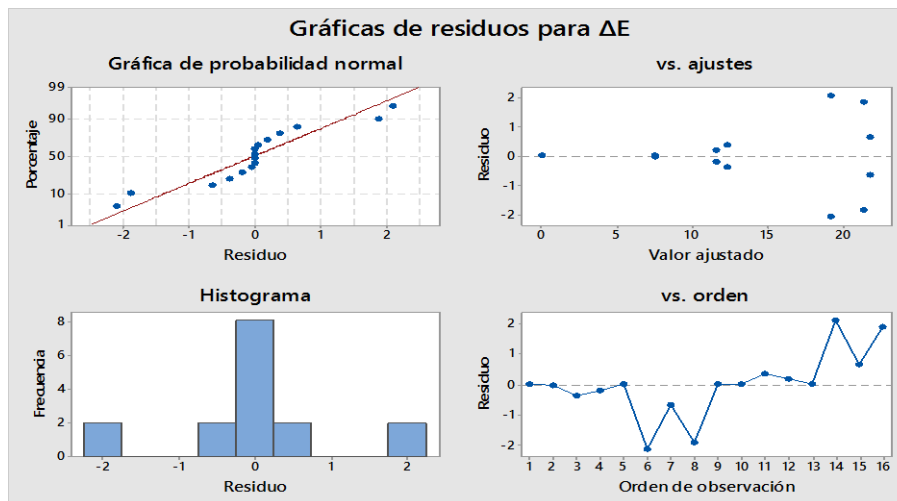
```

Ajustes y diagnósticos para observaciones poco comunes

Obs	$\Delta E$	Ajuste	Resid	Resid est.	
6	17,16	19,27	-2,11	-2,03	R
14	21,38	19,27	2,11	2,03	R

Residuo grande R

### Gráficas de residuos para $\Delta E$



### Comparaciones para $\Delta E$

#### Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = $\Delta E$ , Término = Temperatura de punteo

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Temperatura de punteo	N	Media	Agrupación
135	8	15,6468	A
130	8	7,8991	B

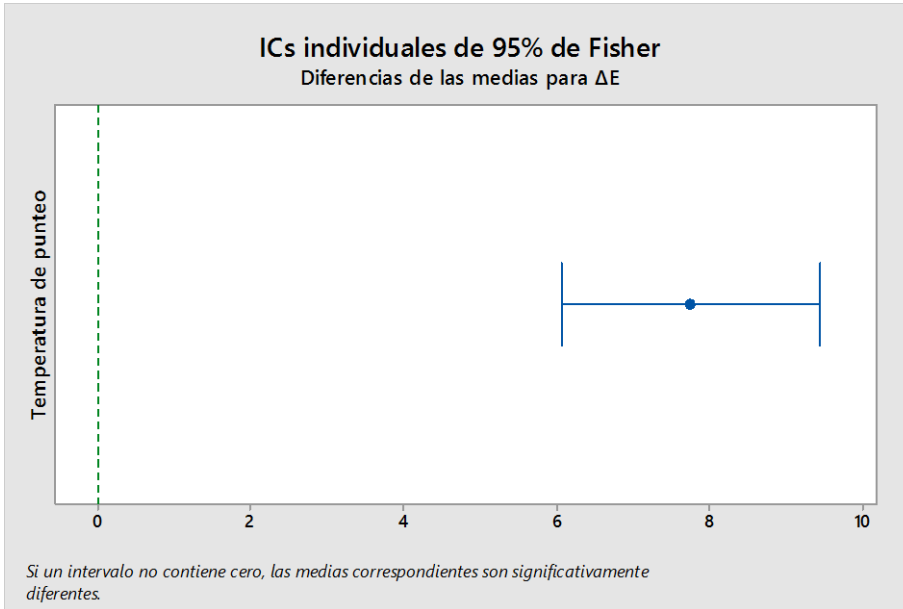
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de punteo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
135 - 130	7,748	0,733	(6,058. 9,438)	10,57	0,000

Nivel de confianza simultánea = 95,00%

**ICs individuales de 95% de Fisher**



**Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta =  $\Delta E$ , Término = Tiempo**

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Tiempo	N	Media	Agrupación
7	4	17,1548	A
10	4	16,5171	A
3	4	13,4198	B
0	4	-0,0000	C

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

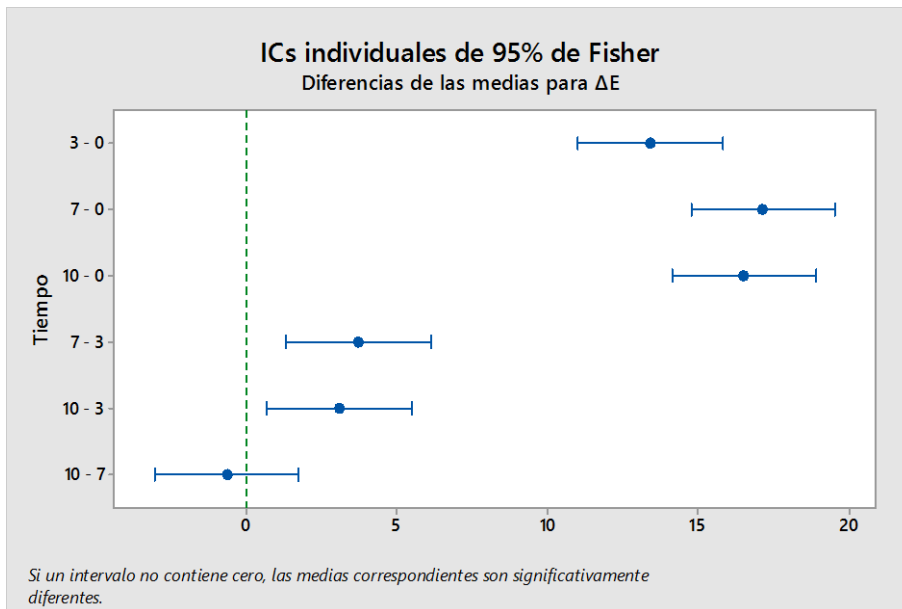
Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de Tiempo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
3 - 0	13,42	1,04	(11,03. 15,81)	12,95	0,000
7 - 0	17,15	1,04	(14,76. 19,54)	16,55	0,000
10 - 0	16,52	1,04	(14,13. 18,91)	15,94	0,000
7 - 3	3,73	1,04	( 1,35. 6,12)	3,60	0,007
10 - 3	3,10	1,04	( 0,71. 5,49)	2,99	0,017
10 - 7	-0,64	1,04	(-3,03. 1,75)	-0,62	0,555

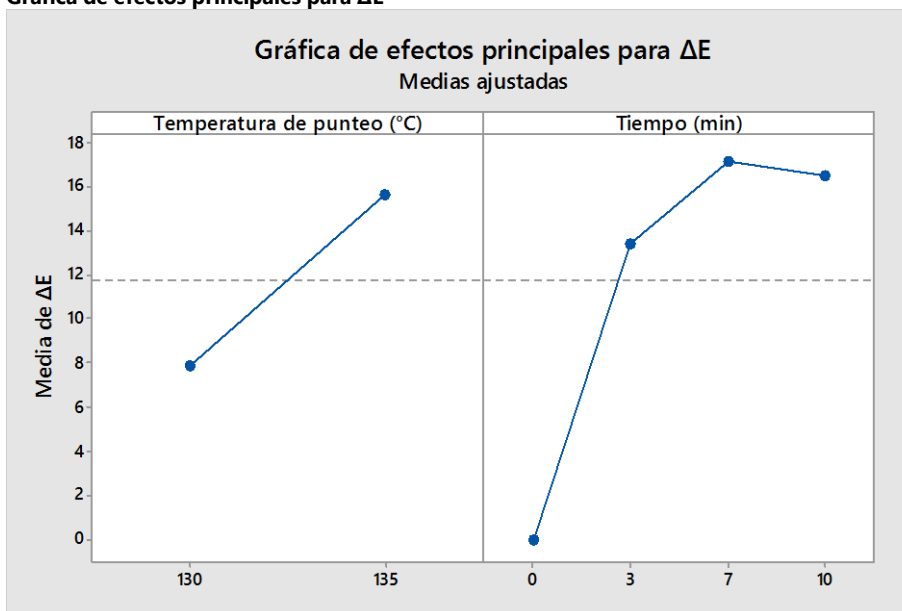
Nivel de confianza simultánea = 82,43%

**ICs individuales de 95% de Fisher**





#### Gráfica de efectos principales para $\Delta E$



#### Comparaciones por parejas de Fisher: Respuesta = $\Delta E$ , Término = Temperatura de punteo\*Tiempo

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Temperatura de punteo*Tiempo	N	Media	Agrupación
135 7	2	21,9133	A
135 10	2	21,4033	A
135 3	2	19,2706	A
130 7	2	12,3962	B
130 10	2	11,6310	B
130 3	2	7,5690	C
130 0	2	0,0000	D
135 0	2	-0,0000	D

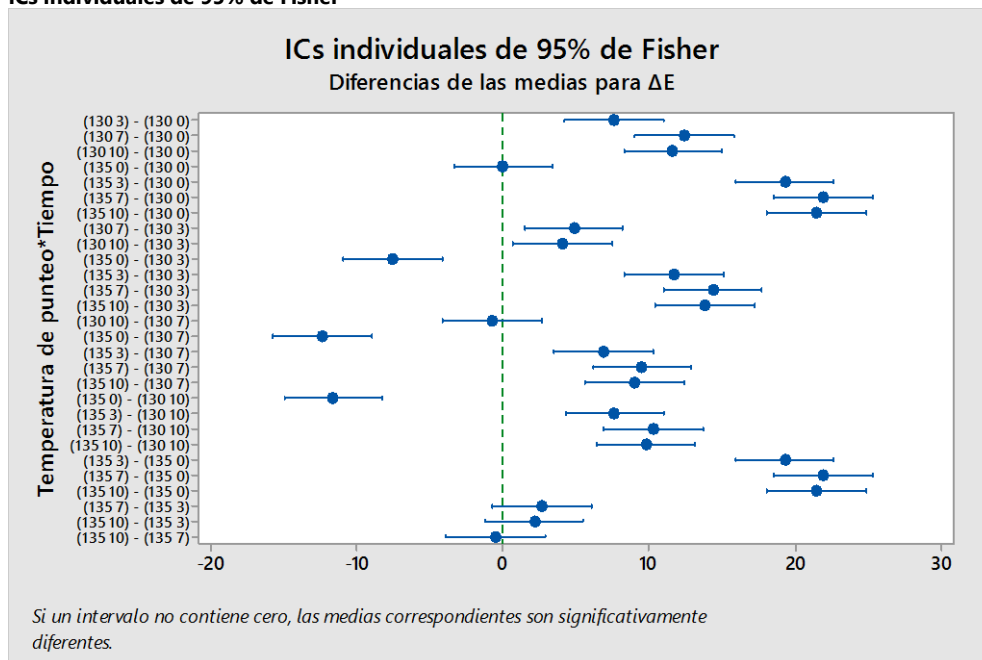
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

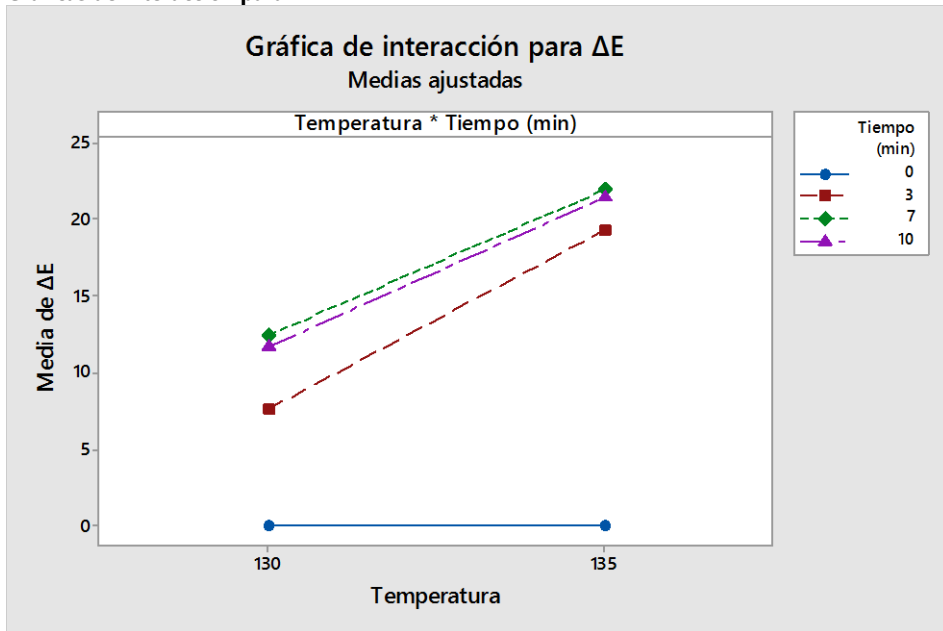
Diferencia de Temperatura de punteo*Tiempo niveles	Diferencia de medias	EE de diferencia	IC individual de 95%	Valor T	Valor p
(130 3) - (130 0)	7,57	1,47	( 4,19. 10,95)	5,16	0,001
(130 7) - (130 0)	12,40	1,47	( 9,02. 15,78)	8,46	0,000
(130 10) - (130 0)	11,63	1,47	( 8,25. 15,01)	7,94	0,000
(135 0) - (130 0)	-0,00	1,47	( -3,38. 3,38)	-0,00	1,000
(135 3) - (130 0)	19,27	1,47	( 15,89. 22,65)	13,15	0,000
(135 7) - (130 0)	21,91	1,47	( 18,53. 25,29)	14,95	0,000
(135 10) - (130 0)	21,40	1,47	( 18,02. 24,78)	14,60	0,000
(130 7) - (130 3)	4,83	1,47	( 1,45. 8,21)	3,29	0,011
(130 10) - (130 3)	4,06	1,47	( 0,68. 7,44)	2,77	0,024
(135 0) - (130 3)	-7,57	1,47	(-10,95. -4,19)	-5,16	0,001
(135 3) - (130 3)	11,70	1,47	( 8,32. 15,08)	7,98	0,000
(135 7) - (130 3)	14,34	1,47	( 10,96. 17,72)	9,79	0,000
(135 10) - (130 3)	13,83	1,47	( 10,45. 17,21)	9,44	0,000
(130 10) - (130 7)	-0,77	1,47	( -4,14. 2,61)	-0,52	0,616
(135 0) - (130 7)	-12,40	1,47	(-15,78. -9,02)	-8,46	0,000
(135 3) - (130 7)	6,87	1,47	( 3,49. 10,25)	4,69	0,002
(135 7) - (130 7)	9,52	1,47	( 6,14. 12,90)	6,49	0,000
(135 10) - (130 7)	9,01	1,47	( 5,63. 12,39)	6,15	0,000
(135 0) - (130 10)	-11,63	1,47	(-15,01. -8,25)	-7,94	0,000
(135 3) - (130 10)	7,64	1,47	( 4,26. 11,02)	5,21	0,001
(135 7) - (130 10)	10,28	1,47	( 6,90. 13,66)	7,02	0,000
(135 10) - (130 10)	9,77	1,47	( 6,39. 13,15)	6,67	0,000
(135 3) - (135 0)	19,27	1,47	( 15,89. 22,65)	13,15	0,000
(135 7) - (135 0)	21,91	1,47	( 18,53. 25,29)	14,95	0,000
(135 10) - (135 0)	21,40	1,47	( 18,02. 24,78)	14,60	0,000
(135 7) - (135 3)	2,64	1,47	( -0,74. 6,02)	1,80	0,109
(135 10) - (135 3)	2,13	1,47	( -1,25. 5,51)	1,46	0,184
(135 10) - (135 7)	-0,51	1,47	( -3,89. 2,87)	-0,35	0,737

Nivel de confianza simultánea = 61,17%

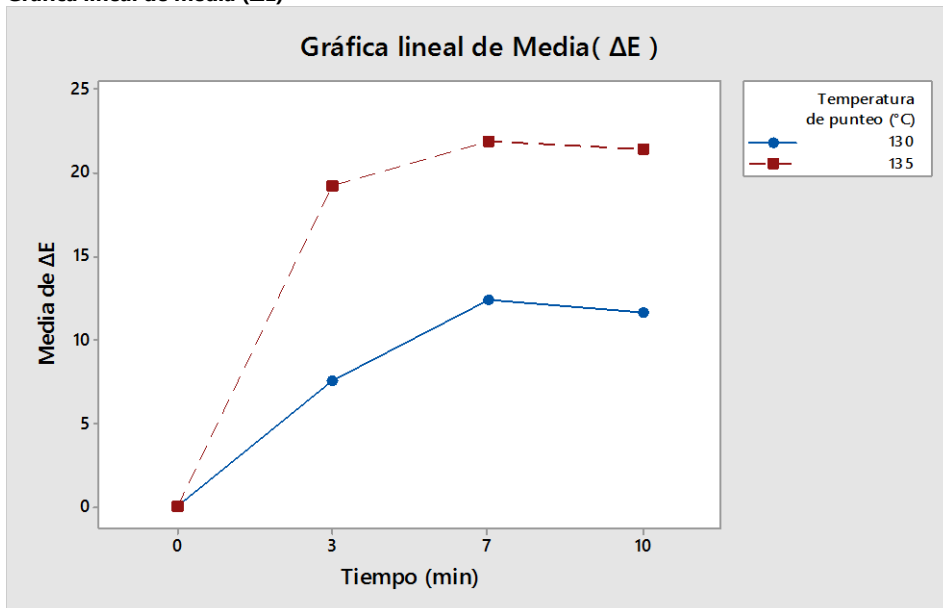
### ICs individuales de 95% de Fisher



### Gráficas de interacción para $\Delta E$



### Gráfica lineal de media ( $\Delta E$ )



## Anexo 5. ANOVA actividad de agua de panela granulada

### 5.1 ANOVA unidireccional: Actividad de agua vs. Temperatura de punteo

Método

Hipótesis nula                    Todas las medias son iguales  
Hipótesis alterna                Por lo menos una media es diferente  
Nivel de significancia         $\alpha = 0,05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Temperatura de punteo	2	130. 135

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura de punteo	1	0,001005	0,001005	3,97	0,074
Error	10	0,002530	0,000253		
Total	11	0,003534			

Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,0159046	28,43%	21,27%	0,00%

Medias

Temperatura de punteo	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
130	6	0,55995	0,02206	(0,54548. 0,57442)
135	6	0,54165	0,00441	(0,52718. 0,55612)

Desv.Est. agrupada = 0,0159046

### Comparaciones en parejas de Fisher

Agrupar información utilizando el método LSD de Fisher y una confianza de 95%

Temperatura de punteo	N	Media	Agrupación
130	6	0,55995	A
135	6	0,54165	A

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Pruebas individuales de Fisher para diferencias de las medias

Diferencia de niveles	Diferencia de las medias	EE de diferencia	IC de 95%	Valor T	Valor p ajustado
135 - 130	-0,01830	0,00918	(-0,03876. 0,00216)	-1,99	0,074

Nivel de confianza simultánea = 95,00%

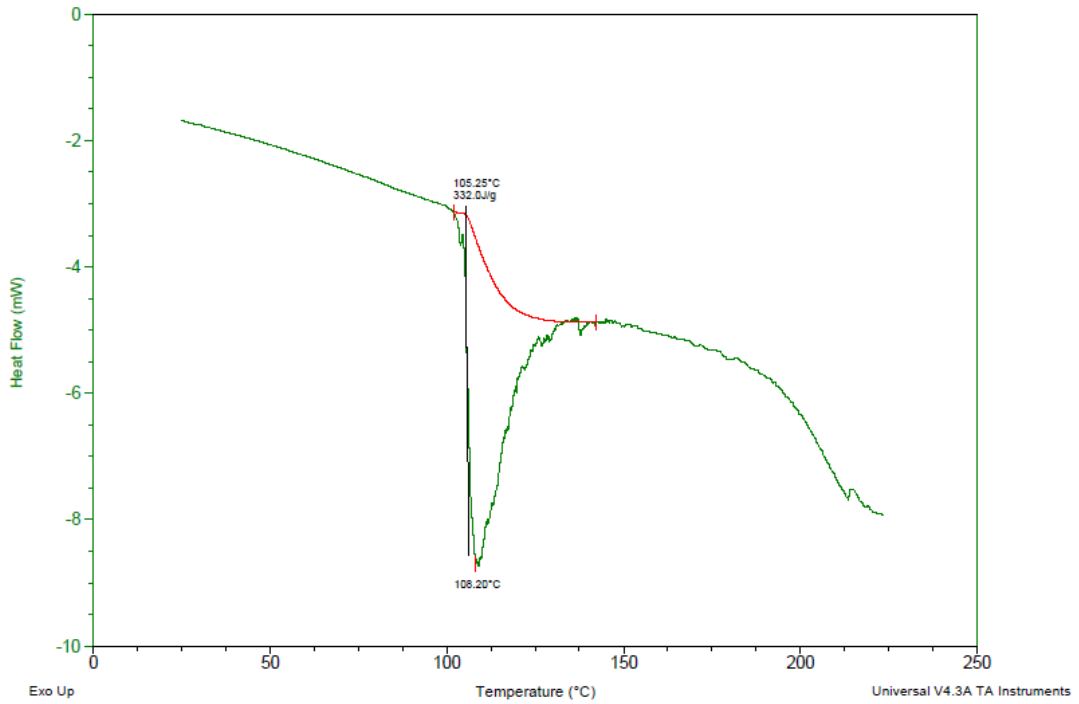
## Anexo 6. Análisis térmico de muestras de miel de caña

### 6.1 Análisis térmico Miel de caña 1A

Sample: A1  
Size: 1.9000 mg  
Method: pva-cs-tio-4mkoh

DSC

File: C:\...Escritorio\Miel\A1\A1.002  
Operator: Marisela  
Run Date: 27-Mar-2017 09:12  
Instrument: DSC Q100 V9.8 Build 296

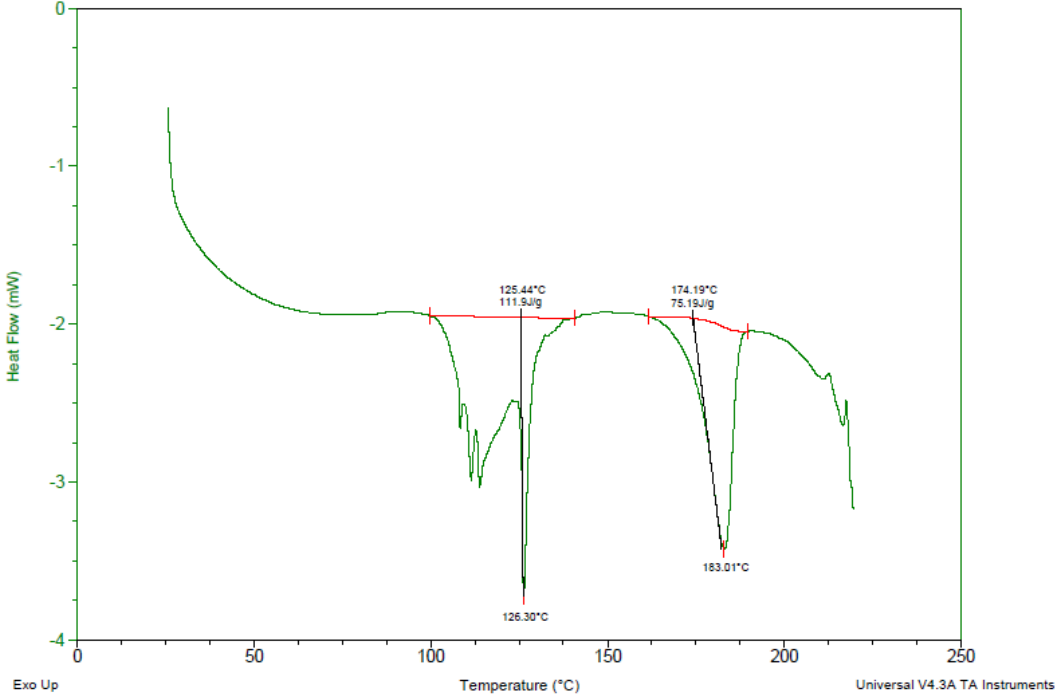


## 6.2 Análisis térmico miel de caña 1B

Sample: C1  
Size: 2.1000 mg  
Method: B2

DSC

File: C:\...Escritorio\Miel\C1\C1.001  
Operator: Marisela  
Run Date: 27-Mar-2017 16:46  
Instrument: DSC Q100 V9.8 Build 296

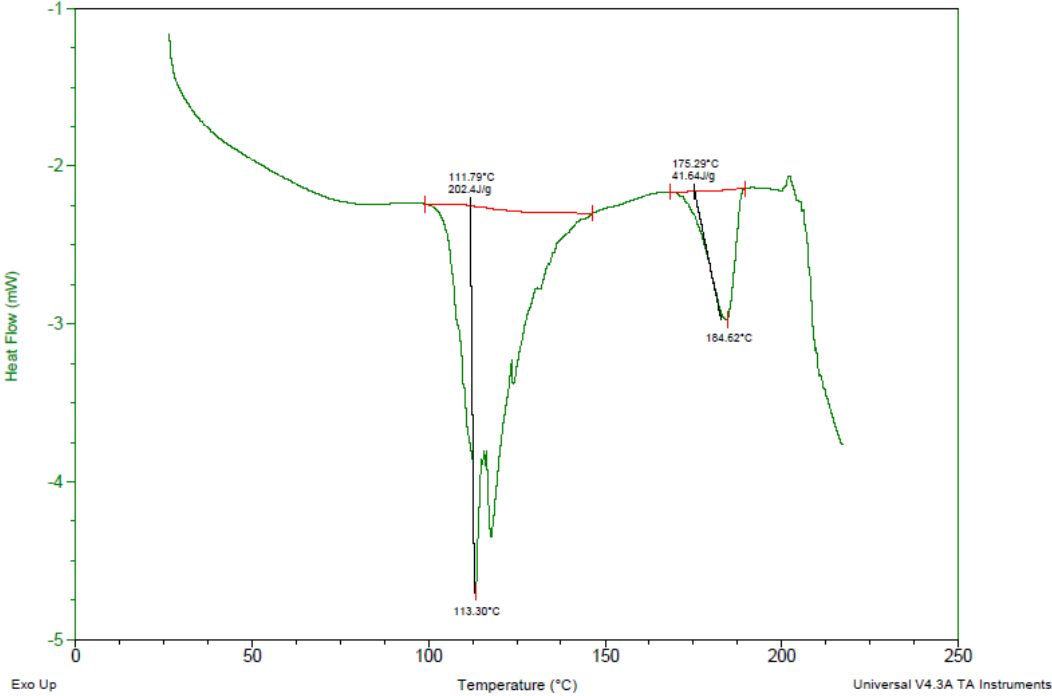


### 6.3 Análisis térmico miel de caña 2A

Sample: B1  
Size: 2.0000 mg  
Method: B2

DSC

File: C:\...Escritorio\MielB1\B1.001  
Operator: Marisela  
Run Date: 27-Mar-2017 16:11  
Instrument: DSC Q100 V9.8 Build 296





### 6.4 Análisis térmico miel de caña 2B

Sample: D1  
Size: 1.8000 mg  
Method: B2

DSC

File: C:\...Escritorio\Miel\D1\D1.001  
Operator: Mañsela  
Run Date: 27-Mar-2017 17:22  
Instrument: DSC Q100 V9.8 Build 296

