



UNIVERSIDAD  
**NACIONAL**  
DE COLOMBIA

# **Secado por aspersión de mieles de caña como base para la obtención de productos instantáneos de panela**

**Laura Marcela Palacios Corredor**

Universidad Nacional de Colombia  
Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química y Ambiental.  
Bogotá, Colombia  
2020



# **Secado por aspersión de mieles de caña como base para la obtención de productos instantáneos de panela**

**Laura Marcela Palacios Corredor**

Tesis o trabajo de investigación presentada(o) como requisito parcial para optar al título  
de:

**Doctora en Ingeniería – Ingeniería Química.**

Director:

Paulo César Narváez Rincón

Codirector:

Alvaro Orjuela Londoño

Línea de Investigación:

Biorefinerías y Biorefinación

Grupo de Investigación:

Procesos Químicos y Bioquímicos

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química y Ambiental.

Bogotá, Colombia

2020



*(Dedicatoria o lema)*

*A DIOS por guiarme.*

*A MI HIJA por ser mi mayor motivación y darle sentido a mi vida.*

*A mi familia por su apoyo incondicional.*



## **Agradecimientos**

A Dios, por iluminarme y guiarme siempre.

A la Universidad Nacional de Colombia, por ser mi segunda casa y por permitirme crecer a nivel académico y profesional.

A Paulo Cesar Narváez y Alvaro Orjuela, por el apoyo y la paciencia durante el desarrollo de este proyecto.

A la profesora Coralia Osorio, por el apoyo en la fase experimental y por compartir su conocimiento.

A los operarios del Laboratorio de Ingeniería Química, en especial a Ricardo Cortés, por su colaboración amable, oportuna y por su valiosa amistad.

Al Centro Agroindustrial y Empresarial SENA, por facilitarnos el acceso a la planta Experimental de Producción de Panela ubicada en Tobia, municipio de Nimaima en Cundinamarca (Colombia), por la asesoría en aspectos operativos y técnicos de las diferentes etapas del proceso productivo y por suministrarnos las cañas y las mieles utilizadas como insumo para el proceso de secado por aspersión.

A Juliana, razón de inicio y fin de este proyecto, por fortalecerme y darme motivos para continuar pese a los problemas de salud vividos.

A mi mamá por estar presente durante mi proceso formativo apoyándome. A David, por su apoyo en la fase experimental. A mi familia, por su apoyo e interés en todo momento.

A los Amigos, compañeros de posgrado y personas que de una u otra manera contribuyeron al desarrollo del proyecto.





## Resumen

En este proyecto se desarrolló un proceso de instantanización de panela usando la técnica de secado por aspersión de mieles de caña. La técnica permite superar los problemas típicos de aglomeración, apelmazamiento y pegajosidad, y minimizar el uso de agentes encapsulantes que afecten las propiedades sensoriales del producto en polvo obtenido. Se estudiaron los principales factores que afectan el secado por aspersión de alimentos con alto contenido de azúcar: propiedades fisicoquímicas y reológicas de las mieles (perfil de azúcares, densidad, tensión superficial y viscosidad) y condiciones de operación en el secado (diámetro de la boquilla del atomizador y relación de flujo de aire y de alimento). En el estudio se emplearon mieles de caña obtenidas en los trapiches de tres de los departamentos con mayor producción de panela en el país (Cundinamarca, Boyacá y Valle). Se establecieron las mejores condiciones de operación para maximizar el rendimiento y la tasa de recuperación del producto en polvo en el proceso de secado, con y sin el uso de aditivos. Adicionalmente, al producto en polvo sin aditivos se le realizó el análisis químico de los aportantes de aroma de la panela (metil pirazina, furfural, ácido propanoico), los cuales se mantuvieron estables durante al menos 3 meses, a temperaturas de almacenamiento entre 15 y 24°C, y humedades relativas menores a 50%. Igualmente, se estableció que el uso de aditivos formadores de película (diferentes a maltodextrina) en concentraciones menores al 2% en peso, permite incrementar sustancialmente la recuperación del polvo, sin afectar su espectro sensorial. Finalmente, se planteó un modelo del proceso de secado, basado en dinámica de fluidos computacional (CFD), el cual que servirá de herramienta para el escalado posterior a nivel industrial.

Palabras clave: Secado por aspersión, panela, mieles de caña, instantanización, productos en polvo.

## Abstract

This project developed a process for the spray drying of sugar cane honeys. The obtained technique allows overcoming typical agglomeration, caking and stickiness problems, and to minimize the use of encapsulating agents that negatively affect sensory attributes of the obtained powder product. The main factors affecting the spray drying of high-sugar content foods were studied: physicochemical and rheological properties of the honeys (sugars profile, density, surface tension and viscosity) and operating conditions (atomizer nozzle diameter, and air and feed flow ratio). In the study, the processed sugar cane honeys were obtained from sugarcane mills (trapiches) of three departments with the highest production of panela in the country (Cundinamarca, Boyacá and Valle). The best set of operating conditions were defined in order to ensure a high powder yield and recovery rate, with and without the use of additives during the drying process. Additionally, the samples without the additives were chemical analysis of the flavoring agents of panela (methyl pyrazine, furfural, propanoic acid) was carried out, and it was observed that those were stable under environmental conditions for at least 3 months, at storage temperatures between 15 and 24 ° C, and relative humidity less than 50%. It was also established that the use of film-forming additives (different from maltodextrin) in concentrations of less than 2% by weight enables a higher powder recovery without affecting the sensory spectrum of the product. Finally, a computational fluid dynamics (CFD) model was proposed for the spray drying process, and it can serve as a tool for subsequent up-scaling at the industrial level.

**Keywords: Spray drying, Panela, Sugarcane honey, instantizing, Powder product.**

# Contenido

	<i>Pág.</i>
<b>Resumen</b> .....	<b><i>IX</i></b>
<b>Abstract</b> .....	<b><i>X</i></b>
<b>Lista de figuras</b> .....	<b><i>XV</i></b>
<b>Lista de tablas</b> .....	<b><i>XIX</i></b>
<b>Lista de Símbolos y abreviaturas</b> .....	<b><i>XXI</i></b>
<b>Introducción</b> .....	<b><i>1</i></b>
<b>1. Marco Conceptual</b> .....	<b><i>5</i></b>
<b>1.1. Mieles y Panela</b> .....	<b><i>5</i></b>
1.1.1. Proceso de producción .....	<i>7</i>
1.1.2. Factores que afectan la calidad de mieles y panela .....	<i>10</i>
1.1.3. Antecedentes en caracterización de mieles y panela .....	<i>11</i>
1.1.4. Generalidades de la actividad productiva .....	<i>17</i>
<b>1.2. Nuevos desarrollos para el sector panelero</b> .....	<b><i>19</i></b>
<b>1.3. Secado por aspersión (Spray Drying)</b> .....	<b><i>20</i></b>
1.3.1. Atomización .....	<i>22</i>
1.3.2. Contacto gotas atomizadas – aire. ....	<i>24</i>
1.3.3. Secado de las gotas .....	<i>24</i>
1.3.4. Separación de las partículas. ....	<i>26</i>
<b>1.4. Factores críticos del secado por aspersión</b> .....	<b><i>26</i></b>
1.4.1. Configuración física .....	<i>28</i>
1.4.2. Características de la matriz alimentada .....	<i>31</i>
1.4.3. Condiciones de operación .....	<i>32</i>
1.4.4. Propiedades del producto .....	<i>33</i>
Contenido de humedad y actividad acuosa .....	<i>33</i>
Plastificación .....	<i>34</i>
<b>1.5. Secado por aspersión de alimentos con alto contenido de azúcar</b> .....	<b><i>34</i></b>
1.5.1. Secado por aspersión de jugos de caña .....	<i>36</i>
1.5.2. Uso de aditivos para disminuir la pegajosidad .....	<i>38</i>

<b>1.6. Modelos matemáticos para el secado por aspersión de alimentos</b> .....	<b>39</b>
1.6.1. Dinámica de fluidos computacional-CFD.....	42
<b>2. Problema de Investigación</b> .....	<b>45</b>
2.1. Descripción del problema .....	45
2.2. Hipótesis científica .....	46
2.3. Objetivo general .....	46
2.4. Objetivos específicos.....	47
2.5. Metodología .....	47
<b>3. Caracterización de las mieles de caña panelera</b> .....	<b>53</b>
3.1. Introducción.....	53
3.2. Materia prima .....	54
3.3. Caracterización Físicoquímica - métodos.....	55
3.3.1. Contenido de sólidos solubles (°Brix) .....	55
3.3.2. pH .....	55
3.3.3. Acidez .....	55
3.3.4. Cenizas.....	56
3.3.5. Humedad .....	57
3.3.6. Contenido de azúcares reductores y sacarosa .....	57
3.3.7. Densidad .....	57
3.3.8. Análisis Proximal.....	58
3.3.9. Contenido de minerales .....	58
3.3.10. Viscosidad .....	58
3.3.11. Capacidad calorífica.....	59
3.3.12. Análisis estadístico.....	59
3.4. Resultados y análisis.....	60
3.4.1. Análisis pH y acidez en mieles de panela en bloque .....	60
3.4.2. Análisis pH, acidez y humedad en mieles de panela granulada .....	61
3.4.3. Análisis del perfil de azúcares de las mieles de panela granulada. ....	62
3.4.4. Análisis de densidad de las mieles de panela granulada.....	64
3.4.5. Análisis proximal de las mieles de panela granulada a 70°Brix .....	66
3.4.6. Análisis contenido de minerales.....	67
3.4.7. Viscosidad .....	68
3.4.8. Capacidad calorífica (cp).....	71
<b>4. Secado por aspersión de mieles de caña</b> .....	<b>75</b>
4.1. Introducción.....	75
4.2. Equipos.....	76
4.3. Fase exploratoria .....	79

4.3.1.	Materiales.....	79
4.3.2.	Métodos de análisis.....	79
4.3.3.	Diseño experimental .....	80
4.3.4.	Resultados y análisis.....	80
<b>4.4.</b>	<b>Fase de definición de la región de trabajo .....</b>	<b>83</b>
4.4.1.	Materiales.....	83
4.4.2.	Métodos de análisis.....	83
4.4.3.	Diseño experimental .....	85
4.4.4.	Resultados y análisis.....	86
<b>4.5.</b>	<b>Fase optimización.....</b>	<b>90</b>
4.5.1.	Materiales.....	90
4.5.2.	Métodos de análisis.....	90
4.5.3.	Diseño experimental .....	91
4.5.4.	Análisis estadístico.....	93
4.5.5.	Resultados y análisis.....	94
<b>4.6.</b>	<b>Fase mejoramiento .....</b>	<b>106</b>
4.6.1.	Materiales.....	106
4.6.2.	Métodos de análisis.....	106
4.6.3.	Diseño experimental .....	107
4.6.4.	Resultados y análisis.....	108
<b>4.7.</b>	<b>Caracterización del producto en polvo .....</b>	<b>112</b>
4.7.1.	Materiales.....	112
4.7.2.	Métodos de análisis.....	113
4.7.3.	Resultados y análisis.....	116
<b>5.</b>	<b>Modelamiento.....</b>	<b>133</b>
<b>5.1.</b>	<b>Modelo CFD Global.....</b>	<b>133</b>
5.1.1.	Modelo Fase continua .....	134
5.1.2.	Modelo Fase discreta .....	139
<b>5.2.</b>	<b>Propiedades de los fluidos .....</b>	<b>143</b>
<b>5.3.</b>	<b>Condiciones de frontera y configuración del modelo .....</b>	<b>143</b>
<b>5.4.</b>	<b>Etapas del modelamiento CFD .....</b>	<b>145</b>
<b>5.5.</b>	<b>Estimación de los perfiles térmicos en la cámara de secado.....</b>	<b>147</b>
<b>5.6.</b>	<b>Resultados y discusión.....</b>	<b>148</b>
5.1.1.	Validación del modelo CFD.....	152
<b>6.</b>	<b>Conclusiones y recomendaciones .....</b>	<b>159</b>
<b>6.1.</b>	<b>Conclusiones .....</b>	<b>159</b>
<b>6.2.</b>	<b>Recomendaciones .....</b>	<b>163</b>
<b>A.</b>	<b>Anexo: curvas de calibración .....</b>	<b>165</b>

<b>B. Anexo: Algunos modelos de secado por aspersión de alimentos como referentes</b>	<b>169</b>
<b>C. Anexo: Modelos de secado por aspersión basados en números adimensionales y considerando boquilla de dos fluidos .....</b>	<b>182</b>
<b>Bibliografía .....</b>	<b>191</b>

## Lista de figuras

	<b>Pág.</b>
<b>Figura 1-1.</b> Proceso productivo para la obtención de panela en un trapiche .....	8
<b>Figura 1-2.</b> Factores que afectan la calidad de mieles y panela. ....	11
<b>Figura 1-3.</b> Participación de los departamentos en la producción nacional de panela 2017. ....	18
<b>Figura 1-4.</b> Países destino de las exportaciones de panela colombiana 2014-2017. ....	18
<b>Figura 1-5.</b> Representación esquemática de un sistema de secado por aspersion. ....	21
<b>Figura 1-6.</b> Mecanismo de formación de la gota.....	22
<b>Figura 1-7.</b> Factores críticos del secado por aspersion asociados con las características del producto final. .	27
<b>Figura 1-8.</b> Tipos de contacto aire-gota. ....	28
<b>Figura 1-9.</b> Tipos de atomizadores. ....	29
<b>Figura 1-10.</b> Distribución de tamaño de partícula para diferentes sistemas de atomización .....	31
<b>Figura 1-11.</b> Etapas del enfoque CFD .....	43
<b>Figura 3-1.</b> Densidad en función de la temperatura para las mieles. ....	65
<b>Figura 3-2.</b> Curvas de Fluidez para mieles de 70 °Brix. ....	69
<b>Figura 3-3.</b> Viscosidad en función de la temperatura. ....	70
<b>Figura 3-4.</b> Capacidad calorífica en función de la temperatura. ....	72
<b>Figura 4-1.</b> Secador por aspersion LabPlant SD-06 y Mini Buchi-290.....	77
<b>Figura 4-2.</b> Planos del Secador por aspersion LabPlant SD-06. Vista frontal con las dimensiones de a) la cámara de secado y b) el ciclón. ....	78
<b>Figura 4-3.</b> Tipos de productos obtenidos en la segunda fase experimental: a) deposición del producto en las paredes de la cámara difícil de recuperar, b) producto en polvo recuperado y c) mieles sin secar. ....	88
<b>Figura 4-4.</b> Producto en polvo y en disolución después de 50 días de almacenamiento.....	90
<b>Figura 4-5.</b> Superficie de respuesta de la recuperación de producto en polvo en función de: a) La concentración de las mieles y el flujo de aire de secado; b) La concentración de las mieles y el flujo de las mieles alimentadas. ....	97
<b>Figura 4-6.</b> Efectos sobre la recuperacion de producto en polvo: a) Diagrama de Pareto de efectos estandarizados; b) Efectos de los seis factores principales.....	98
<b>Figura 4-7.</b> Superficie de respuesta de la higroscopicidad del producto en polvo en función de: a) Diámetro de la boquilla y el flujo de la miel; b) Flujo de aire de secado y el flujo de la miel. ....	99
<b>Figura 4-8.</b> Efectos sobre la higroscopicidad del producto en polvo a) Diagrama de efectos estandarizados; b) Efectos de los seis factores principales. ....	100
<b>Figura 4-9.</b> Superficie de respuesta del contenido de humedad del producto en polvo en función de: a) Temperatura del aire de secado y temperatura de la miel alimentada; b) Concentración de las miles y temperatura del aire de secado. ....	101
<b>Figura 4-10.</b> Efectos sobre el contenido de humedad del producto en polvo: a) Diagrama de efectos estandarizados; b) Efectos de los seis factores principales. ....	102

<b>Figura 4-11.</b> Superficie de respuesta de las pérdidas (mieles sin secar) en función de: a) Temperatura del aire y temperatura de la miel; b) Temperatura del aire y el flujo de la miel alimentada. ....	103
<b>Figura 4-12.</b> Efectos sobre las pérdidas (% de mieles sin secar): a) Diagrama de efectos estandarizados ;b) Efectos de los seis factores principales . ....	103
<b>Figura 4-13.</b> Gráfica de optimización del diseño Box – Behnken. ....	104
<b>Figura 4-14.</b> Recuperación efectiva de producto en polvo obtenida por secado por aspersión de mieles de caña panelera sin y con aditivos en dos equipos Labplant SD- 06 y Mini Buchi 290.....	112
<b>Figura 4-15.</b> Densidad aparente de panela granulada y secada por aspersión. ....	118
<b>Figura 4-16.</b> Isotermas de adsorción de humedad de panela granulada y miel de caña secada por aspersión a 25°C .....	120
<b>Figura 4-17.</b> Segmento de las Isotermas de adsorción de humedad de panela granulada comercial y producto secado por aspersión a 25°C .....	120
<b>Figura 4-18.</b> Isotermas de adsorción de humedad de panela granulada (DP) .....	121
<b>Figura 4-19.</b> Isotermas de adsorción de humedad de panela secado por aspersión a 25°C y 35°C. ....	122
<b>Figura 4-20.</b> Isotermas de adsorción de humedad de panela secado por aspersión con aditivos a 25°C y 35°C .....	122
<b>Figura 4-21.</b> Isotermas de adsorción de humedad y el ajuste al modelo BET y GAB de panela secado por aspersión a 25°C.....	124
<b>Figura 4-22.</b> Micrografías obtenidas por SEM a 200x del producto en polvo obtenido por secado por aspersión a partir de a) mieles 50°Brix, b) mieles 50°Brix: SPI, 98,5:1,5, c) mieles 50°Brix: Cac, 98,5:1,5, d) mieles 50°Brix: WPC, 98:2.....	125
<b>Figura 4-23.</b> Distribución del diámetro de partícula para producto en polvo (SA y SAA) obtenido a partir de mieles con y sin aditivos.....	127
<b>Figura 4-24.</b> Estabilidad al ambiente no controlado de los productos en polvo (SA y SAA) y de panela granulada(G).....	128
<b>Figura 4-25.</b> Análisis granulométrico de producto obtenido por secado por aspersión y panela granulada. ....	129
<b>Figura 4-26.</b> Contenido de flavonoides totales en producto en polvo de diferente tamaño de partícula obtenido por secado por aspersión y panela granulada.....	130
<b>Figura 4-27.</b> Contenido de fenoles totales en producto en polvo de diferente tamaño de partícula obtenido por secado por aspersión y panela granulada.....	131
<b>Figura 4-28.</b> Parámetros de color en producto en polvo de diferente tamaño de partícula obtenido por secado por aspersión y panela granulada .....	131
<b>Figura 5-1.</b> Los modelos y submodelos que conforman el modelo global CFD del proceso de secado por aspersión.....	134
<b>Figura 5-2.</b> Malla generada para la unidad de secado por aspersión experimental. a) Vista isométrica; entrada de la boquilla de alimentación en color azul, b) Detalle de malla de la boquilla de alimentación...136	136
<b>Figura 5-3.</b> Etapa de pre procesamiento del modelamiento CFD .....	146
<b>Figura 5-4.</b> Metodología seguida en el modelamiento CFD del proceso de secado por aspersión de mieles de caña. ....	146
<b>Figura 5-5.</b> Puntos de medición de temperatura para reproducir el perfil térmico central de la cámara de secado.....	147
<b>Figura 5-6.</b> Resultados CFD: Contorno de velocidad para la cámara de secado: a) vectores de velocidad en la pared de la cámara de secado y vaso colector, b) velocidad en el interior de la cámara de secado en el plano central y c) b) Contornos de velocidad en la boquilla de entrada en escala de 0-1.1 m / s. ....	151
<b>Figura 5-7.</b> Curva de ajuste entre la temperatura CFD y experimental .....	154



<b>Figura 5-8.</b> Perfiles térmicos en la cámara de secado .....	155
<b>Figura 5-9.</b> Resultados del modelado 3D CFD. a) Volumen muerto con velocidades por debajo de $5e-4$ m / s, b) Comportamiento térmico en el sistema de atomización. ....	156
<b>Figura 5-10.</b> Perfil de temperatura de partículas sólidas con el secador por aspersion resultante del uso de la cinética de secado de gotitas en dos etapas. a) Perfil de temperatura de las partículas durante el proceso de secado, b) cinética de secado de gotitas conceptual en dos etapas (Mezhericher et al., 2010).....	157
<b>Figura A-1.</b> Curva de calibración de Glucosa – HPLC. ....	165
<b>Figura A-2.</b> Curva de calibración de Sacarosa – HPLC .....	165
<b>Figura A-3.</b> Curva de calibración de Fructosa – HPLC.....	166
<b>Figura A-4.</b> Cromatograma del patrón 40 mg/ml, 8 mg/ml y 6 mg/ml de Sacarosa, Glucosa y Fructosa respectivamente. ....	166
<b>Figura A-5.</b> Cromatograma mieles 60 °Brix, trapiche SENA. ....	167
<b>Figura B-1.</b> Geometría de la cámara de secado y cinética de secado de la gota en dos etapas adoptado para el modelo Mezhericher (2010).....	169
<b>Figura B-2.</b> Descripción grafica del modelo “population balance model (PBEs)” .....	178
<b>Figura C-1.</b> Balance de materia y energía del secado por aspersion de mieles de caña. ....	183



## Lista de tablas

**Pág.**

<b>Tabla 1-1.</b> Composición de panela en bloque y granulada.....	6
<b>Tabla 1-2.</b> Métodos de análisis de las propiedades de jugos y mieles de caña panelera.....	13
<b>Tabla 1-3.</b> Métodos de caracterización y propiedades fisicoquímicas de jugos y mieles.....	14
<b>Tabla 1-4.</b> Modelos matemáticos para viscosidad, capacidad calorífica y densidad de mieles de caña.....	16
<b>Tabla 1-5.</b> Propiedades físicas de azúcares y la pegajosidad durante el secado por aspersión.....	35
<b>Tabla 1-6.</b> Principales Investigaciones sobre secado por aspersión de jugos de caña.....	37
<b>Tabla 3-1.</b> Tiempos de procesamiento de las mieles en la etapa de evaporación para cada muestra tomada para el Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV).....	55
<b>Tabla 3-2.</b> Propiedades de mieles de dos molindas, provenientes del trapiche SENA.....	60
<b>Tabla 3-3.</b> Propiedades fisicoquímicas de mieles de 50,60 y 70 °Brix, provenientes del trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV).....	61
<b>Tabla 3-4.</b> Perfil de azúcares de las mieles de caña provenientes del trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV).....	63
<b>Tabla 3-5.</b> Densidad de mieles de caña en función de temperatura y la concentración del Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV).....	64
<b>Tabla 3-6.</b> Análisis proximal para mieles 70°Brix para dos trapiches.....	66
<b>Tabla 3-7.</b> Minerales en mieles de 70 °Brix de tres trapiches.....	67
<b>Tabla 3-8.</b> Viscosidad de mieles de caña a diferentes concentraciones y temperaturas. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV).....	69
<b>Tabla 3-9.</b> Parámetros del modelo de Arrhenius para la viscosidad de las mieles a diferentes concentraciones.....	70
<b>Tabla 3-10.</b> Capacidad calorífica de mieles a diferentes temperaturas y concentraciones. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV).....	72
<b>Tabla 4-1.</b> Información técnica del secador LabPlant SD-06 y del mini Buchi-290.....	77
<b>Tabla 4-2.</b> Condiciones de operación fase experimental exploratoria del secado por aspersión de soluciones reconstituidas de panela.....	80
<b>Tabla 4-3.</b> Condiciones de operación fase experimental exploratoria del secado de mieles de caña para panela en bloque.....	82
<b>Tabla 4-4.</b> Diseño experimental de Plackett-Burman.....	86
<b>Tabla 4-5.</b> Resultados de los ensayos de la segunda fase experimental.....	87
<b>Tabla 4-6.</b> Propiedades fisicoquímicas de mieles y producto en polvo.....	89
<b>Tabla 4-7.</b> Factores y niveles del diseño experimental Box – Behnken.....	92
<b>Tabla 4-8.</b> Variables de respuesta del diseño experimental Box – Behnken.....	92
<b>Tabla 4-9.</b> Datos experimentales del diseño Box – Behnken.....	94

<b>Tabla 4-10. (Cont.).</b> Datos experimentales del diseño Box – Behnken.....	94
<b>Tabla 4-11.</b> Mejores condiciones de operación del proceso de secado por aspersión de mieles de caña de tres concentraciones sin aditivos.....	105
<b>Tabla 4-12.</b> Resultados preliminares del secado por aspersión de mieles con aditivos.....	108
<b>Tabla 4-13.</b> Resultados finales del secado por aspersión de mieles de caña con aditivos.....	109
<b>Tabla 4-14.</b> Tensión superficial y viscosidad de mieles con y sin aditivos.....	111
<b>Tabla 4-15.</b> Propiedades fisicoquímicas de panela granulada y secada por aspersión.....	116
<b>Tabla 4-16.</b> Actividades de agua de soluciones salinas saturadas preparadas a 25°C y 35°C.....	119
<b>Tabla 4-17.</b> Parámetros de los modelos ajustados de BET y GAP de las isotermas del producto en polvo obtenido a partir de mieles de caña a 25°C Y 35°C.....	123
<b>Tabla 5-1.</b> Variables usadas para reemplazar $\varphi$ en la ecuación 5.1.....	135
<b>Tabla 5-2.</b> Construcción de malla 3D y parámetros de calidad.....	137
<b>Tabla 5-3.</b> Parámetros utilizados en el modelo de turbulencia k- $\epsilon$ .....	138
<b>Tabla 5-4.</b> Condiciones de proceso para la configuración de la simulación CFD del secado por aspersión de mieles de caña papelera.....	144
<b>Tabla 5-5.</b> Modelo global CFD del proceso de secado de mieles de caña.....	148
<b>Tabla 5-6.</b> Resultados de las variables de respuesta simuladas por CFD.....	150
<b>Tabla 5-7.</b> Temperaturas experimentales Vs temperaturas CFD durante el proceso de secado por atomización de mieles de caña en el plano central de la cámara de secado.....	153
<b>Tabla C-1.</b> Propiedades térmicas para las mieles de caña y el aire.....	184

# Lista de Símbolos y abreviaturas

## Símbolos con letras latinas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
C	Concentración del soluto p/p	%	Ecuación 1.5.
C <sub>p</sub>	Capacidad calorífica	J/g K	Ecuación 3.7.
D	Diámetro de la gota	m	Ecuación 1.1.
d	Diámetro interno de la boquilla	m	Ecuación 1.1.
D <sub>d</sub>	Tasa de difusión	ml/s	Ecuación 1.5.
E <sub>a</sub>	Energía de activación	J/mol K	Ecuación 3.5.
Eq-p	Peso equivalente del ácido predominante	mg/ mEq	Ecuación 3.1.
$\vec{F}_{DPM}, \vec{F}_{other}, F_{drag,usr}$	Fuerzas	N	Ecuación 5.8.
k <sub>eva</sub>	Tasa de evaporación	ml/s	Ecuación 1.5.
k	Energía cinética turbulenta	J	Ecuación 5.2.
k <sub>T</sub>	Conductividad térmica	W/m K	Ecuación 5.12.
h <sub>c</sub>	Coeficiente convectivo	W/m <sup>2</sup> K	Ecuación 5.12.
M	Masa de la muestra	g	Ecuación 3.1.
$\dot{m}$	Flujo másico	Kg/s	Ecuación 5.9
N	Normalidad del NaOH	mEq/ml	Ecuación 3.1.
P	Masa de la capsula + cenizas	g	Ecuación 3.2.
p	Masa de la capsula	g	Ecuación 3.2.
Pe	Número de Peclet	1	Ecuación 1.5.
r	Radio de la gota	m	Ecuación 1.5.
Re	Número de Reynolds	1	Ecuación 1.4.
S, S <sub>DPM</sub> , S <sub>φ</sub> , S <sub>DPM</sub> ,	Términos de ecuaciones de transporte	1	Ecuación 5.7.
SST	Contenido de sólidos	°Brix	Ecuación 3.1.
T	Temperatura	K	Ecuación 3.4.
U <sub>R</sub>	Velocidad relativa de la gota en el atomizador	m/s	Ecuación 1.3.
$u, u'_1, u'_2, u'_3, \vec{u}, \vec{u}_p, \vec{u}_q, \vec{u}_{DPM}, \vec{u}_{pq}$	Vector velocidad	m/s	Ecuación 5.2
V	Volumen de NaOH gastado en la titulación	l	Ecuación 3.1.
$\vec{v}$	Vector velocidad	m/s	Ecuación 5.1.
We	Número de Weber	1	Ecuación 1.4.

## Símbolos con letras griegas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
$\rho_A$	Densidad del aire	Kg/m <sup>3</sup>	Ecuación 1.3.
$\sigma$	Tensión superficial	mN/m	Ecuación 1.3.
$\rho_L$	Densidad del líquido	Kg/m <sup>3</sup>	Ecuación 1.4.
$\mu$	Viscosidad	mpa.s	Ecuación 1.4.
$\rho$	Densidad	g/ml	Ecuación 3.4.
$\beta_A$	Constante de Arrhenius	1	Ecuación 3.5.
$\Gamma$	Coeficiente de difusión de $\varphi$	1	Ecuación 5.1.
$\varphi$	Cualquier propiedad de transporte	1	Ecuación 5.1.
$\varepsilon$	Tasa de disipación de la energía cinética turbulenta	1	Ecuación 5.3
$\nabla$	Vector gradiente	1	Ecuación 5.1.

## Subíndices

Subíndice	Término
<i>a</i>	Aire, fracción de aire seco
<i>atm</i>	Atmosférico
<i>cr</i>	Partícula de la coraza
<i>d</i>	Gota
<i>diff</i>	Difusión
<i>f</i>	Punto final del proceso de secado
<i>flow</i>	Flujo forzado
<i>g</i>	Agente desecante
<i>i</i>	Interface núcleo húmedo-corteza
<i>m</i>	Mezcla aire - vapor
<i>p</i>	Partícula, partícula primaria
<i>r</i>	Dirección radial
<i>s</i>	Fracción de sólidos en la superficie
<i>v</i>	Vapor
<i>w</i>	Agua

## Superíndices

Superíndice	Término
n	Exponente, potencia

## Abreviaturas

### Abreviatura Término

---

<i>AOAC</i>	Asociación de Químicos Analíticos Oficiales
<i>Bs</i>	Base Seca
<i>Cac</i>	Caseinato de Sodio
<i>CFD</i>	Dinámica de Fluidos Computacional
<i>DP</i>	Panela Doña Panela
<i>DPM</i>	Modelo de Fase Discreta
<i>DV</i>	Panela Dulce Vida
<i>FFAP</i>	
<i>HPDSC</i>	Calorimetría de Barrido Diferencial de alta presión
<i>HPLC</i>	Cromatografía Líquida de alta eficacia
<i>LMS</i>	Surfactantes de bajo peso molecular
<i>NTC</i>	Norma Técnica Colombiana
<i>PBM</i> s	Population Balance Model
<i>RANS</i>	Ecuaciones de Reynolds promediadas de Navier Stokes
<i>SPI</i>	Proteína de Soya Aislada
$T_g$	Transición Vítrea
<i>UDF</i>	Funciones Definidas por el Usuario
<i>WPC</i>	Proteína de Suero de Leche Concentrada





## Introducción

La panela es el producto de la deshidratación y concentración del jugo extraído de la caña de azúcar sin centrifugar y sin refinar, que conserva los macronutrientes originales de la caña. Según la FAO, la producción de panela se lleva a cabo en 28 países, siendo India, Colombia, Pakistán, China y Brasil, los principales productores (FAO, 2017; W. Jaffé, 2012). En Colombia, la producción de panela es una de las actividades agrícolas de mayor importancia económica y social, con una producción de 1,5 millones de toneladas al año en 28 departamentos y 18.473 trapiches. Aproximadamente 350.000 familias están vinculadas a este sector, generando alrededor de 1,2 millones de empleos directos e indirectos (MADR, 2018). Colombia tiene el mayor consumo per cápita de panela en el mundo, y aunque se redujo de 31 kg/(habitante por año) en 1989 a 19,7 kg/(habitante por año) en 2013, se ha mantenido entre 19 y 22 kg/(habitante por año) en los últimos cinco años (Celis, 2017; FAOSTAT, 2017; SIOC, 2010).

A pesar de lo anterior, y de contar con el interés y esfuerzo de entidades privadas y gubernamentales para apoyar el desarrollo tecnológico del sector y la innovación en producto (Ministerio de Agricultura, SENA, ProColombia, asociaciones de productores, empresas privadas, etc.), esta agroindustria ha sido tradicionalmente artesanal, presentando una capacidad de desarrollo tecnológico bastante limitada (SENA, 2014), lo que se relaciona con el tipo de unidades productivas. El 90% de estas son de pequeña escala y tienen dificultades para su modernización (Fedepanela, 2018). Es por esto que se hace evidente la necesidad de tecnificación y estandarización de procesos y productos del sector panelero. En particular, las presentaciones comerciales tradicionales de la panela (bloque, piloncillo, en pastillas y granulada) no responden completamente a los

requerimientos de calidad y conveniencia para los consumidores finales de agentes endulzantes y para la industria de alimentos (Guerra & Mujica, 2010). En el mercado mundial las ventas de los sustitutos naturales del azúcar refinado, como estevia, azúcar sin refinar, jarabe de arce, melaza, malta de cebada, jarabe de arroz, miel, néctar de agave y panela, fue de alrededor de US\$11,5 millones en el 2014. Para este año se espera que el volumen de ventas llegue a US\$14,4 millones, lo que representa un crecimiento anual del 4,5%. En términos de masa, se estima que el mercado alcanzará alrededor de 17 millones de toneladas en 2019, creciendo a una tasa compuesta anual del 1,0% (AZTI Tecnalia, 2014; Euromonitor, 2015; Langley, 2014). Esto representa un mercado potencial para la panela, si se logra brindar las características deseadas por los consumidores, en particular, calidad, estabilidad y rápida velocidad de disolución (i.e. instantánea).

En un estudio del 2011 elaborado por la Universidad Nacional de Colombia y Fedepanela, se identificó que las técnicas de granulación por batido, aglomeración por extrusión, y el secado por aspersión, podían ser tecnológicas viables para obtención de productos de panela en polvo, con las características requeridas por el mercado. La granulación es una técnica que consiste en el batido manual de las mieles en el “punto de panela”, y su posterior enfriamiento y solidificación en forma de partículas. Esta técnica presenta problemas por la formación sólidos gruesos, la necesidad de molienda y tamizado, y los elevados costos con respecto a la producción de panela en bloque. En cuanto a la aglomeración por extrusión, si bien se estableció su factibilidad a nivel laboratorio, esta técnica requiere altas inversiones y del estudio más detallado para su escalamiento a nivel industrial (Palacios C, 2012). La técnica de secado por aspersión cuenta con un amplio soporte conceptual y ha sido objeto de estudio en las diferentes escalas. Sin embargo, se ha observado que los alimentos alto contenido de azúcar presentan problemas de aglomeración, apelmazamiento y caramelización durante el secado por aspersión. Son justamente estos los retos que se deben superar para permitir el secado de las mieles de caña e incrementar la recuperación del producto en polvo (Adhikari, Howes, Bhandari, & Troung, 2004; Krishnaiah, Nithyanandam, & Sarbatly, 2014; Saavedra-Leos, Grajales-Lagunes, et al., 2012; Truong, Bhandari, & Howes, 2005b, 2005a; S. Wang & Langrish, 2009). En Colombia, Guzmán et al (2002) y Cortés et al (2012), estudiaron el secado por aspersión de jugos de caña con una concentración de 30 °Brix, obteniendo un producto en polvo. Sin embargo, en este caso

fue necesaria la adición de un alto contenido de maltodextrina (20% - 40%). El producto fue inestable a condiciones ambientales, sin el aroma y sabor característico de la panela.

Con base en lo anterior, en este trabajo se busca diseñar un proceso de secado por aspersión (*spray drying*) de mieles de caña para la producción de un producto tipo panela en polvo. Se espera que el proceso permita alta recuperación del producto en polvo, sin afectar el carácter natural de la panela, respondiendo a las necesidades del consumidor final y del usuario industrial, obteniendo una matriz estable al ambiente, y ofreciendo la característica típica de alta velocidad de disolución de un producto de preparación "instantánea".

El desarrollo de este trabajo de investigación, así como los resultados obtenidos, se presenta de la siguiente manera:

En el capítulo 1, se presentan las generalidades del sector panelero a nivel nacional y mundial, se describe el proceso de obtención de panela tradicional, y se resumen algunos indicadores sectoriales. Adicionalmente, se presenta el estado del arte de la técnica de secado por aspersión de alimentos con alto contenido de azúcares, sus elementos críticos, y algunas consideraciones sobre el modelamiento matemático del proceso. En el capítulo 2 se plantea el problema de investigación: la hipótesis, el objetivo general, los objetivos específicos, y la metodología que se llevó a cabo para el desarrollo de este proyecto.

En el capítulo 3 se presentan los resultados de la caracterización fisicoquímica, reológica y calorimétrica de las mieles de caña panelera empleadas como alimento del proceso de secado por aspersión. En esta sección se hace la revisión bibliográfica relacionada con la caracterización de los productos con alto contenido de azúcar (jugos y mieles), y se establecen las técnicas y procedimientos de caracterización para la medición de las propiedades fisicoquímicas. Así mismo, se analizan los datos experimentales obtenidos y se establecen las correlaciones matemáticas que posteriormente se usarán en el modelamiento del proceso de secado por aspersión.

En el capítulo 4 se describe el estudio experimental del proceso de secado por aspersión de mieles de caña panelera para la obtención de un producto instantáneo, el cual se

implementó en cuatro etapas: En la primera etapa o exploratoria, se identifica el tipo y contenido de sólidos de la materia prima, y se establece la región de trabajo. En la segunda etapa, se determina la influencia de las variables de operación (concentración de las mieles, temperatura de entrada y flujos, tanto del aire de calentamiento como del alimento) sobre el porcentaje de recuperación, humedad, higroscopicidad y actividad de agua en el producto obtenido. En la tercera, se establecen las mejores condiciones de operación, minimizando la humedad e higroscopicidad, y maximizando el porcentaje de recuperación del producto en polvo. Por último, en la cuarta etapa se estudia experimentalmente el proceso de secado por aspersión de mieles de caña panelera con la incorporación de aditivos; en este caso se usan bajas concentraciones para no afectar el espectro sensorial del producto obtenido. Se estudió el comportamiento de los formadores de película caseinato de sodio (Cacas), proteína de soya aislada (SPI) y proteína de suero de leche concentrada (WPC). Se evaluó el impacto de estos aditivos sobre la tasa de recuperación, la velocidad de disolución, la higroscopicidad y la estabilidad al ambiente del producto en polvo obtenido.

En el capítulo 5, se presenta el modelamiento y simulación del proceso de secado por aspersión de mieles de caña, usando la herramienta computacional de diseño de proceso CFD. El modelo se desarrolló con base en la experimentación previamente realizada, y considerando las propiedades fisicoquímicas, reológicas y térmicas de las mieles de caña alimentadas. Finalmente, en el capítulo 6 se presentan las conclusiones y recomendaciones producto de la investigación.

# 1. Marco Conceptual

## 1.1. Mieles y Panela

La panela es un producto sólido obtenido de la deshidratación y concentración del jugo extraído de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum L.*), sin centrifugar y sin refinar. Esto le permite conservar los nutrientes originales de la caña, entre ellos: vitaminas, carbohidratos, proteínas, grasas, agua y minerales (De Maria, 2013; H. R. Garcia, 1997; W. R. Jaffé, 2012, 2015). Por esta razón la panela se considera no solo un endulzante sino un alimento (Castellanos, Torres, & Florez, 2010; Fedepanela, 2015; Hernández Ceja, 2014). Por el contenido de micronutrientes, el consumo de panela se ha recomendado para la prevención de anemia y osteoporosis. De igual forma, el contenido de azúcar y proteínas proporciona al cuerpo la energía necesaria para el desarrollo y buen funcionamiento de órganos vitales como músculos, tejidos y el cerebro (W. Jaffé, 2012; Karthikeyan & Samipillai, 2010; Rao, Das, & Das, 2007; Sho, 2001). Otra característica importante de la panela es que contiene azúcares reductores fácilmente metabolizados por el organismo (glucosa y fructosa), como se muestra en la tabla 1-1 (Corpoica, 2007; Superintendencia de Industria y Comercio(SIC), 2012).

Investigaciones recientes han abordado el estudio de sus ventajas nutricionales y sus beneficios para la salud frente a otros endulzantes comerciales (Ceuterick, Vandebroek, Torry, & Pieroni, 2008; Jaffé, 2012b). Considerando el consumo per cápita de panela en Colombia, el aporte energético y de carbohidratos equivale al 20% y 80% respectivamente, del requerimiento diario, según las consideraciones y recomendaciones dadas por el ministerio de salud y protección social de ingesta de energía y de nutrientes (RIEN) para la población colombiana consignadas en la resolución 3803 del 2016 (Ministerio de salud, 2016).

**Tabla 1-1.** Composición de panela en bloque y granulada.

Componente	Por cada 100 gramos de panela en bloque			Por cada 100 gramos de panela granulada
	Mínimo	Promedio	Máximo	
Carbohidratos (g)	83,5	88,3	92,0	97,0
Sacarosa (g)	75	79,4	82,2	89,5
Azúcar invertido (g)	7,8	8,5	9,2	6
Nitrógeno total (g)	0,05	0,08	0,11	
Proteína (g)	0,01	0,46	0,73	0,74
Grasa (g)	0,1	0,21	0,49	0,35
Fibra (g)	0,01	0,12	0,24	0,01
Ceniza (g)	1,04	1,29	1,64	1,7
Potasio (mg)	11,5	116,7	173,8	535
Calcio (mg)	70	172,8	391,7	170
Magnesio (mg)	38,4	61,7	83,4	29
Fósforo (mg)	45,1	60,4	75,6	133
Sodio (mg)	24,5	56	110,1	23
Hierro (mg)	2,3	5,3	11,5	2,5
Manganeso (mg)	0,4	1,2	2	
Zinc (mg)	0,3	1,5	2,4	2,8
Flúor (mg)	5,7	5,7	5,7	
Cobre (mg)	0,3	0,4	0,5	0,6
Humedad (mg)	4,3	7	8,3	1,9
Energía (Kcal)	311	321,5	351	377,5
pH	6	6,1	6,1	6

Fuente: (Ministerio de Salud y Protección Social, 2012)

Con relación al contenido de minerales en la panela según la tabla 1.1, la panela aporta el 46%, 33%, 25% y 20% de calcio, magnesio, fosforo y potasio respectivamente, del requerimiento diario para niños se recomienda la panela para la atención prenatal y el desarrollo de los niños (Ministerio de salud, 2016).

Durante la fabricación de panela se obtienen mieles como producto intermedio de las etapas de evaporación y concentración. Según la resolución 779 del 2006, este producto intermedio se conoce como mieles vírgenes (Ministerio de protección Social, 2006). Aunque se consideran mieles cuando su concentración es de 70°Brix, esta definición cambia de un trapiche otro dependiendo de las técnicas de procesamiento, y de la

experiencia del personal de proceso, y no depende tanto del contenido específico de sólidos solubles u otra propiedad medible (Corpoica, 2007).

### 1.1.1. Proceso de producción

La producción de mieles de caña o la panela, bien sea en bloques, granulada, en polvo, o en pastillas, son productos de las mismas plantas de procesamiento. El tipo del producto final que se desea obtener determina las condiciones requeridas durante el proceso, en particular la temperatura, la concentración y el pH. Esto se observa en la figura 1-1.

En general el proceso de producción de panela se realiza en las siguientes etapas:

1. El *apronte* que consiste en el corte, transporte y almacenamiento de la caña.
2. La *extracción de jugos de la caña* en molinos de rodillos, de donde además se obtiene el bagazo, que es usado como combustible en la hornilla o en la caldera (en el caso de trapiches con tecnología a vapor). La eficiencia del proceso de extracción en Colombia se encuentra entre el 55 y el 70%; es decir, se obtienen de 550 a 700 kg de jugo por tonelada de caña (Guerrero Useda & Escobar Guzmán, 2015).
3. La *limpieza* se realiza en tres fases conocidas como prelimpieza, clarificación y encalado.
  - La prelimpieza se lleva a cabo en frío inmediatamente sale el jugo del molino, y consiste en retener por sedimentación una gran cantidad de los sólidos (i.e. tierra, lodo y arena) que trae consigo el jugo crudo, mediante decantadores llamados "prelimpiadores". Al mismo tiempo, por flotación, se separan partículas livianas (bagacillo, hojas, insectos y otras) (Osorio, 2007).

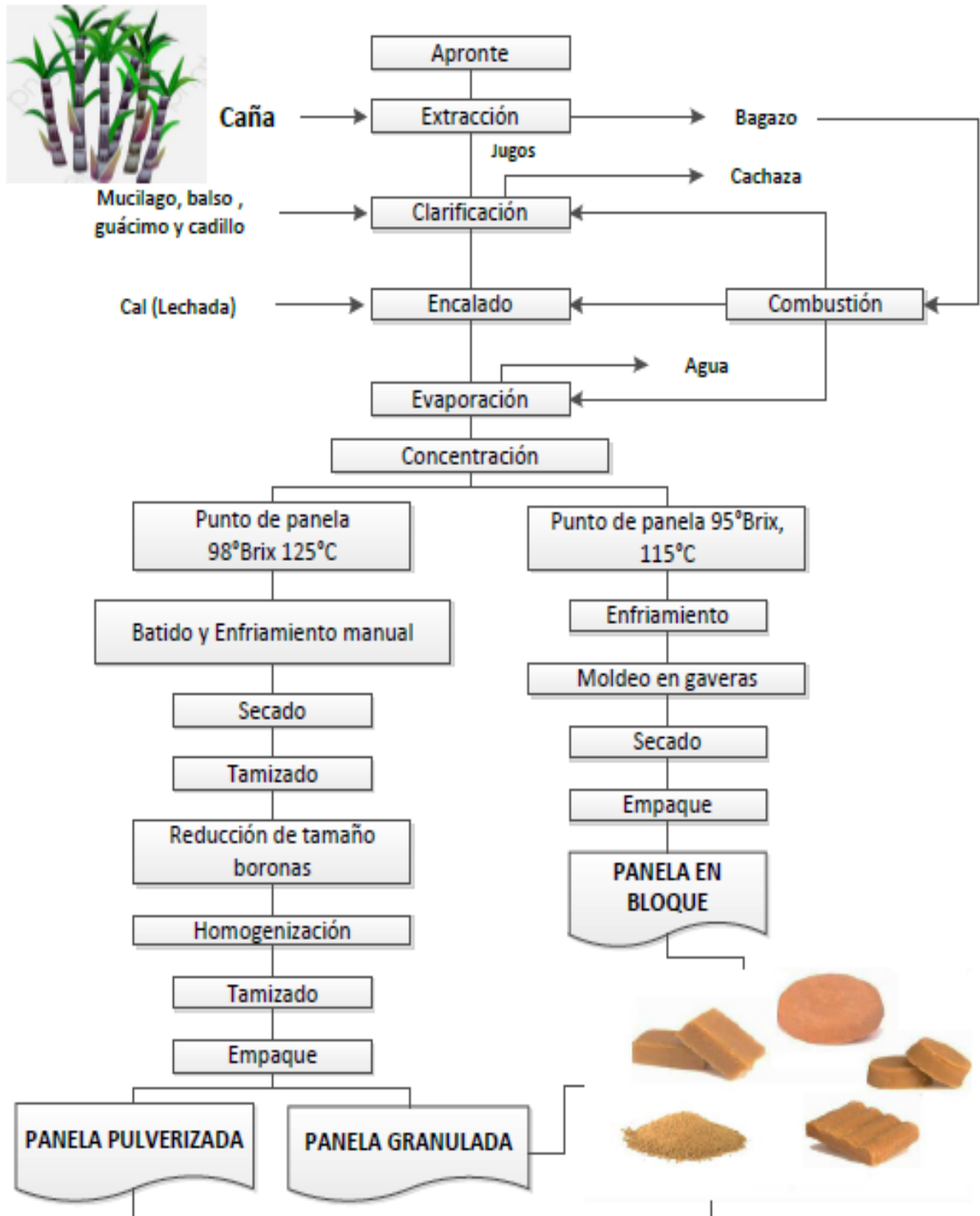


Figura 1-1. Proceso productivo para la obtención de panela en un trapiche



- La *clarificación* se lleva a cabo en la paila recibidora de la hornilla "descachazadora", en donde se calientan los jugos a temperaturas entre 60 y 70°C, y se añaden los agentes aglutinantes. En general estos corresponden a compuestos naturales mucilaginosos obtenidos de la corteza del guásimo o balso por maceración. Una vez se deja actuar el agente clarificador, se obtiene una masa homogénea a la que se conoce como "cachaza", que se retira manualmente.
  - *El encalado* consiste en la adición de cal grado alimenticio, se realiza para prevenir la hidrólisis de sacarosa y la formación de azúcares reductores. Esto se logra estabilizando el pH entre 5,8 y 6,0 para panela en bloque, y de 6,0 a 6,5 para panela granulada. (Osorio, 2007; L. Prada, 2002)
4. La *Concentración y evaporación* de los jugos consiste en la eliminación de la mayor parte del agua a temperatura de ebullición, hasta convertirlo en miel. La influencia del tiempo de residencia del jugo en la hornilla se refleja en el color final de la panela (a más tiempo más oscura la panela) y al aumento de la cantidad de azúcares reductores (L. Prada, 2002).

Cuando la concentración es cercana a 90-92°Brix y la temperatura es 110 °C, se alcanza el denominado "punto de la panela" para panela en bloque. Una vez alcanzada la temperatura de "punto de panela", se baten las mieles para incorporar aire a la mezcla e ir enfriándola poco a poco hasta que adquiere una textura adecuada para su moldeo. Este se realiza en moldes de diferentes formas y tamaños (cuadrado, Semiesférico, pastillas) donde la panela se enfría y solidifica. En el caso del proceso para panela granulada, el "punto de panela" se alcanza a una concentración de 95-97°Brix, y una temperatura de 120°C (Guerra & Mujica, 2010; Osorio, 2007).

5. La *granulación* es una etapa adicional que consiste en el batido intenso. En este proceso la miel incorpora aire expandiéndose, hasta un punto en que libera el aire súbitamente, y la matriz se disgrega para formar gránulos de diferentes tamaños. Posteriormente se realiza tamizado para obtener el tamaño de partícula deseado, y los terrones más grandes se someten a molienda para obtener panela granulada más homogénea.

### **1.1.2. Factores que afectan la calidad de mieles y panela**

La variabilidad en las propiedades fisicoquímicas y sensoriales en panelas de un mismo trapiche, y hasta de un mismo lote, es el resultado de la falta de control de las variables de proceso. Además, la baja tecnificación, la variabilidad en los tiempos de cada etapa (son establecidos según la experiencia de los operarios) y los diferentes factores agronómicos, dan lugar a variaciones en el producto (Castellanos et al., 2010). Estos factores dificultan cumplir con los exigentes estándares de calidad establecidos por los consumidores externos, y ha llevado a la disminución del consumo a nivel nacional (Castellanos et al., 2010; Corpoica, 2007; E. Prada, Garcia, & Chaves, 2014; L. Prada, 2002).

Los factores que afectan la calidad de la panela y sus productos intermedios, como son los jugos y las mieles (ver figura 1-2), se clasifican en tres grupos: agroecológicos, de procesamiento y de tecnificación. Los primeros afectan la composición de la caña y, por ende, el de las mieles y la panela. Los asociados al procesamiento hacen referencia a los tiempos de cada etapa, pureza y cantidad de los aditivos, condiciones de almacenamiento (i.e. tanto de la caña cortada como del producto final empacado), entre otros. Finalmente, los asociados con el grado de tecnificación, hacen referencia al tipo de proceso y unidades utilizadas en las etapas de concentración (Guerra & Mujica, 2010; E. Prada et al., 2014).

Los atributos de calidad según los consumidores de mieles y panela (natural, espectro sensorial, valor nutricional, color, presentación) están asociados a parámetros como el contenido de humedad, color, contenido de azúcares, y actividad de agua, los cuales se miden analíticamente (Guerra & Mujica, 2010; E. Prada et al., 2014).

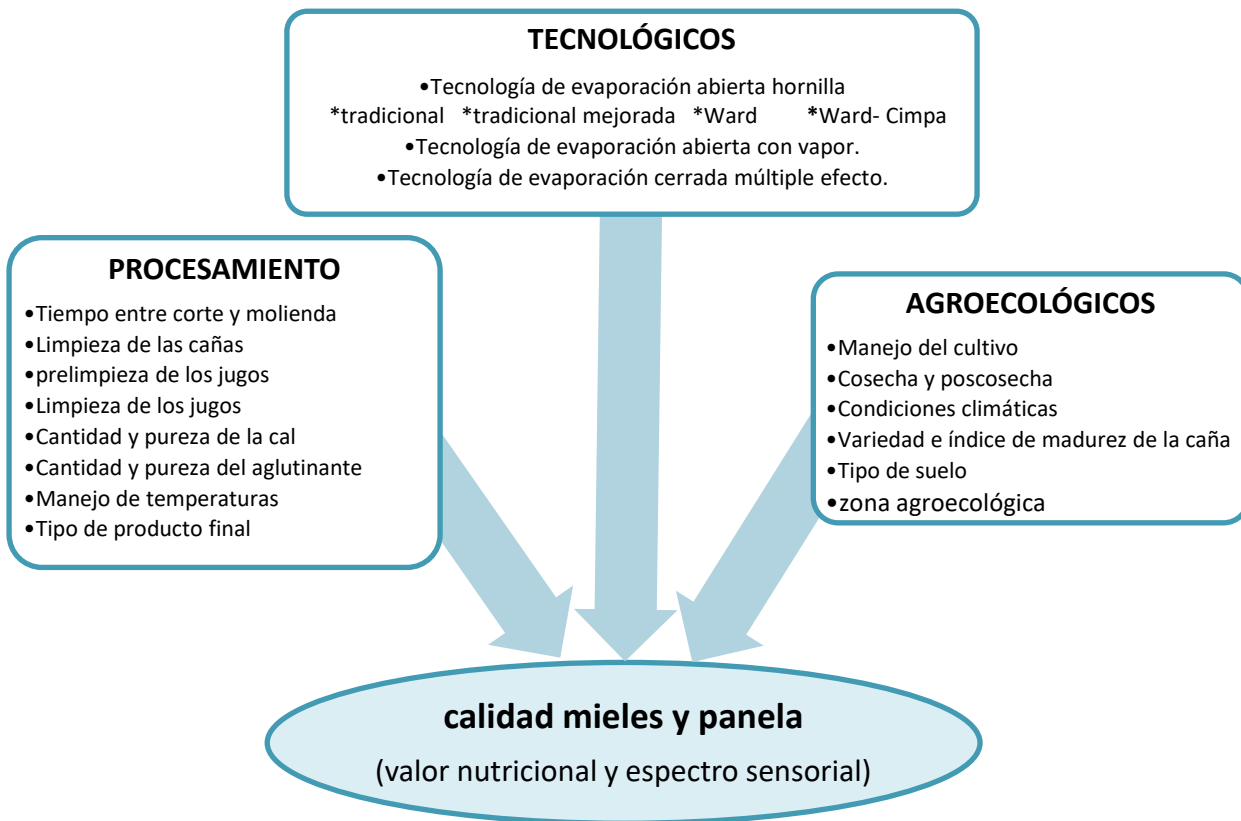


Figura 1-2. Factores que afectan la calidad de mieles y panela.

### 1.1.3. Antecedentes en caracterización de mieles y panela

Debido a la tendencia hacia el consumo de endulzantes de origen natural sustitutos del azúcar refinado, y con el propósito de incursionar en mercados internacionales, se ha creado un interés en el sector productivo para el estudio de las propiedades fisicoquímicas de las mieles de caña y la panela. Este conocimiento puede dar lugar para nuevos desarrollos tecnológicos, nuevos productos, y nuevos mercados (Arias Giraldo, Ceballos Peñaloza, & Gutiérrez Mosquera, 2016; Fedepanela, 2016; Peña, 2009; L. Prada, 2002).

Además de esto, la caracterización de los jugos y mieles durante el proceso de producción de la panela, permitirá la estandarización del proceso, y la diferenciación del producto según su origen por región o por zona agroecológica (Castellanos et al., 2010; Fedepanela, 2016; SIOC, 2010).

En Colombia, la resolución 779 de 2006 y la Norma Técnica Colombiana NTC 1311, establecen requisitos sanitarios para la producción y comercialización de panela, así como requisitos técnicos para la determinación de las propiedades fisicoquímicas de las mieles y la panela. Por otra parte, entidades de apoyo para el sector como Agrosavia (Corpoica), recomiendan adoptar Métodos Internacionales Oficiales de análisis de AOAC, con algunas modificaciones para panela.

En diferentes estudios se han determinado las propiedades fisicoquímicas y antioxidantes de los jugos de caña panelera con el fin de evaluar el efecto de la etapa de apronte (etapa de maduración, forma de corte, variedad de caña; María Clavijo, 2010; Qudsieh, Yusof, Osman, & Rahman, 2001), el efecto de los aditivos en la etapa de clarificación (tipo, cantidad y pureza; Meerod, K., Weerawatanakorn, M., & Pansak, 2019; Noor Afiqah Md Noor, Maizura Murad, 2018), las propiedades reológicas de los jugos antes, durante y después de la misma etapa (Astolfi-Filho, Telis, de Oliveira, Coimbra, & Telis-Romero, 2011), así como, las propiedades físicas y termo-físicas durante las diferentes etapas del proceso pero a nivel laboratorio (P. V. K. Jagannadha Rao, Das, & Das, 2009; Khaleel Abdul Fattah Mahmoud Al-Hasan, 2000; Nakasone, Yukio; Ikema, Yoichiro; Kobayashi, 1990) En la tabla 1-2, se muestran los métodos empleados usualmente para la caracterización de jugos y mieles de caña.

Para los fines de este trabajo, y para permitir análisis comparativos, en adelante solo se hará mención de los estudios de caracterización de mieles producto de las etapas de concentración. En particular, esto se hace para las variedades de caña manejadas en Cundinamarca, Valle y Boyacá: POJ 28-78, POJ 27-14 y RD.

**Tabla 1-2.** Métodos de análisis de las propiedades de jugos y mieles de caña panelera

Parámetro	Unidad de Medida	Técnica	Método
Contenido de Sólidos solubles totales	°Brix	Refractométrica	NTC 588 AOAC 932.12 ((AOAC),, 2012) (E. Prada et al., 2014)
pH		Potenciométrico	AOAC 981.12
Contenido de humedad $x_w$	%Agua		AOAC 925.45
Densidad	(g/ml)	Gravimétrico	(Peña, 2009) (Naranjo, 2008b)
Cenizas	%	Gravimétrico	NTC 282
Proteína	%	Kjeldahl	NTC 282, NTC 1311 AOAC 992.23 ((AOAC),, 2012)
Actividad del agua	$a_w$	Higrométrico	(M. Clavijo, 2010)
Acidez (poder ácido)	% ácido aconítico	Titulación	(Naranjo, 2008)
Azúcares totales y reductores	(g/100 g de muestra en base seca)	HPLC, (AOAC 923.09) Espectroscopía infrarroja (IR)	(Lee, Nurok, & Zlatkis, 1979; Ruiz, 2014)
Azúcares Reductores	(g/100 g de muestra en base seca)	Volumétrico -Lane Eynon	NTC 1779 (E. Prada et al., 2014) NTE INEN2332 (M. Clavijo, 2010)
Sacarosa	(g/100 g de muestra en base seca)	Polarimetría	ICUMSA-GS1/2/3-5 de 1994 (Peña, 2009; E. Prada et al., 2014)
Color		Espectrofotometría	Método Turkmen (M. Clavijo, 2010) (Guerra & Mujica, 2010)
Minerales Macroelementos Potasio, Calcio, Fosforo, Magnesio, Sodio	mg/100ml	Espectrofotometría de absorción atómica.	AOAC 985.35 (M. Clavijo, 2010)
Microelementos Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc	$\mu\text{g}/100\text{ml}$	Espectrofotometría de absorción atómica	(M. Clavijo, 2010)
Viscosidad	( $\text{mPa}\cdot\text{s}$ )	Reometría	(Naranjo, 2008; Peña, 2009)
Calor Especifico	$\text{kJ}/\text{kg}\cdot\text{°C}$	DSC	(Peña, 2009)
Difusividad térmica	$\text{m}^2/\text{s}$	HPDSC	
Conductividad Térmica	$\text{W}/\text{m}\cdot\text{°C}$	Indirecto por cálculo	
Temperatura de transición vítrea	$\text{°C}$	DSC	

En el 2008, Naranjo (2008a) caracterizó las propiedades fisicoquímicas, reológicas y térmicas de las mieles a tres concentraciones de solidos (50, 60 y 70°Brix). Las soluciones se prepararon en el laboratorio a partir de dos variedades de caña (POJ 28-78 y POJ 27-14) producidas en el municipio de Ambato en Ecuador. Los resultados de dicha caracterización se presentan en la Tabla 1-3.

**Tabla 1-3.** Métodos de caracterización y propiedades fisicoquímicas de jugos y mieles.

Parámetro	Unidad de Medida	Intervalo	Metodología/Equipo
Azúcares			
Sacarosa		62 – 64	HPLC
Fructosa	%	2,2 – 2,4	
Glucosa		2,2 – 2,4	
Viscosidad	mPa*s	1,83 – 105	Viscosímetro Digital Brookfield LVTD
Densidad	kg/L	1,213 – 1,357	Densímetro
Conductividad eléctrica	mS /cm	0,15 – 0,69	Potenciométrico
Capacidad calorífica	kJ/ kg. °C	2,66 – 2,89	Calorímetro
Conductividad térmica	W/ m.°C	0,387 – 0,526	Indirecto. Calculo a partir de los valores medidos del calor específico y la conductividad térmica
Difusividad térmica	m <sup>2</sup> / s	1,07 x 10 <sup>-7</sup> – 1,48 x 10 <sup>-7</sup>	Sistema cilindros de cobre- baño de maría
pH		5,38 – 5,64	Potenciómetro
Acidez	% ácido aconítico	0,71 – 1	Titulación
Humedad	% agua	29 – 50	Secado estufa 105°C +/- 2°C
Azúcares reductores	Mg/ml .100	195 – 257	Lane y Eynon

Fuente: (Naranjo, 2008a)

En este estudio, las mieles mostraron un comportamiento newtoniano a las concentraciones y temperaturas evaluadas y el modelo matemático resultante se muestra en la tabla 1-4.

Las demás propiedades fisicoquímicas y térmicas no mostraron diferencias significativas entre las dos variedades de caña. Igualmente se evidenció el efecto de la concentración en propiedades físicas como la densidad ( $\rho$ ), calor específico ( $C_p$ ), conductividad térmica ( $k$ ) y difusividad térmica ( $\alpha$ ) (Naranjo, 2008a).

En el año 2009, Peña (Peña, 2009) caracterizó los jugos y mieles de caña variedad RD en el municipio de Barbosa (Santander) y reportó los modelos matemáticos para viscosidad, calor específico y densidad en función de la temperatura y el contenido de sólidos. Estos modelos se resumen en la Tabla 1-4. En el año 2004, Tiwari y colaboradores (Tiwari, Prakash, & Kumar, 2004) realizaron un estudio a nivel de laboratorio para estimar los coeficientes de transferencia de calor y masa durante el proceso de concentración de los jugos de caña. Esto se hizo utilizando una paila tradicional como las manejadas en el proceso tradicional de obtención de panela en la india. Para esto se establecieron modelos matemáticos para viscosidad, calor específico y densidad en función de la temperatura y el contenido de sólidos; estos también se resumen en la tabla 1-4.

En el 2010, se caracterizó el jugo de caña, y la panela granulada producida a partir de las variedades de caña POJ 28-78 y POJ 27-14 en el municipio de Ingapi, Ecuador (Clavijo, 2010). Esto se realizó a las temperaturas específicas de calentamiento de los jugos (149 y 177 °C), las cuales no corresponden a las manejadas en los trapiches colombianos. Adicionalmente, se ha realizado la caracterización fisicoquímica y sensorial de panela, principalmente en forma granulada (Acuña, 2008; Colina, Guerra, Guilarte, & Alvarado, 2008; Corpoica, 2003; Fajardo, 1999; Mujica, Guerra, & Soto, 2008), como bebida caliente (Colina, Guerra, Guilarte, & Alvarado, 2012; J. M. García, Narváez, Heredia, Orjuela, & Osorio, 2017) y como bebida funcional (Fedepanela, 2015).

**Tabla 1-4.** Modelos matemáticos para viscosidad, capacidad calorífica y densidad de mieles de caña.

Parámetro	Ecuación	Fuente
<b>Viscosidad</b>	$\ln(\mu) = -31,1343 + \left(\frac{103,50}{T}\right)$ Donde: $\mu$ = viscosidad (mPa*s), $T$ = Temperatura (°C) $35 \leq T \leq 55$	R <sup>2</sup> : 0,967 (Naranjo, 2008b)
	$\log(\mu) = -0,218 + 0,044 * SST - 0,019 * T$ Donde: $\mu$ = viscosidad (cP), SST = sólidos solubles totales (°Brix), $30 \leq SST \leq 70$ $T$ = Temperatura (°C) $20 \leq T \leq 50$	R <sup>2</sup> : 0,933 (Peña, 2009)
	$\ln(\mu) = -11,229 + \left(\frac{3257,5}{T}\right) + 0,07572 * SST$ Donde: $\mu$ = viscosidad (Kg/ms), SST = sólidos solubles totales (°Brix), $T$ = Temperatura (°C)	(Tiwari et al., 2004) No reporta intervalo de aplicación
<b>Capacidad Calorífica</b>	$Cp = 3,228 - 0,03 * SST + 0,226 + \ln(T)$ Donde: $Cp$ = Capacidad calorífica en J*/g°C, SST = Sólidos solubles totales (°Brix), $30 \leq SST \leq 70$ $T$ = temperatura (°C). $20 \leq T \leq 50$	R <sup>2</sup> =0,943 (Peña, 2009).
	$Cp = 2,38 - 0,006 * T$ Donde: $Cp$ = Capacidad calorífica en J*/Kg°C, $T$ = temperatura (°C).	(Tiwari et al., 2004) No reporta intervalo de aplicación
<b>Densidad</b>	$\rho = 0,956 + 0,005 * SST,$ Donde: $\rho$ = la densidad en g/cm <sup>3</sup> SST sólidos solubles totales. $30 \leq SST \leq 70$ *El autor menciona que la temperatura no tiene efecto significativo en el modelo.	R <sup>2</sup> =0,992 (Peña, 2009)
	$\rho = 1043 + 4,854 * SST - 1,07 * T$ Donde: $\rho$ = la densidad en Kg/m <sup>3</sup> SST sólidos solubles totales. $T$ = temperatura (°C).	(Tiwari et al., 2004) No reporta intervalo de aplicación

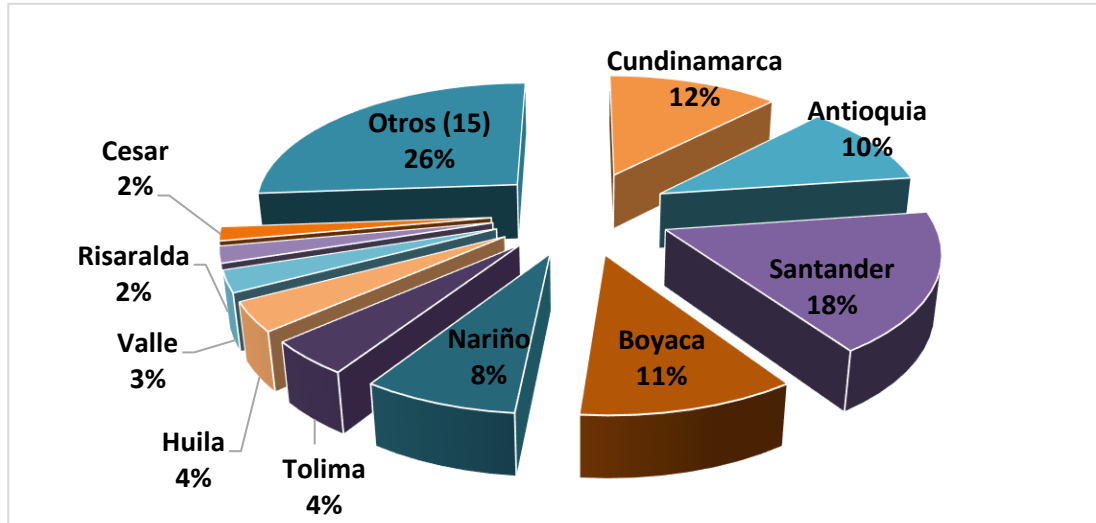


A pesar de contar como referencia los estudios antes mencionados, se desconoce aspectos de proceso y demás factores presentados en el numeral 1.1.2. Por tal razón, se realizó la determinación de las propiedades fisicoquímicas de las mieles de caña panelera a utilizar en los procesos de secado por spray. Esto se desarrolló en el marco del proyecto de investigación, en colaboración con un proyecto de tesis de maestría (*Estudio del comportamiento de propiedades fisicoquímicas, reológicas y térmicas de mieles de caña, durante el proceso de producción de la panela*). Como resultado de esta tesis de maestría (Alarcón, 2017), se obtuvieron valores experimentales y correlaciones para la viscosidad, densidad, conductividad térmica, y calor específico, en función de la temperatura y el contenido de sólidos en los intervalos de aplicación  $25^{\circ}\text{C} \leq T \leq 75^{\circ}\text{C}$  y  $30^{\circ}\text{Brix} \leq SST \leq 70^{\circ}\text{Brix}$ , respectivamente.

#### **1.1.4. Generalidades de la actividad productiva**

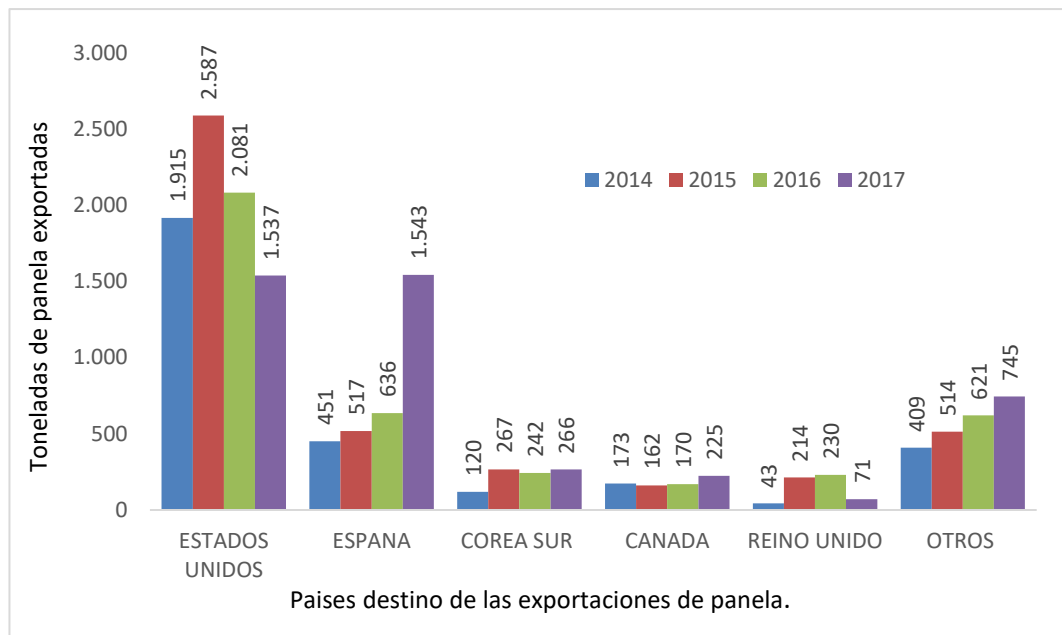
La producción de panela es una de las actividades agropecuarias de mayor importancia económica y social en Colombia. Ocupa el segundo lugar como generador de empleo rural después del café, dado que vincula 350.000 familias en la cadena productiva, y genera 45 millones de jornales. En su conjunto, el sector aporta el 12% de los empleos directos e indirectos en actividades de cultivo de caña panelera, que equivalen a 1.172.087 empleos (MADR, 2018). La cadena productiva tiene actividad en 511 municipios de 28 departamentos. El 83% del área sembrada se concentra principalmente en Boyacá, Santander, Cundinamarca, Valle, Huila y Nariño; estos departamentos dedican aproximadamente 368.000 hectáreas al cultivo de caña panelera, y adelantan la fase de procesamiento en cerca de 18.473 trapiches (MADR, 2018).

La producción de panela en 2017 fue de 1,53 millones de toneladas, y los departamentos con mayor participación fueron Santander con el 18%, seguido de Cundinamarca (12%), Boyacá (11%) y Antioquia (10%) (Figura 1-3). Aunque Cundinamarca y Antioquia cuentan con la mayor área sembrada, Santander es el mayor productor de caña debido a su mayor rendimiento por hectárea (10,64 toneladas de panela/ Ha cosechada) (Fedepanela, 2018).



**Figura 1-3.** Participación de los departamentos en la producción nacional de panela 2017.  
Fuente: (Fedepanela, 2018; MADR, 2018)

En Colombia, el 99% de la producción se destina al mercado interno, y el 1% restante es para exportación. Si bien las exportaciones aumentaron en 40% entre 2016 y 2017, se perdió participación en la última década en el mercado de los Estados Unidos (pasando del 74% en el 2008 al 55% en el 2017). Sin embargo, esto se equilibró con un aumento gradual en la participación en España, Corea del Sur, Canadá, Francia, Italia y los Países Bajos, como se observa en la figura 1-4 (FAOSTAT, 2017; MADR, 2018).



**Figura 1-4.** Países destino de las exportaciones de panela colombiana 2014-2017.  
Fuente: (MADR, 2018)

La producción de panela a nivel mundial se reporta en 28 países, y en el 2017 fue de 11 millones de toneladas, lo que correspondió a un incremento del 8,5% con respecto al 2015. Los principales productores de panela son la India (61%), Colombia (14%), y Pakistán (5%), mientras que China y Brasil suman el 4%. A pesar del incremento de la producción mundial en la última década, existe una clara tendencia decreciente en el consumo interno de panela en los países productores. Por ejemplo, India pasó de tener un consumo de 10 kg/(habitante por año) en 1998, a tan solo 2 kg/(habitante por año) en 2016 (Celis, 2017; FAOSTAT, 2017; SIOC, 2010).

La reducción en el consumo de panela se ha visto afectado principalmente por el cambio en los hábitos de alimentación de la población. En la actualidad los consumidores de los centros urbanos prefieren preparar bebidas por procesos sencillos y rápidos. Igualmente, la creciente agroindustrialización favorece la producción de alimentos más convenientes, y con altos estándares de calidad, que superan las características de la panela (Celis, 2017; FAOSTAT, 2017; W. Jaffé, 2012; MADR, 2018).

## **1.2. Nuevos desarrollos para el sector panelero**

El sector panelero se ve en la necesidad de desarrollar nuevos productos con mayor valor agregado, para incrementar el consumo, y para consolidar su posición en el mercado nacional. En este sentido, un estudio reciente se identificó que el negocio de los endulzantes naturales es estratégico para la sostenibilidad del sector panelero, en el mediano y largo plazo (Agrospectiva & MINCIT, 2007). Igualmente se estableció la necesidad de introducir innovaciones en producto, tendientes a mejorar simultáneamente tres características propias de los productos instantáneos: facilidad de dosificación, velocidad de disolución y estabilidad al ambiente. Estas propiedades resultan claves para desarrollar una presentación de panela que pueda emplearse como materia prima para la industria de alimentos y bebidas, aumentando su valor agregado.

En otro estudio, la Agenda Prospectiva para la cadena productiva de la panela (Castellanos et al., 2010) establecieron que los procesos de investigación y desarrollo tecnológico deben centrarse en la obtención de la panela en forma pulverizada y/o granulada. Esto debido a

que se pueden convertir en ingredientes y bases para productos alimenticios, bebidas, edulcorantes naturales, e insumo para la industria. En esta misma línea, en un estudio reciente (Agrospectiva & Fedepanela, 2011), se determinó que las técnicas más adecuadas para obtener productos instantáneos en polvo son granulación, aglomeración por extrusión y secado por aspersión. La primera es una técnica empleada por los productores de panela en la actualidad, pero presenta inconvenientes de heterogeneidad en el producto y necesidad de reprocesamiento. En cuanto a la técnica de aglomeración por extrusión, se estableció su factibilidad técnica a nivel laboratorio, pero se determinó que se requieren altas inversiones iniciales (Palacios, 2012). La técnica de secado por aspersión ha sido estudiada a nivel de laboratorio y cuenta con un amplio soporte conceptual en la literatura técnica. En este caso, son de especial interés los estudios realizados en productos con alto contenido de azúcar, y con jugos de caña panelera (Cortes, Ciro, Rodríguez, & Largo, 2012; Guzmán G. & Castaño C., 2002; Saavedra-Leos, Alvarez-Salas, et al., 2012; Truong et al., 2005b, 2005a; S. Wang & Langrish, 2009). En este trabajo se decidió explorar la técnica de secado por aspersión de mieles de caña panelera. Para esto se hace necesario profundizar en los fundamentos de la operación, tal y como se presenta a continuación.

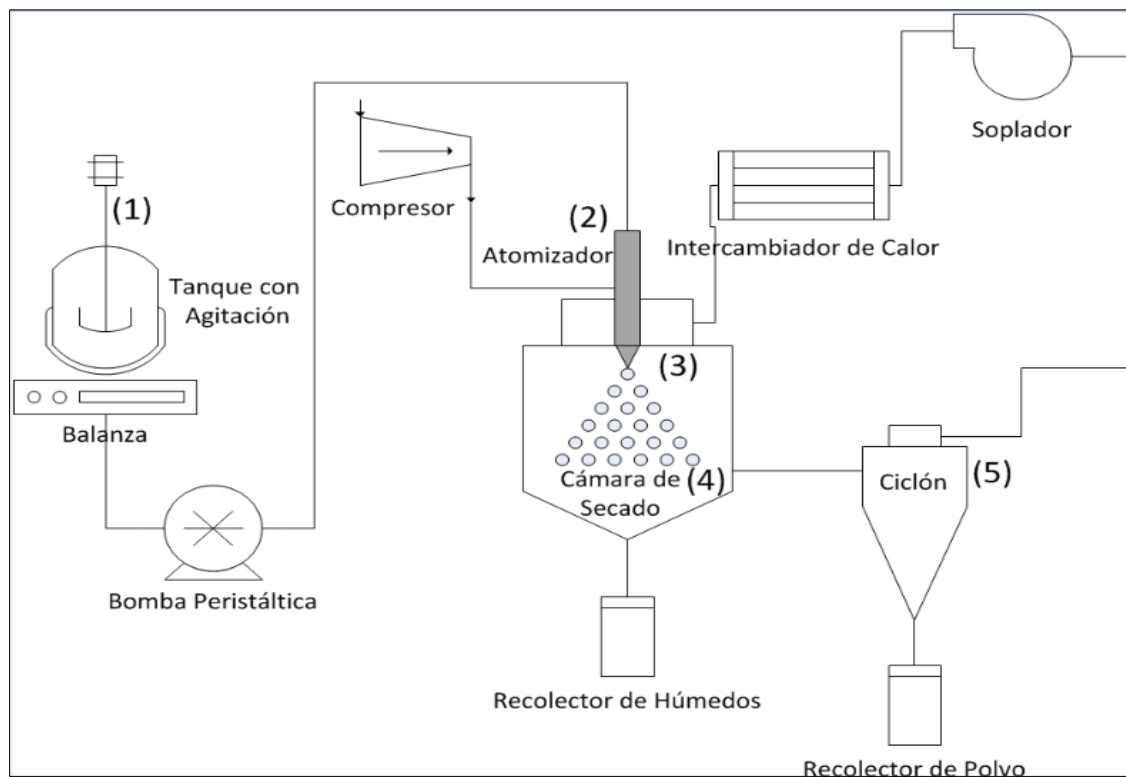
### **1.3. Secado por aspersión (Spray Drying)**

El secado por aspersión o atomización, es una técnica que permite que un alimento en estado líquido, solución, suspensión, dispersión o emulsión, pase a fase sólida formando polvos, gránulos o aglomerados de tamaño reducido, en un solo paso. En este proceso, el líquido es atomizado en una corriente de gas caliente, el cual seca las gotas durante su caída en una cámara cerrada. La rápida evaporación del líquido disminuye la temperatura del gas, mientras que la temperatura de las gotas atomizadas se mantiene por debajo de la temperatura de salida del gas. Esto evita que durante la formación de las partículas sólidas ocurra la degradación térmica del material atomizado. Una vez el material pierde la humedad, las partículas incrementan su temperatura hasta alcanzar la temperatura de salida del gas, para posteriormente ser separadas y recolectadas. Esta técnica es ampliamente utilizada en la industria de alimentos, farmacéutica, y química, gracias a que

permite procesar productos termo-sensibles, y se preservan las características sensoriales de los mismos (Vehring, Foss, & Lechuga-Ballesteros, 2007a).

El proceso de secado por atomización consta de cuatro etapas básicas: atomización, contacto gotas atomizadas - aire, secado de las gotas, y separación de las partículas (Mujumbar, 2006, Anandharamakrishnan, C. et al, 2015). Para algunos autores, el proceso consta de cinco etapas considerando la adecuación de la corriente de alimentación antes de su introducción al secador (ajuste de la temperatura, la concentración de sólidos y la homogenización de la mezcla mediante agitación). La figura 1-5 muestra el diagrama típico de un secado por aspersión (R. P. Patel, Patel, & Suthar, 2009)

Como cada una de las etapas ejerce influencia sobre la calidad del producto final, se hará una descripción de cada etapa, haciendo énfasis en la etapa de atomización por ser la que más influencia tiene en el proceso global.

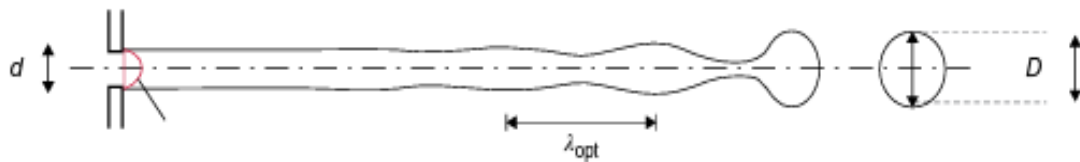


**Figura 1-5.** Representación esquemática de un sistema de secado por aspersión.

### 1.3.1. Atomización

La atomización es la etapa fundamental del proceso de secado debido a su influencia en la forma, estructura, velocidad y distribución del tamaño de las gotas y, a su vez, en el tamaño de las partículas y la naturaleza del producto final. La desintegración del líquido en un gran número de gotas a alta velocidad reduce la resistencia interna a la transferencia del agua de la gota al gas de secado. Esto se debe al incremento de la relación del área superficial por unidad de volumen del líquido, lo que permite asegurar una alta velocidad de secado (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015; Wisniewski, 2015).

La atomización se rige por el fenómeno de desintegración del líquido en dos etapas; atomización primaria, en la cual el líquido a granel se disgrega en filamentos y gotas grandes no esféricas, y la atomización secundaria en la cual estos se rompen en gotas más pequeñas. Esto se describe en la figura 1-6; un chorro de líquido con un radio inicial constante cae verticalmente por gravedad. El chorro o filamento adquiere una longitud que aumenta hasta alcanzar un valor crítico ( $4,51 \cdot d$ , siendo  $d$ , el diámetro inicial del chorro), a partir de la cual pierde su forma cilíndrica y se desintegra en una corriente de gotas esféricas pequeñas.



**Figura 1-6.** Mecanismo de formación de la gota.  
Fuente: (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015)

Por lo tanto, el volumen del chorro cilíndrico con longitud igual al valor crítico, se puede aproximar al de una esfera de igual volumen (Ecuación 1.1). Así, se puede encontrar una relación entre el diámetro interno de la boquilla y el diámetro de la gota (Ecuación 1.2) (I. C. Kemp et al., 2015; Skripnikov, 2016).

$$4,51 * d * \left(\frac{\pi}{4}\right) * d^2 = \left(\frac{\pi}{6}\right) * D^3 \quad (1.1)$$

$$D = 1,89 * d \quad (1.2)$$

Donde:

d: Diámetro interno de la boquilla del atomizador

D: Diámetro de la gota.

La atomización se ve afectada por la tensión superficial, las fuerzas internas, externas e inerciales, así como por la viscosidad del líquido, que causa resistencia a cualquier cambio en la geometría del sistema. Simultáneamente, las fuerzas aerodinámicas que actúan sobre la superficie líquida causan perturbaciones y contribuyen a la desintegración del líquido formando un chorro. Así, la ruptura ocurre cuando las fuerzas aerodinámicas superan las fuerzas de tensión superficial (I. C. Kemp et al., 2015; Sander & Penović, 2014).

La ecuación 1.2 no considera la influencia de la viscosidad del líquido, el gas de atomización, ni del aire de secado. Por tal razón, Weber y Ohnesorge (Wisniewski, 2015) propusieron relaciones numéricas (números adimensionales), que incluyen todos los factores significativos responsables de la atomización. El número adimensional de Weber (*We*), relaciona la fuerza aerodinámica con la fuerza de la tensión superficial; valores altos de *We* representan una mayor inestabilidad de la gota, (Ecuación 1.3).

$$We = \frac{\rho_A U_R^2}{\sigma/D} \quad (1.3)$$

Donde:

$\rho_A$  : Densidad del aire,

$U_R$  : Velocidad relativa de la gota,

$\sigma$  : Tensión superficial,

$D$  : Diámetro de la gota.

Por su parte, el número de Ohnesorge (*Oh*) tiene en cuenta la viscosidad del líquido (Ecuación 1.4).

$$Oh = \frac{We^{0.5}}{Re} = \frac{(\rho_l U_R^2 / \sigma / D)^{0.5}}{\rho_l U_R D / \mu_L} = \frac{\mu_L}{\sqrt{\rho_L \sigma D}} = \frac{\text{Fuerzas viscosa}}{\sqrt{\text{Inercia} * \text{tensión superficial}}} \quad (1.4)$$

Donde:

$We$  = Número de Weber

$Re$  = Número de Reynolds

$\rho_L$  = Densidad del líquido,

$\mu$  = Viscosidad.

La realineación de las fuerzas de corte dentro del líquido, una vez que la gota está en el aire, contribuye a la disgregación del líquido en gotas durante la atomización. Por esta razón, la selección del dispositivo de atomización juega un papel importante en el desempeño del secado por aspersión, así como en la calidad del producto en polvo obtenido (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015; Vicente, Pinto, Menezes, & Gaspar, 2013).

### **1.3.2. Contacto gotas atomizadas – aire.**

Esta etapa y las posteriores en el proceso de secado por aspersión, constituyen la fase de formación de partículas sólidas. Con el líquido atomizado en pequeñas gotas, quedando en contacto y suspendidas en la corriente de gas caliente, se facilita una evaporación rápida de la humedad de la superficie de todas las gotas de una manera uniforme. En este punto se puede alcanzar una transferencia de masa (por evaporación) que representa alrededor del 95% del contenido inicial de masa, en unos pocos segundos. Aquí, el requisito crítico es el flujo uniforme de gas a todos los puntos de la cámara de secado. La selección de la configuración del contacto gotas atomizadas – aire depende de la sensibilidad de los productos al calor. Este tema será tratado en el numeral 1.6.1.

### **1.3.3. Secado de las gotas**

Esta etapa es la más crítica en la formación de partículas sólidas y está asociada con la morfología del producto final. La evaporación del agua de las gotas tiene lugar en dos fases:

- **Primera fase o periodo de tasa constante:** inicialmente las gotas son expuestas a gas caliente, y se produce una rápida evaporación a una velocidad más o menos



constante, pasando de la temperatura inicial ( $T_0$ ) hasta la temperatura de evaporación de equilibrio ( $T_{eq}$ ). A medida que la humedad de la superficie se evapora, la gota se mantiene fría, y su temperatura se mantiene constante e igual a la temperatura de bulbo húmedo.

- Para cuantificar la tasa de evaporación en un periodo de velocidad constante, se considera que la evaporación de una gota de diámetro  $d$  es proporcional a su área superficial. Con base en esta ley, la relación del número de Peclet ( $Pe$ ) está dada por ecuación (1.5).

$$\frac{\partial C}{\partial r} = Pe * C \quad (1.5)$$

$$Pe = \frac{k_{eva}}{D_d} \quad (1.6)$$

Donde:

- C = concentración del soluto p/p;
- r = radio de la gota;
- Pe = número de Peclet,
- $k_{eva}$  = tasa de evaporación;
- $D_d$  = tasa de difusión.

Lo anterior indica que, el número de Peclet es el principal parámetro de control en el proceso de secado de gotas y por lo tanto, de la formación de partículas. (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015; Vehring, Foss, & Lechuga-Ballesteros, 2007b)

- **Segunda fase o periodo de tasa decreciente:** Cuando no hay suficiente humedad disponible en la superficie de la partícula para mantener allí las condiciones de saturación, se da la formación de una costra (Mezhericher, Levy, & Borde, 2010). Si se forma una costra rígida, las partículas no se contraerán más durante el secado, y es aún posible que se fragmenten. Si la corteza es flexible, el tamaño de las partículas puede disminuir aún más o incluso aumentar, si el líquido se calienta por encima de su punto de ebullición. En consecuencia, y de acuerdo con la morfología de las gotas y las condiciones operativas del proceso de secado, se

pueden obtener partículas de diversas morfologías (Ian C. Kemp et al., 2013; R. P. Patel et al., 2009; Vicente et al., 2013). En esta etapa, la evaporación depende de la velocidad de difusión de la humedad a través de esta estructura (costra), que incrementa progresivamente su espesor con el avance de la operación.

### 1.3.4. Separación de las partículas.

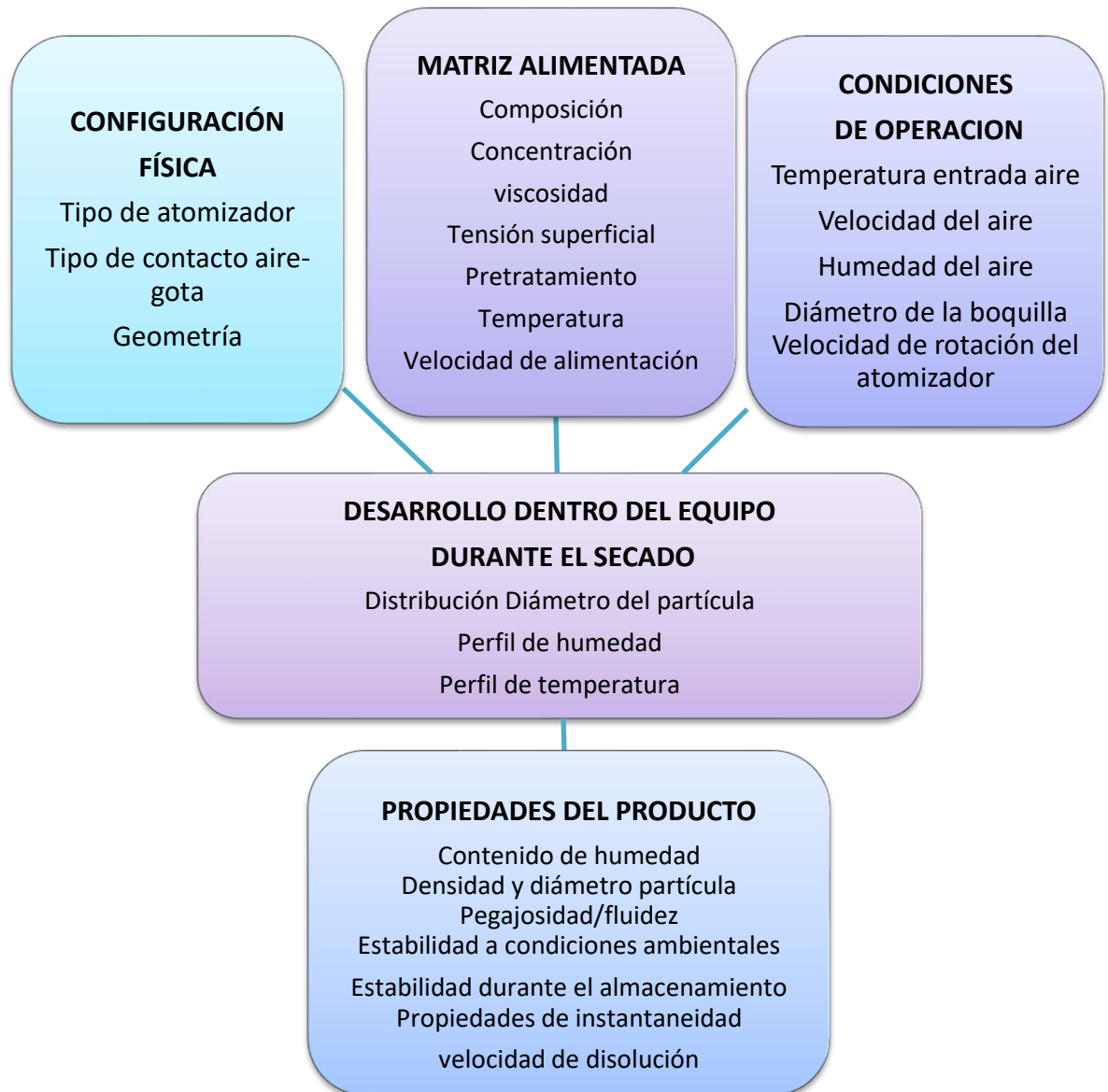
En esta etapa también se puede hablar de dos fases: la separación primaria y la separación secundaria.

- **Separación primaria:** el producto en polvo se recolecta en la base del secador (el fondo cónico en las cámaras de secado facilita la recolección).
- **Separación secundaria:** como el porcentaje de recuperación es bajo, se requiere el uso de un sistema adicional de recolección de partículas, como separadores de ciclón, filtros de bolsa, separadores electromagnéticos y/o precipitadores electrostáticos. La selección del tipo de sistema de recolección depende del tamaño de las partículas arrastradas por los gases de escape y las especificaciones del producto final. Los depuradores se utilizan para purificar y refrescar el aire de salida, de tal modo que pueda liberarse a la atmósfera directamente (K. C. Patel, Chen, Lin, & Adhikari, 2009; R. P. Patel et al., 2009).

## 1.4. Factores críticos del secado por aspersión

Mientras los principios básicos de este proceso pueden parecer simples, el proceso en sí mismo tiene una alta complejidad. Esto se debe a la necesidad de establecer el conjunto de las condiciones de operación adecuadas, las características del aire atmosférico, las propiedades de la matriz alimentada, y la formulación y características del producto en polvo; particularmente en el caso de alimentos (Goula & Adamopoulos, 2005). Con mucha frecuencia, la combinación apropiada de las condiciones antes mencionadas, se logra con la experiencia de los operadores más que con modelos teóricos (Normand, Subramaniam, & Donnelly, 2013). A pesar de las ventajas que ofrece esta técnica, y la facilidad del proceso, es difícil lograr un producto con características definidas y reproducibles

(distribución de diámetro de partícula, morfología, contenido de humedad y densidad, entre otros). Para esto se requiere del ajuste y control de numerosas variables relacionadas con la configuración del equipo, las características del alimento y las condiciones de operación, como se ilustra en la figura 1-7 (Jiménez et al., 2012; R. P. Patel et al., 2009; Wisniewski, 2015).



**Figura 1-7.** Factores críticos del secado por aspersión asociados con las características del producto final.

Fuente: (Keshani, Daud, & Nourouzi, 2015; R. P. Patel et al., 2009; Wisniewski, 2015)

### 1.4.1. Configuración física

#### Tipo de contacto aire – gota

Existen tres formas básicas de contacto aire – gota, que se pueden observar en la Figura 1-8

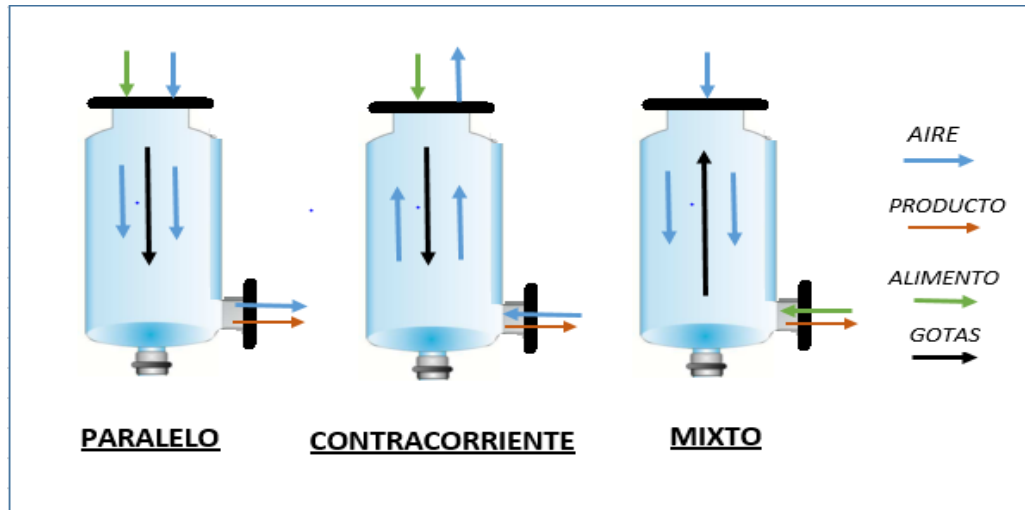


Figura 1-8. Tipos de contacto aire-gota.

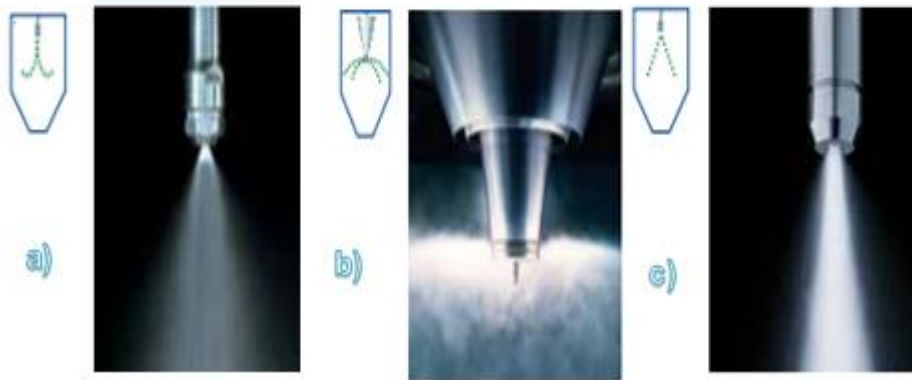
**Flujo paralelo:** el líquido atomizado se pone en contacto con la corriente de aire caliente cuando entra al equipo, y ambas atraviesan en la misma dirección la cámara de secado. Esto favorece el secado por aspersion de materiales termolábiles, ya que son protegidos de las temperaturas elevadas como efecto del enfriamiento evaporativo. El gas de secado se va enfriando a su paso por la cámara, de tal modo que las partículas secas se encuentran con aire más frío a la salida del equipo. El tiempo de contacto del aire caliente con las gotas atomizadas es de solo unos segundos, durante el cual se logra el secado.

**Flujo a contracorriente:** el líquido atomizado y la corriente de aire caliente ingresan a la cámara de secado en puntos opuestos, con el atomizador ubicado en la parte superior y la entrada de aire caliente, en la parte inferior del equipo. Debido a que las partículas secas se ponen en contacto con el gas más caliente y el tiempo de exposición es mayor, se recomienda para productos no termolábiles. En estos casos, el producto sale a una temperatura más alta que la temperatura del aire a la salida, y está casi a la temperatura del aire de alimentación, con el que está en contacto.

**Flujo mixto:** los equipos con este diseño combinan los dos tipos de flujo antes mencionados. En un secador de flujo mixto, la corriente de aire caliente entra a la cámara en la parte superior, mientras que el atomizador se encuentra en la parte baja. Este tipo de disposición se usa para secar polvo grueso que fluye libremente, pero el inconveniente es la temperatura de salida más alta del producto.

### Tipo de atomizador

El tipo de atomizador determina la energía requerida para formar la nube, el tamaño y la distribución de tamaño de las partículas atomizadas, su trayectoria y la velocidad dentro de la cámara de secado. Estos son algunos de los factores que determinan el tamaño final de la partícula seca (Mujumbar, 2006). Otra función clave es la de actuar como dispositivo de dosificación, controlando la tasa a la cual el alimento es introducido al sistema (Patel, Patel, & Suthar, 2009). Los atomizadores más utilizados en la industria se muestran en la figura 1-9 (Mujumbar, 2006; A S Mujumdar, 2015) y se describen a continuación:



**Figura 1-9.** Tipos de atomizadores.

a) Boquilla a presión en paralelo. b) Atomizador rotatorio. c) Boquilla neumática (Dos fluidos).  
Fuente: ©GEA (GEA NIRO, 2012, 2018)

**Boquillas a presión.** Estas boquillas descargan líquido bajo presión (250–10,000 psi) a través de un orificio pequeño, con un intervalo de tamaño de partícula que se encuentra entre 10 y 400 micrómetros. Estos atomizadores presentan limitaciones dado que, a altas velocidades de alimentación, las partículas son generalmente menos homogéneas y más

gruesas que el orificio del atomizador rotativo, por lo que solo se puede trabajar con alimentos de baja viscosidad.

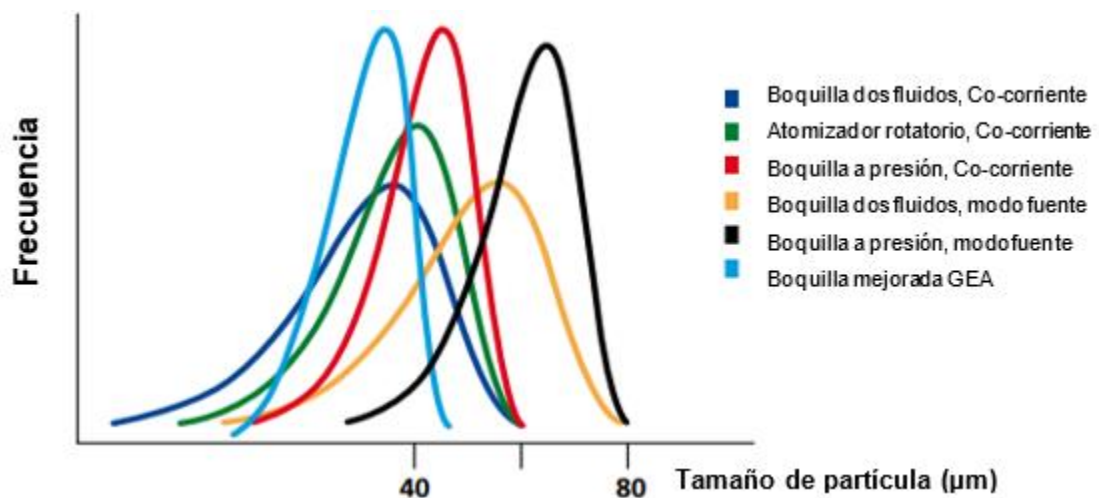
**Atomizador Rotatorio.** Estos atomizadores son ruedas o discos giratorios que se impulsan por la descarga del líquido a alta velocidad. Las gotas se aceleran atomizadas por centrifugación hacia el centro de la cámara, con una velocidad periférica de 200 m/s, antes de descargarse en el gas de secado caliente. El grado de atomización y la morfología de las partículas dependen de la velocidad periférica, la velocidad de alimentación, las propiedades del líquido y el diseño de la rueda del atomizador. El tamaño de partícula se encuentra entre 1 y 600 micrómetros. Dentro de las ventajas que ofrecen estos atomizadores, están que no se obstruyen y tienden a producir gotas de tamaño más uniforme. Dado que la rueda de rotación suministra la energía de atomización necesaria, la unidad de suministro de alimentación puede funcionar a una presión más baja que la requerida en los atomizadores de boquilla hidráulica y neumática. Sin embargo esta no pueden trabajar con líquidos muy viscosos (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015; GEA NIRO, 2018).

**Boquillas neumáticas o atomizadores de dos fluidos.** Estas boquillas usan aire comprimido y/o gas de alta velocidad que impacta en la alimentación del líquido. El aire comprimido crea un campo de corte, que atomiza el líquido y produce una amplia gama de tamaños de gotas, entre 5 y 300 micrómetros. Para estas boquillas, el tamaño medio de la gota ( $d$ ) es directamente proporcional a la velocidad de alimentación y la viscosidad, y está inversamente relacionada con la presión de atomización. Estos atomizadores tienen la ventaja de manejar alimentos altamente viscosos, y pueden emplear más de un fluido de atomización para transmitir la energía cinética a la alimentación. También producen un rocío mucho más fino y homogéneo, en comparación con las boquillas de presión. Estas boquillas ejercen un mejor control sobre el tamaño de la gota.

Algunas de las limitaciones de estos dispositivos son: el elevado costo de operación en comparación con los otros dos atomizadores, incrementado por el requerimiento de aire comprimido; el doble fluido produce un alto contenido de aire ocluido dentro de las partículas, lo que da como resultado una baja densidad. Además, su uso introduce aire frío adicional en la cámara de secado en la zona de atomización y, por lo tanto, reduce el gradiente de temperatura afectando la transferencia de calor entre la gota y el aire de secado. Finalmente, presentan una mayor tendencia a obstruirse, especialmente cuando

la alimentación del líquido es de naturaleza mucilaginosa o fibrosa (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015; GEA NIRO, 2018; Wisniewski, 2015).

Para la selección del atomizador se debe considerar un tamaño de gotas no tan grande que impida el secado completo, ni muy pequeño que dificulte la recuperación de los sólidos. Por otra parte, una excesiva formación de finos puede incrementar las pérdidas de material en el proceso. En la figura 1-10 se puede observar la distribución de tamaño de partícula típica para diferentes atomizadores, con diferentes configuraciones, bajo condiciones de secado comparables.



**Figura 1-10.** Distribución de tamaño de partícula para diferentes sistemas de atomización  
Fuente: ©GEA (GEA NIRO, 2018)

### 1.4.2. Características de la matriz alimentada

Las propiedades de la matriz alimentada que influyen en el proceso de secado por aspersión, y por ende en las características del polvo obtenido y su rehidratación son: contenido de sólidos, viscosidad, densidad, tensión superficial y composición (Adhikari et al., 2004; Goula & Adamopoulos, 2005).

Una alta concentración de sólidos en la matriz alimentada es deseable para incrementar la eficiencia térmica del secador y asegurar un bajo contenido de humedad en el polvo (< 5%), aunque no se recomienda tener más del 30% de sólidos para la correcta formación de las gotas (R. P. Patel et al., 2009).

La viscosidad del alimento influye directamente en el tamaño de la gota. A medida que aumenta la viscosidad, la energía de atomización suministrada a la boquilla debe superar las fuerzas viscosas para lograr tamaños de gota más pequeños. Las fuerzas viscosas tienden a reducir la energía disponible para romper las gotas, lo que resulta en gotas más grandes. Este mismo principio se aplica en el caso de la densidad del alimento (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015; R. P. Patel et al., 2009; Wisniewski, 2015)..

La tensión superficial del líquido afecta el proceso de atomización. El atomizador debe superar la tensión superficial del alimento para lograr la formación de la nube de gotas; es decir, un líquido con mayor tensión superficial es más difícil de atomizar. La adición de emulsionantes en ciertos casos, puede bajar la tensión superficial del alimento, lo que produce un patrón de atomización más amplio, tamaño de gota más pequeño y mayor velocidad de caída (Anandharamakrishnan, C., and S., 2015; R. P. Patel et al., 2009; Wisniewski, 2015).

En relación con la composición de la matriz alimentada, ciertos componentes como los carbohidratos, pueden mostrar transiciones de fase con la pérdida de agua. La viscosidad en la superficie de la gota se incrementa alcanzando valores críticos cercanos a  $10^4$  Pa s, llegando a un estado gomoso, que se logra antes de obtener una estructura amorfa. La superficie de la gota se hace pegajosa, lo que puede tener como consecuencia la adhesión de la partícula a las paredes del equipo de secado. También se puede dar la adhesión a otras partículas, en estado seco o gomoso, dependiendo del tamaño, la velocidad, la fuerza, el ángulo y el tiempo de contacto (Adhikari et al., 2004).

### **1.4.3. Condiciones de operación**

Las temperaturas y flujos tanto de la matriz alimentada como del gas de secado, así como las variables operativas asociadas al sistema de atomización, ya descritas en las secciones 1.5.1 y 1.6.1, afectan la calidad del producto en polvo. Por lo tanto, el diseño y los controles del sistema, así como la elección de variables operativas, deben proporcionar flexibilidad y robustez para poder cubrir las variaciones en las propiedades del alimento (R. P. Patel et al., 2009).

La temperatura de entrada del aire de secado está directamente relacionada con el contenido de humedad del producto en polvo obtenido, y se asocia con la capacidad de



evaporación del secador y la eficiencia térmica. Por su parte, la velocidad del aire de secado se asocia con la distribución del diámetro de las partículas (Aguilera, del Valle, & Karel, 1995; Keshani, Montazeri, Daud, & Nourouzi, 2015). Al aumentar el caudal del líquido aumenta en el tamaño de las gotas, aunque no en la misma medida que el flujo de gas de atomización. (I. C. Kemp et al., 2015).

#### **1.4.4. Propiedades del producto**

Las características principales de los polvos obtenidos por secado por aspersión están relacionadas con su uso final. Sin embargo, las propiedades más importantes son el contenido de humedad, la actividad acuosa, el tamaño y distribución de tamaño de partículas, la plastificación, la densidad aparente y la fluidez para el transporte (Gianfrancesco, 2009; R. P. Patel et al., 2009). A continuación, se describirán las propiedades que son afectadas por el secado por aspersión.

##### **Contenido de humedad y actividad acuosa**

El nivel de interacción del agua con la materia seca se expresa por la actividad del agua  $a_w$ . Esta se define como la relación entre la presión de vapor de agua del producto húmedo y la presión de saturación a la temperatura considerada. El agua es uno de los componentes mayoritarios de alimentos como la panela, y más aun de las mieles. Esto hace que su transferencia desde el entorno al producto seco ocurra, afectando la estabilidad, calidad y propiedades físico-sanitarias del producto final. Tanto la panela, como otros productos alimenticios están expuestos a diversas condiciones ambientales y de proceso, que los hacen propensos a deterioros en su estructura y calidad, tales como el crecimiento bacteriano y el colapso estructural (Y. H. Roos, 2003; Yrjö H. Roos, 2002).

El contenido de humedad de un sólido a una temperatura específica se relaciona con la actividad de agua en el mismo, a través de la isoterma de absorción. Esta relación permite predecir el comportamiento del alimento frente a la captación de humedad en ambientes determinados. Esto se traduce, principalmente, en estabilidad y preservación durante el almacenamiento (Yrjö H. Roos, 2002).

La actividad del agua también tiene relación con los fenómenos de transición vítrea y las propiedades pegajosas de los productos. La generación de adherencia durante el secado, y/o el aglomerado durante el almacenamiento, puede ocurrir para algunos productos en polvo hechos de componentes potencialmente pegajosos. Esto ocurre por ejemplo, con alimentos con alto contenido de azúcar, para condiciones específicas de temperatura y humedad (Intipunya, Shrestha, Howes, & Bhandari, 2009; Y. Roos, 1993; Y. H. Roos, 2003).

### **Plastificación**

La plastificación de un alimento debida a la absorción de humedad genera un fenómeno conocido como pegajosidad (*stickiness*), en el cual, la superficie del alimento se humecta permitiendo la cohesión de partículas debido al decrecimiento de la viscosidad. Es por ello que algunos productos granulados tienden a adherirse, formando masas grumosas y de difícil disolución durante su preparación. Esta última característica es conocida como apelmazamiento (*caking*) y es consecuente con el fenómeno de pegajosidad, dando como resultado un colapso de la estructura vítrea (Aguilera et al., 1995; Palzer, 2005). Para evitar este fenómeno indeseado, se pueden emplear agentes endurecedores como las maltodextrinas, o formadores de película como proteínas, surfactantes no proteicos, o biopolímeros (Adhikari, Howes, Lecomte, & Bhandari, 2005a; Parada Díaz, 2010; Yrjö H. Roos, 2002).

## **1.5. Secado por aspersión de alimentos con alto contenido de azúcar**

Muchos alimentos con alto contenido de azúcar son amorfos, cristalinos o una mezcla entre ambos, dependiendo de la composición del alimento y/o la tecnología de procesamiento usada. Los polvos cristalinos son menos higroscópicos y por esto, más estables a

degradación física y química. Por su parte los sólidos amorfos<sup>1</sup> se encuentran en equilibrio meta-estable; estos se forman por una remoción rápida del medio disolvente/dispersante y el rápido enfriamiento de la solución acuosa fundida o súper enfriada, lo que no permiten la cristalización (M. Jayasundera, Adhikari, Aldred, & Ghandi, 2009).

Los azúcares de bajo peso molecular como fructosa, glucosa, sacarosa y lactosa, en su estado amorfo, tienen una alta higroscopicidad y solubilidad. Los azúcares cristalinos pueden contener una fracción amorfa debido a las operaciones de molienda y reducción de tamaño. En este tipo de alimentos, las propiedades individuales de los azúcares como higroscopicidad, solubilidad, punto de fusión y temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) se ven influenciadas de un modo diferente, de acuerdo con el proceso de secado. La tabla 1-5 muestra cómo diferentes propiedades físicas se relacionan con el fenómeno de pegajosidad de un producto alimenticio.

**Tabla 1-5.** Propiedades físicas de azúcares y la pegajosidad durante el secado por aspersión.

Azúcares	Higroscopicidad relativa	Temperatura de fusión (°C)	Solubilidad en agua a 60°C (%W/W)	$T_g$ (°C)	Pegajosidad relativa
Lactosa	+	223	35	101	+
Maltosa	++	165	52	87	++
Sacarosa	+++	186	71	62	+++
Glucosa	+++++	146	72	31	+++++
Fructosa	+++++	105	89	5	+++++

Fuente: (M. Jayasundera et al., 2009)

<sup>1</sup> Los sólidos amorfos pueden dividirse a su vez en vítreos y gomosos:

**Vítreo:** Los materiales amorfos dentro de esta región son prácticamente sólidos-líquidos, cuya viscosidad es extremadamente alta ( $\eta > 1015$  cP), y por ende, con mínima movilidad molecular. Algunos ejemplos son el caramelo duro y los alimentos deshidratados. (Yrjo H Roos, 1995)

**Gomoso:** Los materiales gomosos tienen una viscosidad mucho menor que el estado vítreo y por lo tanto, mayor movilidad molecular. Con el tiempo puede vitrificarse. Ejemplo de esto es el caramelo blando (Yrjo H Roos, 1995).

Características como la pegajosidad son un problema frecuente en las operaciones de secado, especialmente en el caso de mezclas de carbohidratos de bajo peso molecular. Esto ocurre típicamente en la pulverización de jugos de fruta, lo que causa bajos rendimientos. Las causas de la pegajosidad son aún un tema de estudio; algunos investigadores la vinculan principalmente con la viscosidad del carbohidrato, y en la escala industrial, este problema se trata usualmente de manera empírica (Bhesh R. Bhandari, Datta, & Howes, 1997; Boonyai, Bhandari, & Howes, 2004; Normand et al., 2013). Una estimación confiable de las condiciones para las cuales la pegajosidad de los carbohidratos tiene lugar, es la transición entre el estado gomoso y el estado líquido, a partir del conocimiento de la temperatura de transición vítrea (Adhikari, Howes, Lecomte, & Bhandari, 2005b; B.R Bhandari & Howes, 1999; Yrjö H. Roos, 2002).

### **1.5.1. Secado por aspersion de jugos de caña**

El secado por aspersion para jugos de caña cuenta con amplio soporte conceptual en la literatura técnica. En la tabla 1-6 se mencionan algunas investigaciones realizadas recientemente, incluyendo aquellas enfocadas en la obtención de un producto de panela en polvo.

En Malasia, Valayetham (Valayetham, 2009) obtuvo un producto en polvo a partir de jugo crudo de la caña, utilizando como agente encapsulante maltodextrina (20%), y un 10% de carbonato de calcio como agente aglomerante. El proceso se realizó a 170°C, sin embargo, no se reportan las propiedades del producto, ni otros aspectos técnicos. En la India, Phanikumar (Phanikumar, 2011) desarrolló una bebida comercial saborizada obtenida mediante el secado por aspersion de jugos de caña de 12°Brix. Se desconoce la información técnica del producto, toda vez que solo se tiene información publicitaria.

En Colombia, un estudio (Guzmán G. & Castaño C., 2002) evaluó el secado por atomización de los jugos de caña de azúcar (preparados en el laboratorio) con el fin de obtener un producto soluble. Las mejores condiciones del estudio fueron temperatura de entrada de aire de 130° y concentración de jugo de 40°Brix. Por su parte, en un trabajo más reciente se estudió el secado por aspersion a partir de jugo de caña (40°Brix) suministrado por un trapiche comercial antioqueño. Se utilizó un secador por atomizador rotatorio en la escala

de laboratorio, con adición de maltodextrina (20%), y una temperatura del aire a la entrada de 130°C (Cortes et al., 2012).

**Tabla 1-6.** Principales Investigaciones sobre secado por aspersion de jugos de caña.

<b>Alimento</b>	<b>Aditivos</b>	<b>Aspectos generales</b>	<b>Autores</b>
Jugos 20°Brix, pH: 4,7 Origen: caña lavada y procesada en el laboratorio.	Agentes de carga: sacarosa, maltodextrina, almidón soluble, lactosa monohidratada	Spray dryer de vidrio (spraymate, India), boquilla de 1 mm, 20% de maltodextrina y lactosa. Rendimiento (30 – 70) %. Temperatura (130 - 160) °C	(Hari, Jebitta, & Sivaraman, 2013)
Jugos 40°Brix, pH: 4,7 Origen: Trapiche tradicional	Maltodextrina (DE 19-20)	Secador de disco rotatorio (vibrasec) capacidad 1.5 L/h 20% de maltodextrina y Temperatura (130 - 160) °C	(Cortes et al., 2012)
Jugo crudo, filtrado en el laboratorio	Maltodextrina (DE-20) y agente antiglomerante: carbonato de calcio	Secador escala laboratorio 20% de maltodextrina y Temperatura (170) °C	(Valayetham, 2009)
Jugo crudo, concentrado en el laboratorio al vacío hasta 30°Brix	Maltodextrina (DE 11-12)  goma arábica	Secador escala laboratorio (20 - 40) % b.s de maltodextrina y Temperatura (130-150) °C	(Khuenpet, Charoenjarasrerk , & Jaijit, 2016)
Jugo crudo 12 °Brix	Saborizantes	No informa. Bebida comercial	(Phanikumar, 2011)
Jugo de caña (40-50) °Brix, Origen: caña lavada y procesada en el laboratorio.	sin aditivos	Secador escala laboratorio y Temperatura (140) °C	(Guzmán G. & Castaño C., 2002)

A nivel industrial, esta tecnología ha sido evaluada en Colombia utilizando como alimentación jugos clarificados de caña panelera. En este caso se reportó una baja tasa de recuperación, con un producto pulverizado blanco de sabor característico a “guarapo”, de baja aceptación entre los consumidores (Triana, 2015).

### **1.5.2. Uso de aditivos para disminuir la pegajosidad**

El uso de maltodextrinas, gomas, pectinas, fibras vegetales y almidones como agentes encapsulantes, ha sido ampliamente estudiado por autores como Adhikari (2003), Wang & Zhou (2012) y Largo Avila & et al (2015), este último con jugos de caña de azúcar. En general, estos aditivos buscan modificar la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), mejorando las propiedades del producto terminado al incrementar la estabilidad durante el almacenamiento. A pesar de que el desempeño del proceso de atomización se puede mejorar con el uso de maltodextrina, los productos pueden adquirir propiedades organolépticas (textura, sabor residual, color) que disminuyen su aceptación. (Adhikari, Howes, Bhandari, & Truong, 2003a, 2003b; Largo A., Cortés R., & Ciro V., 2015; Revelo, 2014; S. Wang & Langrish, 2009; Shuosi Wang & Langrish, 2010)

Los resultados del secado de jugo de caña de azúcar (Largo A. et al., 2015) muestran que el uso de un 20% de maltodextrina en el alimento, con una velocidad del disco atomizador de 22000 rpm, temperatura de entrada del aire de secado igual a 130°C y de salida igual a 75°C, permite obtener un producto en polvo estable. En estos ensayos se obtuvo una recuperación efectiva del 91,3%, a partir de un concentrado de jugo de caña de 40°Brix, obtenido en un trapiche tradicional de Girardota (Antioquia).

Otros autores han empleado gomas, pectinas, silicato de calcio y carboximetilcelulosa como vehículos para favorecer el secado (Mosquera, 2010). También se han utilizado proteínas de suero de leche y caseína (Shuosi Wang & Langrish, 2010), aislados de proteína de alverja y caseinato de sodio (M. Jayasundera, Adhikari, Adhikari, & Aldred, 2011). Igualmente se han utilizado aditivos de bajo peso molecular con actividad superficial, iónicos y no iónicos, como estearoil lactitato de sodio (SSL) y polisorbato 80 (tween 80) (Mithila Jayasundera, Adhikari, Howes, & Aldred, 2011).

En la recuperación de polvo en el secado por aspersión de alimentos con alto contenido de azúcares se ha estudiado el efecto de la migración competitiva superficial de las proteínas y agentes tensoactivos de bajo peso molecular (LMS) como Polisorbato 80 (Tween-80) y dodecil sulfato de sodio (Na-DS) (Adhikari, Howes, Wood, & Bhandari, 2009a)

El caseinato de sodio (Na-C) y el suero de leche hidrolizada (WPH) son las proteínas más usadas como agente encapsulador. Adhikari & et al (2009) midieron el efecto de las proteínas realizando secado por aspersión de una solución de sacarosa, con una relación solución: proteína de 99,5: 0,5 y 99,0: 1,0. La concentración de sólidos de todas las soluciones de alimentación se fijó en 25% y las temperaturas de entrada y salida se mantuvieron a 170° C y 70° C, respectivamente. Se encontró que, en ausencia de surfactantes de bajo peso molecular, las proteínas cubren hasta 55% de la superficie de la partícula y el aumento de la recuperación de polvo fue del 30%. De acuerdo con las observaciones experimentales, la formación de una película rica en proteínas actúa para reducir la pegajosidad superficial de las gotitas de sacarosa. (Adhikari, Howes, Wood, & Bhandari, 2009b)

Autores como Turchiuli y colaboradores (2011) afirman que el conocimiento y manejo de la pegajosidad se puede utilizar de manera positiva en la aglomeración de las partículas con polvos secos. Esto se puede logra con los finos recolectados, que se pueden introducir como corriente recirculada al sistema, o bien con polvos secos nuevos, con el fin de mejorar las propiedades como producto instantáneo (Turchiuli, Gianfrancesco, Palzer, & Dumoulin, 2011).

## **1.6. Modelos matemáticos para el secado por aspersión de alimentos**

El proceso de secado por aspersión es un fenómeno complejo de flujo multifásico (fase gaseosa - aire de secado, fase líquida – gotas, y fase sólida - partículas), y a su vez, cada fase es una mezcla de varios componentes. Los trabajos de investigación sobre modelamiento matemático del secado por aspersión son variados, algunos teóricos, semi-

empíricos y/o experimentales. Estos han sido validados de forma exitosa para ciertas soluciones de productos alimenticios de composición binaria.

En general, los modelos deben considerar balances de conservación de masa y energía, modelos de transferencia de masa, calor y momento, parámetros termodinámicos y la cinética de secado. La consideración de todos estos elementos depende del grado de acercamiento que se espera a los fenómenos que ocurren a nivel microscópico y la interacción entre la fase gaseosa y líquida, así como de la complejidad en la solución matemática.

Kemp y Pinto (2002) clasificaron el modelamiento matemático del secado por aspersion de alimentos en cuatro grupos (Pinto, Kemp, Bermingham, Hartwig, & Bisten, 2014). Sin embargo, actualmente se habla de cinco modelos, los cuales se listan a continuación:

1. Difusión: En este modelo se consideran simultáneamente las ecuaciones diferenciales de conservación de materia y energía haciendo uso del concepto de difusividad.
2. Cálculos aproximados (*scoping*): Este es un modelo teórico simple que involucra el balance de masa y energía, y un modelo cinético con velocidad constante, a una tasa de secado de primer orden. Esto con el fin de lograr una primera estimación del tamaño del secador y el tiempo de secado.
3. Cálculos escalados (modelo integral). Este modelo es una aproximación semiempírica que utiliza el concepto de curva característica de secado (CDC). Se considera las dos etapas de secado constante y decreciente, con base en curvas experimentales a pequeña escala, o en plantas experimentales a nivel piloto. Esto permite escalar las dimensiones del equipo con base en los rendimientos medidos.
4. Métodos detallados - modelo incremental: En este se realiza un seguimiento de las condiciones locales de los sólidos y gases durante el secado, como una variación unidimensional con longitud o tiempo.
5. Métodos detallados - modelos CFD o subpartículas: permiten manejar patrones de flujo tridimensional complejos, o evaluar el comportamiento dentro de una sola gota o partícula.

Los dos últimos modelos son de parámetros distribuidos, y su objetivo es simular condiciones localizadas y hacer seguimiento de partícula. Estos métodos requieren más



datos (propiedades físicas, parámetros de flujo, coeficientes de transporte) y técnicas de modelización mucho más complejas, que los dos primeros.

Los modelos, en general, comprenden la resolución de ecuaciones de conservación de masa, cantidad de movimiento y energía para cada fase (ecuaciones de Navier – Stokes para fluidos Newtonianos incompresibles). Para esto se usan métodos numéricos que permiten resolver las ecuaciones y determinar los perfiles de velocidad, temperatura y presión dentro del sistema (Kuriakose & Anandharamakrishnan, 2010). Comúnmente, la primera simplificación que se hace es considerar el aire como fase continua y las otras dos fases se consideran como la fase dispersa. También existe la opción de considerarlas como subsistemas; el subsistema fase gaseosa y el subsistema fase líquida.

Algunos modelos de interés para este trabajo son mostrados en el anexo B. En particular se destaca el modelo bidimensional con enfoque Euleriano–Lagrangiano, desarrollado por Mezhericher y colaboradores (2010), el cual tiene en cuenta la cinética de secado de las gotas en dos etapas (Mezhericher et al., 2010). También se puede considerar el modelo incremental del tipo “*Population Balance Model (PBMs)*” desarrollado por Pinto y colaboradores (2014), el cual consta de dos segmentos. El primero es la generación de una distribución de gotas que sale del atomizador, ya sea como un conjunto fijo de parámetros (independientemente de las condiciones de alimentación) o como una función de parámetros de alimentación, que luego se discretiza en una serie de tamaños de gota para su uso posterior. El segundo segmento del modelo es el proceso de secado; las velocidades de secado de las gotas de diferentes tamaños se calculan como una función de las condiciones de vapor en la cámara y el tiempo de residencia de las gotas.

Otro modelo de interés para esta propuesta es el desarrollado por Shuosi y colaboradores (2013), conocido como “Parámetros distribuidos multicomponente” (azúcares y proteínas). En este trabajo, los autores buscaron simular la difusión de las gotas y la solubilidad de los componentes. Las ecuaciones diferenciales y el mallado fueron alterados para encontrar una solución numérica en el tiempo. Este modelo fue validado experimentalmente y se utilizó con mezclas modelo de las soluciones de azúcar y proteína (Lactosa y Caseinato de sodio). (Shuosi Wang, Langrish, & Adhikari, 2013).

Por otra parte, Zbicinski y colaboradores (2002) determinaron experimentalmente la cinética de secado por aspersión como una función de la relación de aspersión y la temperatura del agente de secado. También demostraron que, basándose en el contenido

de humedad crítica del material, la cinética de secado por aspersión se puede determinar a partir de las curvas de secado generalizadas (Zbicinski, Delag, Strumillo, & Adamiec, 2002).

Muchos equipos de secado se pueden caracterizar adecuadamente por modelos en los niveles 1, 2 y 3 antes descritos. Sin embargo, para los secadores por aspersión, cada gota y partícula se seca individualmente y su comportamiento de secado depende de su tamaño, su historial de temperatura, y la velocidad del aire local. Además, el movimiento de gas y partículas a través del secador es complejo, por lo que es necesario el uso de modelos de nivel 4 o 5. Por tal razón, el enfoque CFD (Dinámica Computacional de Fluidos) se selecciona para el desarrollo del modelamiento que se realizará en esta investigación. A continuación, se describen algunos aspectos relevantes de esta herramienta.

### **1.6.1. Dinámica de fluidos computacional-CFD**

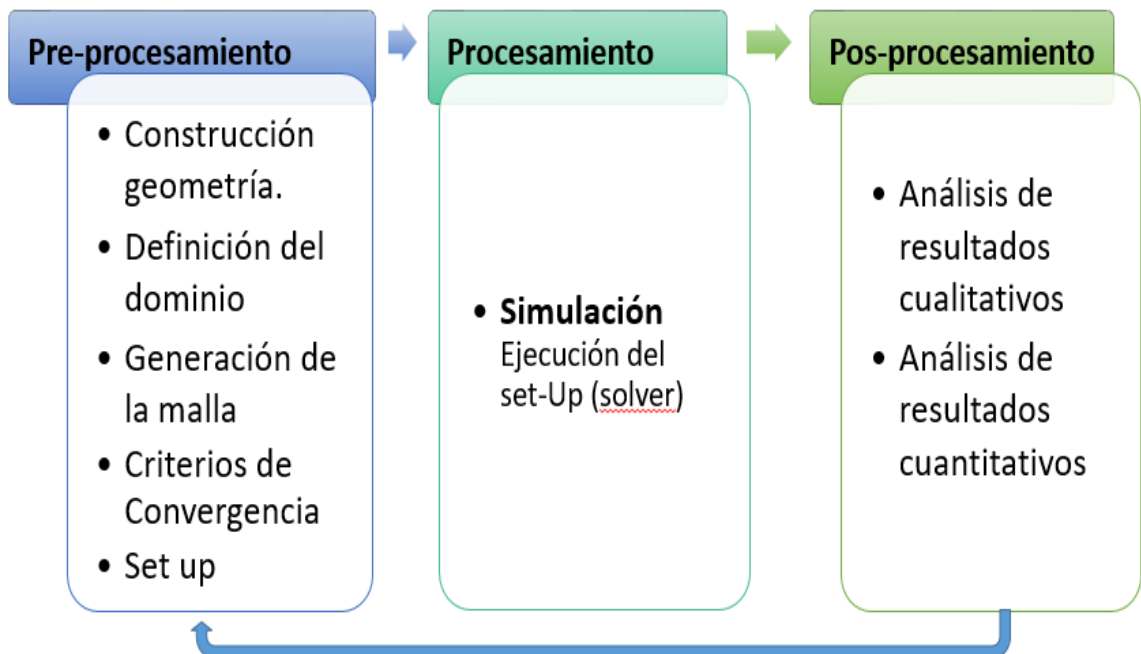
La aplicación de la dinámica de fluidos computacional (CFD) en el área de secado por aspersión de alimentos ha sido revisada por diferentes autores. Los resultados de los estudios han demostrado que CFD puede ser una herramienta útil para predecir el patrón de flujo de gas y las condiciones de operación, tales como temperatura, velocidad y tiempo de residencia (Langrish & Fletcher, 2001).

En los últimos años, esta y otras herramientas de simulación se aplican cada vez más a las operaciones de procesamiento de alimentos, en particular el secado por aspersión (Keshani, Daud, Nourouzi, Namvar, & Ghasemi, 2015; Kuriakose & Anandharamakrishnan, 2010; Langrish & Fletcher, 2003; Meng Wai Woo, Daud, Mujumdar, et al., 2008). Lo anterior debido a que las mediciones de flujo de aire, temperatura, tamaño de partícula y humedad dentro de la cámara de secado son muy difíciles y costosas de obtener en equipos industriales o a nivel de banco. Langrish & Fletcher (2001, 2003) y Woo (2008) entre otros, han utilizado en sus investigaciones la CFD, para adelantar un diseño óptimo de los equipos de secado por aspersión para productos alimenticios, incluyendo aquellos que presentan pegajosidad.

En el campo de la CFD se han utilizado una gran variedad de métodos numéricos que se desarrollan en tres etapas principales: pre-procesamiento, procesamiento y pos-procesamiento (ver figura 1-11). En la primera de ellas se tienen cuatro pasos básicos:

generación del dominio, subdivisión del dominio, discretización de las ecuaciones y solución numérica de las ecuaciones.

- **Generación del dominio:** Se construye el volumen de control a partir de los planos (dimensiones) de la cámara de secado.
- **Subdivisión del dominio del flujo:** También llamado enmallado, consiste en dividir el volumen de control en pequeños elementos de volumen que tienen puntos en común llamados nodos.
- **Discretización de las ecuaciones:** En este paso, las ecuaciones diferenciales parciales exactas del modelo son reemplazadas por ecuaciones algebraicas, escritas en términos de los nodos de las variables dependientes. La exactitud del método depende del número de nodos que tenga la malla.



**Figura 1-11.** Etapas del enfoque CFD

Fuente: (Gutiérrez Suárez, 2015; Xia & Sun, 2002)

- **Solución numérica de las ecuaciones:** Una secuencia de cálculo adecuada permite la solución de las ecuaciones algebraicas planteadas

Woo y colaboradores (2008), se enfocaron en los aspectos más importantes a considerar en un modelo para realizar la simulación CFD de un proceso de secado por aspersión. Allí se definió que dicho modelo debe estar conformado por 5 sub modelos: rastreo de las partículas, secado de la gota, deposición, interacción entre partículas y calidad de la partícula (Meng Wai Woo, Daud, Mujumdar, et al., 2008). Este enfoque se describe en el capítulo 5 al realizar el modelo CFD del secado por aspersión de mieles de caña.

## **2. Problema de Investigación**

### **2.1. Descripción del problema**

El secado por aspersión de alimentos ricos en azúcar presenta problemas de aglomeración, apelmazamiento y caramelización (Adhikari et al., 2004; Krishnaiah et al., 2014; Mestry, Mujumdar, & Thorat, 2011; a. K. Verma, Singh, Singh, & Dubey, 2012; S. Wang & Langrish, 2009). Esto da lugar a problemas operacionales como la alta pegajosidad e higroscopicidad del producto, reduciendo el porcentaje de recuperación. Como se describió en la tabla 1-5, el estudio de la pulverización de panela usando este tipo de procesos, se ha centrado en la evaluación experimental del desempeño de equipos en la escala de laboratorio o de planta piloto con matrices artificiales (preparada con glucosa, fructosa y sacarosa grado analítico). Igualmente, algunos estudios se han realizado procesando jugos de caña, cuyas propiedades distan de las características (físicoquímicas y sensoriales) propias de la panela. En estos casos se obtienen productos en estado amorfo, con alta higroscopicidad, y con un alto contenido de humedad que favorece la aglomeración. Si bien se reportan intentos de mejorar el desempeño del proceso a través de la adición de aditivos alimentarios como maltodextrinas (hasta un 20%), estos dejan de lado el espectro sensorial requerido en el producto terminado, y sin resolver plenamente el problema de la estabilidad al ambiente (Largo A. et al., 2015).

Adicionalmente, y debido a que la panela se considera como un producto artesanal, hay pocos estudios enfocados al entendimiento de los fenómenos físicos, químicos, termodinámicos, reológicos y mecánicos que tienen lugar en cada una de las etapas del proceso productivo. La ausencia de una base científica respecto de las propiedades fisicoquímicas y sensoriales de jugos, mieles de caña panelera y de la panela misma, así como su transformación durante las diferentes etapas del procesamiento, limita el desarrollo de tecnologías confiables y estandarizadas de producción.

Teniendo en cuenta los planteamientos anteriores, el gran reto de esta investigación es establecer una conexión directa entre las propiedades de la materia prima y del producto en polvo, y su relación con las condiciones de operación de un proceso de secado por aspersión. Se requiere entonces entender el impacto de las diversas variables del proceso, e identificar el conjunto de condiciones de operación que permitan obtener productos en polvo a partir del secado por aspersión de mieles de caña panelera. Esto incluye establecer las características de las mieles de alimentación (concentración y propiedades), temperaturas y flujos de las corrientes, el tipo de aditivos formadores de película (diferentes a la maltodextrina), y demás condiciones de proceso que permitan obtener un producto con un perfil sensorial aceptable, de alta velocidad de disolución y con altas tasas de recuperación del producto en polvo.

En esta dirección, la hipótesis del proyecto y los objetivos del mismo se describen a continuación:

## **2.2. Hipótesis científica**

Es posible desarrollar una operación de secado por aspersión de mieles de caña panelera, y modelar su comportamiento, para obtener un producto de alta velocidad de disolución que conserve las principales características organolépticas de la panela y con alto porcentaje en la tasa de recuperación. El modelo permitirá predecir adecuadamente el efecto de las condiciones de operación del secador por aspersión, de su geometría, y de aditivos formadores de película, sobre las características del producto obtenido, de tal forma que sea un insumo fundamental para el escalamiento de la operación

## **2.3. Objetivo general**

Desarrollar el diseño de un proceso de secado por aspersión (spray drying) de mieles de caña para la producción de un producto tipo panela en polvo con aplicaciones como endulzante industrial, con alta velocidad de disolución y con alta tasa de recuperación.

## 2.4. Objetivos específicos

1. Evaluar propiedades fisicoquímicas, térmicas y reológicas de mieles de caña panelera de una región específica de Colombia, y ajustarlas a modelos matemáticos adecuados.
2. Desarrollar un modelo matemático que describa la operación de secado por aspersion de mieles de caña panelera y que permita predecir el efecto de las condiciones de operación, de su geometría y del uso de aditivos formadores de película sobre las características y calidad del producto en polvo obtenido.
3. Validar experimentalmente el modelo secado por aspersion de mieles de caña panelera desarrollado, utilizando los prototipos disponibles en las diferentes escalas.
4. Evaluar el uso de aditivos formadores de película diferentes a la maltodextrina y seleccionar el que permita incrementar la tasa de recuperación efectiva del producto en polvo con aplicaciones como endulzante industrial e instantáneo.

## 2.5. Metodología

Con el fin de poder cumplir con los objetivos propuestos en este trabajo, la metodología seguida en este proyecto comprendió las siguientes fases:

### 2.5.1. Conceptualización

Se realizó la búsqueda, organización y análisis de información de los elementos críticos que afectan el proceso de secado por aspersion de las mieles y que influyen en la calidad del producto en polvo obtenido, repartidos en cuatro temas principales:

- Métodos estandarizados para caracterización de panela y sus productos derivados, teniendo como referencia la Norma Técnica Colombiana NTC 1311, la resolución 779 del 2006, los métodos analíticos estandarizados de la AOAC para azúcares, y artículos

científicos que contengan la caracterización fisicoquímica de la panela y sus subproductos. Esto permitió seleccionar los métodos, definir protocolos, y estandarizar aquellas técnicas que lo requieran.

- Aspectos técnicos, operativos y físicos de los equipos relevantes para el secado por aspersión de productos con alto contenido de azúcar. Estos sirvieron como base para la selección de las variables de entrada y salida consideradas en los diseños de experimentos planteados.
- Clasificación, ventajas, desventajas y criterios de selección de aditivos diferentes de maltodextrina que permitan incrementar el porcentaje de recuperación del producto en polvo y que no afectan su calidad.
- Clasificación, requerimientos computacionales, de información y alcances de los modelos matemáticos del secado por aspersión de alimentos con alto contenido de azúcar, enfoque de modelación, métodos numéricos, lenguaje de programación y herramientas computacionales apropiadas para su resolución.

Finalmente se revisaron los aspectos teóricos asociados con el modelamiento del secado por aspersión y los requerimientos para adelantar la simulación con la herramienta CFD.

### **2.5.2. Selección, recolección y caracterización fisicoquímica de mieles de caña.**

Una vez finalizada la revisión bibliográfica y de seleccionar los métodos de caracterización de panela y sus productos intermedios (jugos y mieles), se realizó el trabajo de campo de recolectar jugos y mieles. Este trabajo se realizó en plantas de procesamiento y/o trapiches que implementan buenas prácticas de manufactura, y que aseguran la calidad de las mieles y su disponibilidad durante el tiempo de desarrollo de este proyecto. En este caso las muestras fueron recolectadas en:

- Planta experimental de producción de panela del Centro Agroindustrial y Empresarial SENA, ubicada en el municipio de Nimaima (Cundinamarca),
- Trapiche panelero de la finca Ventorrillo ubicado en el municipio de Nocaima (Cundinamarca),
- Planta de procesamiento Doña panela ubicada en Chitaraque (Boyacá)



- Planta de procesamiento de panela Prodecaña ubicada en la vereda Guayabal (Valle)

Las muestras recolectadas fueron almacenadas a una temperatura de 4°C. Estas fueron caracterizadas por medición de propiedades fisicoquímicas (sólidos solubles totales, pH, acidez, humedad, cenizas y densidad a cuatro temperaturas), reológicas (viscosidad a diferentes temperaturas) y térmicas (capacidad calorífica). Adicionalmente, se estandarizaron las técnicas de análisis del perfil de azúcares por cromatografía líquida (HPLC), para cuantificación de sacarosa, glucosa y fructosa. Igualmente se estandarizaron las técnicas de análisis de calor específico ( $C_p$ ) de las mieles por calorimetría diferencial de barrido de alta presión (HPDSC). En el capítulo 3 se presenta todo lo concerniente con esta fase.

### **2.5.3. Estudio experimental del secado por aspersión de mieles de caña panelera.**

Para esta investigación se realizó un diseño experimental secuencial en cuatro etapas:

- En la primera se trabajó con soluciones reconstituidas de panela en bloque (Megapanela, Panerapid) del departamento de Cundinamarca, y con mieles para panela en bloque del trapiche del SENA a concentraciones entre 50 y 70 °Brix. Esto permitió establecer los procedimientos de manejo y el protocolo operativo del equipo de secado por aspersión de escala banco utilizado en la experimentación (LabPlant SD-06, Huddersfield, Inglaterra).
- En la segunda etapa se trabajó con mieles para panela granulada de los mismos trapiches, a las mismas concentraciones. En esta etapa se realizó un estudio de las diferentes variables del proceso (concentración de las mieles, temperatura de entrada y flujos del aire de calentamiento y del alimento) y su impacto sobre el porcentaje de recuperación del producto, la humedad, higroscopicidad y actividad de agua del producto en polvo obtenido.

- En la tercera etapa o de optimización, Se trabajó con mieles para panela granulada del trapiche Ventorrillo y de la planta experimental de producción de panela del SENA a las mismas concentraciones de la fase anterior (sin uso de aditivos). En esta etapa se establecieron las mejores condiciones de operación, minimizando las variables de respuesta humedad e higroscopicidad, y maximizando el porcentaje de recuperación del producto en polvo. Una vez Identificada la región de trabajo y las mieles con mejor comportamiento en el proceso de secado (i.e. en términos de viscosidad y contenido de sólidos), se evaluó el comportamiento de diferentes aditivos formadores de película (caseinato de calcio (Cac), proteína concentrada de suero de leche (WPC) y proteína de soya aislada (SPI). Esto permitió ver su efecto sobre la tasa de recuperación, la higroscopicidad y la estabilidad del producto en polvo. Debido a la baja solubilidad de la proteína en las mieles, fue necesario establecer un protocolo de incorporación de los aditivos en las mieles que asegurara el correcto bombeo y atomización de las mieles + aditivos durante el proceso de secado.
- Finalmente, se realizó la caracterización fisicoquímica del producto obtenido bajo las condiciones de proceso estudiadas. Esto se realizó por medición del contenido de humedad, actividad de agua, perfil fenólico, fenoles y flavonoides totales, colorimetría en dilución y directa, velocidad de disolución, estabilidad al ambiente y análisis granulométrico.

En el capítulo 4 se encuentran la metodología seguida y los resultados de esta fase.

#### **2.5.4. Planteamiento y validación del modelo matemático del secado por aspersión de mieles de caña panelera**

En la fase conceptual se pudo identificar que se cuenta con información sobre modelamiento matemático del proceso de secado por aspersión de alimentos con alto contenido de azúcar. Estos consideran una geometría cilíndrica con base cónica y una configuración flujo en co-corriente, similar al equipo usado en este trabajo. Sin embargo, estos modelos son en su mayoría aproximados de nivel 1 y 2 (balance de materia y

energía), y presentan diferencias en la configuración física (Tipo de atomizador) y en el alimento (matrices artificiales de azúcares y/o soluciones muy diluidas, y con un alto porcentaje de encapsulante o agente de carga) (Cotabarren, Bertín, Razuc, Ramírez-Rigo, & Piña, 2018; Johansen Crosby, 1989; Lin & Gentry, 2003; Werner, Edmonds, Jones, Bronlund, & Paterson, 2008) y algunos de nivel 4 y 5 (Gutiérrez Suárez, 2015; Keshani, Daud, et al., 2015; Kuriakose & Anandharamakrishnan, 2010; Pinto, Kemp, Bermingham, Hartwig, & Bisten, 2014; Woo et al., 2008) Estas simplificaciones y diferencias no permiten predecir con precisión los campos de velocidad, humedad y temperatura durante el proceso de secado. Por lo anterior, en el modelamiento del proceso se utilizó el enfoque CFD (Dinámica Computacional de Fluidos).

Como se indicó anteriormente, el modelamiento CFD se desarrolló en tres etapas principales: pre-procesamiento, procesamiento y pos-procesamiento. En la primera etapa se realizó la digitalización 3D de la geometría del secador utilizado en los experimentos. La definición del dominio, la generación de la malla (Discretización empleando volúmenes de control), y la configuración de fenómenos a incluir para la descripción de la interacción de la fase continua (aire de calentamiento) y la fase dispersa (gotas, partículas). La etapa de procesamiento o la simulación se realizó en varios niveles. Inicialmente se hizo la simulación del flujo de aire, y posteriormente se integró el modelo de las gotas atomizadas de panela. Esto se realizó tanto para la cámara de secado como para el ciclón de separación de polvos, teniendo en cuenta coalescencia, rompimiento y transferencia de calor y masa entre las dos fases. Finalmente, en el pos-procesamiento, se hizo el análisis de los resultados obtenidos.

Con relación a la validación del modelo, se realizó un comparativo con los resultados obtenidos en el experimento bajo las mejores condiciones de operación (i.e. menor grado de humedad y mayor recuperación). Aquí se realizó una comparación del perfil de temperatura medido de forma axial y radial durante el secado de mieles respecto del obtenido del modelo. Igualmente se hizo una comparación entre el contenido de humedad y el porcentaje de recuperación del producto en polvo, respecto del obtenido en el secador LabPlant SD-06. Los resultados de esta fase se encuentran en el capítulo 5.



## **3. Caracterización de las mieles de caña panelera.**

### **3.1. Introducción**

Como se mencionó en el capítulo anterior, uno de los retos de este proyecto es obtener un producto de panela en polvo por medio de la técnica de secado por aspersión. El producto debe ser de origen natural y organolépticamente aceptable, y obtenido a partir de mieles de caña de un proceso productivo panelero real. Por lo anterior, se recolectaron mieles de caña producidas en procesos tradicionales de fabricación de panela, bajo estándares de calidad y buenas prácticas de manufactura, en diferentes trapiches de tres regiones paneleras (Cundinamarca, Boyacá y Valle).

En este capítulo se presentan los resultados de la caracterización fisicoquímica (pH, acidez, contenido de humedad, sólidos solubles, la densidad y el perfil de azúcares), reológica (viscosidad) y térmica (calor específico) de las mieles. Las mieles fueron recolectadas, en diferentes etapas del proceso de concentración, en dos trapiches de la misma región, pero que operan con tecnologías de calentamiento diferente. Esto se realizó con el fin de identificar las diferencias en las propiedades por efecto de este factor tecnológico. Adicionalmente, se presenta el análisis proximal de mieles de 70°Brix recogidas en ambos trapiches, así como el análisis de los resultados obtenidos.

## 3.2. Materia prima

Debido a la falta de la trazabilidad en el proceso de producción de la panela, se decidió fijar algunas variables asociados al proceso tales como: un trapiche con buenas prácticas de manufactura y con un protocolo de operación definido; la cantidad y la variedad de la caña y el tiempo por etapa y por proceso con el fin de asegurar la disponibilidad, la calidad y similitud composicional de la materia prima durante el tiempo de ejecución de esta investigación.

El trabajo de campo en el trapiche, inicio con la recolección y transporte de una tonelada de caña al trapiche y se realizó tres batches; en el primero se caracterizó cada etapa de proceso, midiendo tiempos, temperaturas con un termómetro de inmersión y contenido de solidos totales (se recolecto 3 muestras de 1 ml, se dejaron enfriar y se realizó su medida refractométrica); en el segundo batch se tomaron muestras(1 litro /concentración) de mieles de caña de la etapa de concentración a tiempos correspondientes a 50, 60 y 70 °Brix del proceso de obtención de panela en bloque y en el último batch se tomaron muestras de mieles del proceso para panela granulada, a las mismas concentraciones.

Esto se realizó en un trapiche con tecnología de evaporación abierta y que usa vapor como medio de calentamiento. Esta planta se encuentra ubicada en el Centro Agroindustrial y Empresarial del SENA, ubicada en Tobia en el municipio de Nimaima. Con esas muestras se realizó la selección y estandarización de los métodos de análisis descritos en este capítulo. Esto para que fuesen comparables con muestras equivalentes provenientes del trapiche Dulce Ventorrillo (finca Ventorrillo Vereda El Cajón, ubicada en Tobia Chica, Cundinamarca), el cual funciona con tecnología de evaporación abierta con hornilla tradicional por combustión de bagazo.

En total se recolectaron tres muestras de mieles de dos muestreos por molienda, y de cinco moliendas entre los años 2016 – 2018. Esto se realizó en la planta SENA, iniciando con una molienda para la obtención de panela en bloque y las siguientes para panela granulada. Igualmente se realizó el muestreo en una molienda para producción de panela granulada en el trapiche Dulce Ventorrillo. Las muestras fueron recolectadas en recipientes de vidrio y bidones, rotuladas, transportadas a los laboratorios y almacenadas a 4°C.

En la tabla 3-1 se muestran los tiempos de procesamiento en los que se recolectaron las muestras.

**Tabla 3-1.** Tiempos de procesamiento de las mieles en la etapa de evaporación para cada muestra tomada para el Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

# muestra	SENA	SENA	DV
	Panela bloque	Panela granulada	Panela Granulada
<b>Tiempo de procesamiento (min)</b>			
<b>1</b>	7	5	8
<b>2</b>	12	10	15
<b>3</b>	20	15	22

### 3.3. Caracterización Físicoquímica - métodos

#### 3.3.1. Contenido de sólidos solubles (°Brix)

La determinación de los sólidos solubles se realizó de acuerdo con el procedimiento descrito en la norma AOAC 932.12 ((AOAC)., 2012), utilizando un refractómetro digital ATAGO RX – 5000 (Bellevue, USA). Las muestras de mieles se homogeneizaron mediante agitación y luego se colocó una gota de la solución en el refractómetro para hacer la lectura correspondiente. Este ensayo se realizó por cuadruplicado.

#### 3.3.2. pH

El pH de las muestras se determinó siguiendo el procedimiento definido en la norma AOAC 981.12 ((AOAC)., 2012) usando un pH-metro MettlerToledo-MPC227 (Greifensee, Suiza). Para este procedimiento se tomó una muestra de 50 ml, se mantuvo a  $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$  con agitación (400 rpm). Este ensayo se realizó por cuadruplicado.

#### 3.3.3. Acidez

Para la medición de la acidez se empleó el método potenciométrico, con base en la norma AOAC 962.19 ((AOAC)., 2012). Se tomaron 10 g de muestra y se disolvieron en 75 ml de agua libre de  $\text{CO}_2$ . La mezcla se tituló con una solución 0,05 M de NaOH (Merck,

Darmstadt), se mantuvo agitación magnética (400 rpm), y se midió el pH con un pH-metro MettlerToledo-MPC227 hasta llegar a 8,3. (Chen, 1991; Godshall et al., 2007; Jaffé, 2015). Este ensayo se realizó por cuadruplicado y los resultados se expresan en porcentaje en peso de ácido aconítico en base seca (mg ácido aconítico/g de muestra de base seca) según la ecuación 3.1 (Nielsen, 2001).

$$\% \text{ Acidez} = \frac{N \cdot V \cdot \text{Eq-p}}{M \cdot \text{SST}} * 100 \quad (3.1)$$

Donde:

N: Normalidad del NaOH (mEq/ml)

V: Volumen de NaOH gastado en la titulación (ml)

Eq-p: Peso equivalente del ácido predominante (mg/ mEq) = 58,03 para el ácido aconítico

M: Masa de la muestra (g)

SST: Contenido de sólidos (°Brix).

### 3.3.4. Cenizas

Las cenizas se determinaron por método gravimétrico de acuerdo con la norma AOAC 900.02 ((AOAC)., 2012). Se pesaron 1,5 g de muestra en cápsulas de porcelana. Luego se pre-calcaron sobre una placa de calentamiento y posteriormente se llevaron a la mufla Lindberg (Wisconsin, USA) a 525°C durante 5 horas. Finalmente, la muestra se enfrió en un desecador y se pesó. Este ensayo se realizó por cuadruplicado y los resultados se expresaron como g de cenizas/100g muestra en base seca, según ecuación 3.2 (AOAC, 2012).

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{(P-p)}{M \cdot \text{SST}} * 100 \quad (3.2)$$

Donde:

P: Masa de la capsula + cenizas (g)

p: masa de la capsula (g)

M: Masa de la muestra (g)

SST: Contenido de sólidos (°Brix)



### 3.3.5. Humedad

La humedad se determinó por el método gravimétrico, haciendo una modificación a la norma AOAC 925.45 ((AOAC)., 2012). Se tomaron 2 g de muestra sobre arena de mar (Merck, Darmstadt) y se llevó a la estufa de aire forzado LabTech Daihan (Korea), durante 24 horas a  $85 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ . Posteriormente, se enfrió en un desecador y se pesó. Luego la muestra se llevó a la estufa por 2 horas hasta peso constante. El porcentaje de humedad es el resultado de la diferencia de peso, calculado con la ecuación 3.3. Este ensayo se realizó por cuadruplicado.

$$\% \text{ humedad } (x_w) = \frac{\text{masa muestra húmeda} - \text{masa muestra seca}}{\text{masa muestra húmeda}} * 100 \quad (3.3)$$

### 3.3.6. Contenido de azúcares reductores y sacarosa

El contenido de azúcares reductores y sacarosa se determinó por el método de cromatografía líquida de alta presión (HPLC) con un cromatógrafo Thermo Dionex Ultimate 3000 (Sunnyvale, CA, USA) equipado con detector de índice de refracción (IR). Los análisis se llevaron a cabo en una columna Waters Sugar Pak 300 (Milford, USA), usando como fase móvil agua desionizada y desgasificada. Las condiciones de operación fueron  $80^{\circ}\text{C}$ , flujo de 0,5 ml/min, y un volumen de inyección de 20  $\mu\text{L}$  (Quesada, Afschar, & Wagner, 1994). El tiempo de cada análisis fue de 20 minutos.

Para la cuantificación de azúcares se usaron estándares de sacarosa, fructosa y glucosa grado HPLC (SIGMA, ST. Louis MO, USA). Las curvas de calibración presentaron un coeficiente de correlación lineal  $R^2$  mayor a 0,998 (ver Anexo A). Para el análisis se tomó una muestra (0,75 – 1,00 g), se diluyó a 10 ml con agua desionizada y se filtró en membranas de acetato de celulosa de 45  $\mu\text{m}$  de tamaño de poro (Millipore Corp., Billerica, MA, USA). La concentración de cada azúcar se expresó en fracción en peso, g/100g de muestra en base seca. Este ensayo se realizó por cuadruplicado.

### 3.3.7. Densidad

La densidad se midió en el densímetro digital Mettler Digital Density Meter - DMA 45 (Graz, Austria). Las muestras homogeneizadas se inyectaron con jeringas en los tubos capilares del equipo, se esperó hasta la estabilización y se registró el resultado. En un baño termostático, conectado al densímetro, se realizó directamente la medición a

temperaturas de 20, 25, 30 y 35°C siguiendo el procedimiento descrito por Quezada (Quezada & Gallardo 2014). Los resultados se expresaron en g/ml, y este procedimiento se realizó por cuadruplicado.

### **3.3.8. Análisis Proximal**

El análisis proximal comprendió la medición del contenido de proteína por el método de Kjeldahl y la medición del contenido de grasa por el método de extracción Soxhlet. Estos análisis fueron realizados para mieles de 70°Brix, siguiendo los procedimientos del Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos – ICTA de la Universidad Nacional de Colombia.

### **3.3.9. Contenido de minerales**

La medición del contenido de minerales (Na, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn) se hizo por el método de espectroscopía de absorción atómica. Se tomaron 2 gramos de muestra y siguiendo el procedimiento descrito en el numeral 3.3.4, para obtener cenizas. Estas se diluyeron en 2,5 ml de ácido nítrico al 65% hasta dilución completa, se llevaron a un matraz de 50 ml y se aforó con ácido nítrico al 65%. Las muestras se leyeron en un espectrofotómetro Thermo Scientific – SOLAAR S Series AA (Waltham, MA, Estados Unidos), con las lámparas respectivas. El contenido de potasio se midió en un espectrómetro Shimadzu AA-680 (Kioto, Japón).

Para determinar el contenido de los minerales Zn, Cu, Fe, Na y K, se utilizó aire/acetileno como mezcla de oxidante/combustible, y para determinar el contenido de Mg y Ca se utilizó la mezcla óxido nitroso/acetileno. Los ensayos se hicieron por triplicado y los resultados de cada mineral se expresaron en mg de mineral/100g de muestra en base seca. En el Anexo A se muestran las curvas de calibración de cada mineral, las cuales se realizaron con soluciones estándar Merck (Darmstadt, Alemania).

### **3.3.10. Viscosidad**

Para determinar la viscosidad se empleó un reómetro rotacional Bohlin Instruments C-VOR 200 (Southborough, USA), mediante el siguiente procedimiento. Se pesó 1 g de la muestra y se colocó en la celda Peltier con el sistema cono – plato de 4° y 40 mm de diámetro. Este tenía una separación entre platos de 150 micras, predeterminada por la geometría, y se programó la velocidad angular cortante a la que se sometió la muestra.

Este ensayo se realizó por duplicado para tres concentraciones definidas (50, 60 y 70°Brix) a diferentes temperaturas (35, 45, 55, 65 y 75°C), para obtener el diagrama tridimensional viscosidad – esfuerzo cortante – temperatura.

### **3.3.11. Capacidad calorífica**

Para determinar el calor específico ( $c_p$ ) de los jugos de caña se empleó un equipo HPDSC1 STARe System Mettler Toledo (Ohio, USA), para las tres concentraciones definidas entre las temperaturas de 30 a 75°C. El procedimiento empleado es el establecido en la norma ASTM E1269-05. Se tomó como blanco una cápsula de aluminio de 40µl con tapa y como material de referencia un disco de Zafiro (60.9mg). Para la determinación, se creó un método que consiste en una isoterma de 4 minutos a 25°C, una rampa de 25 a 80°C con velocidad de calentamiento de 2K min<sup>-1</sup> y finalmente una isoterma de 0.5 minutos a 80°C. Los experimentos se realizaron con nitrógeno a 50mil min<sup>-1</sup>. Debido a la propiedad de las mieles de generar espuma, todos los experimentos se realizaron a 1MPa. Este ensayo se realizó por triplicado (ASTM Standard E1269, 2007)

### **3.3.12. Análisis estadístico**

Se realizó un diseño de bloques completamente aleatorio para establecer diferencias significativas de las propiedades medidas en las mieles diferenciadas por el factor tecnológico y el factor de procesamiento. También se hizo un diseño de experimentos para la caracterización, en donde el tratamiento fue la concentración de sólidos y las respuestas fueron las propiedades evaluadas. Para todos los casos, se realizó un análisis de la varianza (ANOVA) para establecer la distribución normal de los datos y las diferencias significativas entre muestreos por trapiche, entre trapiches y entre los valores de cada propiedad con un nivel de significancia ( $\alpha$ ) de 0,05. Se realizó test de Tukey en los casos que se encontraron diferencias significativas. Para el análisis estadístico se utilizó el software Minitab 18 y Excel.

### 3.4. Resultados y análisis

#### 3.4.1. Análisis pH y acidez en mieles de panela en bloque

Los valores del pH y la acidez de las mieles para panela en bloque y para panela granulada del trapiche a vapor del SENA, son presentados en la tabla 3-2.

**Tabla 3-2.** Propiedades de mieles de dos molineras, provenientes del trapiche SENA.

Producto 1 panela en bloque			Producto 2 panela Granulada		
SST (°Brix)	pH	Acidez (mg ácido aconítico/100g muestra b.s)	SST (°Brix)	pH	Acidez (mg ácido aconítico/100g muestra b.s)
$49,7 \pm 1,2 \times 10^{-2}$	$5,62 \pm 1,3 \times 10^{-2}$	$1,63 \pm 8 \times 10^{-4}$	$49,7 \pm 2,2 \times 10^{-1}$	$6,30 \pm 9 \times 10^{-2}$	$0,88 \pm 2 \times 10^{-2}$
$59,8 \pm 2,2 \times 10^{-2}$	$5,47 \pm 1,5 \times 10^{-2}$	$1,45 \pm 4 \times 10^{-3}$	$59,9 \pm 2,3 \times 10^{-2}$	$6,24 \pm 6,5 \times 10^{-2}$	$0,93 \pm 2 \times 10^{-2}$
$70,8 \pm 1,2 \times 10^{-2}$	$5,45 \pm 2,2 \times 10^{-2}$	$1,28 \pm 8 \times 10^{-3}$	$70,4 \pm 1,4 \times 10^{-2}$	$6,08 \pm 4,4 \times 10^{-2}$	$1,03 \pm 3 \times 10^{-2}$

El pH de las mieles de las tres concentraciones de la molinera para panela en bloque, estuvo entre 5,43 y 5,62, valores que se encuentran dentro del intervalo 5,38 a 5,64 reportados anteriormente (Clavijo, 2010; Naranjo, 2008). Sin embargo, estos valores están por debajo del intervalo recomendado para el proceso (5,8 – 6,0) y que han sido reportados en la literatura técnica asociada (Corpoica, 2003, 2007; H. R. Garcia, 1997; Osorio, 2007). Esto indica que puede haber lugar a la hidrólisis de la sacarosa, y al cambio del perfil de azúcares de las mieles durante el procesamiento, al igual que un potencial deterioro durante el almacenamiento (L. Prada, 2002). El pH de las mieles para panela granulada tiene valores dentro del intervalo 6,0 – 6,5, recomendado para asegurar la granulación y detener la hidrólisis durante el proceso de producción de la panela. La diferencia en el pH y la acidez de las mieles, en los dos procesos de un mismo trapiche, se debe al factor proceso. En este caso se agregó una mayor cantidad de aditivo en la etapa de encalado, en el proceso de panela granulada respecto de la panela en bloque (Osorio, 2007; L. Prada, 2002). Esto también explica la mayor acidez en las mieles para panela en bloque (1,63 y 1,28 mg de ácido aconítico/100g muestra en base seca), respecto de las mieles para panela granulada (0,7 y 1 mg de ácido aconítico/100g muestra en base seca). Además del proceso de encalado, otra causa puede ser el tiempo excesivo entre el corte

de la caña y la extracción de los jugos (sobre maduración de la caña) (Corpoica, 2007; Rodriguez, Garcia, & Roa Diaz, santacoloma, 2004).

Entre las muestras de las mieles de la misma molienda y trapiche se encontraron diferencias significativas ( $p > 0,05$ ) en el pH y la acidez. Así mismo, se encontraron diferencias significativas entre las moliendas para panela en bloque y para panela granulada, como se muestra en la tabla 3-2. Por dificultad en el manejo de las mieles de panela en bloque (hidrólisis y deterioro de las mieles durante almacenamiento) y por la mayor disponibilidad de panela granulada, en adelante el análisis de muestras se realizó sobre mieles para panela granulada. Estas provenían de una misma región, y fueron obtenidas con dos tecnologías de calentamiento diferentes.

### 3.4.2. Análisis pH, acidez y humedad en mieles de panela granulada

En la tabla 3-3 se muestra la caracterización fisicoquímica de las mieles de panela granulada tanto del trapiche SENA como del trapiche dulce Ventorrillo (DV). En las tablas 3-2 y tabla 3-3 se observa que, a medida que se concentran las mieles, sus propiedades cambian debido al efecto térmico. El pH se reduce por efectos de oxidación de carbohidratos y la formación de grupos ácidos, lo que concuerda con reportes anteriores (Clavijo, 2010). Este comportamiento es común para todos los procesos de producción de panela sin importar el grado de tecnificación del trapiche (Naranjo, 2008b; E. Prada et al., 2014; L. Prada, 2002).

**Tabla 3-3.** Propiedades fisicoquímicas de mieles de 50,60 y 70 °Brix, provenientes del trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

Trapiche	Concentración (°Brix)	Humedad (%)	pH	Acidez (mg ácido aconítico/100g muestra b.s)	Cenizas (g cenizas/100g muestra b.s)
SENA	$49,7 \pm 2 \times 10^{-2}$	$51,68 \pm 3 \times 10^{-2}$	$6,25 \pm 4 \times 10^{-2}$	$0,86 \pm 1 \times 10^{-2}$	$0,015 \pm 1 \times 10^{-4}$
	$59,8 \pm 3 \times 10^{-2}$	$41,00 \pm 1,1 \times 10^{-1}$	$6,18 \pm 2 \times 10^{-2}$	$0,92 \pm 3 \times 10^{-2}$	$0,015 \pm 1 \times 10^{-4}$
	$70,8 \pm 3 \times 10^{-2}$	$29,69 \pm 8 \times 10^{-2}$	$6,08 \pm 1 \times 10^{-2}$	$1,06 \pm 3 \times 10^{-3}$	$0,015 \pm 1 \times 10^{-4}$
DV	$50,1 \pm 4 \times 10^{-2}$	$50,10 \pm 7 \times 10^{-2}$	$6,51 \pm 9 \times 10^{-2}$	$0,72 \pm 2 \times 10^{-2}$	$0,010 \pm 9 \times 10^{-5}$
	$59,2 \pm 3 \times 10^{-2}$	$42,22 \pm 9 \times 10^{-2}$	$6,42 \pm 4 \times 10^{-2}$	$0,82 \pm 4 \times 10^{-2}$	$0,010 \pm 4 \times 10^{-4}$
	$69,6 \pm 4 \times 10^{-2}$	$30,07 \pm 3 \times 10^{-2}$	$6,30 \pm 7 \times 10^{-2}$	$0,92 \pm 2 \times 10^{-2}$	$0,011 \pm 6 \times 10^{-4}$

El pH de las mieles de panela granulada de ambos trapiches se encuentra dentro del intervalo recomendado por Corpoica (2007) y Osorio (2007), pero por encima del reportado en los trabajos de (Naranjo, 2008a) y Clavijo (2007). Esto puede tener origen en las diferencias agroecológicas y en las condiciones de proceso, pues un estudio fue hecho con caña panelera del Ecuador, y otro con mieles de laboratorio (María Clavijo, 2010; Naranjo, 2008a).

En las tablas 3-2 y tabla 3-3 puede observarse que, para las mieles de los dos trapiches, a medida que se van concentrando, sus propiedades cambian por efecto térmico. El pH se reduce por efecto de la descomposición de la sacarosa, por ende, la acidez se incrementa; comportamiento que concuerda con el reportado por Clavijo (2010). Este comportamiento es común para todos los procesos de producción de panela sin importar el grado de tecnificación del trapiche (Naranjo, 2008b; E. Prada et al., 2014; L. Prada, 2002).

En la tabla 3-3, también se observa que las cenizas en base seca permanecen invariantes frente al proceso de concentración, lo que significa que el contenido inorgánico se mantiene. El contenido de ceniza está por debajo del intervalo reportado anteriormente (0,3-3,6 g/100g en base seca, Jaffé, 2015; 1,39-2,56 g/100g en base seca, Guerra & Mujica, 2010) y según lo establecido en la Norma NTC1311 para mieles entre 50°Brix y 70 °Brix (0,8-0,9 g/100g en base seca, ICONTEC, 2009). Las diferencias pueden ser ocasionadas por factores agroecológicos, o por un mejor proceso de clarificación durante el pre-tratamiento (Colina et al., 2008).

Los valores de las propiedades presentaron una distribución normal para los dos trapiches, pero con diferencias significativas entre ellos ( $p > 0,05$ ) en las medidas de pH, acidez y cenizas. Esto refleja cambios por efectos de tecnología de procesamiento sobre las propiedades fisicoquímicas de las mieles.

### **3.4.3. Análisis del perfil de azúcares de las mieles de panela granulada.**

Como se esperaba, del perfil de azúcares (tabla 3-4) se verifica que la sacarosa se encuentra en mayor proporción. La concentración fue del 92% y 90% en base seca, para el trapiche a vapor del SENA y el trapiche de hornilla Dulce Ventorrillo, respectivamente. El porcentaje de sacarosa presenta una disminución en su contenido 0,6% para el trapiche

del SENA y de 1,2% para el trapiche Dulce Ventorrillo al pasar de 50°Brix a 70 °Brix. Este ligero cambio es consistente con la reducción del pH y el incremento de la acidez por efecto de hidrólisis de la sacarosa. El contenido de glucosa no presenta cambios apreciables en las mieles de los dos trapiches durante el proceso de concentración, mientras que el contenido de fructosa presenta un cambio por encima del 2 %. Posiblemente esto se debe a su mayor reactividad al participar en reacciones de Maillard (E. Prada et al., 2014). El tipo de tecnología de evaporación es una de las causantes de esta hidrólisis. En el trapiche a vapor del SENA la temperatura de pared es más baja, y la evaporación es más rápida, lo que reduce las reacciones de descomposición térmica.

**Tabla 3-4.** Perfil de azúcares de las mieles de caña provenientes del trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

Trapiche	SST	Sacarosa	Glucosa	Fructosa
	(°Brix)		(g / 100g b.s)	
SENA	49,7	92,26 ± 0,41	3,85 ± 0,03	3,81 ± 0,03
	59,8	92,13 ± 0,44	3,85 ± 0,04	3,76 ± 0,02
	70,8	91,14 ± 0,52	3,84 ± 0,04	3,72 ± 0,03
DV	50,1	90,9 ± 0,40	5,37 ± 0,03	4,80 ± 0,03
	59,2	90,7 ± 0,54	5,39 ± 0,10	4,76 ± 0,04
	69,6	90,3 ± 0,50	5,38 ± 0,10	4,70 ± 0,05

El contenido de azúcares difiere ligeramente con lo reportado en diferentes estudios (M. Clavijo, 2010; Naranjo, 2008b; Peña, 2009). Esto es de esperarse ya que la composición se ve afectada por la variedad de la caña, el tipo de suelo, el manejo agronómico, altitud, el tiempo entre corte y molienda (Mujica et al., 2008; L. Prada, 2002) y el nivel tecnológico del trapiche. Los resultados el perfil de azucares son consistentes con la mayor acidez. El perfil de azucares presenta una distribución normal para los dos trapiches, pero con diferencias significativas entre ellos ( $p > 0,05$ ) en sacarosa, glucosa y fructosa. Sin embargo, todas cumplen con lo establecido en la norma colombiana para panela (NTC1311). En el caso de la sacarosa, el valor fijado está en 93%, el cual es cercano al medido en las mieles de ambos trapiches. Respecto de los azúcares reductores, el contenido mínimo según la norma es de 5,3%, y este es superado por las mieles estudiadas.

### 3.4.4. Análisis de densidad de las mieles de panela granulada

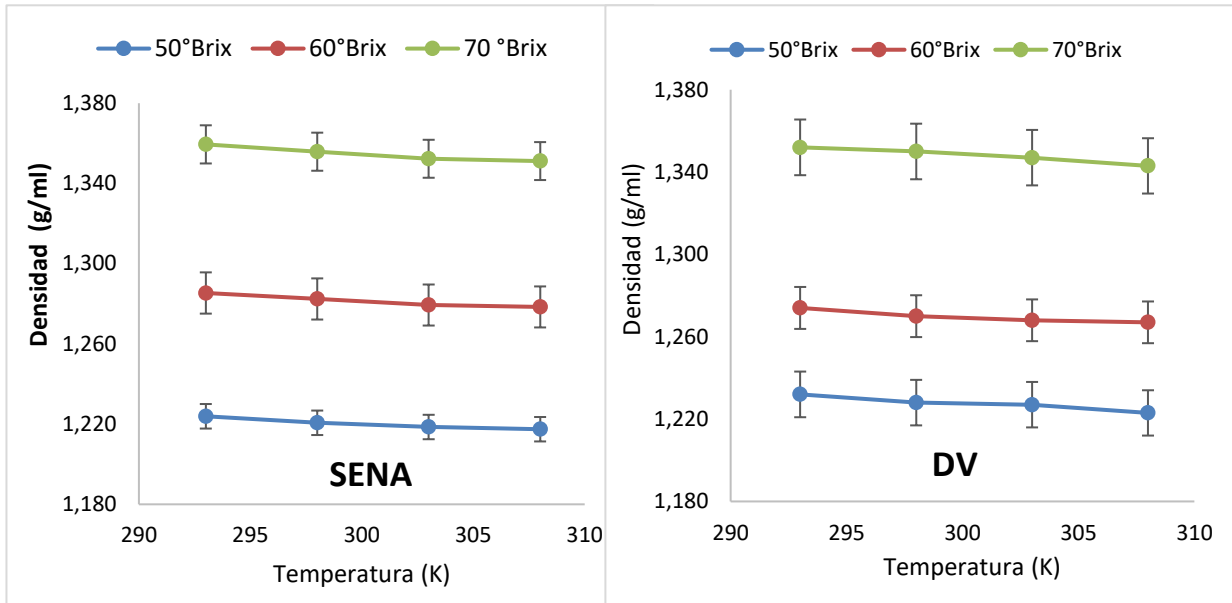
La densidad de las mieles de los dos trapiches de Cundinamarca a diferentes temperaturas se muestra en la tabla 3-5, los cuales se encuentran entre 1,224 y 1,352 g/ml y concuerdan con lo reportado en la literatura (Naranjo, 2008b).

**Tabla 3-5.** Densidad de mieles de caña en función de temperatura y la concentración del Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

Trapiche	SST (°Brix)	Temperatura (°C)			
		20	25	30	35
		Densidad (g/ml)			
SENA	49,7	1,224 ± 2x10 <sup>-4</sup>	1,221 ± 1 x10 <sup>-4</sup>	1,219 ± 9 x10 <sup>-5</sup>	1,218 ± 5x10 <sup>-5</sup>
	59,8	1,285 ± 3 x10 <sup>-4</sup>	1,282 ± 1 x10 <sup>-4</sup>	1,279 ± 2 x10 <sup>-4</sup>	1,278 ± 1x10 <sup>-4</sup>
	70,8	1,360 ± 2 x10 <sup>-4</sup>	1,356 ± 6 x10 <sup>-4</sup>	1,352 ± 4 x10 <sup>-4</sup>	1,351 ± 1x10 <sup>-4</sup>
DV	50,1	1,232 ± 2x10 <sup>-4</sup>	1,228 ± 1 x10 <sup>-4</sup>	1,227 ± 2 x10 <sup>-5</sup>	1,223 ± 2x10 <sup>-5</sup>
	59,2	1,274 ± 3 x10 <sup>-4</sup>	1,270 ± 7 x10 <sup>-4</sup>	1,268 ± 5 x10 <sup>-4</sup>	1,267 ± 2x10 <sup>-4</sup>
	69,6	1,352 ± 4 x10 <sup>-4</sup>	1,350 ± 9 x10 <sup>-4</sup>	1,347 ± 3 x10 <sup>-4</sup>	1,343 ± 4x10 <sup>-4</sup>

Como era de esperarse, la densidad aumenta con el incremento en el contenido de sólidos, pero disminuye cuando aumenta la temperatura. El comportamiento de la densidad con respecto a la temperatura y la concentración fue similar para los dos trapiches. Se encontró que la densidad tiene una relación lineal con la temperatura a las tres concentraciones de las mieles, con un coeficiente de correlación con un coeficiente de correlación del  $R^2 = 0,96$  como se puede observar en la figura 3-1.





**Figura 3-1.** Densidad en función de la temperatura para las mieles. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

En el análisis de varianza se encontraron diferencias significativas ( $p < 0,05$ ) entre trapiches. Por lo tanto, se ajustaron modelos de las mieles de cada trapiche, que correlacionan linealmente la densidad con la temperatura y la concentración. Se obtuvo un coeficiente de correlación del  $R^2= 0,997$  y  $R^2= 0,99$  de los trapiches SENA y Dulce Ventorrillo (DV), respectivamente. Las ecuaciones se muestran en las ecuaciones 3.4 y 3.5.

**TRAPICHE SENA**

$$\rho\left(\frac{g}{ml}\right) = 6,7 \times 10^{-3} * SST - 4,8 \times 10^{-4} * T + 1,028 \quad R^2= 0,997 \quad (3.4)$$

**TRAPICHE DV**

$$\rho\left(\frac{g}{ml}\right) = 6,2 \times 10^{-3} * SST - 5,4 \times 10^{-4} * T + 1,077 \quad R^2= 0,99 \quad (3.5)$$

Dónde:

$\rho$  = Densidad (g/ml)

T = Temperatura (K) ,  $293 \leq T \leq 308$

SST = Concentración de sólidos (°Brix),  $50 \leq SST \leq 70$

Este modelo lineal es similar al reportado previamente en un estudio similar, (Alarcón, 2018), pero en este caso las concentraciones estudiadas no cubren el rango los jugos (i.e. menor al 50° Brix) sino solamente las mieles. En la tabla 1-4, se reportaron otros modelos lineales con los cuales también se realizó la comparación, encontrándose diferencias del 3,5% con el estudio realizado por Peña (2009), y del 3% con el modelo de Tiwari (2004).

### 3.4.5. Análisis proximal de las mieles de panela granulada a 70°Brix

Como se observa en la Tabla 3-6, el análisis proximal se realizó para las mieles de 70°Brix de los dos trapiches, y estos son similares a los reportados en la literatura (Naranjo, 2008b). Se observa que el contenido de proteína en ambos trapiches se encuentra en un intervalo de 0,25 a 0,41%p/p, similar al reportado en mieles de caña por el ICBF en 2015 (ICBF, 2015). El porcentaje de grasas en las mieles de panela fueron menores al 0,1% p/p, lo que puede ser causado por una mejor separación en la clarificación, y un menor uso de aceite como antiespumante. En el caso de los carbohidratos, los resultados para las mieles de panela están en el intervalo de 75-76 %(p/p), similares a los reportados en estudios previos, y por debajo de los intervalos reportados para panela en bloque (93 – 94,3 %p/p, Jaffé, 2015; Palacios, 2012). El contenido calórico de las muestras de los dos trapiches estuvieron en un intervalo de 302 a 306 kcal/100 g, las cuales son mayores a las reportadas por el ICBF en mieles de caña, (293 kcal/100g) y menores a los valores reportados para la panela en bloque y granulada (320 y 378 kcal/100g, ICBF, 2015; Jaffé, 2015).

**Tabla 3-6.** Análisis proximal para mieles 70°Brix para dos trapiches

Parámetro	SENA	Ventorrillo
<b>Proteína g/100 g</b>	0,25 - 0,41	0,34 - 0,4
<b>Grasa g/100 g</b>	<0,1	<0,1
<b>Carbohidratos g/100 g</b>	75,4-76,28	76,55
<b>Calorías kcal/100g</b>	302-305	305- 306

La miel de caña es utilizada como endulzante líquido y teniendo como referencia el consumo per cápita de panela en Colombia, el aporte energético y de carbohidratos equivale al 17% y 70% respectivamente, del requerimiento diario de un adulto, según las consideraciones del ministerio de salud y protección social de ingesta de energía y de nutrientes (RIEN) para la población colombiana (Ministerio de salud, 2016). Esto significa que el aporte de macronutrientes de la miel de caña es menor que el aporte que dada la panela basados en la composición de la panela mostrada en la tabla 1-1.

### 3.4.6. Análisis contenido de minerales

En la tabla 3.7, se muestra la medición de los diferentes metales en las muestras de los trapiches SENA, Dulce Ventorrillo (DV) y Prodecaña.

**Tabla 3-7.** Minerales en mieles de 70 °Brix de tres trapiches

Mineral (mg/100g b.s)	Trapiche		
	SENA	VENTORRILLO	PRODECAÑA
<b>Zn</b>	0,99 ± 2x10 <sup>-2</sup>	0,79 ± 3x10 <sup>-2</sup>	0,89 ± 2x10 <sup>-2</sup>
<b>Cu</b>	0,41 ± 2x10 <sup>-2</sup>	0,46 ± 1x10 <sup>-2</sup>	0,5 ± 2x10 <sup>-2</sup>
<b>Fe</b>	2,46 ± 5x10 <sup>-2</sup>	0,91 ± 5x10 <sup>-2</sup>	3,1 ± 5x10 <sup>-2</sup>
<b>Mg</b>	4,35 ± 1,5x10 <sup>-1</sup>	3,47 ± 2,1x10 <sup>-1</sup>	17 ± 2x10 <sup>-1</sup>
<b>Na</b>	3,22 ± 1,4x10 <sup>-1</sup>	2,32 ± 5x10 <sup>-2</sup>	1,61 ± 2,1x10 <sup>-1</sup>
<b>Ca</b>	23,84 ± 7,9x10 <sup>-1</sup>	22,13 ± 5,1x10 <sup>-1</sup>	79 ± 5x10 <sup>-1</sup>
<b>K</b>	186,71 ± 5,33	217,30 ± 3,92	120 ± 2,25

Los metales en menor concentración en las mieles de los tres trapiches fueron zinc y cobre, pero se encuentra dentro de los intervalos reportados (0,05-1,11 mg/100g b.s. para el Zn, y 0,06 a 0,81mg/100g b.s para el Cu, Clavijo, 2010; Colina, Guerra, Guilarte, & Alvarado, 2008; Mujica et al., 2008). Como se esperaba, el contenido de potasio y calcio fue el más alto entre los diferentes metales. En particular, las mieles de Prodecaña presentaron mayor concentración de calcio, y menor de potasio, lo que está relacionado con variables agroecológicas, y con la mayor o menor adición de hidróxido de calcio en la etapa de encalado (H. Garcia, Peña, López, Duran, & Olvera, 2010).

El contenido de minerales reportados en la tabla 3-7, difieren de los reportados en la tabla 1-1 y por ende es menor su aporte en micronutrientes según los requerimientos de minerales diarios de un de un adulto colombiano (Ministerio de salud, 2016).

Adicionalmente los datos presentaron una distribución normal y diferencias significativas entre las mieles de los tres trapiches. En términos generales, la variabilidad en el contenido de los minerales es muy alta, puesto que dependen del manejo agronómico, del tipo de suelo, de la variedad de caña, de las características climáticas e incluso del proceso de producción (H. R. Garcia, 1997; Mujica et al., 2008).

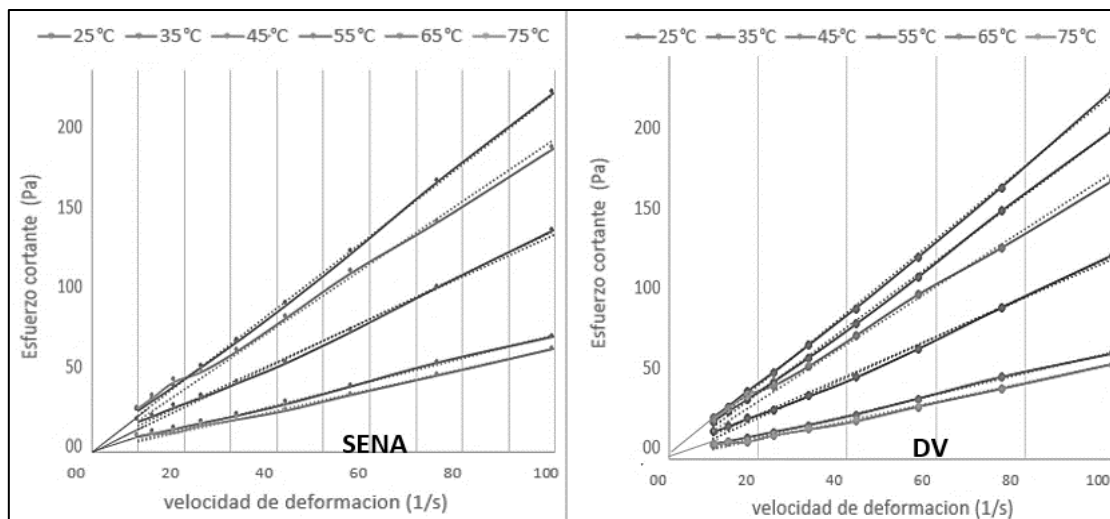
### **3.4.7. Viscosidad**

Las viscosidades en función de la concentración de las mieles (50, 60 y 70 °Brix) a diferentes temperaturas se encuentran en la tabla 3-8. Las viscosidades de las mieles de ambos trapiches se incrementan con la concentración y disminuyen con la temperatura, y sus valores coincidiendo con lo reportado en la literatura (P. V. K. Jagannadha Rao et al., 2009; P. V. K. Jagannadha Rao, Das, & S.K. Das, 2008; Naranjo, 2008a; Peña, 2009; Tiwari et al., 2004). Por otra parte, las presentaron un comportamiento newtoniano, como se puede evidencia en las curvas de fluidez para las mieles de 70 °Brix en ambos trapiches (ver figura 3-2). Las mieles a 50 y 60°Brix muestran el mismo comportamiento newtoniano.

**Tabla 3-8.** Viscosidad de mieles de caña a diferentes concentraciones y temperaturas. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

		Temperatura (°C)					
		SST	35	45	55	65	75
		(°Brix)	Viscosidad (mPa*s)				
SENA	49,7	11 ± 0,5	9,2 ± 0,2	7,8 ± 0,2	6,8 ± 0,1	5,4 ± 0,1	
	59,8	26,8 ± 0,3	20,8 ± 0,3	16,6 ± 0,3	12,7 ± 0,3	10 ± 0,3	
	70,8	165,4 ± 1	118 ± 3	83 ± 2	53 ± 3	32,8 ± 2	
DV	50,1	9,4 ± 0,2	7,6 ± 0,2	6,1 ± 0,2	4,9 ± 0,2	4,3 ± 0,2	
	59,2	33,6 ± 0,2	24,8 ± 0,3	16,6 ± 0,2	11,5 ± 0,2	8,4 ± 0,2	
	69,6	146,4 ± 1	98 ± 2	65,2 ± 1	39,6 ± 1	28,4 ± 1	

Estadísticamente al comparar los datos de los dos trapiches se encontraron diferencias significativas ( $p < 0,5$ ) que pueden deberse al factor tecnológico. En el trapiche Dulce Ventorrillo, que tiene tecnología de evaporación con hornilla, el tiempo de residencia de las mieles fue mayor respecto al trapiche del SENA. Esto puede dar lugar a la presencia de componentes de alto peso molecular que afectan el comportamiento reológico (García & Castañeda, 2002; Rojas, Tripaldi, & Dután, 2010).



**Figura 3-2.** Curvas de Fluidez para mieles de 70 °Brix. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

Dado el comportamiento inverso de la viscosidad de las mieles con la temperatura, se determinaron los parámetros de ajuste de un modelo tipo Arrhenius (ecuación 3.5), los cuales se encuentran en la tabla 3-9 para las diferentes concentraciones.

$$\text{MODELO DE ARRHENIUS} \quad \mu = \beta_A * e^{\frac{E_a}{T}} \quad (3.5)$$

Donde:

$\mu$ = Viscosidad (mpa.s)

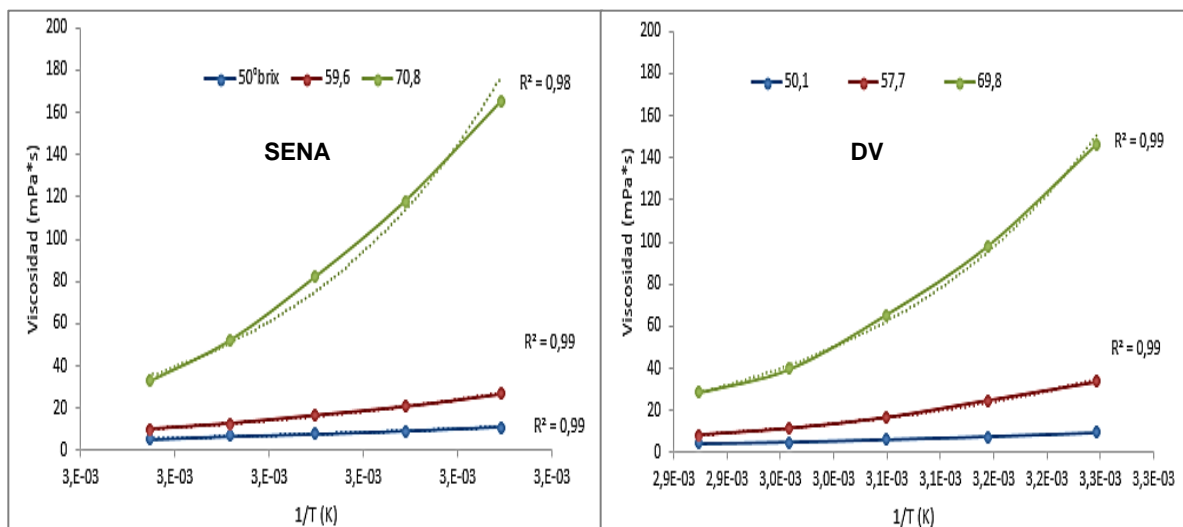
$E_a$ = Energía de activación (J/mol.K)

$\beta_A$ = Constante de Arrhenius

T= Temperatura (K)

**Tabla 3-9.** Parámetros del modelo de Arrhenius para la viscosidad de las mieles a diferentes concentraciones.

Trapiche	SST	$E_a$ (J/mol.K)	$\beta_A$	$R^2$
	(°Brix)			
SENA	49,7	1846	$2,8 \times 10^{-2}$	0,99
	59,8	2640	$5,2 \times 10^{-3}$	0,99
	70,8	4332	$1 \times 10^{-4}$	0,98
DV	50,1	2127	$9,4 \times 10^{-3}$	0,99
	59,2	3793	$2 \times 10^{-4}$	0,99
	69,6	4485	$7 \times 10^{-5}$	0,98



**Figura 3-3.** Viscosidad en función de la temperatura. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

El comportamiento exponencial de la viscosidad con la temperatura se observa claramente en la figura 3-3, y el ajuste del modelo se desvía ligeramente a altas concentraciones (~70 °Brix). Estas desviaciones están asociadas al comportamiento no newtoniano de las mieles a altas concentraciones (Gahona, 2008; Naranjo, 2008a)

Las viscosidades de las mieles en función de la temperatura absoluta y la concentración en °Brix se correlacionaron con las ecuaciones 3.6 y 3.7 para el trapiche SENA y el trapiche Dulce ventorrillo (DV), respectivamente.

#### TRAPICHE SENA

$$\mu = \exp(-8,439 + 2243 * \frac{1}{T} + 0,07331 * SST) \quad R^2= 0,97 \quad (3.6)$$

#### TRAPICHE DV

$$\mu = \exp(-14,6 + 3468 * \frac{1}{T} + 0,1172 * SST) \quad R^2= 0,98 \quad (3.7)$$

Donde:

T = Temperatura (K)  $293 \leq T \leq 348$

SST = concentración (°Brix)  $50 \leq SST \leq 70$

Estos resultados son similares (~ 3% de diferencia) con reportes recientes (Alarcón, 2017; Peña, 2009) aunque difieren en gran medida (~ 30%) con los modelos presentados por Naranjo (2008) y Tiwari (2004). Sin embargo, en dichos modelos no se especifica el rango de validez de concentraciones ni de temperaturas.

### 3.4.8. Capacidad calorífica (cp)

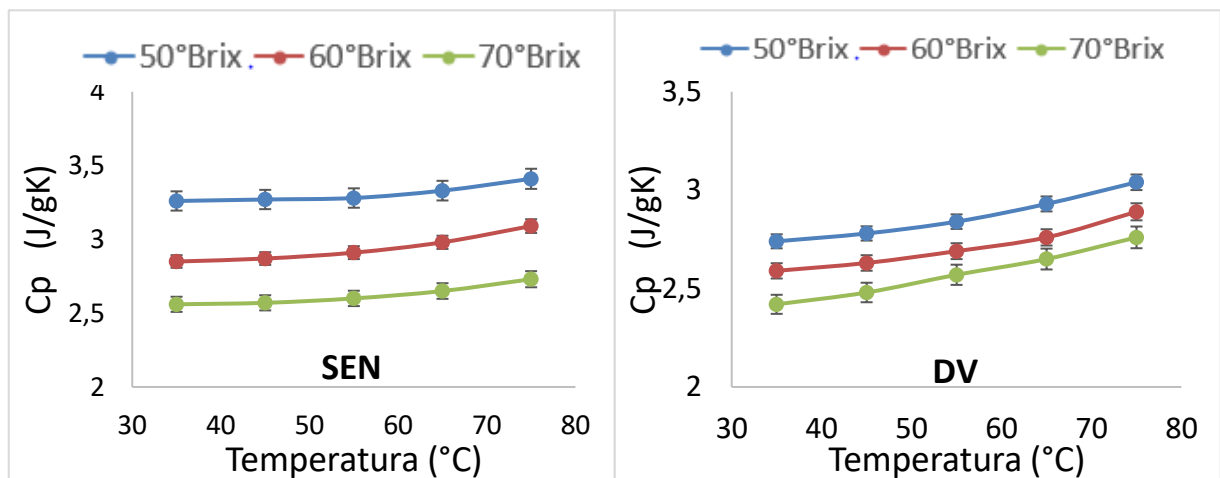
Los resultados de la medición de la capacidad calorífica para las mieles, a diferentes temperaturas y concentraciones, se muestra en la Tabla 3-10. Como se observa, esta incrementa con el aumento de la temperatura y disminuye con la concentración. Los valores son similares a los datos reportados para mieles de caña en estudios anteriores.(P. V. K. Jagannadha Rao et al., 2008; Naranjo, 2008a; Peña, 2009; Tiwari et al., 2004).

**Tabla 3-10.** Capacidad calorífica de mieles a diferentes temperaturas y concentraciones. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)

	Temperatura (°C)					
	SST	35	45	55	65	75
(°Brix)	Capacidad calorífica (J/g K)					
SENA	49,7	3,26 ± 0,2	3,27 ± 0,1	3,28 ± 0,1	3,33 ± 0,1	3,41 ± 0,1
	59,8	2,85 ± 0,1	2,87 ± 0,1	2,91 ± 0,08	2,98 ± 0,07	3,09 ± 0,07
	70,8	2,56 ± 0,04	2,57 ± 0,04	2,60 ± 0,04	2,65 ± 0,05	2,73 ± 0,07
DV	50,1	2,74 ± 0,2	2,78 ± 0,2	2,84 ± 0,2	2,93 ± 0,2	3,04 ± 0,2
	59,2	2,59 ± 0,2	2,63 ± 0,3	2,69 ± 0,2	2,76 ± 0,2	2,89 ± 0,2
	69,6	2,42 ± 1	2,48 ± 2	2,57 ± 1	2,65 ± 1	2,76 ± 1

Al realizar el análisis estadístico se encuentra que los datos se distribuyen normalmente, y presentan diferencias significativas entre los trapiches.

La capacidad calorífica se correlacionó con las variables estudiadas como se muestra en las ecuaciones 3.8 y 3.9 para las mieles del trapiche de Sena y Dulce Ventorrillo, respectivamente. Al compararlo los resultados con el obtenido por otros modelos de la literatura se encuentran diferencia hasta de un 24% con el modelo de Peña (2009), y del 37% con el modelo de Tiwari (2004). Esto se debe a que los dos modelos mencionados se obtuvieron para jugos.



**Figura 3-4.** Capacidad calorífica en función de la temperatura. Trapiche SENA y trapiche Dulce Ventorrillo (DV)



**TRAPICHE SENA**

$$C_p \left( \frac{J}{g \cdot K} \right) = 17,39 - 0,03126 * SST + 0,0046 * T + 0,00013 * T^2 \quad R^2 > 0,99 \quad (3.8)$$

**TRAPICHE DV**

$$C_p \left( \frac{J}{g \cdot K} \right) = 12,46 - 0,01318 * SST - 0,0625 * T + 0,00011 * T^2 \quad R^2 > 0,99 \quad (3.9)$$

Donde:

$C_p$  = capacidad calorífica (J/g K)

$T$  = temperatura (K)  $303 \leq T \leq 353$

$SST$  = concentración (°Brix)  $50 \leq SST \leq 70$



## **4. Secado por aspersión de mieles de caña**

### **4.1. Introducción**

En este capítulo se presenta el estudio experimental del proceso de secado por aspersión de mieles de caña panelera para la obtención de un producto en polvo instantáneo. Inicialmente el secado se realizó sin el uso de aditivos, y posteriormente incorporando un aditivo en porcentajes bajos (menos del 2% en peso), con el fin de mejorar el rendimiento y el porcentaje de recuperación de sólidos.

El diseño experimental se realizó en cuatro fases:

1. Fase exploratoria. Esto permitió familiarizarse con el manejo y protocolo operativo del equipo, y aproximarse a la región de trabajo para las variables de concentración de las mieles y de la temperatura del aire de calentamiento. Inicialmente se trabajó con soluciones reconstituidas de panela en bloque (Megapanela, Panerapid) del departamento de Cundinamarca. Posteriormente se trabajó con mieles para panela en bloque a concentraciones entre 50 – 70 °Brix, provenientes de la planta del SENA.
2. Fase de definición de la región de trabajo. Aquí se estableció la influencia de las variables de operación (concentración de las mieles: 50, 60 y 70 °Brix, temperatura de entrada: 130 – 160°C, flujo del aire de calentamiento: 30 – 50m<sup>3</sup>/h y flujo del alimento: 485 - 2115 ml/h), sobre el porcentaje de recuperación del producto, humedad, higroscopicidad y actividad del agua del producto en polvo obtenido. Se trabajó con mieles de panela granulada de la planta experimental de producción de panela del SENA, a concentraciones de 50, 60 y 70 °Brix.

3. Fase de optimización. Aquí se establecieron las mejores condiciones de operación para minimizar humedad e higroscopicidad, y a su vez maximizando el porcentaje de recuperación del producto en polvo. Se trabajó con mieles de panela granulada del trapiche Ventorrillo y de la planta experimental de producción de panela del SENA, a las mismas concentraciones de la fase anterior.
  
4. Fase de mejoramiento de la tasa de recuperación de producto en polvo. Aquí se estableció el efecto de la incorporación de aditivos en bajas concentraciones, buscando no afectar el espectro sensorial del producto obtenido. Después de la revisión del estado del arte de formadores de película para productos con alto contenido de azúcar, se seleccionaron tres, que tuvieron buenos resultados en diferentes estudios científicos. Se estudió el comportamiento de caseinato de calcio (Cac), proteína de soya aislada (SPI), y proteína de suero de leche concentrada al 80% (WPC)), y se evaluó el impacto sobre la tasa de recuperación, velocidad de disolución, la higroscopicidad y la estabilidad al ambiente del producto en polvo obtenido.

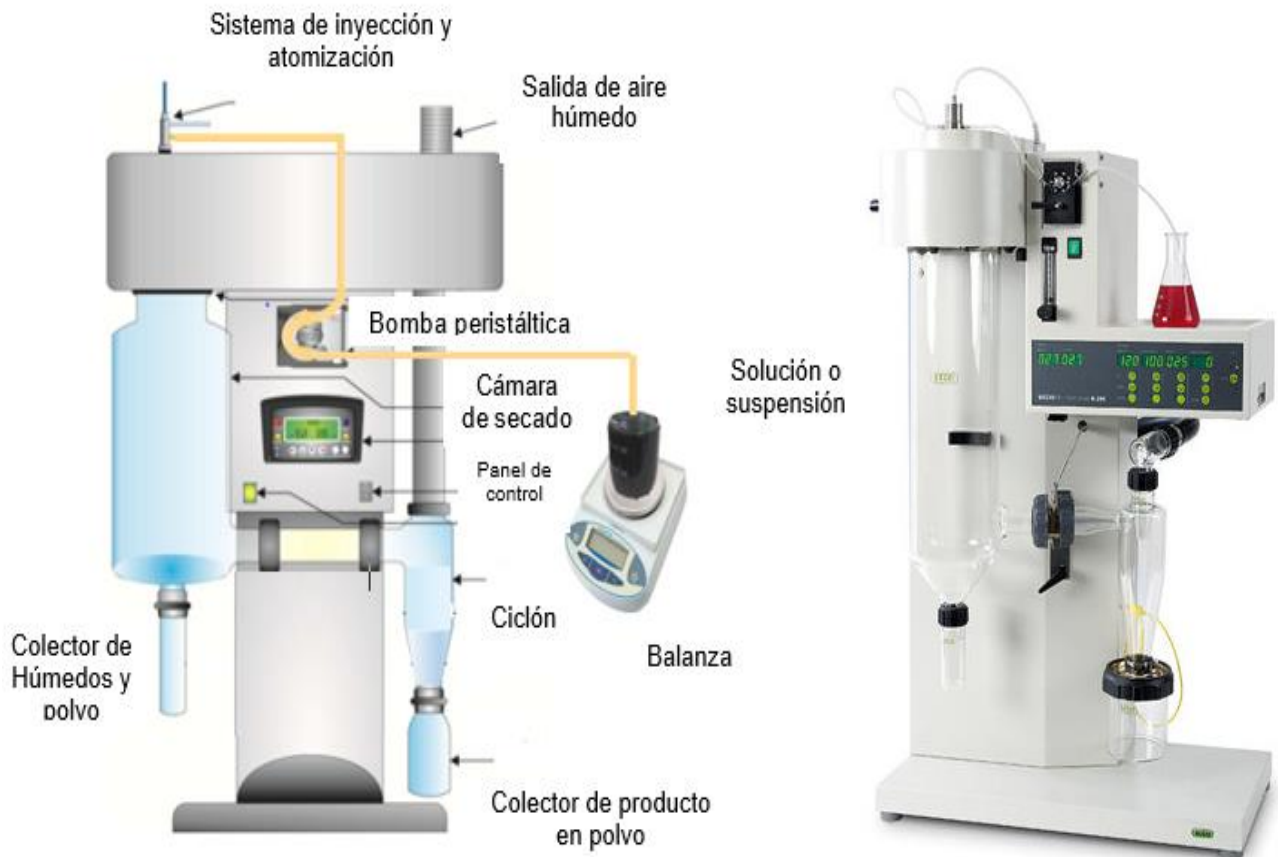
## 4.2. Equipos

Para los ensayos de atomización de las cuatro fases del diseño experimental se utilizó un secador por aspersión LabPlant SD-06 (Huddersfield, Inglaterra) y para validación de los resultados se utilizó un secador mini Buchi 290 (Switzerland). La información técnica de ambos equipos se encuentra en la tabla 4-1. Ambos equipos cuentan con flujo co-corriente y atomización por boquilla de dos fluidos con mezclado externo. Aunque técnicamente son similares, el mini Buchi-290, es un equipo más robusto porque cuenta con deshumificador para el aire de secado y de atomización, control del flujo del aire de atomización en un intervalo de 0,1 – 0,5 ml/s que permiten diferentes distribuciones de diámetro de partícula de las gotas atomizadas y su ciclo es cerrado lo que permite mantener la estabilización del equipo en tiempos de proceso altos, entre otras que mejoran el. (Ver figura 4-1).

**Tabla 4-1.** Información técnica del secador LabPlant SD-06 y del mini Buchi-290

FICHA TÉCNICA		
	LabPlant SD-06	Mini Buchi 290
Capacidad evaporación:	Aprox. 1.500 ml/hora a 250° C	1.000 ml/hora a 250° C
Alimentación muestra*:	Por bomba peristáltica. 5 niveles: 8 ml/min - 32 ml/min aprox. (soluciones acuosas)	Por bomba peristáltica. 10 niveles: 6 ml/min - 30 ml/min (soluciones acuosas)
Temperatura del aire	40° C a 250° C.	40° C a 220° C.
Flujo de aire de secado	Variable de 10 m³/h a 30 m³/h.	10 m³/h a 35 m³/h.
Cámara de secado:	de 206 mm diámetro externo x 460 mm de largo. vidrio	110 mm diámetro externo x 600 mm de largo. Vidrio con recubrimiento interno
Sistema inyección	de Boquilla a presión de dos fluidos. Diámetros boquillas: 0,5 mm, 1 mm y 2 mm	Boquilla a presión de dos fluidos. Diámetro boquilla: 1,4 mm.

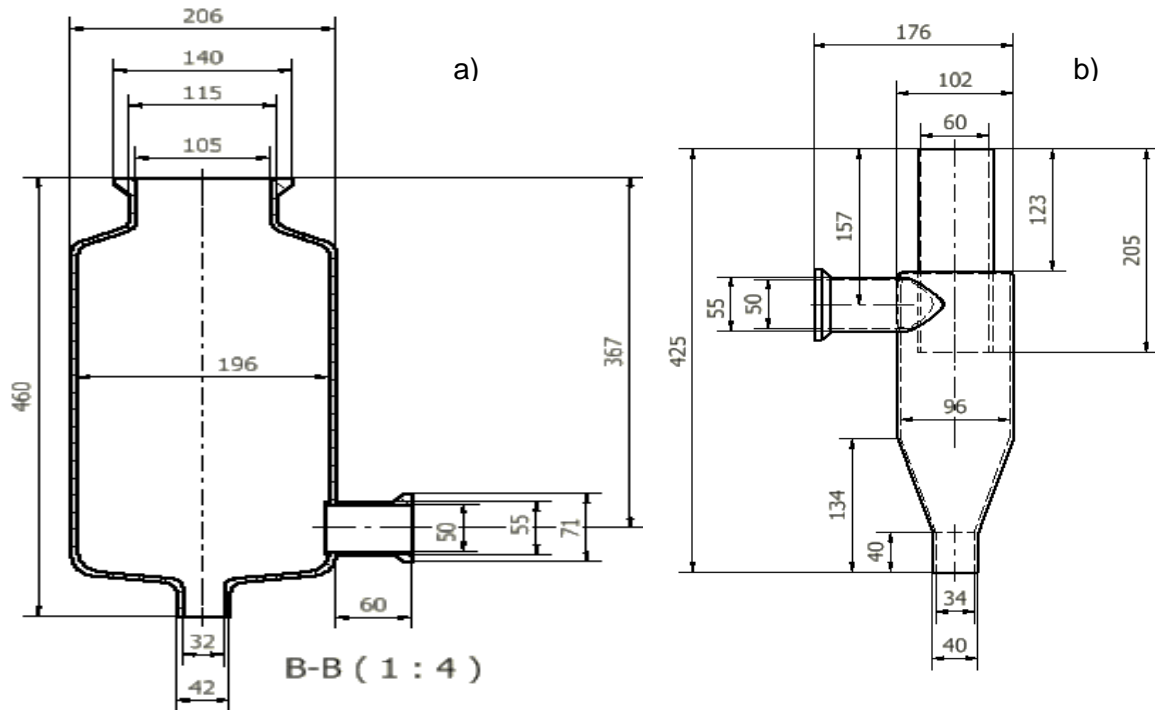
\*Estos datos varían dependiendo de la viscosidad de la muestra  
Fuente: (Labplant UK, 2004)



**4-1.** Secador por aspersión LabPlant SD-06 y Mini Buchi-290

**Figura**

El secador por aspersión LabPlant SD-06 fue usado en todas las fases del diseño experimental por tal razón, fue ajustado operativamente, fueron validados los flujos de aire de atomización y aire de secado y medidas las dimensiones de la cámara de secado y del ciclón, para posteriormente ser consideradas en el modelo matemático, ver figura 4-2



**Figura 4-2.** Planos del Secador por aspersión LabPlant SD-06. Vista frontal con las dimensiones de a) la cámara de secado y b) el ciclón.

El protocolo de uso del secador LabPlant SD-06 contempla las siguientes etapas:

1. Ensamblar la cámara de secado, el conector, el ciclón y los colectores de polvo, asegurando hermeticidad.
2. Seleccionar la temperatura de entrada, el flujo de aire, la frecuencia de desbloqueo automático en el controlador.
3. Encender el equipo hasta estabilización de temperatura
4. Conectar la manguera de la alimentación a la bomba peristáltica y al sistema de atomización.
5. Seleccionar la velocidad de la bomba peristáltica para bombeo y encender la bomba, hasta que el alimento llegue al sistema de atomización
6. Seleccionar la velocidad de la bomba peristáltica para alimentar la matriz.

7. Con la primera nube de gotas atomizadas, empieza el proceso de secado y se recolectan datos de peso de alimento, temperatura de salida del aire contra tiempo
8. Al terminar el alimento, se apaga el equipo, se deja enfriar hasta  $< 60^{\circ}\text{C}$
9. Recolectar el polvo del colector de polvos, ciclón y conector en una bolsa resellable y el polvo de la cámara de secado en otra bolsa y se mantienen en un desecador hasta su posterior caracterización.

## **4.3. Fase exploratoria**

### **4.3.1. Materiales**

Para la preparación de las soluciones se seleccionó panela en bloque de dos marcas comerciales reconocidas de Cundinamarca (Megapanela, Panerapid), y la preparación se hizo en agua destilada.

### **4.3.2. Métodos de análisis**

#### **Etapas 1 Preparación de las soluciones:**

Para la preparación de las soluciones se tomaron muestras de la parte central de los bloques de panela por su composición homogénea y representativa del material (Palacios, 2012). La disolución fue realizada a una temperatura entre  $20^{\circ}\text{C}$  y  $40^{\circ}\text{C}$ , en la cantidad requerida para concentrar 500 ml de agua.

#### **Etapas 2. Realización de ensayos de secado por aspersion**

Se recolectaron mieles para panela en bloque de la planta experimental de producción de panela del SENA, a concentraciones entre 50, 60 y  $70^{\circ}\text{Brix}$ . Se mantuvieron refrigeradas a  $4^{\circ}\text{C}$ , y antes de ser alimentadas al secador por aspersion se filtraron al vacío para remover los sólidos precipitados y material verde que no fue retirado en la etapa de clarificación del proceso productivo de la panela.

### 4.3.3. Diseño experimental

En la etapa 1 de la fase exploratoria, se tomó la decisión de realizar los ensayos a las mejores condiciones de operación trabajadas con anterioridad para el secado de frutas; es decir, el menor flujo de alimento, el mayor flujo de aire de secado y la boquilla de 2 mm. Se tomaron cinco niveles de temperatura del aire de secado, (60, 75, 90, 110, 130) °C:(30,50 y 60) °Brix y tres niveles de concentración 60, 75, 90, 110, 130) °C de las soluciones reconstituidas de panela. Estas condiciones y los resultados de índole cualitativa encontrados se muestran en la tabla 4-2. Para la etapa 2, se realizó un diseño experimental factorial con cinco niveles de temperatura de entrada del aire de secado (70°C – 150°C) y tres niveles de concentración de las mieles de caña (30°Brix, 50°Brix y 70°Brix). La miel de 30°Brix se obtuvo por dilución con agua de las mieles de 50°Brix, con el fin de tener los mismos niveles de la etapa 1. La temperatura ambiente (19°C) fue la temperatura de entrada de la miel alimentada en todos los ensayos.

### 4.3.4. Resultados y análisis

#### Etapa 1

Las condiciones de operación y los resultados de la primera etapa de la fase exploratoria se encuentran en la tabla 4-2.

**Tabla 4-2.** Condiciones de operación fase experimental exploratoria del secado por aspersion de soluciones reconstituidas de panela.

Condiciones de operación	Resultados y conclusiones
Equipo: Secador por pulverización LabPlant SD-06 (Huddersfield, Inglaterra)	La temperatura del aire debe ser mayor a 100 °C para secar muestras de 30 °Brix – 50 °Brix
Alimentación: Muestra de soluciones reconstituidas de panela a °30 °Brix, 50°Brix y 60°Brix.	La temperatura del aire debe ser menor a 130 °C para muestras de 30 °Brix – 50 °Brix, para evitar caramelización y pérdidas de volátiles característicos de panela.
Cinco niveles de temperatura de entrada del aire de secado:(60, 75, 90, 110, 130) °C	



Diámetro de boquilla: 2 mm	El contenido de sólidos debe ser mayor o igual a 50 °Brix si se quiere obtener un polvo con sabor y aroma a panela. Por debajo de esta concentración presenta sabor a “guarapo” **.
Aguja: 2mm	
Flujo del aire de entrada: 30 m <sup>3</sup> /h	La alimentación debe tener características inherentes de la panela (contenido de sólidos, sabor y aroma), para que el producto obtenido los conserve. El tiempo de residencia en la cámara de secado es mínimo y no hay mucho cambio de sabor o aroma.
El caudal de alimentación: 8 ml / min,	
Volumen muestras: 300 ml.	
Agentes encapsulantes: No	

*\*\* Durante el desarrollo de esta investigación se realizaron pruebas de concepto (en polvo y en dilución) de los mejores productos en polvo obtenidos en las diferentes fases del diseño experimental a productores, técnicos y conocedores de panela en el marco de las reuniones periódicas de la mesa sectorial de la panela a nivel nacional*

Por debajo de 50°Brix y de temperaturas menores 100°C, la recuperación de polvo fue cero, y las paredes de la cámara de secado quedaron húmedas. Para las muestras de 50°Brix y 54 °Brix, a una temperatura de 120°C, se recuperó < 1% de producto en polvo. Sin embargo, el producto presentó delicuescencia en el ambiente, lo que impidió medir otras propiedades fisicoquímicas.

Frente a estos resultados se tomó la decisión de gestionar la recolección de mieles a las concentraciones manejadas en la primera etapa y de mayores concentraciones. Esto considerando que durante el proceso de concentración de los jugos no solo ocurre la evaporación de agua, sino todos los cambios químicos que le dan el perfil sensorial característico a la panela (i.e. reacciones de Maillard, pardeamiento no enzimático, caramelización; Prada et al., 2014; L. Prada, 2002)

## **Etapas 2**

Las condiciones de operación y los resultados de la segunda etapa de la fase exploratoria se encuentran en la tabla 4-3 y como se observa, estos ensayos permitieron verificar los resultados preliminares. Por debajo de 50°Brix, y temperaturas menores a 100°C, la recuperación de polvo fue cero. Las paredes de la cámara de secado quedaron con zonas húmedas y partes con polvo difícil de recuperar. Para las muestras de 50°Brix y 70°Brix se recuperó del 3% al 2% de producto en polvo a una temperatura de 120°C, pero con

humedades entre el 4% y 7%. Sin embargo, se observó apelmazamiento del producto recuperado al segundo día después del empaque. Debido a que los rendimientos fueron bajos y los contenidos de humedad altos, se determinó que era necesario incluir variables adicionales en el diseño de experimentos.

**Tabla 4-3.** Condiciones de operación fase experimental exploratoria del secado de mieles de caña para panela en bloque.

Condiciones de operación	Resultados y conclusiones
<p><b>Equipo:</b>            Secador por pulverización LabPlant SD-06 (Huddersfield, Inglaterra)</p> <p>Alimentación:            Mieles de panela en bloque a 30 °Brix, 50°Brix y 70°Brix.</p> <p>Temperaturas: 70-150°C</p> <p>Diámetro de boquilla: 2 mm            Con y sin Aguja de desbloqueo: 2mm</p> <p>Velocidad del aire de entrada: 30 m<sup>3</sup> /h            compresor de aire de presión de 4 bar</p> <p>El caudal de alimentación: 8 ml / min,</p> <p>Volumen muestras: 300 ml.</p> <p>Agentes encapsulantes: No</p>	<p>La temperatura de secado debe ser mayor de 100 °C para mieles de 50°Brix</p> <p>Recuperación de polvos nulo para mieles de 30°Brix,</p> <p>La temperatura del aire debe ser menor de 150 °C para mieles de 50 °Brix – 70 °Brix, para evitar caramelización y pérdidas de volátiles característicos de panela.</p> <p>El contenido de sólidos debe ser mayor o igual a 50 °Brix si se quiere que tenga sabor y aroma a panela. Por debajo de esta concentración presenta sabor a guarapo. **</p> <p>se obtuvo 3% y 2% en polvo para mieles de 50 °Brix 70°Brix respectivamente a una temperatura de 120°C</p>

\*\* Durante el desarrollo de esta investigación se realizaron pruebas de concepto (en polvo y en dilución) de los mejores productos en polvo obtenidos en las diferentes fases del diseño experimental a productores, técnicos y conocedores de panela en el marco de las reuniones periódicas de la mesa sectorial de la panela a nivel nacional

En las fases anteriores, aunque se logró obtener producto en polvo, las cantidades no fueron lo suficiente para realizar una caracterización fisicoquímica y/o medición de diámetro de partícula que permitieran realizar un análisis cuantitativo del producto.

Como parte de la siguiente fase de definición de la región de trabajo, y como ya se tenía conocimiento de las variables de entrada y de salida tanto para el aire de secado, como para las mieles alimentadas y el producto en polvo obtenido en términos de humedad, se realizó los balances de masa y energía (ver anexo C), con el fin de establecer la temperatura mínima y si la cantidad necesaria de aire para secar las mieles entre 50 y 70°Brix, se encontraba en el intervalo de trabajo del equipo (10 m<sup>3</sup>/h y 30 m<sup>3</sup>/h),

estableciéndose que para esas concentraciones de sólidos en las mieles se requiere el mayor flujo de aire y la temperatura mínima del aire de secado de 100°C.

Adicionalmente, los valores bajos en las humedades del aire de secado a las temperaturas de operación sumado al mínimo en temperatura de entrada del aire dan a entender que el flujo de aire de atomización tiene un efecto negativo en el proceso reduciendo la temperatura del aire de secado y cuando la humedad relativa del ambiente era superior al 40% humedeciendo el material en polvo obtenido. En este equipo el flujo del aire de atomización era fijo y según el flujo del aire de secado.

## **4.4. Fase de definición de la región de trabajo**

### **4.4.1. Materiales**

Se trabajó con mieles de caña para panela granulada provenientes de la planta SENA. Las muestras de las mieles fueron recolectadas en envases de vidrio, rotuladas y almacenadas a 4°C hasta su procesamiento.

### **4.4.2. Métodos de análisis**

- **Contenido de humedad ( $X_w$ )**

La determinación de humedad para la panela en polvo obtenida por secado por aspersion se realizó por una técnica gravimétrica según el método AOAC 925.45 modificado. Se pesaron entre 5 y 10 gramos de muestra por cápsula. Se introdujeron varias cápsulas en una estufa de aire forzado (LabTech Daihan, Korea) a 60 °C por 24 horas. Luego las cápsulas con tapa se retiraron y se dejaron enfriar en un desecador. Finalmente, se pesaron y se determinó el contenido de humedad por diferencia de peso. Cada determinación se realizó por duplicado ((AOAC)., 2012).

- **Porcentaje de recuperación de producto en polvo**

La recuperación efectiva del producto en polvo obtenido en secado por aspersión se evaluó como la relación del peso del polvo obtenido y el contenido de sólidos de las mieles alimentadas, y se reportó en porcentaje. El peso del polvo producido se definió como el polvo recuperado de la cámara de secado, del conector y el ciclón (Cortes et al., 2012).

- **Aportantes de aromas**

Para la extracción e identificación de los compuestos volátiles de las muestras, se siguió el procedimiento descrito por García 2017 (García C., 2017)

Para la extracción de los compuestos volátiles, tanto de las mieles como del producto en polvo obtenido en el proceso de secado; se siguió el método de microextracción de fase sólida HS-SPME (Head Space-Solid Phase Microextraction). Con un gramo de muestra se prepararon soluciones de 10 mL, y cada solución fue calentada durante 30 minutos a baño de maría a 40°C, con agitación constante hasta lograr el equilibrio. Posteriormente, los volátiles del espacio de cabeza se adsorbieron en una fibra gris DVB/CAR/PDMS (Supelco, Bellefonte, USA), con un espesor de película de 50/30 µm, para soporte manual, que se activó previamente a 270°C por 60 minutos.

Finalmente, la fibra se desorbió en el inyector del GC-MS, a un cromatógrafo de gases 7890B (Agilent Technologies Inc. Wilmington, DE, USA) acoplado a un espectrómetro de masas Agilent 5977A, operado en modo de impacto electrónico (70 eV) con inyección automática. Los espectros de masas fueron adquiridos en un rango de masa entre 40 y 300 u y procesados en el software ChemStation (Rev. E01) con librería NIST (versión 2.2, NIST/EPA/NIH, 2014). La columna empleada fue DB- FFAP (50 m x 0,25 mm d.i., 0,32 µm). También, se realizó una separación en columna de polaridad intermedia HP-5 (30 m x 0.25 mm d.i., 0.25 µm; J&W Scientific, Restek, USA), a una temperatura inicial de 40 °C, seguido por una velocidad de calentamiento a 4°C/min hasta 300°C y luego se mantuvo a 300°C durante 10 min. Para calcular los índices de retención de cada compuesto, se empleó una mezcla de hidrocarburos (C8-C26). Cada ensayo se realizó por duplicado para todas las muestras.

- **Estabilidad al almacenamiento a tiempo real y condiciones ambientales controladas**

Se realizó un estudio de estabilidad al almacenamiento directo en tiempo real. Esto se realizó manteniendo la muestra del producto en polvo a humedades relativas menores al 50%, a temperaturas entre 15 - 24°C, y midiendo el contenido de humedad y la actividad de agua cada dos días durante al menos 50 días.

- **Ensayos de secado por aspersion**

Antes de alimentar las mieles al secador, se filtraron para remover los sólidos precipitados. Las mieles se alimentaron a temperatura ambiente, y después de realizar el secado a las condiciones del ensayo, el producto en polvo se recolectado en dos fracciones. Una fracción se recolectó de la cámara de secado, y la otra correspondió al polvo recolectado del ciclón y del vaso recolector. Las dos fracciones se mantuvieron por separado para evaluar posibles diferencias, se pesaron y se dejaron en un desecador hasta su posterior caracterización.

### **4.4.3. Diseño experimental**

Se planteó un diseño experimental de Plackett-Burman usando el programa Minitab® (ver tabla 4-4) para estudiar la influencia de las variables de operación sobre el porcentaje de recuperación del producto en polvo, su contenido de humedad y actividad de agua. Las variables estudiadas fueron la concentración de las mieles (50 y 70°Brix), el flujo de aire (10 y 30 m<sup>3</sup>/h), el flujo de alimentación de mieles (8 y 30 ml/min), el diámetro de la boquilla (0,5 y 2 mm), la temperatura de entrada del aire (100 y 140 °C), para un total de 20 ensayos.

En esta fase del diseño experimental se tomaron los niveles máximos y mínimos de las variables estudiadas.

**Tabla 4-4.** Diseño experimental de Plackett-Burman.

No.	C Concentración mieles (°Brix)	T <sub>a</sub> Temperatura entrada aire (°C)	F <sub>a</sub> Flujo aire (m <sup>3</sup> /h)	F <sub>m</sub> Flujo alimento (ml/min)	D Diámetro boquilla (mm)
1	70	140	10	8	0,5
2	50	140	30	30	2
3	50	100	10	8	2
4	70	100	10	8	0,5
5	50	100	10	30	0,5
6	70	100	30	30	0,5
7	50	140	10	30	2
8	50	100	10	8	0,5
9	70	140	10	8	2
10	70	100	30	8	2
11	70	140	30	8	0,5
12	50	100	30	8	2
13	50	140	30	8	0,5
14	50	100	30	30	0,5
15	70	100	10	30	2
16	70	140	10	30	2
17	70	100	30	30	2
18	70	140	30	30	0,5
19	50	140	30	8	2
20	50	140	10	30	0,5

#### 4.4.4. Resultados y análisis

Las condiciones de operación, la recuperación efectiva, el porcentaje de mieles sin secar, y el contenido de humedad de los 20 ensayos se resumen en la Tabla 4-5. Estos ensayos permitieron encontrar la relación entre el flujo de aire de secado y el flujo de alimentación de las mieles que permite lograr un ángulo de atomización adecuado para obtener el producto en polvo mostrado en la figura 4-2 (Guzmán G. & Castaño C., 2002).

Como se observa en la Tabla 4-5, las pérdidas fueron considerables (mieles sin secar) principalmente cuando la relación del flujo de alimento: flujo de aire era alto. Observado el comportamiento del producto, se caracterizó por su estado plástico, y se obtuvo una baja recuperación del producto en polvo, a excepción de los ensayos 19 y 13 con el 18% y el 42%, respectivamente. El ensayo 13 se realizó por triplicado y así, se pudo establecer su reproducibilidad.

**Tabla 4-5.** Resultados de los ensayos de la segunda fase experimental.

No.	C	Ta	Fa	Fm	D	Recuperación R (%) **	Pérdidas P (%) ***	Contenido de Humedad Xw (%) ****
1	70	140	10	8	1	1%	15%	
2	50	140	30	30	2	12%	50%	2,86
3	50	100	10	8	2	3%	50%	0,0
4	70	100	10	8	1	2%	40%	
5	50	100	10	30	1	1%	50%	
6	70	100	30	30	1	2%	35%	3,42
7	50	140	10	30	2	5%	25%	5,36
8	50	100	10	8	1	7%	50%	3,22
9	70	140	10	8	2	0%	50%	
10	70	100	30	8	2	0%	24%	
11	70	140	30	8	1	3%	20%	2,86
12	50	100	30	8	2	1%	25%	
						<b>38%</b>		1,31
<b>13</b>	<b>50</b>	<b>140</b>	<b>30</b>	<b>8</b>	<b>1</b>	<b>38%</b>	<b>4%</b>	1,22
						<b>41,5%</b>		1,12
14	50	100	30	30	1	7%	50%	4,53
15	70	100	10	30	2	4%	60%	3,54
16	70	140	10	30	2	0	60%	
17	70	100	30	30	2	2%	50%	8,22
18	70	140	30	30	1	8%	40%	6,24
19	50	140	30	8	2	18%	8%	3,22
20	50	140	10	30	1	10%	60%	4,83

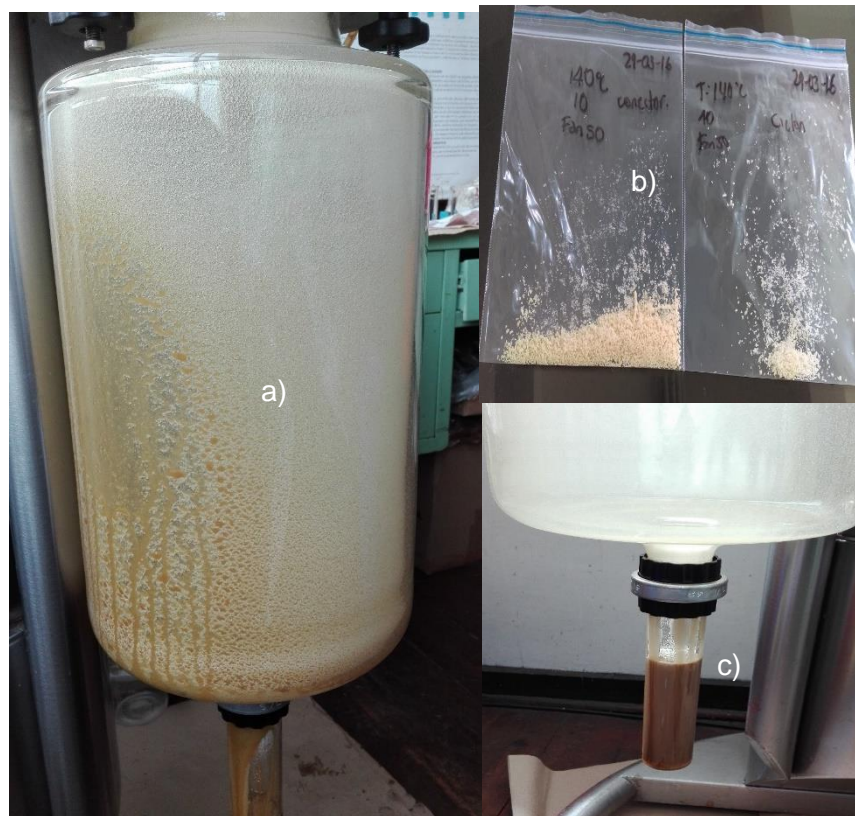
\*En los ensayos 1, 4, 5, 12 no se recolecto la cantidad mínima para su caracterización

$$** R(\%) = \frac{\text{masa polvo cámara} + \text{masa polvo ciclón}}{\text{masa del sólido de la matriz alimentada}} * 100$$

$$*** P(\%) = \frac{\text{masa mieles sin secar}}{\text{masa de la matriz alimentada}} * 100 \quad **** x_w(\%) = \frac{\text{masa muestra húmeda} - \text{masa muestra seca}}{\text{masa muestra húmeda}} * 100$$

La tabla 4-5 también muestra que en todos los ensayos a 70°Brix no se obtuvieron buenos resultados, es decir la recuperación del producto en polvo estuvo por debajo del 10% y el porcentaje de las mieles sin secar en el intervalo del 15% al 60% y las razones están asociadas a la alta viscosidad de la miel alimentada que afecta el flujo continuo de alimentación a la cámara de secado, a mayor concentración mayor higroscopicidad y por ende mayor apelmazamiento y deposición del producto en polvo en las paredes de la cámara y del ciclón dificultando su recuperación.

Es importante aclarar que la suma de los porcentajes de recuperación y de pérdidas que se muestran en la tabla 4-5 no dan el 100% por dos razones, la primera, las bases, es decir, la recuperación del producto en polvo se reportó en base seca y las pérdidas en términos de mieles que no se secaron en su totalidad se reportaron en base húmeda. Esto significa que hay un porcentaje de material que se depositó en las paredes pero que por su humedad o por su estado plástico fue imposible de recuperar. Esto se puede observar en la figura 4-3.



**Figura 4-3.** Tipos de productos obtenidos en la segunda fase experimental: a) deposición del producto en las paredes de la cámara difícil de recuperar, b) producto en polvo recuperado y c) mieles sin secar.



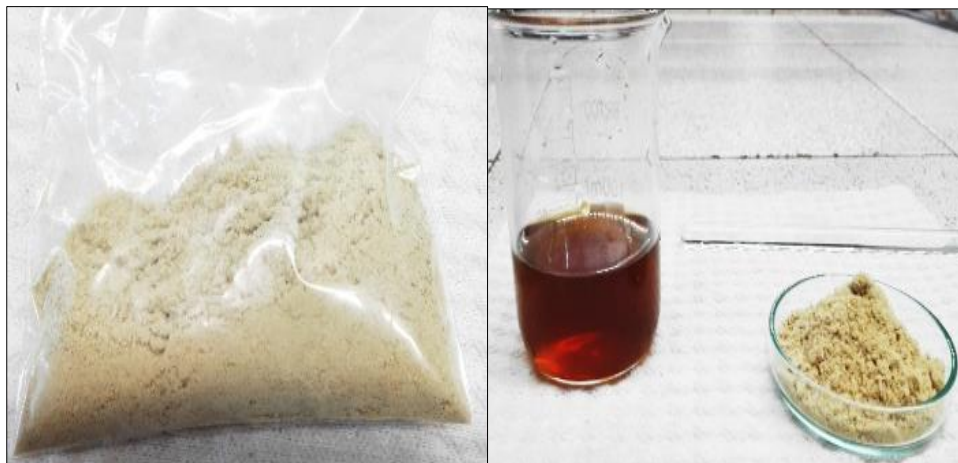
En la tabla 4-6 se muestran los resultados de la caracterización fisicoquímica del producto en polvo obtenido por secado por aspersión del ensayo número 13 de la tabla 4-5. A modo de comparación, también se presentan los resultados del procesamiento de mieles de 50 °Brix, descritos en el capítulo 3. Como se observa, el proceso de secado no genera efectos visibles en propiedades como: acidez total, pH y sólidos solubles totales. Igualmente, los compuestos aportantes de aroma en las mieles (metil pirazina, furfural, ácido propanoico) se conservaron en el producto en polvo obtenido, lo que significa que la temperatura de 140°C no afecta las características de aroma en la panela pulverizada.

**Tabla 4-6.** Propiedades fisicoquímicas de mieles y producto en polvo.

Propiedad	Mieles de caña	Producto en polvo obtenido
Sólidos solubles totales (°Brix)	50,90 ± 0,0	50,90 ± 0,0
Acidez libre (%)	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
pH	5,84 ± 0,01	5,84 ± 0,01
Aportantes de aroma	metil pirazina, furfural, ácido propanoico	metil pirazina, furfural, ácido propanoico
Actividad de agua $a_w$		0,283 ± 0,01
Humedad $X_w$ (%)		1,12 ± 0,02
Rendimiento (%)		41 ± 0,05

Como se observa en la Figura 4-4, se obtuvo un producto estable durante al menos 50 días, cuando se almacena a temperaturas entre 15 - 24°C y humedades relativas menores a 50%. Además, si bien el producto presenta un color claro, después de disolver en agua el color es similar al del agua de panela preparada con panela en bloque.

Otro aspecto físico para resaltar del producto en polvo es que muestra “free -flowing” es decir que no se apelmaza y/o no se endurece durante el tiempo de almacenamiento, siendo esto una característica importante para los productos instantáneos en polvo.



**Figura 4-4.** Producto en polvo y en disolución después de 50 días de almacenamiento.

En esta fase experimental, se pudo establecer que, a flujos bajos de aire de secado, altos flujos de alimento, y concentraciones menores de 50 °Brix, el porcentaje de recuperación del polvo es mínimo. En la siguiente etapa, fue necesario evaluar la influencia de las variables de operación, y su interrelación considerando otras variables de respuesta.

## 4.5. Fase optimización

### 4.5.1. Materiales

Las pruebas de esta fase se realizaron con mieles de caña de 50, 60 y 70 °Brix, usadas en la producción de panela granulada, provenientes de la planta experimental de producción de panela SENA. Las muestras de las mieles fueron recolectadas en envases de vidrio, rotuladas y almacenadas a 4°C.

### 4.5.2. Métodos de análisis

#### Higroscopicidad

La capacidad de adsorción de agua se determinó por el método gravimétrico estático (Carter & Schmidt, 2012; Largo A., Cortés R., & Ciro V., 2014; V. K. Verma & Narain, 1990).. Las muestras (1-2 g) se colocaron en placas Petri dentro de un recipiente hermético a 25 °C ( $\pm 1$ ) en un calentador de aire forzado (LabTech Daihan, Corea) para garantizar una temperatura constante durante el ensayo. La humedad relativa constante se controló con

una solución saturada de NaCl ( $75 \pm 1\%$  de humedad relativa a  $25^\circ\text{C}$ ). Para inhibir el crecimiento microbiano, un vial con 0,5 ml de azida de sodio 0,02% (p/p) se ubicó en el recipiente hermético. Finalmente, luego de permitir el tiempo suficiente para el equilibrio (7 días) las muestras se pesaron nuevamente. Este ensayo se realizó por triplicado.

$$H(\%) = \frac{\text{masa muestra húmeda} - \text{masa muestra seca}}{\text{masa muestra seca}} * 100$$

### **Ensayos de secado por aspersión**

Las mieles se alimentaron a la temperatura establecida para cada ensayo, según el diseño experimental planteado para esta fase. Para los ensayos con temperatura del alimento mayor a la temperatura ambiente, se dispuso las mieles dentro de un recipiente cubierto las paredes con fibra de vidrio y sobre una placa de calentamiento con sensor de temperatura de inmersión que permitió mantener la temperatura durante el tiempo de cada ensayo. Después de realizar el secado a las condiciones del ensayo, el producto en polvo recolectado de la cámara de secado y del conector se almacenó en una bolsa resellable. Igualmente, el producto en polvo obtenido del ciclón y del vaso recolector se recolectó en otra bolsa. Las muestras se pesaron y se almacenaron en un desecador hasta su posterior caracterización.

Es importante aclarar, que para evitar la adsorción y/o desorción de humedad por parte de las muestras estas fueron empacadas en doble bolsa y pesadas para verificar el no cambio en e peso inicial.

### **4.5.3. Diseño experimental**

Se planteó un diseño experimental Box – Behnken de 6 factores con tres niveles usando el programa Minitab®. Esto con el fin de construir modelos polinómicos de segundo orden para generar las superficies de respuesta, y la posterior optimización de las condiciones de seco.

En la tabla 4-7 se muestran los factores y niveles de este diseño, así como, las convenciones con las cuales serán identificados durante el desarrollo de esta fase experimental. Se evaluó el efecto del diámetro de la boquilla de atomización (D), flujo de aire de secado ( $F_a$ ), temperatura del aire de secado ( $T_a$ ), Concentración (C), flujo ( $F_m$ ) y

temperatura ( $T_m$ ) de las mieles alimentadas. Esto dio como resultado un conjunto de 54 experimentos aleatorizados, de los cuales seis son repeticiones del punto central con el fin de estimar el error experimental (Hines & Montgomery, 1996).

**Tabla 4-7.** Factores y niveles del diseño experimental Box – Behnken

<b>Factores y/o variables de operación (X)</b>	<b>Niveles</b>
C=Concentración mieles (°Brix)	50, 60 y 70
D=Diámetro de la boquilla (mm)	0,5, 1 y 2
$F_m$ =Flujo de alimentación (ml/min)	8, 13 y 18
$T_m$ = Temperatura del alimento (°C)	20, 30 y 40
$T_a$ = Temperatura aire secado (°C)	120, 140 y 160
$F_a$ = Flujo de aire secado ( $m^3/h$ )	10, 20 y 30

Los niveles escogidos de cada variable de operación fueron determinados por los resultados de las fases experimentales anteriores y por aspectos operativos definidos en el equipo, por eso se plantearon los niveles más bajos para el alimento y los más altos para el aire de secado. Con respecto a la concentración de las mieles, aunque a 70°Brix no se obtuvieron buenos resultados en la fase anterior, se espera evaluar el efecto en la concentración al incrementar la temperatura de entrada del alimento y de tener una boquilla adicional de un diámetro intermedio.

Las variables de respuesta y su objetivo de optimización se muestran en la tabla 4-8. Estas variables fueron seleccionadas de acuerdo con las características que se esperan de un producto en polvo, esto es baja o mínima higroscopicidad (H), contenido de humedad ( $X_w$ ) y actividad de agua ( $A_w$ ). Con relación al proceso de secado, se espera minimizar las pérdidas (P) (Miel de caña alimentada sin secar), y que el porcentaje de recuperación (R) del producto en polvo sea máximo.

**Tabla 4-8.** Variables de respuesta del diseño experimental Box – Behnken

<b>Variables de Respuesta (Y)</b>	<b>Óptimo</b>
H= Higroscopicidad (%)	Mínimo
$X_w$ = Contenido de humedad (%)	Mínimo
$A_w$ = Actividad de agua	Mínimo
R=Recuperación de polvo (%)	Máximo
P= Pérdidas (mieles no secas) (%)	Mínimo

#### 4.5.4. Análisis estadístico

Se realizó un análisis de la varianza (ANOVA) con un nivel de significancia del 5 % para establecer si los factores mostrados en la tabla 4-7 afectan significativamente o no las variables de respuesta de la tabla 4-8. Los modelos de ajuste entre las variables independientes y las variables de respuesta se expresaron en función de los términos de un polinomio de segundo orden, así:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_4 + \beta_5 X_5 + \beta_6 X_6 + \beta_{11} X_1 X_1 + \dots + \beta_{66} X_6 X_6 \quad (4.1)$$

Genéricamente se expresa así:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=2}^k \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (4.2)$$

Donde:

Y es la respuesta,

$X_i$  es el factor,

$\beta_0$  es el coeficiente constante,

$\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$  y  $\beta_{ij}$ , son los coeficientes de interacción, lineales y cuadráticos respectivamente, que evalúan dichos efectos.

La calidad del ajuste del modelo se evaluó mediante el valor p del modelo ajustado ( $p_{\text{mod}}$ ), el valor p de falta de ajuste ( $p_{\text{LOF}}$ ) y los coeficientes de determinación ( $R^2$  y  $R^2$  ajustado).

El valor p del modelo ajustado ( $p_{\text{mod}}$ ) es un indicador de la existencia de una influencia significativa o no de los factores sobre las variables de respuesta, siendo adecuado cuando este, sea inferior al nivel de significancia siendo en este caso  $\alpha = 0,05$  ( $p_{\text{mod}} < 0,05$ ).

El valor p de falta de ajuste ( $p_{\text{LOF}}$ ) indica si es correcto o no el orden del modelo, siendo correcto cuando este indicador es superior al nivel de significancia  $\alpha = 0,05$  ( $p_{\text{LOF}} > 0,05$ ) y los coeficientes de determinación ( $R^2$  y  $R^2$  ajustado) indicadores de la variabilidad de los

datos resultantes del modelo, buscando valores cercanos al 100% (Hines & Montgomery, 1996).

Tanto estos indicadores, así como las gráficas de superficie de respuesta se realizaron en el programa Minitab®. Las condiciones óptimas fueron determinadas por la metodología de función deseada de Derringer (Bacio Parra, 2007)

#### 4.5.5. Resultados y análisis

El desarrollo experimental secuencial en cuatro fases permitió identificar la zona segura para la operación del proceso de secado por aspersión de mieles de caña sin aditivos. Prueba de esto es que en los 54 experimentos se obtuvo producto en polvo, siendo este un requisito para obtener resultados consistentes con un diseño Box-Behnken. La tabla 4-9 muestra los resultados de los 54 experimentos de este diseño.

**Tabla 4-9.** Datos experimentales del diseño Box – Behnken.

No.	C	T <sub>a</sub>	T <sub>m</sub>	F <sub>a</sub>	F <sub>m</sub>	D	A <sub>w</sub>	P	R	X <sub>w</sub>	H
1	70	140	30	30	8	1	0,38	24,96	9,73	1,30	7,11
2	60	120	40	20	18	1	0,28	58,27	10,68	3,88	4,33
3	60	120	30	20	18	0,5	0,26	22,91	18,76	3,10	6,21
4	60	140	30	20	13	1	0,28	39,93	11,67	2,10	6,82
5	70	160	30	10	13	1	0,32	51,74	1,52	3,84	7,72
6	50	140	30	10	8	1	0,23	31,48	13,09	3,17	7,28
7	50	140	20	20	13	2	0,24	26,50	11,89	2,52	6,88
8	50	140	20	30	8	0,5	0,14	2,23	39,50	1,20	4,30
9	50	140	40	20	13	2	0,31	15,97	17,11	2,56	6,95
10	60	160	30	20	18	2	0,25	27,62	11,97	2,70	8,52
11	70	120	30	10	13	1	0,28	56,53	7,09	3,20	5,84
12	60	140	30	20	13	1	0,30	37,37	13,91	2,48	7,64
13	60	120	30	20	18	2	0,28	38,02	17,67	4,85	6,64
14	60	160	40	20	8	1	0,30	27,26	18,44	3,34	9,97
15	50	140	40	20	13	0,5	0,26	5,55	17,50	3,40	4,76
16	70	160	30	30	13	1	0,36	52,10	9,05	1,38	8,39
17	50	160	30	30	13	1	0,17	9,63	22,43	1,62	8,75
18	60	120	20	20	18	1	0,28	60,07	12,20	3,57	6,05
19	70	140	20	20	13	2	0,14	33,68	5,92	4,82	3,93
20	70	120	30	30	13	1	0,36	52,75	7,95	2,80	5,70
21	60	140	30	20	13	1	0,26	42,77	19,64	2,57	7,41
22	50	120	30	10	13	1	0,26	33,02	11,43	3,53	5,68
23	70	140	30	10	18	1	0,39	65,17	0,54	3,90	7,32

**Tabla 4-10. (Cont.).** Datos experimentales del diseño Box – Behnken.

No.	C	T <sub>a</sub>	T <sub>m</sub>	F <sub>a</sub>	F <sub>m</sub>	D	A <sub>w</sub>	P	R	X <sub>w</sub>	H
24	60	140	20	30	13	2	0,28	29,05	13,62	1,70	8,12
25	<b>70</b>	<b>140</b>	<b>40</b>	<b>20</b>	<b>13</b>	<b>2</b>	<b>0,20</b>	<b>38,54</b>	<b>9,48</b>	5,20	3,60
26	50	140	30	10	18	1	0,23	31,17	8,21	3,36	7,51
27	<b>60</b>	<b>120</b>	<b>20</b>	<b>20</b>	<b>8</b>	<b>1</b>	<b>0,35</b>	<b>36,92</b>	<b>14,71</b>	2,38	6,37
28	60	120	30	20	8	0,5	0,14	10,55	21,16	1,87	7,17
29	<b>50</b>	<b>120</b>	<b>30</b>	<b>30</b>	<b>13</b>	<b>1</b>	<b>0,29</b>	<b>27,44</b>	<b>20,00</b>	2,75	5,72
30	60	140	30	20	13	1	0,27	32,95	18,16	2,37	7,35
31	<b>70</b>	<b>140</b>	<b>30</b>	<b>30</b>	<b>18</b>	<b>1</b>	<b>0,32</b>	<b>60,34</b>	<b>2,76</b>	2,20	7,65
32	60	140	30	20	13	1	0,30	38,80	18,28	2,43	7,60
33	<b>60</b>	<b>140</b>	<b>20</b>	<b>30</b>	<b>8</b>	<b>0,5</b>	<b>0,22</b>	<b>4,38</b>	<b>29,43</b>	1,37	6,52
34	60	160	20	20	18	1	0,30	34,03	9,02	3,83	7,53
35	<b>60</b>	<b>120</b>	<b>40</b>	<b>20</b>	<b>8</b>	<b>1</b>	<b>0,26</b>	<b>28,53</b>	<b>19,70</b>	2,24	5,20
36	60	140	40	30	13	2	0,32	33,35	12,24	1,42	8,56
37	<b>60</b>	<b>160</b>	<b>20</b>	<b>20</b>	<b>8</b>	<b>1</b>	<b>0,27</b>	<b>40,03</b>	<b>13,29</b>	2,36	7,48
38	60	140	30	20	13	1	0,28	38,20	10,65	2,47	7,40
39	<b>60</b>	<b>140</b>	<b>40</b>	<b>10</b>	<b>13</b>	<b>0,5</b>	<b>0,30</b>	<b>16,91</b>	<b>13,69</b>	1,68	8,81
40	50	160	30	10	13	1	0,29	20,43	21,99	4,76	7,86
41	<b>50</b>	<b>140</b>	<b>30</b>	<b>30</b>	<b>18</b>	<b>1</b>	<b>0,27</b>	<b>28,96</b>	<b>14,36</b>	1,85	7,37
42	60	140	40	30	13	0,5	0,33	0,98	16,21	1,48	8,82
43	<b>70</b>	<b>140</b>	<b>40</b>	<b>20</b>	<b>13</b>	<b>0,5</b>	<b>0,03</b>	<b>10,85</b>	<b>9,23</b>	1,63	7,86
44	60	160	40	20	18	1	0,32	29,46	9,46	4,87	10,11
45	<b>60</b>	<b>160</b>	<b>30</b>	<b>20</b>	<b>18</b>	<b>0,5</b>	<b>0,30</b>	<b>42,67</b>	<b>12,86</b>	3,70	12,08
46	60	140	20	10	13	2	0,26	11,44	13,20	4,63	6,82
47	<b>60</b>	<b>120</b>	<b>30</b>	<b>20</b>	<b>8</b>	<b>2</b>	<b>0,21</b>	<b>18,76</b>	<b>16,60</b>	3,40	6,45
48	50	140	20	20	13	0,5	0,33	10,44	19,83	2,49	5,80
49	<b>60</b>	<b>140</b>	<b>20</b>	<b>10</b>	<b>13</b>	<b>0,5</b>	<b>0,31</b>	<b>25,69</b>	<b>11,07</b>	3,00	9,20
50	70	140	30	10	8	1	0,29	32,12	4,93	3,50	7,34
51	<b>60</b>	<b>160</b>	<b>30</b>	<b>20</b>	<b>8</b>	<b>2</b>	<b>0,32</b>	<b>13,30</b>	<b>18,33</b>	1,73	8,13
52	60	160	30	20	8	0,5	0,28	3,19	16,78	1,49	12,22
53	<b>70</b>	<b>140</b>	<b>20</b>	<b>20</b>	<b>13</b>	<b>0,5</b>	<b>0,20</b>	<b>28,43</b>	<b>10,78</b>	1,75	8,62
54	60	140	40	10	13	2	0,27	19,02	17,93	3,80	6,13

El análisis preliminar de esta fase experimental mostró que el 86,24% de los datos se ajustan al modelo estadístico de porcentaje de recuperación, el 98,13% de los datos se

ajustan al modelo de higroscopicidad, el 94,77% al modelo de pérdidas, el 84,25% se ajustaron al modelo de contenido de humedad, pero solo, el 62,25% de los datos se ajustaron al modelo de actividad de agua, por esta razón no se consideró esta variable.

Al hacer el análisis de residuos se identificaron datos que incrementaban la desviación entre los experimentales y los calculados por el modelo. Montgomery (Hines & Montgomery, 1996) mencionó que solo considerar como estadístico a  $R^2$  no es adecuado, porque puede tener un valor alto al agregar más términos al modelo, sin representar necesariamente un mejor ajuste. A pesar de que más del 94% de los datos de las variables higroscopicidad y las pérdidas se ajustaron al modelo, las otras variables de respuesta no tuvieron el mismo ajuste. Por lo tanto, se tomó la decisión de repetir los experimentos con datos no comunes o con residuales muy grandes, mejorando el ajuste global de los modelos. El análisis para cada variable de respuesta de estos resultados definitivos se muestra a continuación:

➤ **Recuperación de producto en polvo (%)**

El porcentaje de recuperación del producto en polvo estuvo comprendido entre 0,54% (ensayo 23) y 39,5% (ensayo 8). Para los ensayos con porcentaje de recuperación de producto en polvo bajos fue necesario hasta tres repeticiones, las cuales mostraron una desviación (SD) inferior al 5%, lo que prueba de su reproducibilidad. El modelo cuadrático que mejor correlaciona el efecto de los factores sobre esta variable de respuesta corresponde a la ecuación 4.3:

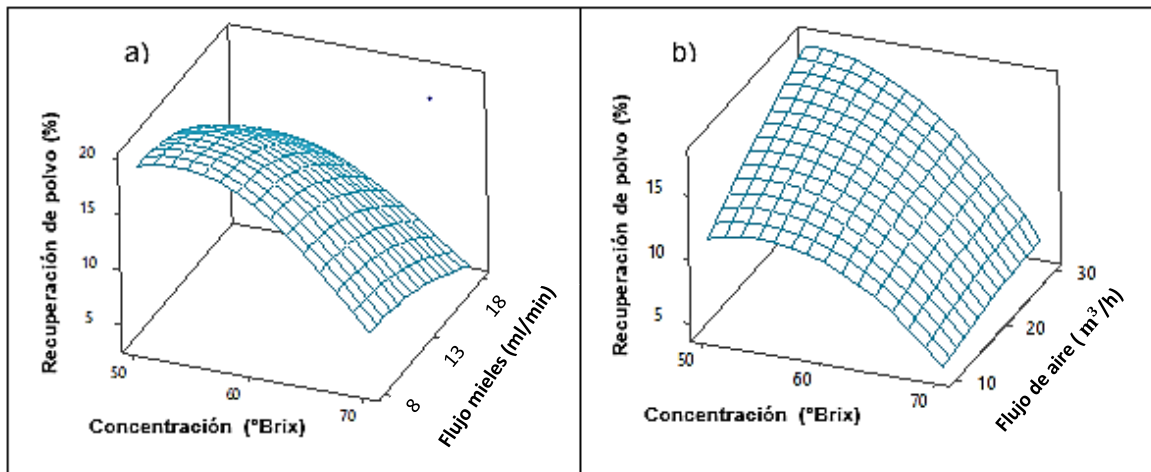
$$\begin{aligned}
 R(\%) = & -104,0 + 4,11 C + 1,016 Tm + 2,345Fa + 1,6Fm - 25D \\
 & - 0,032C^2 + 6,5D^2 - 0,0128 C * Fa - 0,0263Tm * Fa \\
 & + 0,1889Tm * D - 0,425Fa * D
 \end{aligned}
 \tag{4.3}$$

Este modelo describe el efecto de los factores de la tabla 4-7 sobre la variable de respuesta de recuperación de productos en polvos. Como el  $R^2$  fue de 93,7 %, el valor p de falta de ajuste dio mayor a 0,05 ( $p_{LOF} > 0,05$ ) y el valor p del modelo ( $p < 0,05$ ), queda establecida



la calidad del modelo ajustado en términos de la variabilidad de los datos, el correcto orden del modelo (ecuación 4.3) y la influencia significativa de los factores sobre esta variable de respuesta, respectivamente.

El análisis de varianza (ANOVA) permitió identificar que los efectos principales sobre la recuperación de producto en polvo son en su orden: la concentración de las mieles, el flujo y la temperatura de las mieles, el flujo de aire y el diámetro de la boquilla (figura 4-6b). Adicionalmente, el efecto inverso de la concentración y del flujo de alimentación de las mieles sobre R, se puede observar en la superficie de respuesta de la Figura 4-5a. Igualmente se observa que a menor concentración de las mieles y a mayor flujo del aire de secado se facilita la recuperación del producto (figura 4-5b).

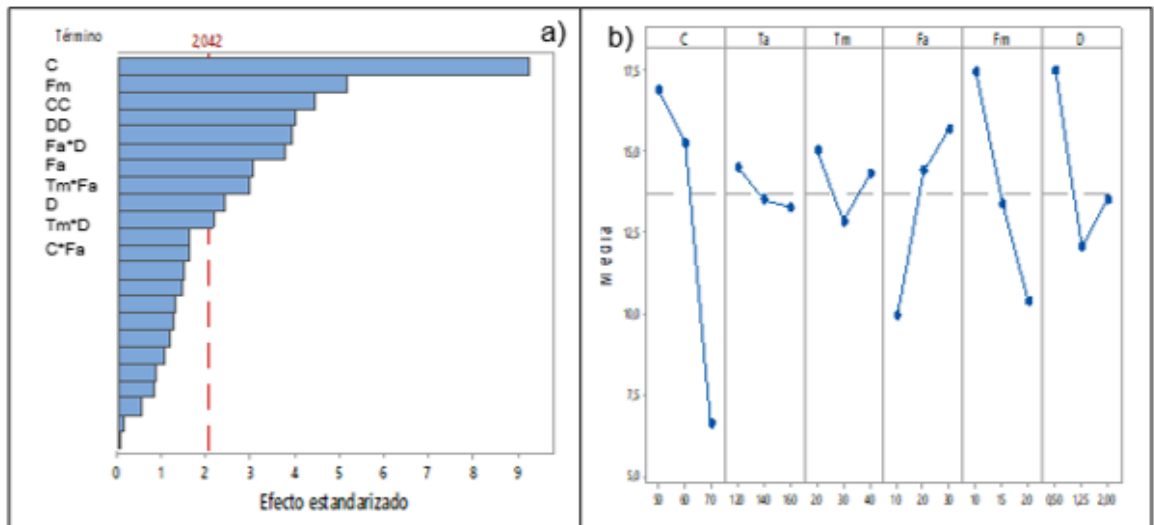


**Figura 4-5.** Superficie de respuesta de la recuperación de producto en polvo en función de: a) La concentración de las mieles y el flujo de aire de secado; b) La concentración de las mieles y el flujo de las mieles alimentadas.

La concentración y flujo de las mieles, flujo del aire y el diámetro de la boquilla tuvieron un efecto estadísticamente significativo en el modelo lineal, cuadrático y también en el modelo de interacciones, como se puede observar en la figura 4-6a). Allí se evidencia que el factor que más afecta la recuperación del producto en polvo es la concentración de las mieles, el flujo de las mieles y luego las interacciones entre los efectos principales.

La figura 4-6b) muestra que a mayor concentración de las mieles, menor flujo de aire y mayor flujo de mieles, la recuperación del producto en polvo se afecta negativamente,

acorde con lo que se menciona en el numeral 1.4.3 (Ian C. Kemp et al., 2013; R. P. Patel et al., 2009)



**Figura 4-6.** Efectos sobre la recuperación de producto en polvo: a) Diagrama de Pareto de efectos estandarizados; b) Efectos de los seis factores principales.

En la misma figura 4-6 se observa que el efecto de la temperatura del aire sobre el porcentaje de recuperación es mínimo, lo cual difiere de lo que reportado en la literatura (Largo, 2015). Esto no es del todo cierto, dado que como se está realizando un análisis multivariable, los efectos son relativos a las otras variables en estudio, es decir, que la influencia de la temperatura del aire no es tan alta, como lo es el flujo y la concentración de las mieles sumado al flujo del aire en la recuperación del producto en polvo, porque estas variables afectan la etapa fundamental del proceso de secado, la atomización. Si la relación de flujos no es adecuada, la desintegración del líquido no es adecuada, es decir, diámetros de las gotas muy grandes generando alta resistencia a la transferencia del agua de la gota al gas de secado y llevando otras gotas a la pared de la cámara sin ser secadas, generando apelmazamiento en la pared, y por ende baja recuperación del producto (Expósito & Bringas, 2013; I. C. Kemp et al., 2015).

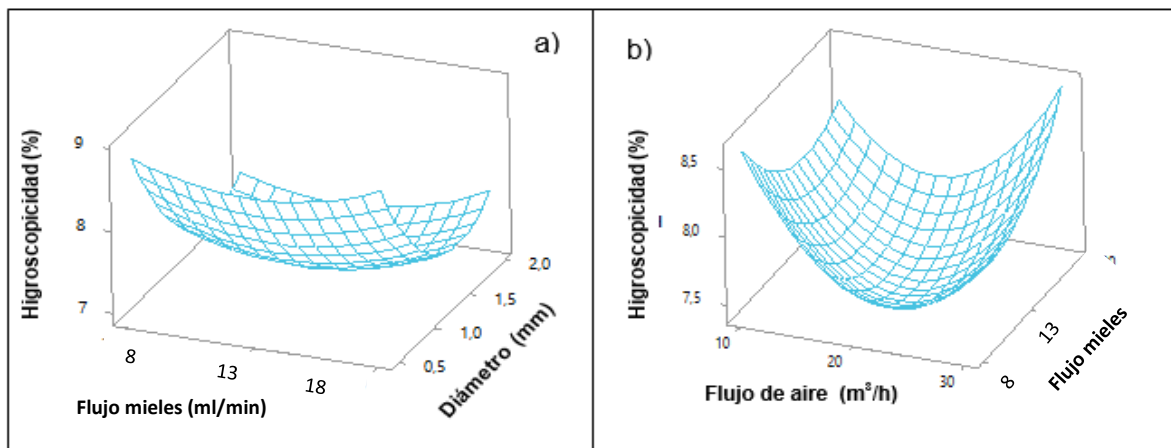
Este resultado coincide con los reportados en un estudio de secado por aspersión de jugo de caña a escala de laboratorio (Guzmán G. & Castaño C., 2002)

➤ **Higroscopicidad (%)**

Los valores de higroscopicidad para las muestras en polvo de esta fase experimental estuvieron entre 3,6 (ensayo 25) y 12,22 (ensayo 52). La ecuación 4.4 corresponde al modelo cuadrático que correlaciona correctamente el efecto de los factores sobre esta variable de respuesta. Como el R<sup>2</sup> fue de 96,8 %, el valor p de falta de ajuste dio mayor a 0,05 (p<sub>LOF</sub> > 0,05) y el valor p del modelo (p < 0,05), queda establecida la calidad del modelo ajustado.

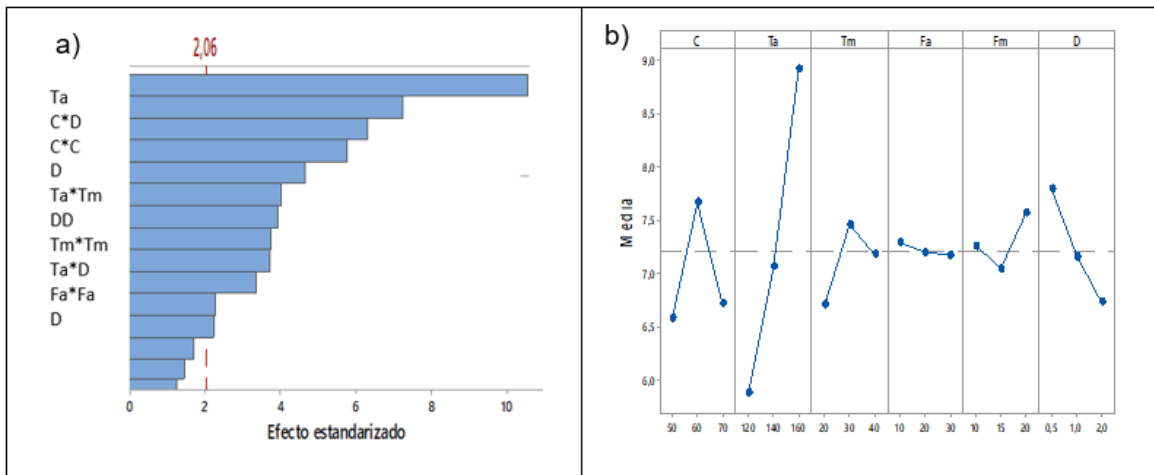
$$\begin{aligned}
 H = & -37,5 + 1,76 C - 0,03Ta - 0,87Fa + 10,7D - 0,0116 C^2 & (4.4) \\
 & - 0,0063Tm^2 + 0,0061Fa^2 + 0,0124Fm^2 + 1,39D^2 \\
 & + 0,1049Fa * D - 0,1776C * D + 0,004978Ta * Tm \\
 & + 0,001584Ta * Fa - 0,04310Ta * D + 0,00492Tm * Fa
 \end{aligned}$$

Con el análisis de varianza (ANOVA) se identificaron los efectos principales sobre esta variable de respuesta (la ecuación 4.4). En orden decreciente de influencia estos son: temperatura del aire, diámetro de la boquilla, concentración de las mieles y flujo de aire, como se muestra en la figura 4-7a). Las superficies de respuesta muestran que para minimizar la higroscopicidad se debe establecerse una relación específica de flujo alimento/aire óptimo. En otros trabajos, aunque el flujo del alimento si influye en el valor de la higroscopicidad, se enfocan en reducirla mediante el uso de aditivos (Largo A. et al., 2015; Muzaffar & Kumar, 2015; Santhalakshmy, Don Bosco, Francis, & Sabeena, 2015).



**Figura 4-7.** Superficie de respuesta de la higroscopicidad del producto en polvo en función de: a) Diámetro de la boquilla y el flujo de la miel; b) Flujo de aire de secado y el flujo de la miel.

En la figura 4-8a) y 4-8b), se observa que la temperatura del aire de secado y el diámetro de la boquilla tienen una mayor influencia sobre la higroscopicidad. Otros estudios coinciden en afirmar que la variable más influyente es la temperatura del aire, porque a una mayor temperatura, el proceso evaporativo es mayor y más rápido generando un producto en polvo con menor contenido de agua, pero en estado amorfo, por ende, una mayor higroscopicidad. Esto fue verificado en un estudio de secado por aspersión de jugos de fruta (Muzaffar & Kumar, 2015; Santhalakshmy et al., 2015).



**Figura 4-8.** Efectos sobre la higroscopicidad del producto en polvo a) Diagrama de efectos estandarizados; b) Efectos de los seis factores principales.

Otros autores mencionan que la higroscopicidad del producto obtenido no depende de las condiciones de operación sino del tamaño de la partícula y del contenido de agua del sólido. Estos estudios indican que hay una relación inversa de la higroscopicidad con esas dos variables, y aunque esto no se puede generalizar, en todo el conjunto de ensayos se evidenció que a menor contenido de humedad, mayor es la higroscopicidad (Bhesh R. Bhandari et al., 1997; Tontul & Topuz, 2017)

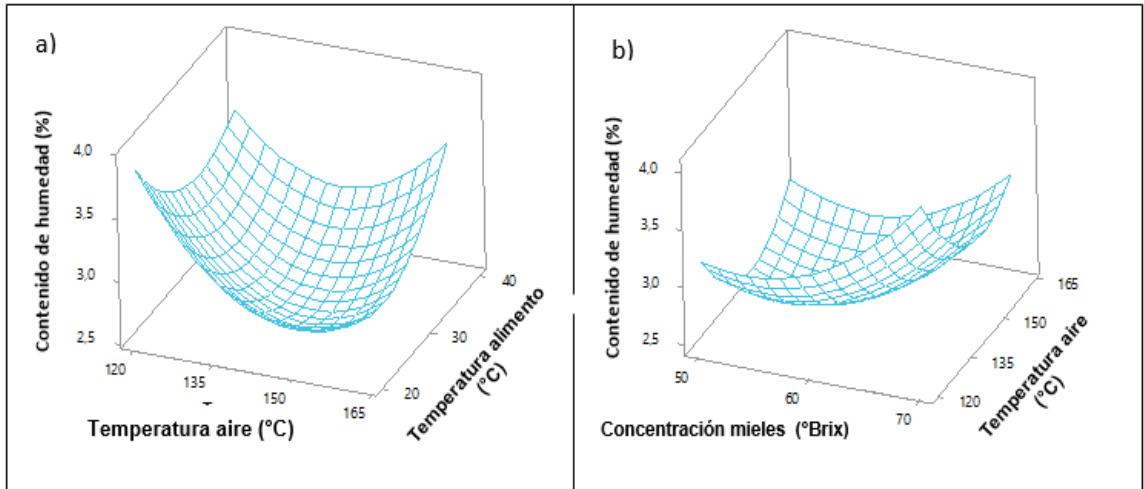
➤ **Contenido de humedad (%)**

Los valores de contenido de humedad para las 54 muestras en polvo estuvieron entre 1,2 (ensayo 8) y 7,8 (ensayo 25), y la ecuación 4.5 representada en la Figura 4-9, corresponde al modelo cuadrático que mejor correlaciona el efecto de los factores sobre esta variable

de respuesta, con un  $R^2$  de 90,2 %, el valor p de falta de ajuste dio mayor a 0,05 ( $p_{LOF} > 0,05$ ) y el valor p del modelo ( $p < 0,05$ ), queda establecida la calidad del modelo ajustado.

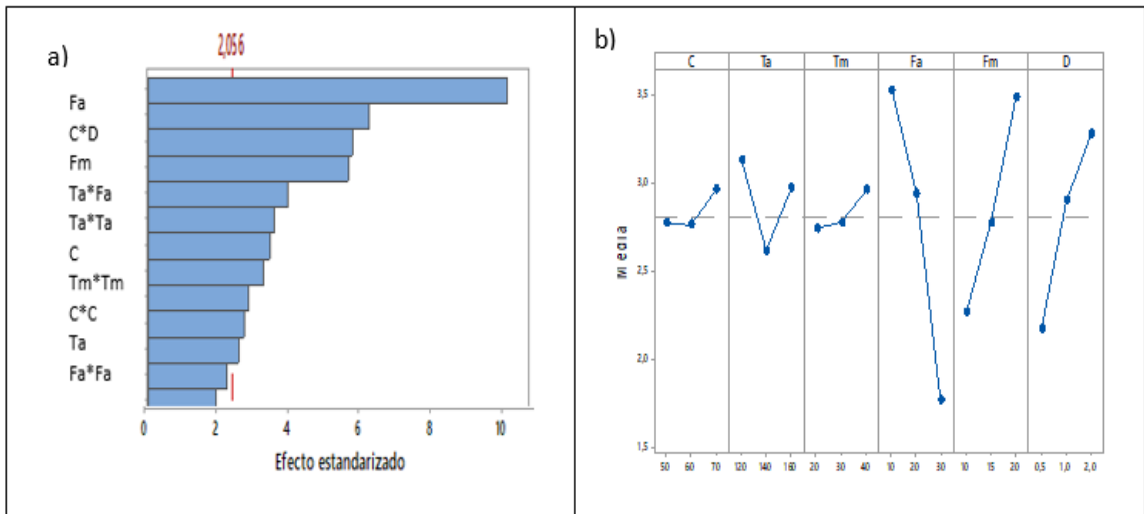
$$X_w = 35,5 - 0,443 C - 0,247 T_a + 0,336 F_a - 0,172 F_m + 1,50 D + 0,00348 C^2 + 0,001187 T_a^2 + 0,00372 T_m^2 + 0,1214 C * D - 0,002762 T_a * F_a - 0,0390 T_a * D - 0,0566 F_a * D \quad (4.5)$$

Con el análisis de varianza (ANOVA) se identificó que los efectos principales ( $p < 0.05$ ) sobre esta variable de respuesta (ecuación 4.5) son en su orden, la concentración y el flujo de alimentación de las mieles, el flujo de aire y el diámetro de la boquilla (Figura 4-10a).



**Figura 4-9.** Superficie de respuesta del contenido de humedad del producto en polvo en función de: a) Temperatura del aire de secado y temperatura de la miel alimentada; b) Concentración de las mieles y temperatura del aire de secado.

Las superficies de respuesta (figura 4-9), muestran que para minimizar el contenido de humedad del producto en polvo obtenido se debe manejar las temperaturas medias del intervalo estudiado, tanto para el aire como para el alimento (Figura 4-9a). Por su parte la Figura 4-9b muestra que para minimizar esta variable el sistema se debe operar a concentraciones bajas en las mieles, y temperatura promedio del aire de calentamiento.



**Figura 4-10.** Efectos sobre el contenido de humedad del producto en polvo: a) Diagrama de efectos estandarizados; b) Efectos de los seis factores principales.

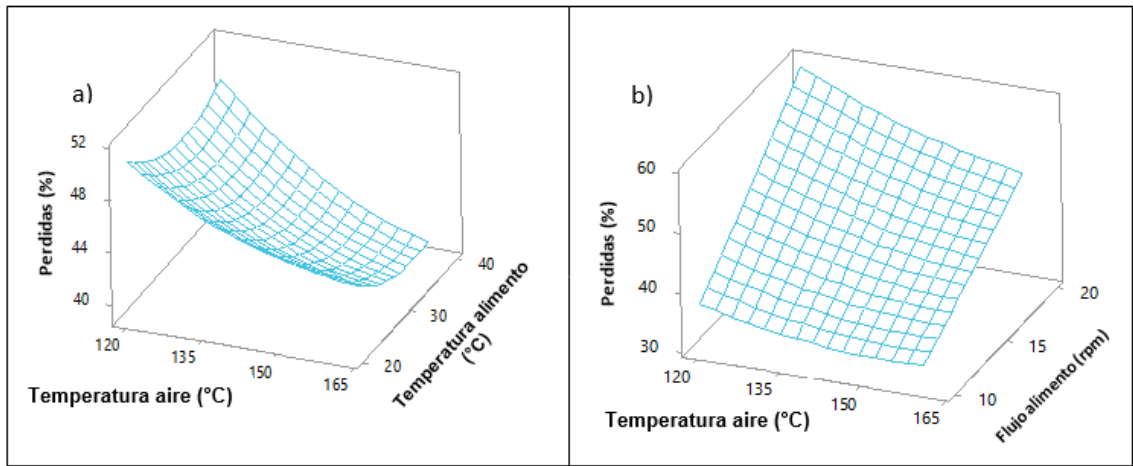
Los mismos efectos principales del modelo lineal tuvieron un efecto estadísticamente significativo de orden cuadrático y en el modelo de interacciones de dos factores como se observa en la ecuación 4.5 y en la figura 4-10a). En la figura 4-10a) y 4-10b), se muestran que los factores que más influyen en el contenido de humedad del producto en polvo son flujo de aire, flujo de alimento y diámetro de la boquilla. A mayor flujo de aire menor contenido de agua contrario a mayor flujo y mayor diámetro de boquilla. Estos resultados concuerdan con el análisis realizado para higroscopicidad por la dependencia entre las dos variables (Keshani, Daud, & Nourouzi, 2015; Muzaffar & Kumar, 2015; Tontul & Topuz, 2017). Según lo reportado, los factores más influyentes sobre el contenido de humedad y la higroscopicidad son la temperatura del aire y los agentes de carga y/o encapsulantes (Largo A. et al., 2015; Muzaffar & Kumar, 2015; Shishir & Chen, 2017)

- **Pérdidas (% de mieles sin secar)**

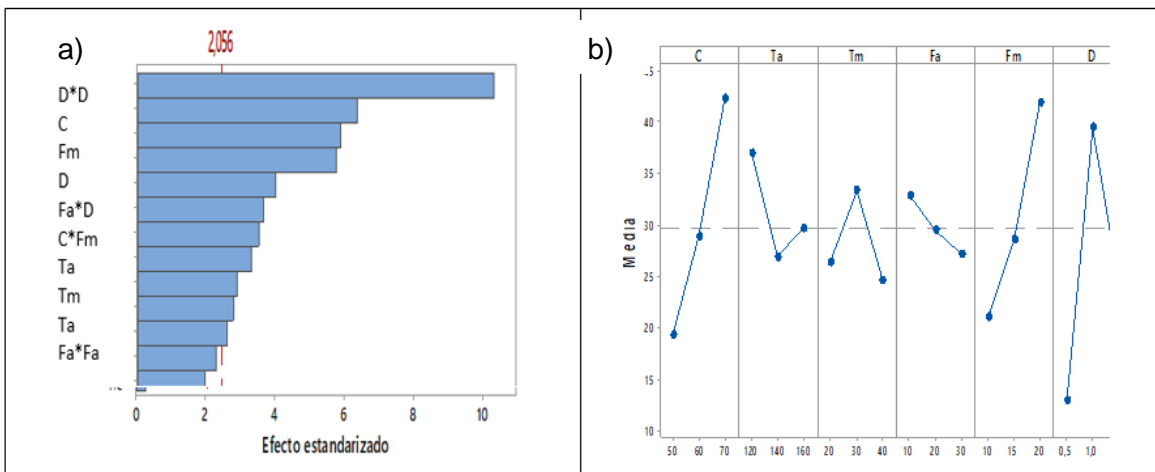
El porcentaje de pérdidas (mieles sin secar por ensayo) de los 54 ensayos estuvo entre 1% (ensayo 42) y 65,2% (ensayo 23), y la ecuación 4.6 representada en la Figura 4.11, corresponde al modelo cuadrático que mejor correlaciona el efecto de los factores sobre esta variable de respuesta,  $R^2$  de 96,8 %, el valor p de falta de ajuste ( $p_{LOF} > 0,05$ ) y el valor p del modelo ( $p < 0,05$ ), quedo establecida la calidad del modelo ajustado.

$$P = 251 - 3,22C - 1,61Ta - 6,97Fm + 77,6D + 0,0175Fm^2 - 43,53D^2 + 0,1543C * Fm + 0,523 Tm * D + 1,020 Fa * D \quad (4.6)$$

Con el análisis de varianza (ANOVA) se identificó que los efectos principales ( $p < 0.05$ ) sobre esta variable es causado por la concentración de las mieles, el flujo de alimentación de las mieles, temperatura del aire y el diámetro de la boquilla, en ese orden (Figura 4-12a).



**Figura 4-11.** Superficie de respuesta de las pérdidas (mieles sin secar) en función de: a) Temperatura del aire y temperatura de la miel; b) Temperatura del aire y el flujo de la miel alimentada.



**Figura 4-12.** Efectos sobre las pérdidas (% de mieles sin secar): a) Diagrama de efectos estandarizados ;b) Efectos de los seis factores principales .

Las superficies de respuesta muestran que para minimizar las pérdidas se debe manejar una temperatura intermedia del intervalo experimental (figura 4-11a). Por su parte, la Figura 4-11b indica que para minimizar las pérdidas se debe operar a flujos bajos de mieles, y a la temperatura más alta posible del aire de calentamiento. En la figura 4-12b, se muestran que una mayor concentración de las mieles, menor flujo de aire y mayor flujo de mieles, incrementan las pérdidas. La comparación con otros estudios no es posible debido a que esta variable no ha sido evaluada debido a que el uso de agentes encapsulantes asegura que el secado del alimento sea efectivo.

La optimización se realizó calculando el parámetro de deseabilidad global, a partir de los óptimos de cada variable de respuesta estudiada de manera analítica, o con la ayuda del programa Minitab®. Los resultados de cada factor optimizado se muestran en rojo en la figura 4-13.

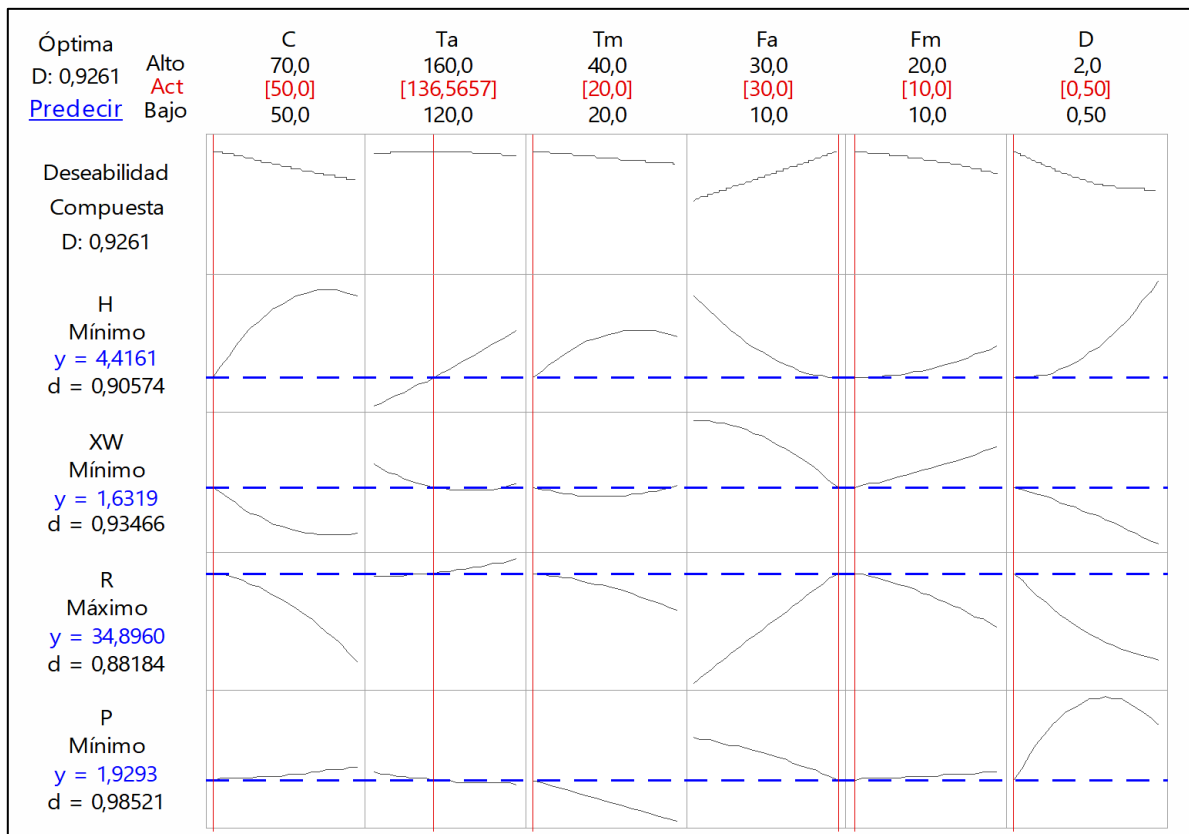


Figura 4-13. Gráfica de optimización del diseño Box – Behnken.



El resultado de la optimización global es una concentración de las mieles del 50°Brix, temperatura del aire 140°C, diámetro de la boquilla de 0,5 mm, temperatura de las mieles con 40°C y una relación de flujo de aire a flujo de alimento de 3:1.

Teniendo en cuenta estos resultados, se realizaron algunos ensayos adicionales con mieles de las tres regiones (Cundinamarca, Santander y Valle) con el fin de validar las condiciones optimizadas. Los ensayos 8, 33, 42, 43modificado ( $F_a= 30 \text{ m}^3/\text{h}$  y  $F_m= 8 \text{ ml}/\text{min}$ ), 52 y 53 del diseño mostrado en la tabla 4-10 fueron repetidos.

En torno a estas condiciones, y mejorando aspectos operativos, se logró reducir las pérdidas (% de mieles alimentadas sin secar) por debajo del 5%. En este caso, se obtuvieron las mejores condiciones de operación para las tres concentraciones de mieles evaluadas experimentalmente, las cuales se reportan en la Tabla 4-11.

**Tabla 4-11.** Mejores condiciones de operación del proceso de secado por aspersión de mieles de caña de tres concentraciones sin aditivos

<b>Concentración mieles</b>	<b>50 °Brix</b>	<b>60 °Brix</b>	<b>70 °Brix</b>
<b>Temperatura del alimento</b>	19°C	19°C	(19 - 30) °C
<b>Temperatura de entrada - aire secado</b>	140°C	140°C	130°C
<b>Temperatura de salida - aire secado</b>	65°C	68°C	(70 -75) °C
<b>Flujo aire secado</b>	8,33×10 <sup>-4</sup> kg/s		
<b>Flujo aire Atomización</b>	1,74×10 <sup>-4</sup> kg/s		
<b>Flujo de alimento (promedio)</b>	0,166 g/s	0,166 g/s	(0,082 - 0,1) g/s
<b>Diámetro boquilla (mm)</b>	0,5	0,5	0,5

## 4.6. Fase mejoramiento

### 4.6.1. Materiales

Esta fase fue realizada con mieles de caña de 50, 60 y 70°Brix para panela granulada provenientes de la planta experimental de producción de panela SENA. Posteriormente se trabajó con mieles de las mismas concentraciones, pero provenientes del trapiche Ventorrillo y del trapiche de doña Panela.

Los aditivos empleados fueron:

- Proteína de suero de leche concentrado (WPC) al 95% de proteína en base seca
- Proteína de soya aislada (SPI) marca Sunsoy 6901E, al 90% de contenido de proteína en base seca, 7% de humedad, y 3% entre minerales y aminoácidos esenciales
- Caseinato de Calcio (Cac) (al 95% de proteína y 4% de humedad (hoja de datos y especificaciones del producto)).

Los aditivos fueron suministrados por Tecnas S.A y Química Interkrol Ltda. Como pre dispersante se utilizó sorbitol, un polialcohol al 70% grado alimenticio USP (hoja de datos y especificaciones del producto).

### 4.6.2. Métodos de análisis

#### ▪ Preparación de las soluciones mieles + aditivo

La preparación de las soluciones homogéneas de mieles de caña y aditivos se realizó en el siguiente orden. Primero, la miel se calienta hasta una temperatura entre 40°C y 50°C, por debajo de la temperatura de desnaturalización de las proteínas. En una segunda etapa, esta se adiciona al recipiente que contiene la mezcla del pre-dispersante con la proteína, y se mantiene a la temperatura fijada con agitación lenta hasta la disolución total de la proteína. Inicialmente se realizaron las formulaciones con solo predispersante, seguido de los siguientes contenidos máxicos de aditivo, suero de leche concentrado (WPC) al 0,25%, 0,5%,0,75%,1% y 2% con respecto al contenido de azúcares en las mieles. Encontrándose efecto sobre la recuperación del producto en polvo con aditivo entre 0,5%,0,75%,1%.

Finalmente, solo se reportan resultados de las relaciones másicas de contenido de azúcares en las mieles: proteína: predispersante de 98:1:1 para las tres proteínas. Posteriormente, después de la validación de las condiciones, estas se reajustaron en 98,5:0,5:1 para caseinato de Calcio (Cac) y proteína de soya aislada (SPI); mientras que la relación para el suero de leche concentrado (WPC) quedo en 98:1:1. En particular, esta última formulación permitió el mayor porcentaje de recuperación de producto en polvo. El contenido de humedad propio de las proteínas y del pre- dispersante (sorbitol) fue considerado en las relaciones másicas anteriormente mencionadas. A las soluciones se les determinó la tensión superficial y posteriormente se secaron por atomización.

#### ▪ **Tensión superficial**

La medición de la tensión superficial para las mieles con y sin aditivos fue realizado por el laboratorio NABLA, usando el método de gota colgante o péndulo, en el instrumento Dataphysics OCA15. Este cuenta con capacidad para medir el ángulo de contacto entre  $0-180^{\circ} \pm 0,1^{\circ}$ , en un rango de tensión superficial de  $0,012000 \text{ mN/m} \pm 0,01 \text{ mN/m}$ , a una dosificación de  $1 \mu\text{L/s}$  y  $40^{\circ}\text{C}$ . Las mediciones se realizaron a una temperatura de  $55^{\circ}\text{C}$ , con 5 repeticiones por cada muestra.

#### **Ensayos de secado por aspersión**

Las mieles fueron alimentadas a  $40^{\circ}\text{C}$ , debido al aumento de viscosidad generado por los aditivos. Después de realizar el secado, el producto en polvo obtenido se recolectó de la cámara de secado y del conector en una bolsa resellable. De otro lado, el producto recolectado del ciclón y del vaso se recolectó por separado en otra bolsa. El polvo recolectado en cada bolsa se pesó y se almacenó en un desecador hasta su posterior caracterización.

#### **4.6.3. Diseño experimental**

Se realizó un diseño experimental exploratorio con el fin de establecer si la región de trabajo definida para mieles sin el uso de aditivos, era aplicable a mieles con aditivos. Se realizaron ensayos para los tres aditivos, con mieles de  $50^{\circ}\text{Brix}$ , a las condiciones óptimas establecidas en la fase anterior, con 4 relaciones másicas de mieles: proteína (99,75: 0,25,

99,5: 0,5, 99,25:0,75 y 99:1). Las variables de respuesta fueron la recuperación de sólidos, el contenido de humedad y la actividad de agua. Los ensayos se realizaron por triplicado.

#### 4.6.4. Resultados y análisis

Los resultados de los ensayos con los tres aditivos al 1% p/p en base seca se muestran en la tabla 4-12. Como se observa, el aditivo no tiene mayor efecto sobre el contenido de humedad, ni la actividad de agua del producto en polvo. Sin embargo, si bien se esperaba que aumentara la recuperación del producto en polvos con el uso de aditivos (Adhikari, Howes, Shrestha, & Bhandari, 2007; Adhikari, Howes, Wood, & Bhandari, 2009c; Tontul & Topuz, 2017), esto no ocurrió. La baja solubilidad de las proteínas en las mieles (separación de fases, aglomeración de la proteína) y el alto contenido de azúcares (> 50%) explican la baja recuperación de sólidos (Madariya & Rao, 2012; Muzaffar & Kumar, 2015). Los sólidos suspendidos generaron taponamiento de la boquilla durante la atomización, evitando verificar el efecto real de los formadores de película.

**Tabla 4-12.** Resultados preliminares del secado por aspersión de mieles con aditivos.

Concentración mieles	Recuperación Efectiva (%)	Contenido de humedad (%)	Actividad de agua $a_w$	Observaciones
<b>mieles 50 °Brix sin aditivos</b>	30%	1,12	0,22	
<b>mieles 50 °Brix: WPC 99:1</b>	18%	1,7	0,26	Mezclas heterogéneas, la proteína se separa, aglomera y tapa la boquilla
<b>mieles 50 °Brix: SPI 99:1</b>	13%	1,33	0,23	
<b>mieles 50 °Brix: Cac 99:1</b>	13%	1,22	0,24	

Los trabajos que reportan resultados exitosos con el uso de proteínas, lo hacen con matrices artificiales. Por ejemplo con el uso de mieles y/o soluciones preparadas en el laboratorio a partir de sacarosa, glucosa y fructosa grado analítico (Adhikari et al., 2009a; Mithila Jayasundera, Adhikari, Howes, & Aldred, 2014; Mithila Jayasundera, Adhikari, Howes, et al., 2011). En este caso se utilizó maltodextrina (Shi, Fang, & Bhandari, 2013) o con proteína (40 % al 80 %) (Ruano Uscategui, Ciro Velásquez, & Sepulveda Valencia, 2018). Adicionalmente, al momento de la preparación, las soluciones con proteína se

realizaron en seco antes de agregar agua caliente (Mithila Jayasundera, Adhikari, Howes, et al., 2011).

Para mejorar la solubilidad de la proteína en productos de alto contenido de azúcar, se utilizan surfactantes de bajo peso molecular iónicos y no iónicos como, el estearoil lactitato de sodio (SSL) y polisorbato 80 (tween 80) respectivamente (Adhikari et al., 2009a; M. Jayasundera et al., 2011; Mithila Jayasundera, Adhikari, Howes, et al., 2011; Meng Wai Woo, Daud, Tasirin, & Talib, 2008). Sin embargo, se han encontrado efectos negativos en el porcentaje de recuperación de producto en polvo al usarlos (Adhikari et al., 2009b; M. Jayasundera et al., 2011; S. Wang & Langrish, 2009), por lo que no fueron considerados como modelo para este trabajo.

Con el fin de asegurar la disolución de la proteína en las mieles, se escogió como agente humectante y/o agente dispersante, el sorbitol líquido grado alimenticio. Esto permitió mantener el concepto de natural del producto en polvo obtenido. Después de realizar algunos ensayos con el agente humectante y observar la estabilidad de la suspensión durante el proceso de secado, se realizaron los ensayos con las tres proteínas y los resultados obtenidos se muestran en la tabla 4-13.

**Tabla 4-13.** Resultados finales del secado por aspersión de mieles de caña con aditivos

Concentración mieles	Recuperación Efectiva (%)	Contenido de humedad (%)	Actividad de agua $a_w$
mieles 50 °Brix sin aditivos	32%	1,12	0,184
mieles 50 °Brix: WPC 98:2	<b>86%</b>	<b>2,84</b>	<b>0,38</b>
mieles 50 °Brix: SPI 98:2	22%	1,63	0,23
mieles 50 °Brix: Cac 98:2	18%	1,82	0,24
mieles 50 °Brix: SPI 98,5:1,5	38%	2,08	0,26
mieles 50 °Brix: Cac 98,5:1,5	46%	2,06	0,23

El 2% de proteína WPC +agente dispersante utilizado como aditivo permitió incrementar la tasa de recuperación de producto en polvo del 32% al 86%, resultado comparable con

el 85% obtenido por Adhikari et al (2009b). En ese caso, la matriz alimentada correspondía a sacarosa grado analítico con suero de leche aislado (WPI), en una relación de 99:1 y a una temperatura de 170°C.

Por la naturaleza anfifílica (apolar-polar) de las proteínas, al igual que los surfactantes, tienen la capacidad de situarse en las interfaces líquido-líquido y/o líquido-fluido. Esto reduce la energía libre de la interfase, y se refleja en la reducción de la tensión superficial (Maldonado Valderrama, 2006). En este caso, las proteínas disueltas en la miel, se dirigen de forma rápida a la interfaz entre las gotas y el aire en el momento de la atomización. En la interfaz se formó una capa vítrea superficial que permitió reducir la adherencia de las gotas con la pared de la cámara y la cohesión entre ellas, dando lugar al incremento de la recuperación del producto en polvo (M. Jayasundera et al., 2011; Mithila Jayasundera, Adhikari, Howes, et al., 2011). Aunque no se realizó en este trabajo, la comprobación de dicho fenómeno la realizó Adhikari y colaboradores (2009) (Adhikari et al., 2009b) mediante un análisis elemental y balance de nitrógeno en la superficie de las partículas. En este estudio se reportó que el producto en polvo obtenido por secado por aspersion con adición de proteínas, una concentración hasta del 55 % p/p de proteínas en la superficie de las partículas. En nuestro caso un análisis elemental cuantitativo de nitrógeno no fue suficiente dado que la materia prima contiene proteínas y trazas de otros compuestos nitrogenados, por lo que su resultado solo muestra el incremento por el uso del aditivo, pero no su ubicación en la partícula en polvo.

Inicialmente, se utilizó (0,25, 0,5, 0,75, 1 y 2) % p/p bs de proteína de suero de leche concentrada (WPC) obteniéndose mejores resultados solo con (1% p/p bs). Por eso se decidió usar la misma cantidad de las tres proteínas (1% p/p bs) en el secado, y si bien se mejoró el proceso reduciendo las pérdidas (mieles sin secar), solo con la proteína de suero de leche concentrada (WPC) se logró incrementar el porcentaje de recuperación de producto en polvo. Esto coincide con la reducción en la tensión superficial de la solución. Se pudo verificar que la solución con el mayor porcentaje de recuperación de producto en polvo (miel 50°Brix: WPC, 98:2) tenía la menor tensión superficial (46,14 mN/m) con respecto a la misma miel de 50°Brix sin proteína (52,18 mN/m), como se observa en la tabla 4-14.

En la tabla 4-14, se muestran los valores de la tensión superficial y la viscosidad de las soluciones con y sin aditivos, y se puede observar que la tensión superficial disminuye con

el aumento de la concentración de las mieles, Igualmente se verifica que la viscosidad se incrementa con la adición de proteína y sorbitol. Sin embargo, como las soluciones se alimentan a 40 °C, a esta temperatura su viscosidad es similar a la de las mieles sin aditivos a temperatura ambiente (Tabla 3-7).

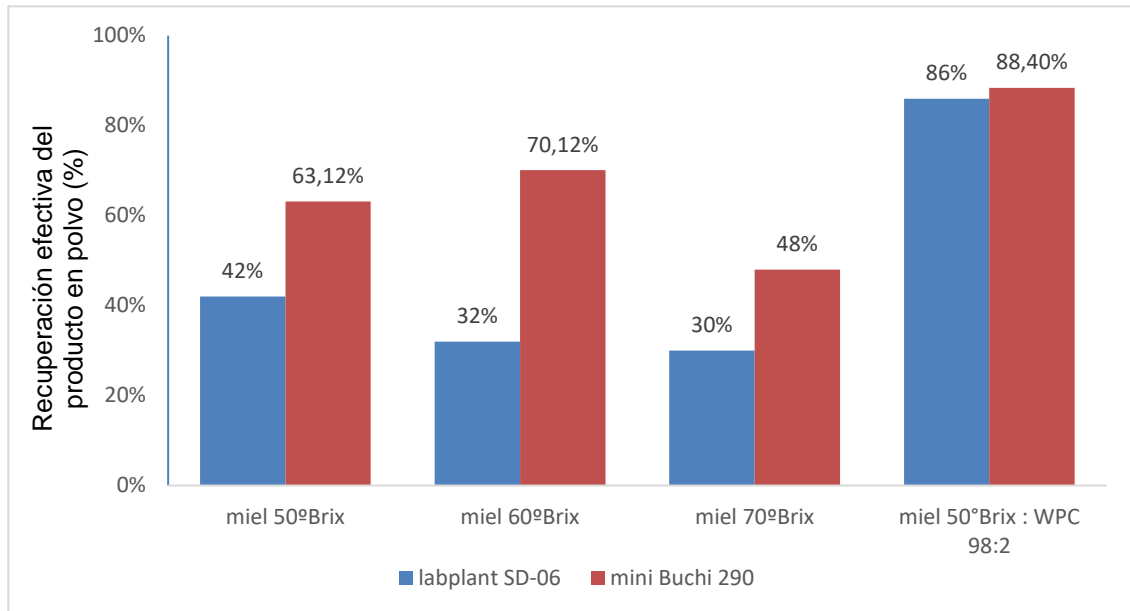
**Tabla 4-14.** Tensión superficial y viscosidad de mieles con y sin aditivos.

Procedencia	SST	w miel: w aditivo	TS (mN/m)	$\mu$ (mpa.s) (a 45°C)
Boyacá	50°Brix	no	52,71±1,21	9,8±0,1
Cundinamarca	50°Brix	no	52,18±0,99	9,2±0,2
Boyacá	70°Brix	no	50,49±0,74	134±2
Cundinamarca	<b>50°Brix</b>	<b>WPC 98:2</b>	<b>46,14±0,84</b>	10,3±0,3
Cundinamarca	50°Brix	SPI 98:2	54,01±0,70	11,2±0,4
Cundinamarca	50°Brix	Cac 98:2	54,26±0,62	11,8±0,6

Comparativamente, las otras dos soluciones de miel con proteína de soya (miel 50°Brix: SPI, 98:2) y con caseinato de calcio (miel 50°Brix: Cac, 98:2) presentaron una tensión superficial mayor que la misma miel de 50°Brix sin proteína. Esto explica que la recuperación del producto en polvo con estas dos proteínas (22% y 18 %) fuera menor que la obtenida con la misma miel sin aditivo (Ver tabla 4-13).

Teniendo en cuenta este resultado, se secaron nuevas soluciones preparadas con menor concentración de proteína de soya (miel 50°Brix: SPI, 98,5:1,5) y de caseinato de calcio (miel 50°Brix: Cac, 98,5:1,5). En este caso se logró un aumento en la recuperación efectiva del producto en polvo (38% y 46%, respectivamente) como se muestra en la tabla 4-13. Adicionalmente, con el fin de validar los mejores resultados obtenidos en los ensayos anteriores, se realizaron los ensayos adicionales en mini *spray dryer* B-290 a las condiciones de proceso descritas en la tabla 4-11. En este caso se realizó una modificación en el flujo del alimento dado que solo contaban con una boquilla de 1,4 mm y se disminuyó

el flujo del aire de atomización. Como resultado, se incrementó la recuperación efectiva de polvo para las cuatro mieles procesadas y las pérdidas por mieles sin secar en su totalidad se redujeron a cero (Figura 4-14).



**Figura 4-14.** Recuperación efectiva de producto en polvo obtenida por secado por aspersion de mieles de caña panelera sin y con aditivos en dos equipos Labplant SD- 06 y Mini Buchi 290

## 4.7. Caracterización del producto en polvo

### 4.7.1. Materiales

Se realizó la caracterización de las mieles de 50 °Brix, y de los productos en polvo obtenidos por secado por aspersion (SA) de estas mieles sin (SA) y con aditivos (SAA, miel 50°Brix: WPC, 98:2). Adicionalmente, se evaluaron dos panelas granuladas a modo de comparación: panela granulada marca comercial Doña Panela (DP) y panela granulada del trapiche SENA (G).



## 4.7.2. Métodos de análisis

### Propiedades fisicoquímicas

Se midió la actividad de agua, el contenido de humedad, el perfil de azúcares, el contenido cenizas y el pH de las 5 muestras antes mencionadas. Los métodos se encuentran descritos en el capítulo 3 de este trabajo.

### Densidad aparente

La determinación de la densidad aparente se realizó por una técnica gravimétrica siguiendo el procedimiento definido en la norma NTC 852 Parte 1((ICONTEC), 1996). Esta norma está definida para cereales (cebada, avena y centeno) y se modificó con base en la cantidad de material disponible para la prueba. La modificación se implementó con base en la Norma Mexicana NOM-001-SSA1-2010. Se pesó una probeta de 100 ml o 250 ml vacía y seca. Se llenó la probeta con la muestra hasta un volumen determinado y se pesó nuevamente. Luego se sometió la probeta con la muestra a un proceso de tapping (3 golpes suaves y secos). Finalmente se midió el volumen. Este ensayo se realizó por triplicado.((ICONTEC), 1996)

### Isotermas de adsorción de humedad

Para la construcción de las isotermas se siguió el método gravimétrico estático (Polamarasetty V K Jagannadha Rao, Das, & Das, 2010; Largo A. et al., 2014; Mathlouthi & Rogé, 2003). Para mantener la humedad relativa constante y conocida, se utilizaron soluciones saturadas de sales inorgánicas en recipientes herméticos (LiCl, CaCl<sub>2</sub>, CoCl<sub>2</sub>, NaOH, CH<sub>3</sub>COOK, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, KBr, BaCl<sub>2</sub>, KCl y K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, grado analítico). Los recipientes se introducen en un horno para determinar las curvas de adsorción a 25 °C y 35 °C. Se pesaron entre 0,5 g y 1 g de cada muestra previamente seca en una cápsula y luego se colocaron en recipientes herméticamente cerrados. Posteriormente se llevaron a una estufa de aire forzado (LabTech Daihan, Korea) para asegurar una temperatura constante durante el ensayo, y su peso se registra luego de 7 días. En este ensayo, las muestras se colocaron por triplicado en cada ambiente, secas y homogéneas, la superficie del sobrenadante de la solución salina y la superficie de la muestra se encontraban en una relación 3:1 y solo se tomó una medida de peso y de actividad de agua a los 7 días para asegurar el equilibrio entre la solución salina y las muestras, recomendaciones dadas por

Labuza (2006) (Labuza & Altunakar, 2006). Para inhibir el crecimiento microbiano, un vial con 0,5 ml de azida de sodio 0,02% (p/p), se colocó en los recipientes herméticos con humedad relativa superior a 65%.

### **Distribución del diámetro de partícula**

La determinación de la distribución del diámetro de partícula se realizó con difracción laser con un analizador LS 13 320, dry Powder System que permite mediciones de alta resolución en un rango de 0,02  $\mu\text{m}$  y 2000  $\mu\text{m}$ . En la prueba se coloca la cantidad de producto en polvo seco que ocupe la longitud fijada en el compartimento. Se activa el módulo y la muestra es aspirada y fluidizada, luego de lo cual el láser hace un barrido y realiza el análisis. El resultado es el volumen diferencial de partículas en el rango de 0,02  $\mu\text{m}$  y 2000  $\mu\text{m}$ .

### **Morfología y tamaño de las partículas**

La determinación de la morfología y el tamaño de partícula se realizaron con la toma de imágenes, por Microscopio Electrónico de Barrido – SEM con el equipo TESCAN VEGA 3, con un detector de electrones secundarios y se trabajó con un voltaje de 15 Kv. La mitad de las muestras se recubrieron con grafito, y las demás se analizaron sin recubrimiento. Las microfotografías se obtuvieron con aumentos de 200x, 500X, 1000X y 2000X. La determinación para tamaño de partícula se realizó con ayuda del programa ImageJ 1.50i.

### **Estabilidad al ambiente**

En tres vidrios de reloj se dispuso una capa bien distribuida de la muestra, y se deja expuesta al ambiente, registrando el peso a diferentes intervalos de tiempo. Esto permitió hacer seguimiento de la adsorción de humedad en condiciones ambiente. También se mide la humedad relativa.

### **Caracterización fitoquímica**

La caracterización fitoquímica fue realizada con el apoyo de (Alarcón, 2017) y comprendió análisis granulométrico, determinación de fenoles totales, flavonoides totales y color en dilución.

Para la caracterización granulométrica se empleó un agitador mecánico de tamices Retsch AS2 (Alemania), operando a una amplitud de 70, durante 30 minutos. Cada fracción reportada corresponde a la cantidad retenida en cada tamiz respecto del peso total de la muestra.

Los fenoles totales se determinaron por espectrofotometría de acuerdo al método de Folin-Ciocalteu (Alarcón, 2017). Se diluyó en 10 ml de agua destilada, 0,5 g de muestra, se tomó una alícuota de 100  $\mu$ L y se agregó 0,5 ml de reactivo Folin-Ciocalteu Scharlau (Sentmenat, Spain) y 3 ml de una solución acuosa al 20% de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (w/v), se agitó y se aforó con agua en un balón de 10 ml. Después de dos horas a temperatura ambiente, se leyó la absorbancia a 725 nm, con respecto a un blanco, en una celda de cuarzo de 10mm en un espectrofotómetro Agilent Technologies Cary 8454 UV-vis (Santa Clara, CA, USA). El contenido de fenoles totales se calculó usando una curva de calibración preparada con soluciones estándar de ácido gálico (10 – 500 mg/L) y se expresó en mg de ácido gálico equivalente (GAE) / 100g de muestra en base seca.

Los flavonoides totales se determinaron por espectrofotometría (Alarcón, 2017). Se diluyó en 10 ml de agua destilada, 0,5 g de muestra y se tomó una alícuota de 200  $\mu$ L y se agregó 2 ml de agua destilada, 0,15 ml de  $\text{NaNO}_2$  (5 g/100 ml), 0,15 ml  $\text{AlCl}_3$  (10 g/100 ml) y 1 ml de  $\text{NaOH}$  1 M, y se completó a volumen con agua destilada. La absorbancia de la mezcla se midió en un espectrofotómetro Agilent Technologies Cary 8454 UV-vis (Santa Clara, CA, USA) a 510 nm, tomando como referencia un blanco constituido por los reactivos sin muestra. El contenido total de flavonoides fue calculado usando una curva de calibración de soluciones estándar de catequina (20 – 200 mg/L), y los resultados se expresaron como mg de catequina equivalente (CE) / 100 g de muestra en base seca.

El color en dilución fue medido por colorimetría triestímulo basado en el espectro de reflectancia. Aproximadamente, 0,5 g de muestra se diluyeron con agua destilada, en un balón de 10 ml. La muestra fue homogeneizada y la absorbancia fue medida en la región visible del espectro ( $\lambda=380-770$  nm), usando el iluminante CIE D65 en un espectrofotómetro Agilent Technologies Cary 8454 UV-vis (Santa Clara, CA, USA). Los siguientes atributos del espacio CIELAB: L (claridad), a y b (dos coordenadas de color), fueron evaluados usando ChromaLab® software.

### 4.7.3. Resultados y análisis

#### Caracterización fisicoquímica

En la tabla 4-15, se muestran las propiedades medidas a las dos panelas granuladas y a la panela obtenida por secado por aspersión a partir de mieles sin (SA) y con aditivo (SAA). Las propiedades de las cuatro panelas evaluadas cumplen con las especificaciones de la norma NTC 1311 (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC), 2009) a excepción de la sacarosa, cuyo límite máximo está fijado en 93% y solo la panela granulada marca Doña Panela está por debajo de este valor con  $92,85 \pm 0,15$  %

Con relación al perfil de azúcares, analizados por HPLC, se observa que en las cuatro muestras que la sacarosa es el azúcar que predomina, seguido de glucosa y la fructosa. La muestra que más contiene azúcares reductores (glucosa y fructosa) es panela comercial DP, seguida de SA, G y SAA, respectivamente. El producto en polvo secado por aspersión es el que menor contenido de azúcares reductores, y la diferencia está en el contenido de fructosa. Esto puede indicar que la fructosa sufre algún grado de degradación a  $140^{\circ}\text{C}$ , la temperatura del proceso de secado.

**Tabla 4-15.** Propiedades fisicoquímicas de panela granulada y secada por aspersión.

Propiedad	DP	G	SA	SAA
Sacarosa (%p/p)	$92,85 \pm 0,15$	$94,24 \pm 2,90$	$94,56 \pm 5,00$	$94,16 \pm 3,00$
Glucosa (%p/p)	$4,79 \pm 0,15$	$3,58 \pm 0,24$	$3,50 \pm 0,06$	$3,58 \pm 0,06$
Fructosa (%p/p)	$3,35 \pm 0,07$	$2,17 \pm 0,11$	$1,94 \pm 0,14$	$2,24 \pm 0,14$
Cenizas (% p/p)	$1,11 \pm 4 \times 10^{-2}$	$1,57 \pm 3 \times 10^{-2}$	$1,47 \pm 4 \times 10^{-2}$	$1,45 \pm 4 \times 10^{-2}$
Proteína (%) N*6.25	0,62	0,62	0,68	0,69
Contenido de humedad (%)	$2,23 \pm 3 \times 10^{-2}$	$2,74 \pm 3 \times 10^{-2}$	$2,31 \pm 3 \times 10^{-2}$	$2,84 \pm 1 \times 10^{-2}$
Actividad del Agua	0.411	0,472	0,184	0,381
pH	$6.51 \pm 6 \times 10^{-2}$	$6.46 \pm 2 \times 10^{-2}$	$6.56 \pm 2 \times 10^{-2}$	$6.52 \pm 2 \times 10^{-2}$

En la tabla 4-15 se observa que la muestra con mayor contenido de cenizas es la panela granula G, seguida por SA y DP, respectivamente. En general, las cenizas tienen una gran importancia en los alimentos ya dan una idea de su valor nutricional en términos del aporte

de minerales (Wrolstad & Smith, 1959). La panela obtenida por secado por aspersión presenta el menor contenido de humedad y el menor valor en actividad seguida de las panelas DP, PG y SAA respectivamente. Esto significa que la panela secada por aspersión es más higroscópica que las otras dos panelas granuladas; esto es consecuencia de la formación de azúcares amorfos durante el proceso de secado (Acuña, 2008; Esparza & Antonio, 1990).

Adicionalmente, tanto en el contenido de humedad como en la actividad de agua, SAA tiene valores superiores a SA, siendo esto efecto de la incorporación de aditivo, debido a que la proteína se difunde hacia la superficie de la gota, más rápido que la humedad es retirada por el aire de secado de la misma. (Adhikari et al., 2009b)

Es importante mencionar que, aunque las panelas comerciales tienen valores altos de actividad de agua, presentan apelmazamiento a temperatura ambiente. Este se incrementa con la temperatura, lo que dificulta la medición del contenido de humedad. Los valores encontrados son consistentes con los encontrados en la literatura; los valores reportados para panela secada por aspersión fueron  $X_w$  (%)  $1,11 \pm 0,03$ , y  $a_w$   $0,184 \pm 0,01$  (Cortes et al., 2012). El valor de la humedad se encuentran dentro de la especificación (< 5%) definida en la norma NTC1311 para panela (ICONTEC, 2009).

Con relación al valor de pH este, es similar para las cuatro muestras de panela evaluadas, lo que significa que el proceso de secado no tiene ninguna influencia en esta propiedad química. De acuerdo con lo reportado con la literatura, la panela DP y G presentan valores de pH mayores a 6, dado que es un requerimiento para asegurar el proceso de granulación (Corpoica, 2003; L. Prada, 2002).

- **Densidad aparente**

Como puede observarse en la figura 4-15, la densidad aparente de la panela granulada DP y PG,  $0,82 \pm 0,02$  y  $0,78 \pm 0,01$  g/cm<sup>3</sup>, respectivamente. Los valores encontrados son cercanos a los reportados para panela granulada para la región del Gualivá y la hoya del río Suarez; 0,67 g/ml (Fajardo, 1999; Mujica et al., 2008).

El valor de la densidad aparente de la panela obtenida por secado por aspersión es  $1,682 \pm 0,01$ , el doble de las panelas granuladas. Esto se debe al alto porcentaje de finos  $> 90\%$  en la panela (SA) y a la compactación.

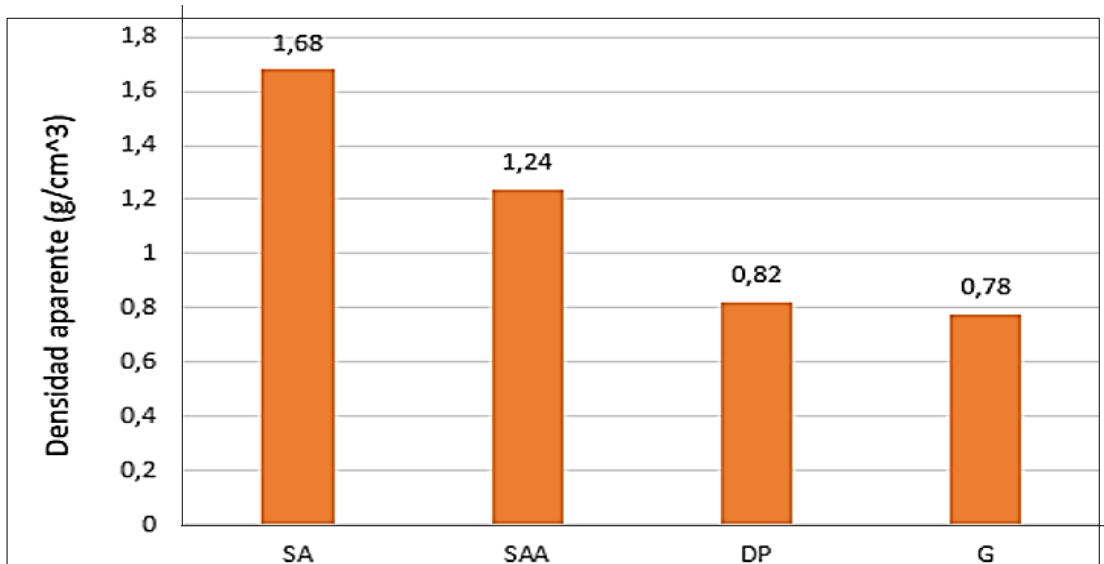


Figura 4-15. Densidad aparente de panela granulada y secada por aspersión.

El tamaño de partícula tiene una alta influencia en el valor de la densidad aparente. Prueba de esto es una mayor desviación en los valores de densidad de la panela DP, porque en la etapa de secado el material se aglomera y presenta grumos de diferente tamaño, así como material fino. Por eso es recomendable, realizar un análisis granulométrico tanto en la etapa de adecuación de materia prima como en la etapa de secado. Con relación a SAA, la densidad aparente disminuyó con respecto a SA, lo que significa que el aditivo mejoró la conformación de las partículas, disminuyendo la cantidad de finos.

#### ▪ Isotermas de adsorción de Humedad

Las isotermas de adsorción de humedad fueron determinadas a  $25^{\circ}\text{C}$  y  $35^{\circ}\text{C}$ . Con el fin de abarcar el intervalo de actividad de agua entre 0,1 y 1, se trabajó con soluciones sobresaturadas de nueve (9) sales (Tabla 4-16) para asegurar una actividad de agua constante durante toda la prueba (7 días). La actividad del agua se midió cada 24 horas

hasta obtener variaciones  $< 0,02$ , y buscando valores cercanos a los datos teóricos (Labuza & Altunakar, 2006; Yrjö H. Roos, 2007; V. K. Verma & Narain, 1990).

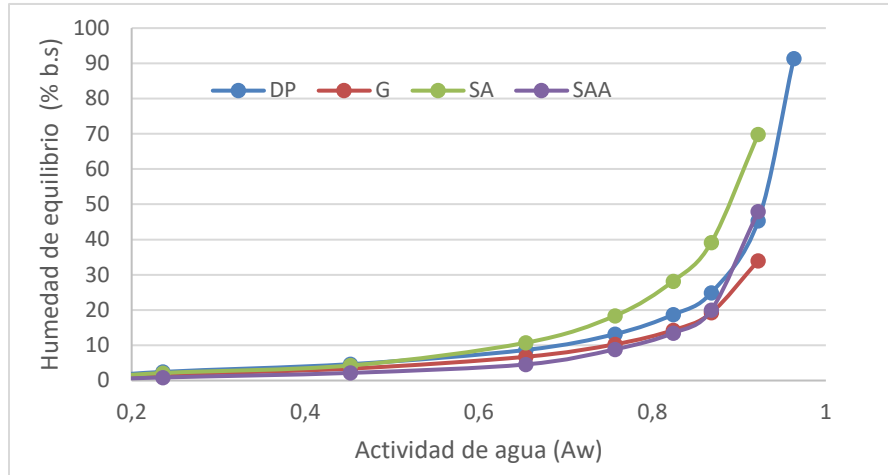
**Tabla 4-16.** Actividades de agua de soluciones salinas saturadas preparadas a 25°C y 35°C.

Sales	Actividad de agua ( $a_w$ ) <sup>(b)</sup>	
	25°C	35°C
Cloruro de Litio – LiCl	0,113 ± 0,001	0,113 ± 0,01
Acetato de Potasio CH <sub>3</sub> COOK	0,236 ± 0,003	0,245 ± 0,01
Cloruro de Calcio - CaCl <sub>2</sub>	0,336 ± 0,01	0,324 ± 0,01
Carbonato de potasio - K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0,452 ± 0,01	0,435 ± 0,01
Cloruro de cobalto - CoCl <sub>2</sub>	0,65 ± 0,018	0,599 ± 0,01
Cloruro de Sodio – NaCl	0,757 ± 0,001	0,752 ± 0,01
Bromuro de potasio –KBr	0,823 ± 0,002	0,802 ± 0,01
Cloruro de potasio – KCl	0,868 ± 0,012	0,856 ± 0,01
Cloruro de potasio - BaCl <sub>2</sub>	0,922 ± 0,002	0,912 ± 0,01
Dicromato de potasio - K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,963 ± 0,007	0,948 ± 0,01

(b) Valor promedio de 4 mediciones

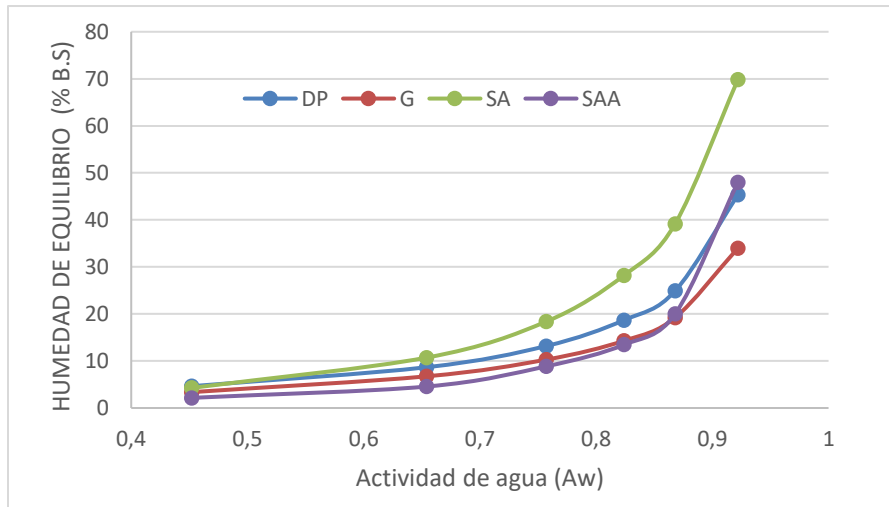
En la figura 4-16 se muestran las Isotermas de adsorción de humedad de panelas granuladas comerciales, DP y G, y las obtenidas por secado por aspersión, SA y SAA. Como reportan varios autores (Acuña, 2008; P. V. K. Jagannadha Rao et al., 2008; Largo A. et al., 2014; V. K. Verma & Narain, 1990), la denominada región de adsorción multicapa presenta un comportamiento creciente lineal del contenido de humedad con actividad de agua  $a_w < 0,5$ , un comportamiento asintótico alrededor de una actividad de agua de  $a_w: 0,6$  y la región de condensación capilar  $>0,7$  se observa un comportamiento exponencial, con diferencias para las cuatro muestras.

Este comportamiento es característico de una isoterma tipo III, propia de soluciones de sacarosa (Mathlouthi & Rogé, 2003). Este comportamiento es típico de panelas granuladas comerciales (Acuña, 2008; P. V. K. Jagannadha Rao et al., 2008; Largo A. et al., 2014). Visualmente, las muestras de las panelas sometidas a ambientes con  $a_w >0,6$  eran totalmente líquidas a las dos temperaturas evaluadas, mostrando claramente la alta higroscopicidad del material.



**Figura 4-16.** Isothermas de adsorción de humedad de panela granulada y miel de caña secada por aspersión a 25°C

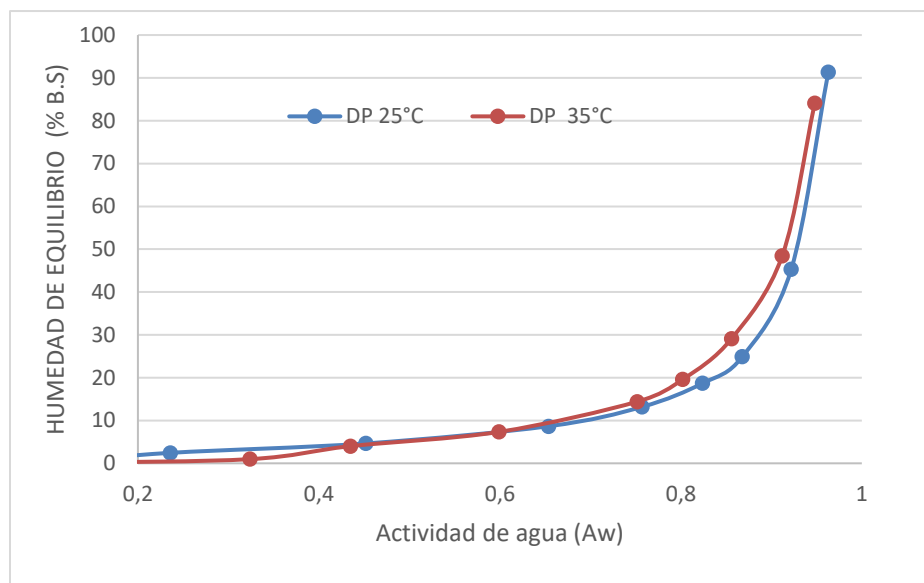
En la figura 4-17, se observa un comportamiento similar para las cuatro muestras a humedades menores de 0,6. Las diferencias en la isoterma de la panela secada por aspersión con respecto a las dos panelas comerciales puede ser causada por la presencia de azúcares amorfos prueba de ello, es su alta higroscopicidad y la certeza que es un efecto del proceso de secado por aspersión en productos con alto contenido de azúcares y por la presencia de cristales de sacarosa con diámetros menores a 250 micras demostrado en otros estudios sobre panelas granuladas (Acuña, 2008; Mathlouthi & Rogé, 2003).



**Figura 4-17.** Segmento de las Isothermas de adsorción de humedad de panela granulada comercial y producto secado por aspersión a 25°C

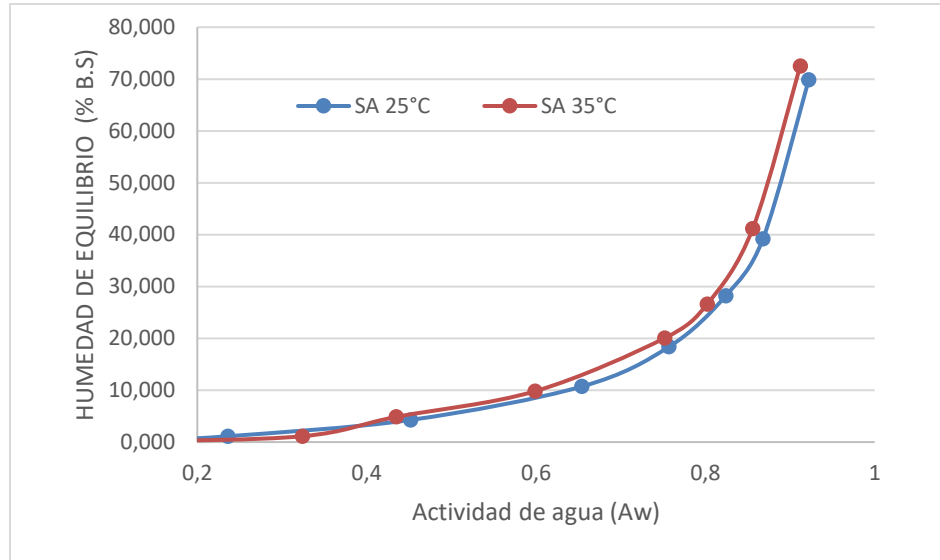


La figura 4-18 muestra las isotermas de adsorción de agua para panela granulada DP: Doña panela a 25°C y 35°C. Se observa que entre 0,2 y 0,4 de actividad de agua presenta una concavidad hacia abajo, que representa desorción. Entre 0,4 y 0,6 no se observa una influencia de la temperatura sobre la adsorción de agua, y para valores superiores a 0,6 la muestra tiene el comportamiento típico de los azúcares. También se observa que a mayor temperatura, el incremento en la humedad es mayor, como se reportó anteriormente con panelas granuladas (Acuña, 2008; P. V. K. Jagannadha Rao et al., 2008; Largo A. et al., 2014).



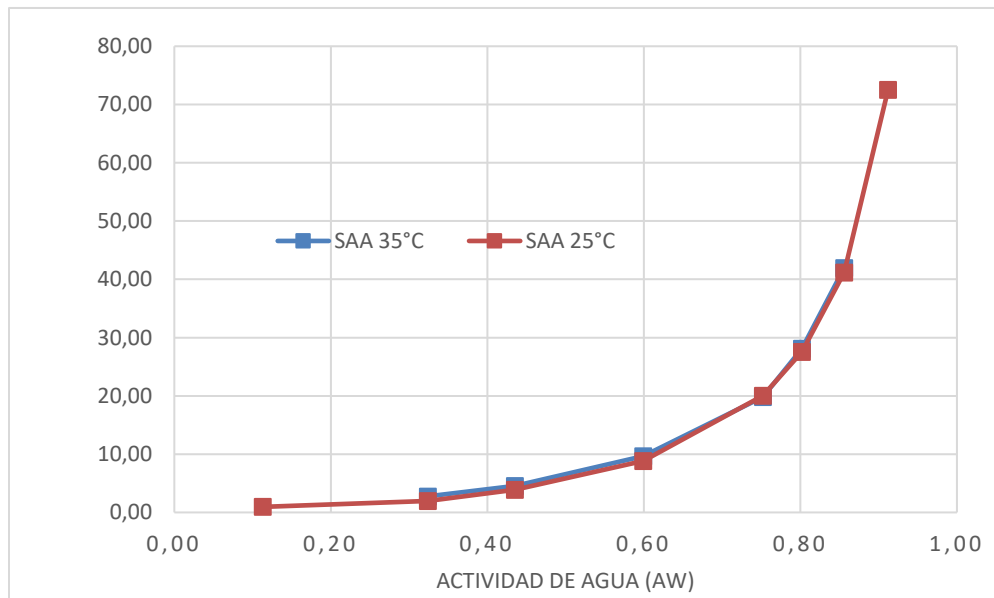
**Figura 4-18.** Isotermas de adsorción de humedad de panela granulada (DP) Doña Panela a 25°C y 35°C.

La figura 4-19 contiene las isotermas de la panela SA, secado por aspersión y no se detecta que la temperatura afecte la adsorción de humedad, hasta 0,6 de actividad de agua, después de ese valor se puede observar un efecto de la temperatura sobre la mayor adsorción de humedad y para una actividad de agua  $a_w < 0,3$  la panela obtenida por secado por aspersión sufre un proceso de desorción, que es importante estudiar de forma detallada.



**Figura 4-19.** Isothermas de adsorción de humedad de panela secado por aspersión a 25°C y 35°C.

La figura 4-20 muestra las isothermas de la panela SAA, secado por aspersión y encapsulada con proteína y no se evidencia que la temperatura afecte la adsorción de humedad, en todo el intervalo de actividad de agua a excepción de la zona entre 0,4 y 0,6 de actividad de agua.



**Figura 4-20.** Isothermas de adsorción de humedad de panela secado por aspersión con aditivos a 25°C y 35°C

En la tabla 4-17, se encuentran los parámetros de los modelos de BET y GAP, porque fueron los que presentaron el mejor ajuste ver Figura 4-21, tanto en este trabajo como lo realizado por (Largo A. et al., 2014) para jugos de caña y el estudios sobre isothermas de adsorcion para panela granulada realizado por (Acuña, 2008).

Los parametros de los dos modelos mostrados en la tabla 4-17, fueron estimados usando una regresion no lineal dado por Minitab®

**Tabla 4-17.** Parametros de los modelos ajustados de BET y GAP de las isothermas del producto en polvo obtenido a partir de mieles de caña a 25°C Y 35°C

Modelo	Constantes	Mieles					
		DP		SA		G	
		25°C	35°C	25°C	35°C	25°C	35°C
BET	C	3,808	1,229	0,998	0,997	3,134	3,388
	m	3,449	4,589	5,956	7,013	2,672	4,195
	MSE	0,883	0,599	0,301	1,003	0,197	1,079
	r2	0,983	0,982	,981	0,983	0,981	0,982
GAP	C	2,034	1,690	0,716	1,000	2,297	1,839
	m	3,762	4,716	6,655	6,552	2,793	4,669
	k	0,997	0,994	0,993	1,006	0,998	0,994
	MSE	0,444	0,625	0,170	0,245	0,133	0,650
	r2	0,978	0,973	0,974	0,974	0,975	0,974

Estas constantes corresponden a los modelos según las ecuaciones 4.7 y 4.8

Modelo de Brunauer-Emmett-Teller (BET):

$$M = \frac{C * m * a_w}{(1 - a_w)[1 + (C - 1) * a_w]} \tag{4.7}$$

Donde:

M, contenido de humedad en equilibrio (% base seca)

$a_w$ , actividad de agua.

m, contenido de humedad de la monocapa (% base seca)

C, constante cinética relacionada a la sorción en la primera capa de agua.

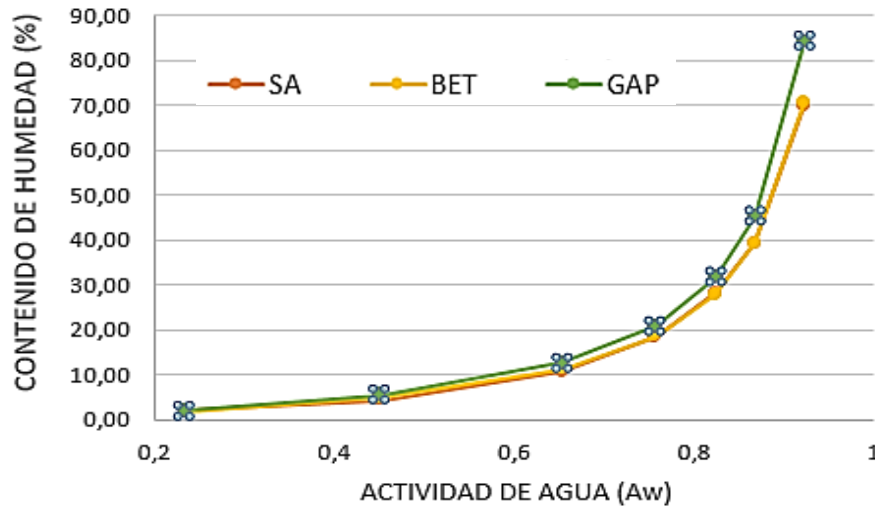
Restricciones:  $C \geq 1$ ;  $m \geq 1$ .

Modelo de Anderson, de Boer y Guggenheim (GAB)

$$M = \frac{C * k * m * a_w}{(1 - k * a_w) [1 - k * a_w + k * C * a_w]} \tag{4.8}$$

Donde:

- M, contenido de humedad en equilibrio (% base seca)
- aw, actividad de agua. m, contenido de humedad de la monocapa (% base seca)
- C, constante cinética relacionada a la sorción en la primera capa de agua.
- K, constante cinética relacionada a la sorción de las capas subsiguientes a la primera capa.

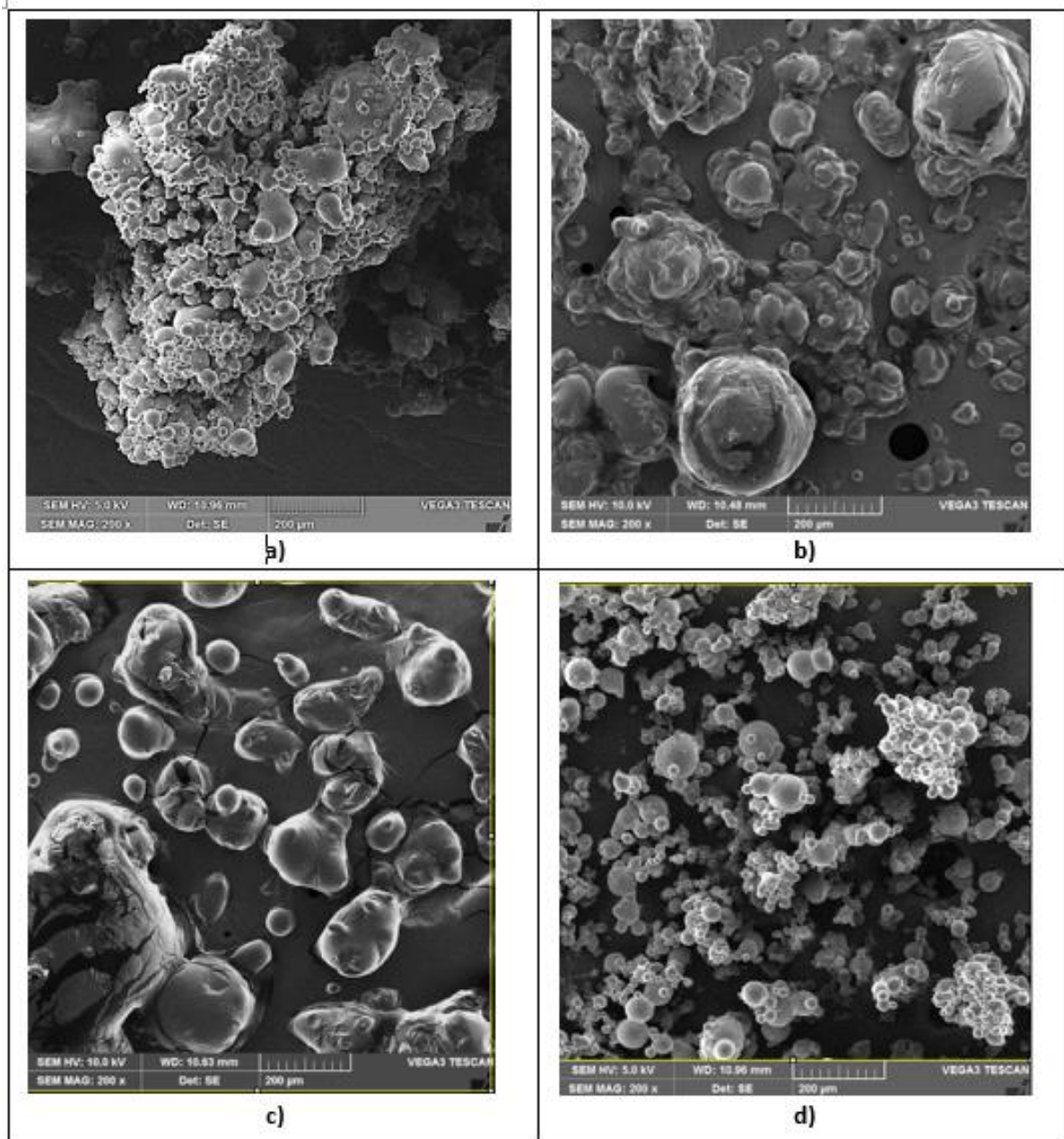


**Figura 4-21.** Isotermas de adsorción de humedad y el ajuste al modelo BET y GAB de panela secado por aspersion a 25°C

La ventaja de tener modelos ajustados para las curvas de adsorción de humedad para panela granulada (G) y producto SA y SAA es que se pueden calcular otros parámetros a otras condiciones basados en datos experimentales. También se pueden calcular las propiedades termodinámicas de las mieles para ser usados en modelos que permitan conocer más del secado por aspersion de este tipo de productos y finalmente para establecer condiciones ambientales para su almacenamiento preservando su calidad química, física y microbiológica.

### Morfología y tamaño de las partículas

Mediante microscopía electrónica de barrido SEM, se logró observar las diferencias en la morfología del producto en polvo obtenido por secado por aspersión a partir de mieles sin y con el uso de aditivos, como se puede observar en la figura 4-22.



**Figura 4-22.** Micrografías obtenidas por SEM a 200x del producto en polvo obtenido por secado por aspersión a partir de a) mieles 50°Brix, b) mieles 50°Brix: SPI, 98,5:1,5, c) mieles 50°Brix: Cac, 98,5:1,5, d) mieles 50°Brix: WPC, 98:2.

La micrografía del producto en polvo obtenido a partir de mieles sin aditivos (Fig. 4-22a) muestra partículas con una geometría irregular, superficie lisa y una alta adhesión entre ellas. La última característica es debida a la alta higroscopicidad de los azúcares que lo llevan a formar puentes de hidrógeno (Esparza & Antonio, 1990).

En el caso de los encapsulados con proteína de soya (Fig. 4-22b), caseinato de calcio (Fig. 4-22c) y suero de leche (Fig. 4-22d) se puede observar la eficiencia del proceso de secado de forma incremental respectivamente, por obtener una mayor fracción de partículas esféricas y otras achatadas, propias de los productos de naturaleza amorfa obtenidos en por esta técnica de secado (Alamilla-Beltrán, Chanona-Pérez, Jiménez-Aparicio, & Gutiérrez-López, 2005; Lin & Gentry, 2003).

Este cambio en la morfología del producto en polvo encapsulado, permitió validar el poder de formación de película de las proteínas incorporando menos del 2% (p/p) en productos con alto contenido de azúcar (M. Jayasundera et al., 2009; Mithila Jayasundera, Adhikari, Adhikari, & Aldred, 2011).

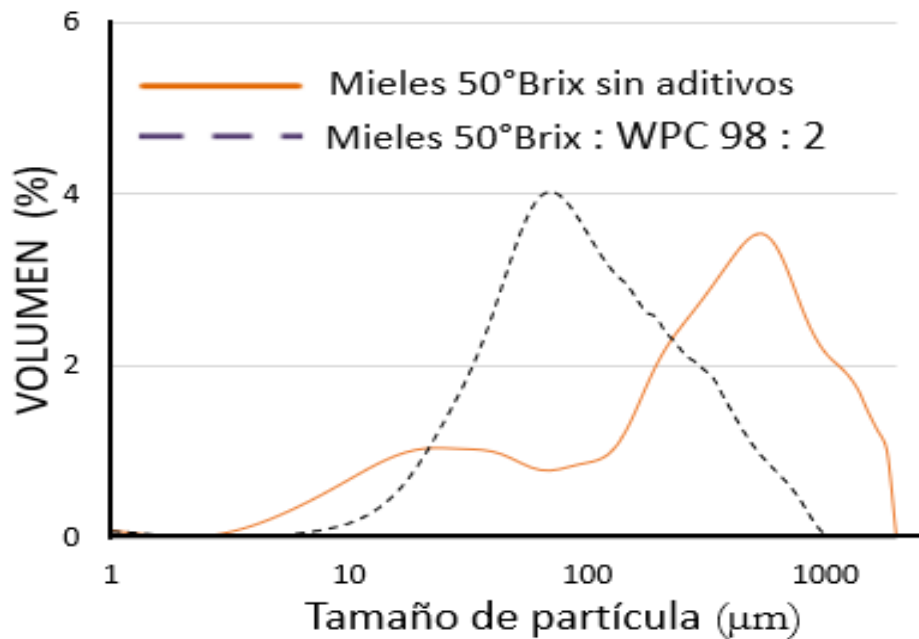
En forma general el diámetro de partícula de los encapsulados se encuentra entre 10 y 100  $\mu\text{m}$  principalmente y para el producto obtenido sin el uso de aditivos la mayor fracción de volumen se encuentra entre 100 y 1000  $\mu\text{m}$  de diámetro de partícula, debido a la aglomeración de materiales de naturaleza amorfa.

### **Distribución del diámetro de partícula**

En la figura 4-23, se muestran la distribución de diámetro de partícula del producto en polvo obtenido a partir de mieles de 50 °Brix sin y con aditivos, y la tendencia central entre los diámetros 10  $\mu\text{m}$  a 1000  $\mu\text{m}$  y homogénea de la distribución de las partículas obtenidas con mieles más aditivo son el resultado de la baja tensión superficial del alimento que incrementa el número de Weber ( $We$ ) y el número de Ohnesorge ( $Oh$ ), resultado que representa mayor homogeneidad en la distribución del diámetro de partícula, por efecto de una mejor atomización y también que las fuerzas superficiales tienen mayor influencia, que las fuerzas viscosas, aun cuando la viscosidad aumento como se puede observar en la tabla 4.14.

Con respecto al producto en polvo sin uso de aditivos, su distribución de diámetro de partícula tiende hacia la derecha, por presentar aglomeración debido a su alta higroscopicidad, acorde con los resultados del análisis morfológico realizado previamente.

Esta tendencia hacia la derecha de la distribución del diámetro de partícula, es debida no solo a la naturaleza amorfa del producto, sino también a la viscosidad de las mieles; las fuerzas viscosas tienden a reducir la energía disponible para romper las gotas, lo que resulta en gotas y partículas más grandes (R. P. Patel et al., 2009)

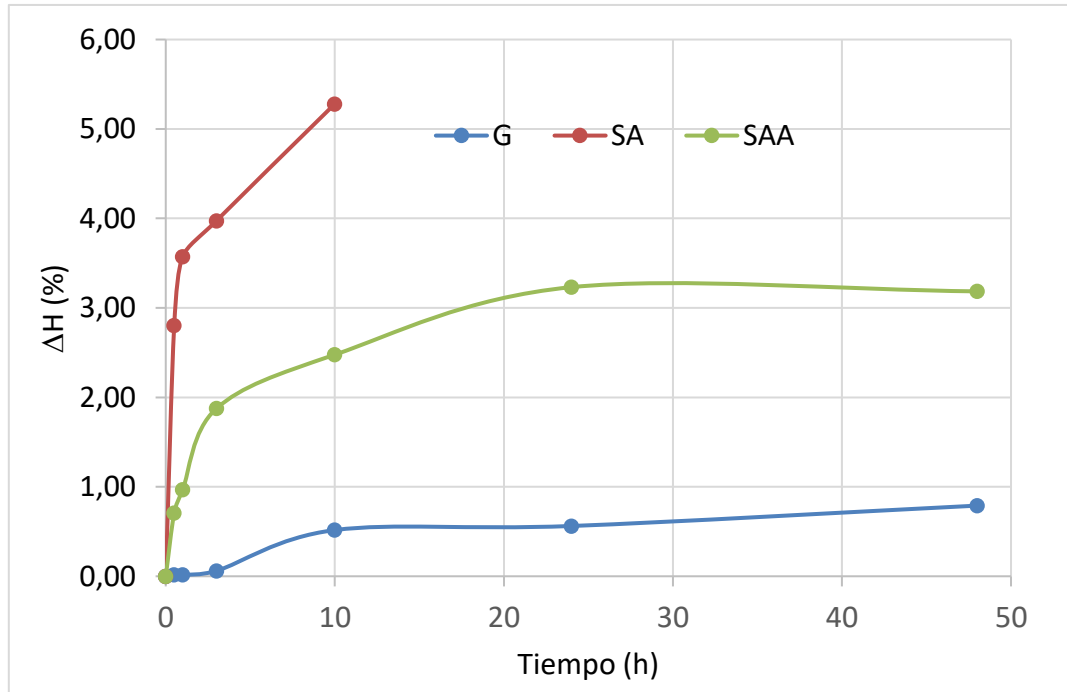


**Figura 4-23.** Distribución del diámetro de partícula para producto en polvo (SA y SAA) obtenido a partir de mieles con y sin aditivos.

### Estabilidad al ambiente

El producto en polvo obtenido en las fases iniciales de este proyecto se caracterizaba por su mínima estabilidad al ambiente en Bogotá (Humedades relativas entre 30% y 50% a 20°C) mostrando deliquesencia en menos de una hora y/o en la mayoría de los casos por su alta higroscopicidad, solo con abrir la bolsa resellable, el polvo se apelmazaba y se quedaba adherido a la espátula o a la bolsa.

La estabilidad al ambiente de panela granulada y de los productos en polvo obtenido en la región de trabajo a las condiciones óptimas sin y con aditivos, medida como porcentaje de peso ganado después de 50 horas, se puede observar en la figura 4-24. Aunque se realizó seguimiento de peso a las muestras durante 7 días, desde el 3 día se empezó a observar procesos de desorción que pueden significar variaciones bruscas en la humedad relativa de Bogotá que afectan su comportamiento.



**Figura 4-24.** Estabilidad al ambiente no controlado de los productos en polvo (SA y SAA) y de panela granulada(G)

De las tres muestras, el producto obtenido por secado por aspersión (SA) es el menos estable, su comportamiento creciente es casi vertical en las primeras dos horas hasta incrementar su peso en un 3%, luego sigue ganando peso hasta que delicuesce a las 10 horas. Este comportamiento era el esperado dado que los productos obtenidos por esta técnica de secado, son amorfos y altamente higroscópicas (Bhesh R. Bhandari et al., 1997)

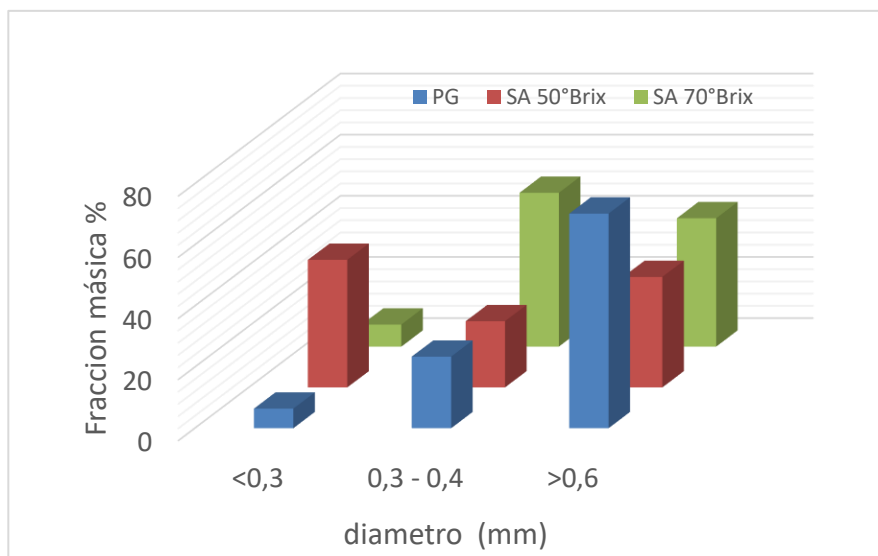
Es importante mencionar que las muestras (SA) obtenidas en las fases iniciales mostraban un comportamiento más inestable, es decir, en menos de dos horas había ganado el 6% en peso, lo que representa que los ajustes operativos y trabajar bajo condiciones óptimas influyen en la estabilidad al ambiente del material.



Con respecto al producto (SAA) y a la panela granulada (G) tienen un comportamiento parecido, creciente las primeras 10 horas y 20 horas para la muestra (G) Y (SAA) respectivamente, y con variación mínima en las siguientes 30 horas. Este resultado permite demostrar que el formador de película influye en el porcentaje de recuperación del producto en polvo y en la estabilidad al ambiente evitando la deliquesencia al reducir la ganancia de peso en un 50% con relación a la muestra (SA).

- **Caracterización fitoquímica**

La figura 4-25 muestra una distribución granulométrica para tres productos de panela, la de panela granulada con tendencia hacia la derecha por contar con una mayor fracción másica  $>0,6$  de diámetro, la distribución del producto obtenido por secado por aspersion a partir de mieles de  $50^{\circ}\text{Brix}$ , aunque no se parece a la distribución de diámetro de partícula encontrado previamente en el análisis morfológico, causado posiblemente por aglomeración en el caso de SA  $70^{\circ}\text{Brix}$  y disgregación en el caso de SA  $70^{\circ}\text{Brix}$ , se muestra con el fin de establecer si hay una variación en el contenido fitoquímico con relación al diámetro de las partículas

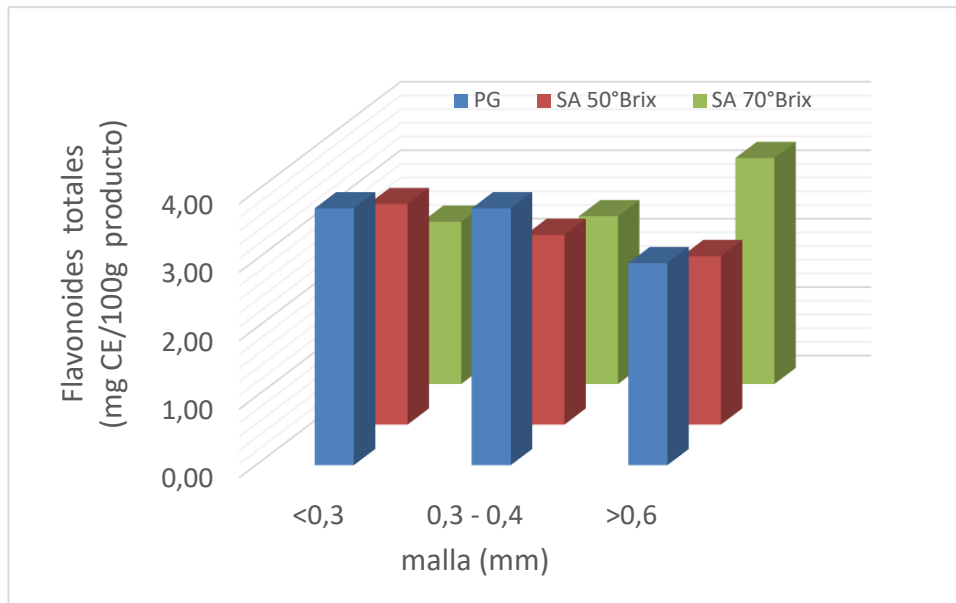


**Figura 4-25.** Análisis granulométrico de producto obtenido por secado por aspersion y panela granulada.

En la figura 4-26 y 4-27 se puede observar el contenido de flavonoides totales y fenoles totales de las 2 muestras de panela secada por aspersion y panela granulada,

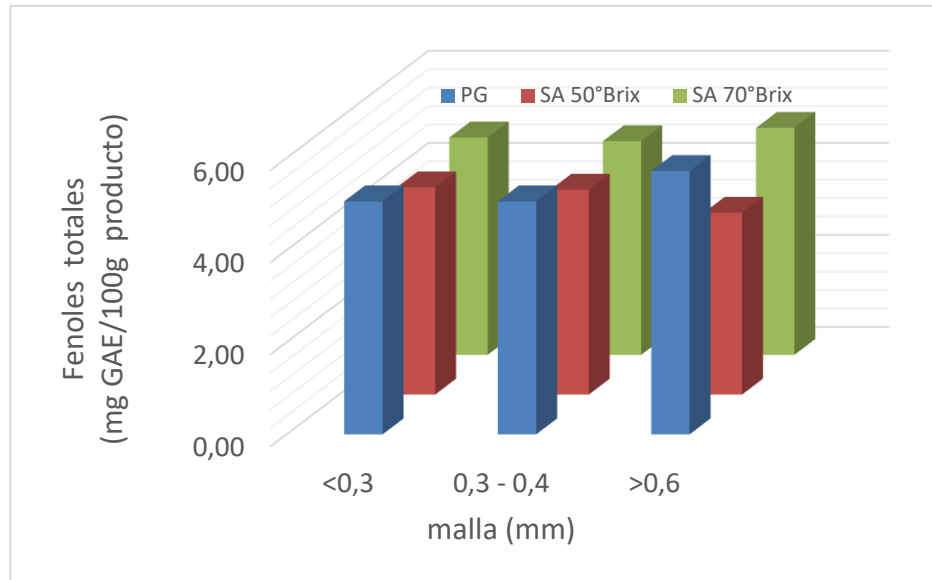
encontrándose diferencias significativas entre ellas, por efecto del tratamiento térmico, el contenido de flavonoides fue mejor para las muestras (SA) a excepción del SA 70°Brix para diámetros >0,6, puede ser porque son compuestos termolábiles, o susceptibles de ser oxidados por efecto de las exposiciones al aire a altas temperaturas.

Adicionalmente, se puede observar en ambas gráficas que el contenido de flavonoides y fenoles totales no cambia con respecto al diámetro de la partícula a excepción del SA 70°Brix para diámetros >0,6, por las mismas razones antes mencionada.



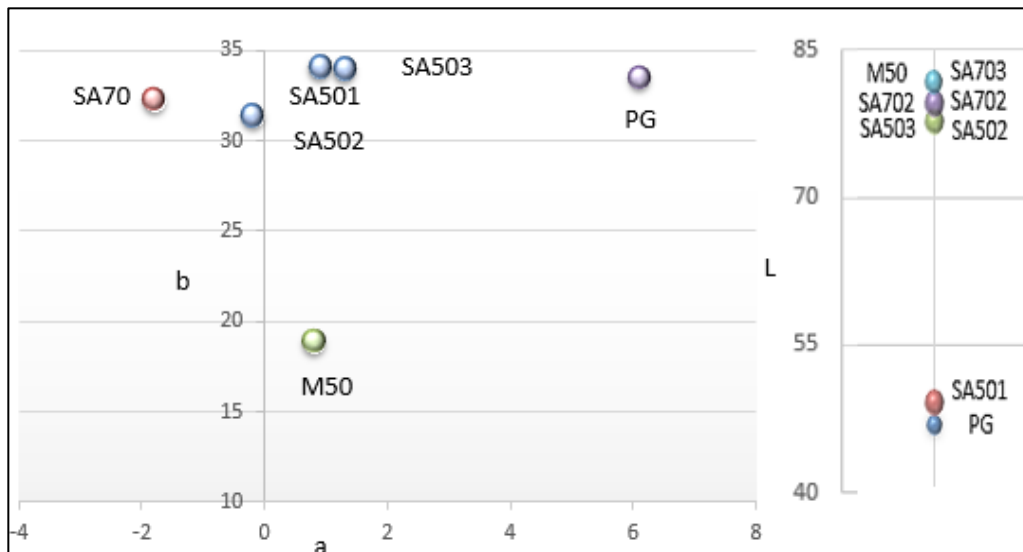
**Figura 4-26.** Contenido de flavonoides totales en producto en polvo de diferente tamaño de partícula obtenido por secado por aspersion y panela granulada

El contenido de flavonoides totales en base húmeda estuvo en el intervalo de 1,34 – 3,32 g CE/g de producto y concuerdan con lo reportado en la literatura entre 1,59 y 6,15mg QE/g de producto (Segui et al., 2015) citado por (Alarcón, 2017).



**Figura 4-27.** Contenido de fenoles totales en producto en polvo de diferente tamaño de partícula obtenido por secado por aspersión y panela granulada

Con respecto al color, el parámetro de luminosidad (L) tuvo valores positivos para los dos productos y se encontraron diferencias significativas entre las muestras ver Figura 4-28. Las muestras de panela granulada tienden a tonos rojizos y tonos amarillos por los valores positivos de los parámetros a y b respectivamente. Ambos parámetros mostraron diferencias significativas entre las muestras. Los valores de cada parámetro tuvieron un comportamiento similar a lo reportado por Guerra 2010 (Mujica et al., 2008; Osorio, 2007).



**Figura 4-28.** Parámetros de color en producto en polvo de diferente tamaño de partícula obtenido por secado por aspersión y panela granulada

La caracterización fisicoquímica y fitoquímica realizado al producto obtenido mostró que el proceso de secado por aspersión por ser un proceso tan rápido no afecta la composición química y fitoquímica de las mieles de caña; el estudio morfológico y el diámetro de partícula mostro el estado amorfo de los productos secados por aspersión y el estudio de las curvas de adsorción y estabilidad al ambiente mostraron el efecto a nivel superficial de los formadores de película usados y en términos generales dejan una base conceptual para ser considerada en posteriores estudios y modelos para escalar basados en datos experimentales y sin descuidar el concepto de producto natural.

## **5. Modelamiento**

La modelación numérica hace parte importante del diseño de procesos en diferentes industrias, incluida la de alimentos. En el caso del secado por aspersión la hidráulica compleja del aerosol de la solución a secar hace que su modelación sea complicada, llevando a que los enfoques convencionales de modelación y simulación de procesos sean inadecuados.

En este trabajo se implementó un modelo CFD (Computational Fluid Dynamics) para la representación de los campos de presión, velocidad y temperatura del proceso de secado por aspersión de mieles de caña panelera. El software utilizado fue ANSYS FLUENT® V. 19.1, propiedad de la Universidad Nacional de Colombia con licencia académica, Departamento de Ingeniería Química y Ambiental. El análisis de los datos se realizó con la herramienta de post-procesamiento CFD-Post de ANSYS® V. 19.1 Workbench.

### **5.1. Modelo CFD Global.**

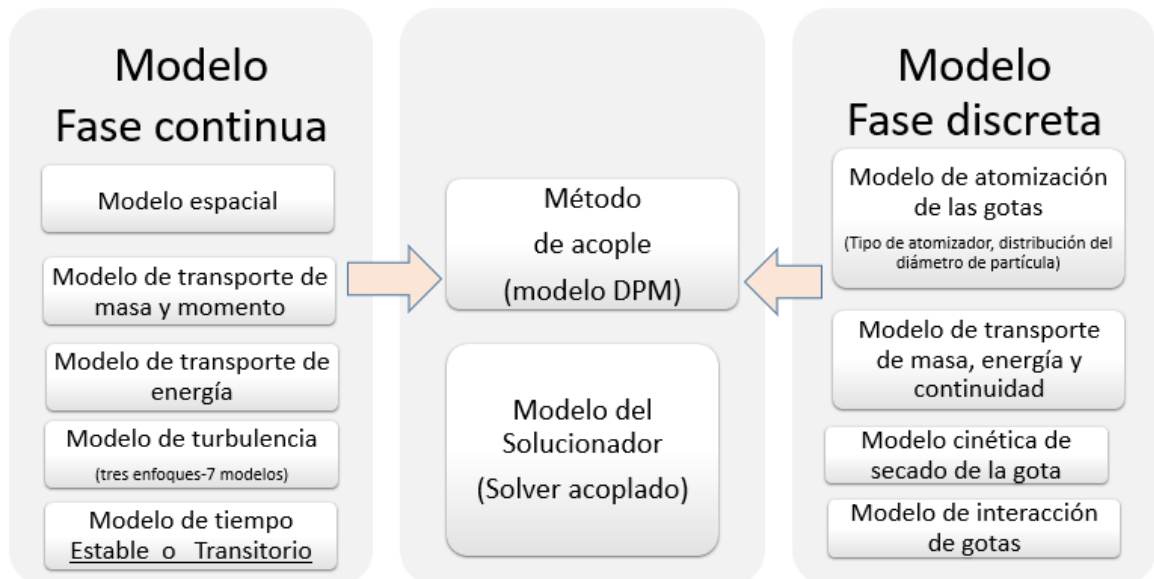
Un modelo global CFD de un proceso de secado es el conjunto de modelos específicos o submodelos que, según el enfoque seleccionado, en este caso, un enfoque Euleriano-Lagrangiano permite representar los fenómenos fisicoquímicos y termodinámicos de las fases y sus interacciones al interior de una cámara de secado por aspersión (Gutiérrez S., 2015; Langrish & Fletcher, 2003; Mezhericher et al., 2010).

El modelo para el proceso de secado por aspersión consiste en la interacción de la fase continua (aire de secado) con la fase discreta (gotas atomizadas) como se observa en la figura 5-1. El modelo de la fase continua está conformado por submodelos como el espacial

(geometría del volumen de control), submodelos de transporte de masa, energía y momento, así como el submodelo de turbulencia.

El modelo de la fase discreta se compone de submodelos que describan la atomización, la distribución del tamaño de las gotas y las partículas, la cinética de secado y el transporte de masa y energía con la fase continua. De igual forma, hay otros submodelos más específicos como el de interacción entre las gotas (choques, rompimientos, aglomeración, apelmazamiento, deposición en las paredes del equipo de secado, entre otros).

La consideración de la selección de los submodelos está sujeta a la complejidad en su solución y al costo computacional.



**Figura 5-1.** Los modelos y submodelos que conforman el modelo global CFD del proceso de secado por aspersión

### 5.1.1. Modelo Fase continua

El aire se consideró como la fase continua. Esta corresponde una fase de tipo Euleriana, y se rige por las ecuaciones de Navier-Stokes. Estas ecuaciones se pueden expresar en función de una propiedad de transporte  $\phi$ , como se presenta en la ecuación 5.1 (Guevara L. & Belalcázar C., 2017)

$$\underbrace{\frac{\partial}{\partial t}(\rho\varphi)}_{\text{Transitorio}} + \underbrace{\nabla \cdot (\rho\vec{v}\varphi)}_{\text{Convectivo}} = \underbrace{\nabla \cdot (\Gamma\nabla\varphi)}_{\text{Difusivo}} + \underbrace{S_\varphi}_{\text{Fuente/sumidero}} \quad (5.1)$$

Donde:

$\rho$  = densidad

$\vec{v}$  = vector velocidad

$\Gamma$  = coeficiente de difusión de  $\varphi$

$\varphi$  = cualquier propiedad de transporte correspondiente en cada ecuación diferencial parcial requerida para la descripción detallada del flujo de fluido

Las variables que reemplazan  $\varphi$  en la ecuación 5.1 se presentan en la tabla 5-1.

**Tabla 5-1.** Variables usadas para reemplazar  $\varphi$  en la ecuación 5.1

Ecuación	Variable
Continuidad	1
Momento-x	$v_x$
Momento-y	$v_y$
Momento-z	$v_z$
Energía	$h$

- **Submodelo de transporte de masa, momento y energía**

Según lo anterior, este submodelo está conformado por las siguientes ecuaciones de transporte:

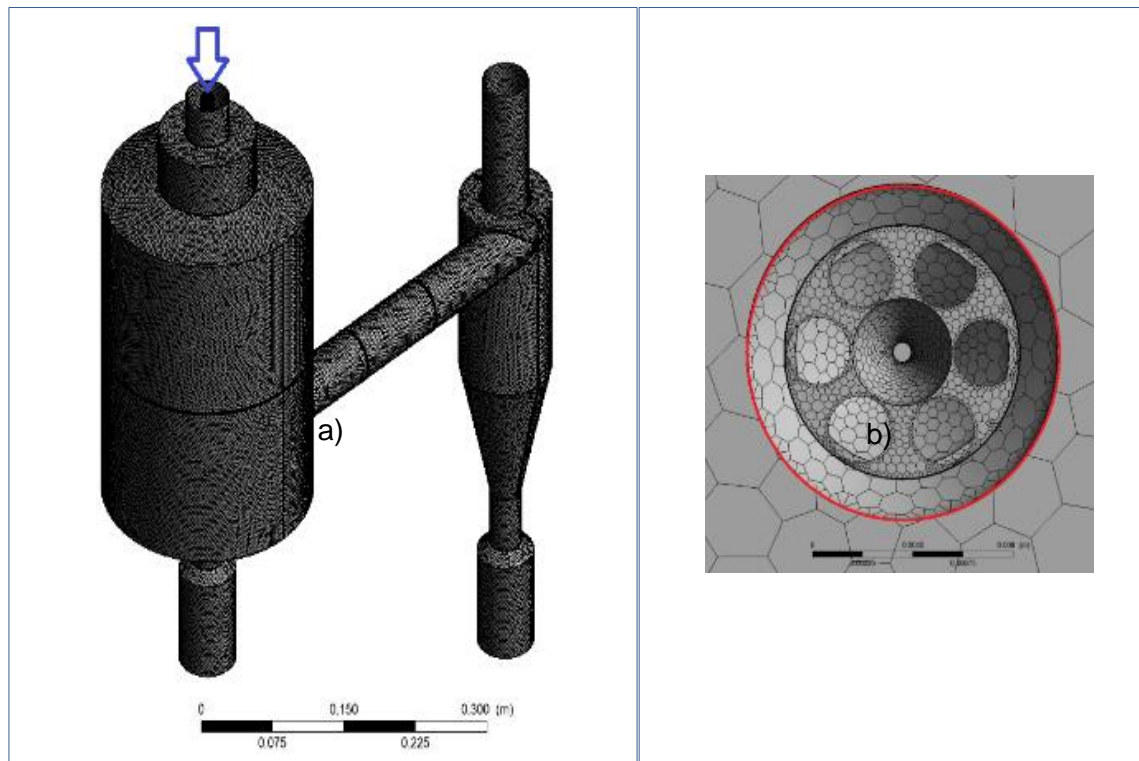
$$\rho \frac{\partial}{\partial t} (H_e) + \rho \nabla \cdot (H_e \vec{v}(x, y, z)) = \nabla \cdot (\kappa \nabla T) + S_{H_e} \quad (5.2)$$

$$\rho \frac{\partial}{\partial t} (v) + \rho \nabla \cdot (v \vec{v}(x, y, z)) = \nabla \cdot (\mu \nabla \vec{v}(x, y, z)) + S_{M_x} \quad (5.3)$$

- **Submodelo espacial**

La geometría del equipo de laboratorio en que se realizaron los experimentos se realizó en herramienta CAD (Diseño Asistido por Computadora) 3D, a través del software Space Claim de ANSYS® V. 19.1 Workbench. El mallado se desarrolló utilizando el software ANSYS de Meshing ANSYS® V. 19.1 Workbench.

Para describir la geometría del secador por aspersión (LabPlant SD-06, Huddersfield, Inglaterra) mostrado en la figura 4-1a), y cuya información técnica se encuentra en la tabla 4-1 y sus planos en la figura 4-2 se utilizó una malla 3D optimizada y no estructurada. Esta se basó en elementos poliédricos, como se observa en la figura 5-2. Este tipo de elementos permite la obtención de una malla óptima, en tamaño y calidad, para fines de simulación. Esto para las condiciones de flujo a alta velocidad y fluidos compresibles, como los encontrados en el proceso de secado por aspersión (Fluent, 2016).



**Figura 5-2.** Malla generada para la unidad de secado por aspersión experimental. a) Vista isométrica; entrada de la boquilla de alimentación en color azul, b) Detalle de malla de la boquilla de alimentación.



Los parámetros de la malla 3D se enumeran en la Tabla 5-2. Estos parámetros se seleccionaron teniendo en cuenta los criterios de calidad ortogonal para la discretización del dominio de flujo. La malla se optimizó utilizando la herramienta de conversión poliédrica de ANSYS FLUENT® V. 19.1, a través del código de la consola (Fluent, 2016). La malla se clasifica como pequeña, con menos de 1 millón de elementos, y tiene una calidad ortogonal mínima inferior a 0,01. Esto la hace adecuada para el modelado CFD de sistemas de transporte por convección y campos térmicos (Guevara, 2015; Guevara & Belalcázar, 2017; Mezhericher et al., 2010).

**Tabla 5-2.** Construcción de malla 3D y parámetros de calidad.

Parámetros	Valor
Número de elementos	512155
Tipo de elementos	Poliédricos
Tamaño medio del elemento	$2.5 \times 10^{-3}$ m
Calidad ortogonal mínima*	$3.91 \times 10^{-2}$

\* Parámetro principal de calidad de malla en esta investigación.

- **Submodelo de turbulencia**

Para el modelado de turbulencia de la fase continua, se usó el modelo RANS (estándar  $k-\epsilon$ ), que se basa en dos propiedades principales: la energía cinética turbulenta ( $k$ ) y la tasa de disipación de energía cinética turbulenta ( $\epsilon$ ). Físicamente,  $k$  es la energía cinética promedio por unidad de masa asociada con remolinos en un flujo turbulento, y se caracteriza por medir la media cuadrática de las fluctuaciones de velocidad. Sobre la base de las ecuaciones RANS,  $k$  puede calcularse como la media de los esfuerzos turbulentos normales, como se muestra en la ecuación 5-2 (Gutiérrez S., 2015; Oakley & Bahu, 1993).

$$k = \frac{1}{2} (\overline{(u'_1)^2} + \overline{(u'_2)^2} + \overline{(u'_3)^2}) \quad (5.4)$$

La energía cinética turbulenta ( $k$ ) tiene su propia ecuación de transporte, que es una ecuación diferencial parcial que se debe resolver durante la simulación de CFD (ecuación 5.5). La tasa de disipación de energía cinética ( $\epsilon$ ), que se modela a través de un modelo semiempírico, requiere una ecuación adicional (ecuación 5.6).

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho k) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho \bar{u}_i k) = -\rho \overline{u'_i u'_j} \frac{\partial \bar{u}'_i}{\partial x_j} - \rho \epsilon + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[ \left( \mu + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) \frac{\partial k}{\partial x_j} \right] \quad (5.5)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho \epsilon) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho \bar{u}_i \epsilon) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[ \left( \mu + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) \frac{\partial \epsilon}{\partial x_j} \right] + C_1 P_k \frac{\epsilon}{k} - C_2 \epsilon \rho \frac{\epsilon^2}{k} \quad (5.6)$$

$$\epsilon \sim \frac{k^{\frac{3}{2}}}{L_t} \quad (5.7)$$

La viscosidad turbulenta puede expresarse como presenta la ecuación 5-6.

$$\mu_t = \rho C_\mu L_t k^{\frac{1}{2}} = \frac{\rho C_\mu k^2}{\epsilon} \quad (5.8)$$

En el modelo  $k$ - $\epsilon$ , se deben discretizar y resolver dos ecuaciones de transporte adicionales (5.4 y 5.5). En este caso, se utilizaron las constantes empíricas presentadas en la Tabla 5-4.

**Tabla 5-3.** Parámetros utilizados en el modelo de turbulencia  $k$ - $\epsilon$

Constante	Valor
$C_\mu$	0.09
$\sigma_k$	1.00
$\sigma_\epsilon$	1.30
$C_1$	1.44
$C_2$	1.92

Fuente: (Kuei-Yuan Chien, 1982; Mezhericher et al., 2010)

## 5.1.2. Modelo Fase discreta

La fase discreta (gotas de miel de caña y partículas de polvo) se modeló a través de un enfoque Lagrangiano. Según esta descripción matemática, se debe incluir la interacción de la fase continua de Euler (Aire) con las partículas correspondientes a la fase densa, discreta.

Estas interacciones se basan principalmente en las fuerzas de arrastre que dependen directamente del campo de velocidad de fase continua y los diámetros de partículas de fase discreta. Este enfoque se basa en el modelo DPM (Discrete Phase Model).

- **Submodelo de transporte de masa, momento y continuidad**

Para el modelado de las gotas de miel alimentadas y las partículas de polvo como una fase lagrangiana, la ecuación de continuidad corresponde a la 5.9 [(Mezhericher et al., 2010; Oakley & Bahu, 1993).

$$\frac{\partial(\rho)}{\partial t} + \nabla(\rho\vec{u}) = S_{DPM} + S_{other} \quad (5.9)$$

La ecuación de momento corresponde a la 5.10.

$$\frac{\partial(\rho\vec{u})}{\partial t} + \nabla(\rho\vec{u}\vec{u}) = -\nabla p + \nabla \cdot \tau + \rho\vec{g} + \vec{F}_{DPM} + \vec{F}_{other} \quad (5.10)$$

La ecuación para la conservación de la masa de una fase individual  $p$ , se representa en la ecuación 5.11

$$\frac{\partial(a_p\rho_p)}{\partial t} + \nabla \cdot (a_p\rho_p\vec{u}_p) = \sum_{k=1}^n phases (\dot{m}_{qp} - \dot{m}_{pq}) \quad (5.11)$$

La ecuación de la conservación del momento corresponde a la ecuación 5.12

$$\frac{\partial(a_p \rho_p \vec{u}_p)}{\partial t} + \nabla \cdot (a_p \rho_p \vec{u}_p \vec{u}_p) = -a_p \nabla p + \nabla \cdot [a_p \mu_p (\nabla \vec{u}_p + \nabla \vec{u}_p^T)] + a_p \rho_p \vec{g} + F_{drag,usr} + \sum_{q=1}^n \vec{K}_{qp} (\vec{u}_q - \vec{u}_p) + \dot{m}_{qp} \vec{u}_{qp} - \dot{m}_{pq} \vec{u}_{pq} + K_{DPM} (\vec{u}_{DPM} - \vec{u}_p) + S_{DPM,Explicit} \quad (5.12)$$

- **Submodelo secado de la gota**

La tasa de secado de una sola gota esférica se puede calcular a partir de un balance de calor y masa en estado transitorio; el cambio de temperatura de la gota consideró solo la resistencia convectiva, como se muestra la ecuación 5.13:

$$m_p C p_p \frac{dT_p}{dt} = h_c A (T - T_p) \quad (5.13)$$

Donde:

$T_p$  (K): Temperatura de la gota.

$T$  (K): Temperatura del aire de secado.

$m_p$  (g) Masa de la gota.

$A$  (m): área superficial de la gota

$C p_p$  (J/g K): Capacidad calorífica de la gota

$h_c$  (W/m<sup>2</sup> K): coeficiente convectivo

El coeficiente convectivo de las gotas es dependiente del diámetro, por lo cual, la correlación de Ranz y Marshall (I. C. Kemp et al., 2015) es ampliamente usada, ecuación 5.14:

$$Nu = 2 + 0.6 Re^{0.5} Pr^{1/3} \quad (5.14)$$

Donde:

$Nu$ : Número de Nusselt.

$Pr$ : Número de Prandtl.

$Re$ : Número de Reynolds.

La masa de la gota se obtiene por balance de masa (ecuación 5.15)

$$\frac{dm_p}{dt} = -N_p M_w A \quad (5.15)$$

Donde:

$N_p$ : Flux molar de vaporización.

$M_w$ : Masa molecular del agua evaporada.

El flux molar de vaporización de la ecuación 5.15 se obtiene a partir de otra correlación de Ranz & Marshall, así:

$$Sh = 2 + 0,6 * Re^{0,5} Sc^{0,33} \quad (5.16)$$

Donde:

$Sh$ : Número de Sherwood.

$Sc$ : Número de Schmidt.

$Re$ : Número de Reynolds.

- **Submodelo de atomización**

El sistema de atomización es el dispositivo físico que dispersa las gotas en la fase continua, y le otorga sus propiedades iniciales (velocidad, distribución de diámetro de partícula).

Las fuerzas de corte resultantes en la interfaz gas-líquido son las que causan la atomización. La mayoría de los estudios son para atomizadores rotatorios y boquillas de presión (Gutiérrez S., 2015; Polamarasetty V K Jagannadha Rao et al., 2010; Truong et al., 2005b) por lo que cuentan con modelos empíricos que no son adecuados para atomización de partículas finas

El LabPlant SD-06 cuenta con un atomizador de boquilla a presión de dos fluidos con mezclado externo, donde el líquido se rocía a través de la boquilla y se rodea de aire de

atomización que emerge de un anillo, que en la mayoría de los casos se acerca a la velocidad sónica. Las fuerzas de corte resultantes en la interfaz aire-líquido causan la atomización y está representado por la ecuación 5.17 (Ian C. Kemp et al., 2013; Sander & Penović, 2014)

$$\frac{D_{cm}}{D_d} = \left(1 + \frac{W_L}{W_{atm}}\right) * K_2 * \left(\frac{Oh}{We}\right)^{K_1} \quad (5.17)$$

Dónde:

$D_{cm}$  (m): Diámetro medio de la gota  
 $D_d$  (m): Diámetro del orificio del líquido  
 $W_L$  (Kg/s): Flujo másico del líquido  
 $W_{atm}$  (Kg/s): Flujo másico del aire de atomización

La distribución de tamaños de gotas del atomizado tiene gran influencia pero son difíciles de predecir, en este caso se obtiene mediante funciones de probabilidad de distribución, como son: Rosin-Rammer, Log-normal, Gaussiana y Nukiyama- Tanasawa, de las cuales, la distribución Rosin-Rammer ha sido aplicable a modelos lagrangianos (Gutiérrez S., 2015; Pinto et al., 2014) y se representa con la ecuación 5.18.

$$F_V(D) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{D}{m}\right)^n\right] \quad (5.18)$$

Donde:

$D$ = Diámetro representativo  
 $m$ = Diámetro más probable (Diámetro de gota tal que 63.2% del volumen total de líquido está en las gotas de diámetro más pequeño)  
 $n$  = parámetro de propagación

Inicialmente se puede suponer gotas con el mismo diámetro y/o cambio en el diámetro por efecto de evaporación del agua despreciable para tenerlo en cuenta en el modelo CFD, con el fin de establecer tiempo de simulación y asegurar convergencia, pero la precisión del modelo está en contar con la función de probabilidad y conocer diámetros mínimo, máximo y representativo.

## 5.2. Propiedades de los fluidos

La variación de la viscosidad del aire con la temperatura se calcula a través de la Ecuación 5.15, obtenida de resultados de simulación termodinámica con el software Hysys® ASPENTECH Suit V 9.0. La dependencia de la densidad de la miel de caña de azúcar con la temperatura se calculó empleando la ecuación 3.4, resultante de la caracterización de las mieles parte de este proyecto y mostrado en el capítulo 3.

$$\mu = -2,2037 \times 10^{-8} T^2 + 5,9138 \times 10^{-5} T + 3,1729 \times 10^{-3} \quad (5.19)$$

$$\rho\left(\frac{g}{ml}\right) = 6,7 \times 10^{-3} * SST - 4,8 \times 10^{-4} * T + 1,028 \quad (3.4)$$

El modelo de viscosidad de la miel de caña no se requiere en este caso, debido a la implementación del modelo de fase discreta se realizó con una simplificación de partículas sólidas que únicamente varía su densidad en función de la temperatura, es decir, un modelo basado en el transporte Lagrangiano. La conductividad térmica de las paredes del equipo de vidrio se consideraron para los cálculos de pre-procesamiento y pos-procesamiento como 0.0385J / (kg K m) (Keshani, Daud, Nourouzi, et al., 2015).

## 5.3. Condiciones de frontera y configuración del modelo

El límite y las condiciones de operación para las fases discretas y continuas se establecieron de acuerdo con los datos experimentales presentados en la tabla 5-5; estos corresponden a las condiciones óptimas de secado identificadas en el diseño experimental descrito en el capítulo 4 y mencionados en la tabla 4-11.

Como previamente se mencionó, la simulación de CFD se basó en un enfoque Euleriano-Lagrangiano de flujo de dos fases simultáneas a través del dominio. El aire corresponde a la fase Euleriana continua y la miel de caña a la fase lagrangiana dispersa, representada a través de un modelo DPM.

Se desarrolló una simulación de estado pseudo-estacionario 3D y los fenómenos considerados en el modelo CFD fueron:

- Deposición parcial de partículas en las paredes internas del equipo a través del modelo de película de pared (Keshani, Montazeri, et al., 2015; Minea, 2017; Tran, Jaskulski, & Tsotsas, 2017).
- Comportamiento compresible del aire con el modelo de gas ideal.
- Pérdidas de calor con el ambiente.
- Turbulencia del flujo de aire con el modelo K- $\epsilon$  estándar de turbulencia RANS (Bayon, Valero, García-Bartual, Vallés-Morán, & López-Jiménez, 2016; Guevara & Belalcázar, 2017; Gutiérrez Suárez, 2015).
- El efecto de la temperatura sobre la viscosidad del aire y la densidad de la miel de caña en el dominio tridimensional.

**Tabla 5-4.** Condiciones de proceso para la configuración de la simulación CFD del secado por aspersion de mieles de caña papelera.

Variable	Valor	Unidades
Flujo de las mieles alimentadas	$1.66 \times 10^{-4}$	kg/s
Temperatura de entrada de las mieles	292	K
Concentración de las mieles	50	°Brix
Temperatura del aire	413	K
Flujo del aire de atomización	$1.74 \times 10^{-4}$	kg/s
Flujo del aire de secado	$8.33 \times 10^{-4}$	kg/s
Humedad relativa ambiental	35	%
Presión del sistema	300	kPa
Temperatura ambiente	292.3	K

Se utilizó una linealización de segundo orden de las diferentes ecuaciones parciales involucradas como método numérico, debido a los efectos altamente convectivos en el sistema a lo largo del dominio 3D (Defraeye, 2014; Fluent, 2016; Guevara & Belalcázar, 2017; Xia & Sun, 2002).



Los principales criterios de convergencia fueron:

- 1) Los valores residuales de las ecuaciones diferenciales parciales para cada iteración durante la simulación:  $1 \times 10^{-4}$  para la continuidad, el momento x, el momento y, el momento z, k y  $\epsilon$ , y un valor residual de  $1 \times 10^{-6}$  para la ecuación de energía (Defraeye, 2014; Fluent, 2016). Este criterio tiene como objetivo realizar una simulación que converge cuando los residuos de cada ecuación de los fenómenos alcanzan los valores establecidos.
- 2) Los errores de conservación a partir de los balances de masa y energía obtenidos con este enfoque fueron:  $1,4 \times 10^{-8}$  kg /s y  $8,4 \times 10^{-2}$  W (Guevara L. & Belalcázar C., 2017; Gutiérrez Suárez, 2015). Esto garantiza el cumplimiento de la ecuación de continuidad y energía en todo el dominio.

## 5.4. Etapas del modelamiento CFD

Como se mencionó en el numeral 1.6.1, la modelación empleando CFD se realizó en tres etapas: preprocesamiento, procesamiento y posprocesamiento.

La etapa de preprocesamiento consiste en la: construcción de la geometría, definición del dominio, generación de la malla y configuración de la simulación; actividades que ya son desarrolladas previamente a este numeral y que se resumen en la figura 5-3. La etapa de procesamiento es la simulación, mientras que el análisis de los resultados derivados es lo que se conoce como la etapa de posprocesamiento. Las etapas desarrolladas, y las modificaciones realizadas para llegar a una simulación final consistente con el proceso de secado de las mieles, se muestran en la figura 5-4.

Basándose en los resultados experimentales del secado por aspersion de mieles de caña de 50°Brix, y con el objetivo de reproducir de manera tridimensional, cuantitativa y precisa el comportamiento multifase y los campos térmico e hidráulico con CFD, las simulaciones se realizaron en el dominio del equipo utilizando la configuración y los modelos descritos en las secciones anteriores y siguiendo la metodología mostrada en la figura 5-4.

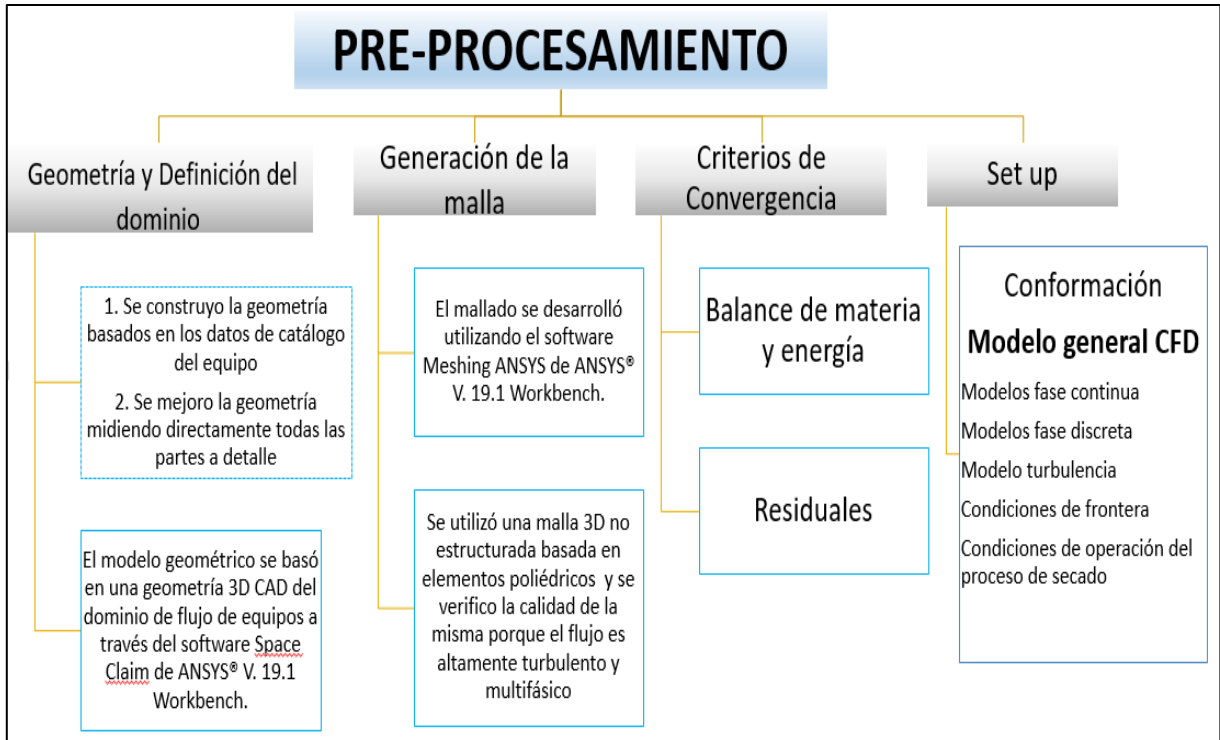


Figura 5-3. Etapa de pre procesamiento del modelamiento CFD

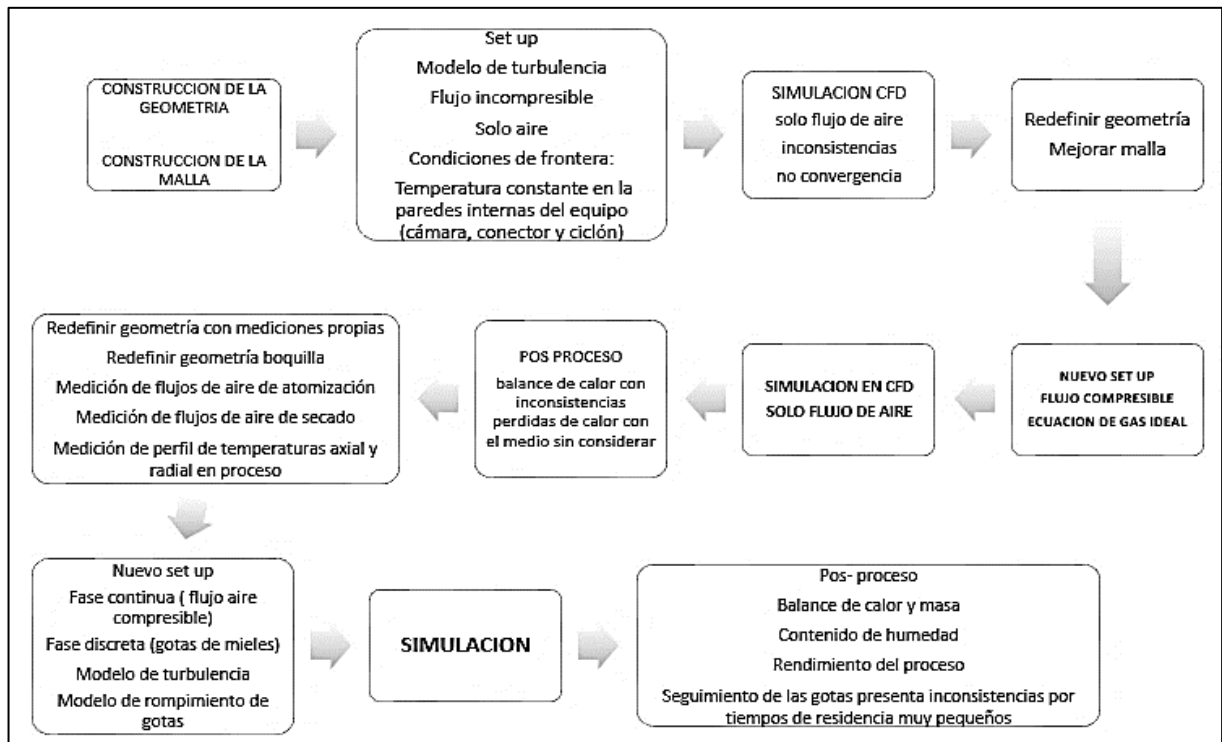


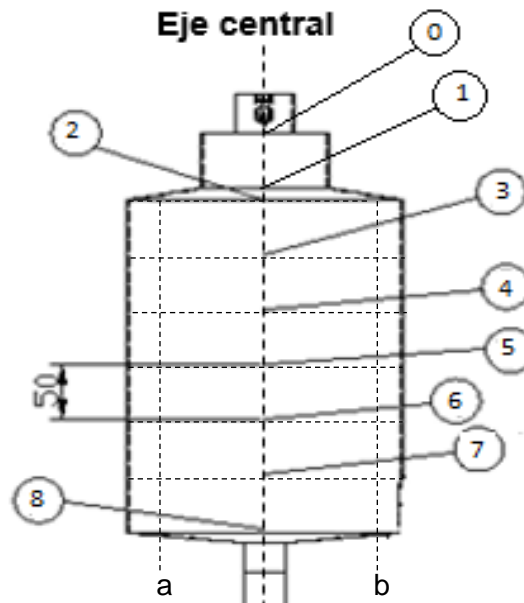
Figura 5-4. Metodología seguida en el modelamiento CFD del proceso de secado por aspersión de mieles de caña.

## 5.5. Estimación de los perfiles térmicos en la cámara de secado

Para reproducir el comportamiento térmico del secador por aspersión, se midió la temperatura en 9 puntos a lo largo de la cámara de secado al interior de la misma en el eje central y en dos puntos cercanos a las paredes (a y b) a las mismas alturas como se muestra en la Figura 5-5, con el fin de validar el modelo global CFD planteado para el proceso de secado por aspersión de mieles de caña.

Para el buen funcionamiento del secador LabPlant SD-06 se requiere total hermeticidad entre sus piezas y sumado al hecho que sus piezas son de vidrio, esto fue un impedimento para la implementación de termocuplas en diferentes puntos del equipo para hacer seguimiento de las gotas y partículas durante el proceso de secado, como era el plan inicial. Primero se decidió medir la temperatura de pared con termómetros digitales infrarrojos, pero por el material de vidrio de la cámara y el ciclón; la desviación en las medidas fue bastante alto para ser consideradas.

Finalmente, se implementó un sistema de medición de al interior de la cámara de secado, con termómetros de mercurio con bulbo para temperaturas hasta 250 °C. Las mediciones de la temperatura se realizaron por triplicado y fueron promediadas.



**Figura 5-5.** Puntos de medición de temperatura para reproducir el perfil térmico central de la cámara de secado

## 5.6. Resultados y discusión

El modelo global de CFD final quedo conformado por los siguientes submodelos:

**Tabla 5-5.** Modelo global CFD del proceso de secado de mieles de caña.

<b>MODELO DE LA FASE CONTINUA</b>			
<b><u>1. Transporte de masa, momento y energía</u></b>			
Transporte de energía	$\rho \frac{\partial}{\partial t} (H_e) + \rho \nabla (H_e \cdot \vec{v}(x, y, z)) = \nabla \cdot (\kappa \cdot \nabla T) + S_{H_e}$		
Transporte de momento	$\rho \frac{\partial}{\partial t} (v) + \rho \nabla v \cdot \vec{v}(x, y, z) = \nabla \cdot (\mu \cdot \nabla \vec{v}(x, y, z)) + S_{M_x}$		
Continuidad	$\frac{\partial}{\partial t} (\rho) + \nabla \cdot (\rho \vec{v}) = 0 \quad \text{Flujo Compresible}$		
<b><u>2. Modelo de turbulencia: Modelo RANS (k - ε standard)</u></b>			
Transporte de energía cinética turbulenta	$\frac{\partial}{\partial t} (\rho k) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\rho \bar{u}_i k) = -\rho \overline{u'_i u'_j} \frac{\partial \bar{u}'_i}{\partial x_j} - \rho \varepsilon + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[ \left( \mu + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) \frac{\partial k}{\partial x_j} \right]$		
Transporte de disipación turbulenta	$\frac{\partial}{\partial t} (\rho \varepsilon) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\rho \bar{u}_i \varepsilon) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[ \left( \mu + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right] + C_1 P_k \frac{\varepsilon}{k} - C_2 \varepsilon \rho \frac{\varepsilon^2}{k}$		
Energía cinética turbulenta	$k = \frac{1}{2} (\overline{(u'_1)^2} + \overline{(u'_2)^2} + \overline{(u'_3)^2})$		
Disipación turbulenta	$\varepsilon \sim \frac{k^{\frac{3}{2}}}{L_t}$	viscosidad dinámica turbulenta	$\mu_t = \rho C_\mu L_t k^{\frac{1}{2}} = \frac{\rho C_\mu k^2}{\varepsilon}$
<b>MODELO DE LA FASE DISPERSA</b>			
<b><u>3. Transporte de masa, momento y energía</u></b>			
Transporte de momento	$\rho \frac{\partial}{\partial t} (v) = \nabla \cdot (\mu \cdot \nabla \vec{v}(x, y, z)) + S_{M_x}$ $\rho \nabla v \cdot \vec{v}(x, y, z) = 0 \quad (\text{velocidad de flujo al interior de la gota es nula})$		

Transporte de masa y energía	$m_d C \frac{\partial T_d}{\partial t} = h_d A_d (T_\infty - T_d) \Delta t + \frac{\partial m_d}{\partial t} h_{fg}$
<b>4. <u>Secado de una gota</u></b>	
Coeficiente convectivo	$Nu = 2 + 0.6 Re^{0.5} Pr^{1/3}$
Flux molar de vaporización	$Sh = 2 + 0,6 * Re^{0.5} Sc^{0.33}$
<b>5. <u>Modelo de atomización</u></b>	
Distribución de diámetro de partícula	$F_V(D) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{D}{m} \right)^n \right]$
Diámetro representativo	$\frac{D_{cm}}{D_d} = \left( 1 + \frac{W_L}{W_{atm}} \right) * K_2 * \left( \frac{Oh}{We} \right)^{K_1}$
Tiempo de residencia mínimo de la gota	$t = \frac{\rho_{liq} * D^2 * \lambda_{ev}}{4 * Nu * K_g (T_a - T_{Bh})}$

Basados en este modelo, se realizaron las simulaciones del proceso, primero solo con la fase continua y luego con la fase dispersa y las interacciones entre ellas, el conjunto de resultados, datos experimentales y predicciones finales son mostradas en la tabla 5.6.

Los valores experimentales corresponden a los datos medidos al producto en polvo obtenido a partir de mieles de 50°Brix secado a las condiciones óptimas mencionadas en la tabla 5-4. Los datos de CFD son los valores calculados en la etapa de posprocesamiento del desarrollo del modelo. El porcentaje de error se calculó como el error relativo basado en los valores experimentales.

**Tabla 5-6.** Resultados de las variables de respuesta simuladas por CFD

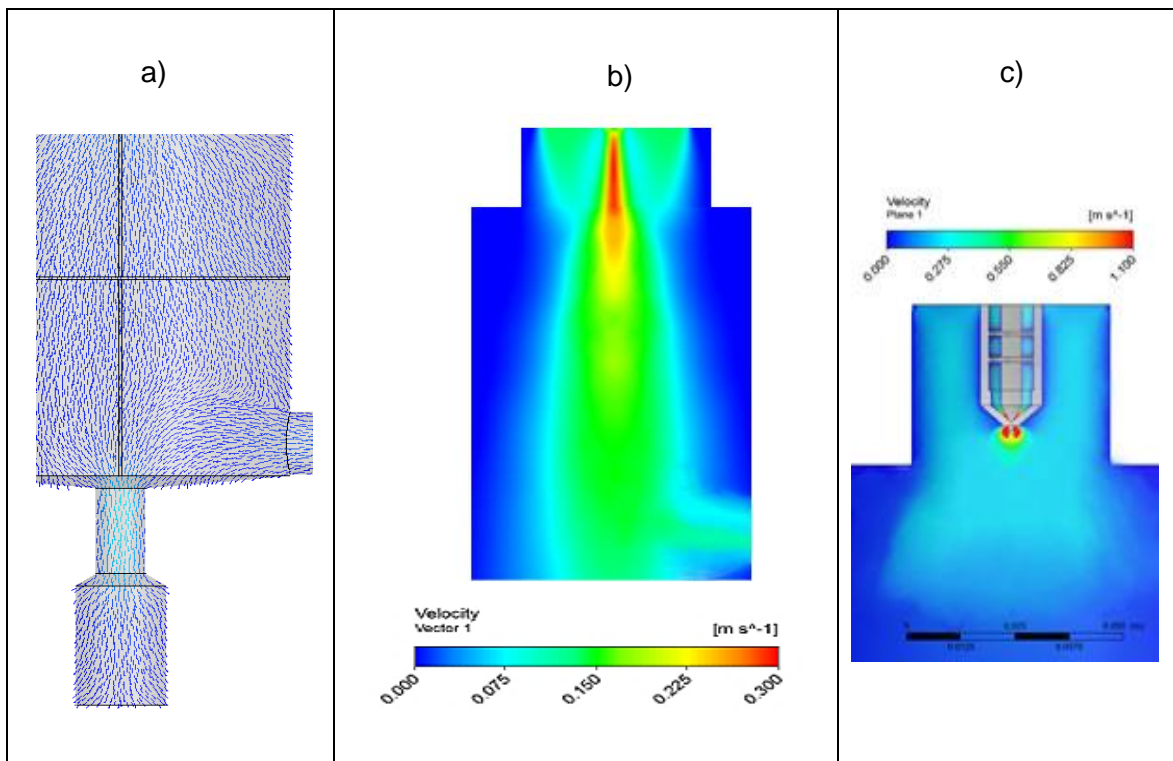
<b>Variable</b>	<b>Recuperación de polvos</b>	<b>Humedad del Producto</b>
<b>Experimental</b>	41,3%	2,36%
<b>CFD</b>	39,4%	2,24%
<b>Porcentaje de error</b>	4,71%	5,08%

Como se observa, las diferencias entre los datos experimentales y los resultantes de la simulación están por debajo del 10% de error porcentual. Esto considerando que experimentalmente la deposición de las partículas en las paredes de la cámara de secado, del conector y del ciclón son cercanas al 60% de los sólidos alimentados. Este es el fenómeno dominante en el proceso de secado debido a la alta pegajosidad de los azúcares amorfos del producto en polvo (Boonyai et al., 2004; Keshani, Daud, & Nourouzi, 2015).

Se debe tener en cuenta que el rendimiento del producto y la humedad se calcularon en la etapa de posprocesamiento, con base en los resultados de CFD multifase, considerando los contornos de velocidad, presión y temperatura obtenidos. Aunque, en error porcentual es pequeño, se debe incorporar el modelo de la cinética de secado de gotas de las mieles mediante funciones definidas por el usuario para que pueda considerarse como real el valor numérico del rendimiento del secador (Mezhericher et al., 2010). Debe evaluarse la realización del desarrollo riguroso de las UDF dado su alto costos en recursos de tiempo y computación (Defraeye, 2014).

Con el fin de visualizar el contorno de velocidades del aire al interior de la cámara de secado y cerca de la boquilla de atomización se realizó un corte central longitudinal de la cámara y se realizó las simulaciones a las condiciones óptimas con un enfoque 2D axi-simétrico obteniendo el contorno de velocidades que se muestra en la figura 5-6b) donde se puede observar que cerca de la boquilla, la velocidad es mayor a 0,3 m/s y en la parte central las velocidades se encuentran en el intervalo de 0,22 m/s a 0,27 m/s, acorde con cálculos analíticos realizados.

En la figura 5-6a) se observan velocidades muy bajas de alrededor de 0,075 m/s y acorde a las observaciones en la fase experimental, solo corresponden a las paredes de la cámara de secado, sus zonas cercanas y en el conector entre la cámara y el ciclón, donde se observó la deposición del material en las paredes por efecto del apelmazamiento y aglomeración de este producto por su alto contenido de azúcar (Langrish & Fletcher, 2003; Sadripour, Rahimi, & Hatamipour, 2014). De igual forma en el conector es baja la velocidad (alrededor de 0,075 m/s), debido a la acumulación en esta zona que impide el paso de otras partículas secas hacia el ciclón favoreciendo la aglomeración entre ellas en esta zona. Estos resultados dejan claro la importancia de considerar modelos 3D (figura 5-6a) y modelos 2D (figura 5-6bc y figura 5-6c) para estimar valores de velocidad acordes con la realidad como lo mencionan en sus trabajo (Mezhericher et al., 2010) y (Wisniewski, 2015).



**Figura 5-6.** Resultados CFD: Contorno de velocidad para la cámara de secado: a) vectores de velocidad en la pared de la cámara de secado y vaso colector, b) velocidad en el interior de la cámara de secado en el plano central y c) b) Contornos de velocidad en la boquilla de entrada en escala de 0-1.1 m / s.

En la figura 5-6c) se observa como la miel alimentada entra a alta velocidad a la cámara de secado por la boquilla, por efecto de una reducida área de flujo transversal, por efecto del aire de atomización, que ingresa a alta velocidad para poder vencer las fuerzas inerciales, la tensión superficial y la viscosidad del líquido y así, lograr la desintegración de los filamentos del líquido en miles de gotas. El aire cercano a la boquilla de entrada es de régimen turbulento con velocidad mayor a 1 m/s, pero se reduce rápidamente debido al cambio del área de flujo transversal y la naturaleza de compresibilidad del aire. Esto explica la deposición de partículas húmedas en las paredes, principalmente en la parte superior de la cámara de secado; la velocidad más baja facilita la deposición de las partículas en la pared (M.W. Woo, Daud, Tasirin, & Talib, 2009).

La flexibilidad del modelo se limita en gran medida a la información disponible para configurar las simulaciones. Se observa una sensibilidad especial para la configuración de las condiciones de contorno y las entradas de datos a través de la validación de los resultados del CFD. Las diferencias indican que el modelo puede ser adecuado para una posterior mejora del proceso. El modelo aún podría mejorarse incluyendo el modelo de cinética de secado par mieles trabajado como proyecto de maestría, mejorar el modelo de deposición de partículas, más rigurosos mediante UDF para dar la información completa de las mieles, realizar un estudio profundo en el submodelo de turbulencia apropiado para boquillas de dos fluidos de flujo externo y principalmente trabajar en un equipo piloto que permita tomar mediciones de temperatura y humedad axialmente en la cámara de secado para hacer un seguimiento a diferentes parcelas (Jaskulski, Wawrzyniak, & Zbiciński, 2018; Keshani, Daud, Nourouzi, et al., 2015; Sadripour et al., 2014; Vehring et al., 2007b).

### **5.1.1. Validación del modelo CFD**

Las temperaturas estimadas según modelo 2D CFD y experimentales correspondientes a los puntos de medición en la Figura 5-2 se presentan en la Tabla 5-7.

Con respecto a las temperaturas cercanas a las paredes de la cámara, solo fueron medidas y comparadas las correspondientes a tres puntos de referencia del eje central (3,4 y 5 ver figura 5-2) por dificultad en el proceso de medida. Estas temperaturas son subestimadas considerablemente por el modelo 2D CFD, mostrados errores relativos cercanos al 40%



como muestra la tabla 5-7 y se debe a fallas en la estimación de las pérdidas de calor, al modelo de turbulencia que no predice los patrones de flujo del aire de secado al interior de la cámara y que debe redefinirse las condiciones de contorno.

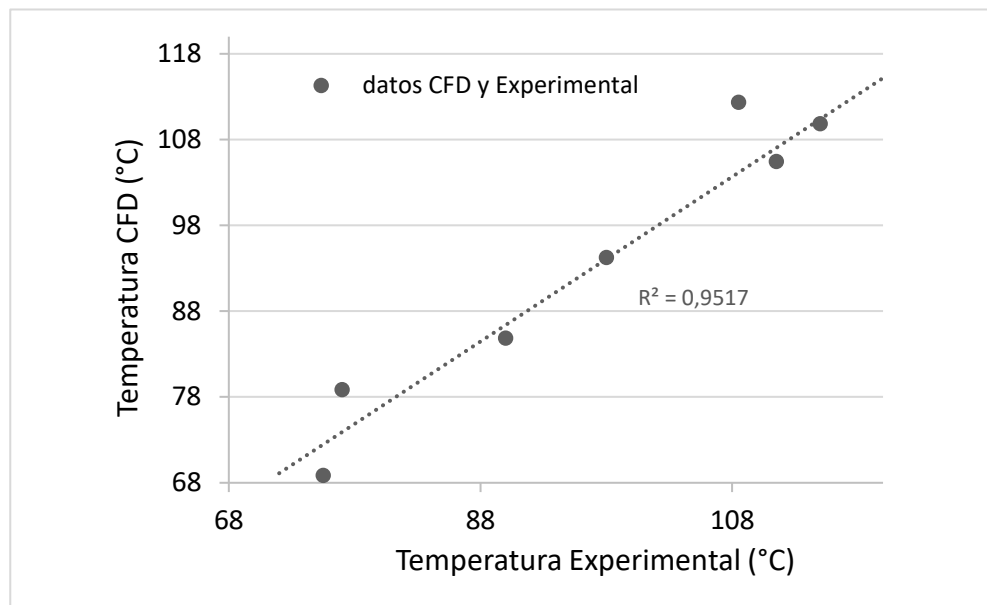
Adicionalmente, al medir las temperaturas laterales se encontró que al lado derecho de la cámara las temperaturas son superiores que su correspondiente al lado izquierdo, debido a la cercanía con el intercambiador de calor empleado para calentar el aire de secado, estas diferencias no fueron estimadas por el modelo, dando el comportamiento opuesto.

**Tabla 5-7.** Temperaturas experimentales Vs temperaturas CFD durante el proceso de secado por atomización de mieles de caña en el plano central de la cámara de secado.

Punto de medición	Temperatura Experimental (K)	Temperatura CFD (K)	Error*
0	381,65	385,5	3,55%
1	395,15	386	7,50%
2	388,15	383	4,48%
3	384,65	378,6	5,43%
4	371,15	367,4	3,83%
5	363,15	358	5,72%
6	350,15	352	2,40%
7	348,65	342	8,81%
8	345,15	340,5	6,46%
3a	343,65	330,5	18,65%
3b	349,65	332	23,07%
4a	345,65	325,5	27,79%
4b	347,15	322,5	33,31%
5a	341,15	318	34,04%
5b	341,15	316,5	36,25%

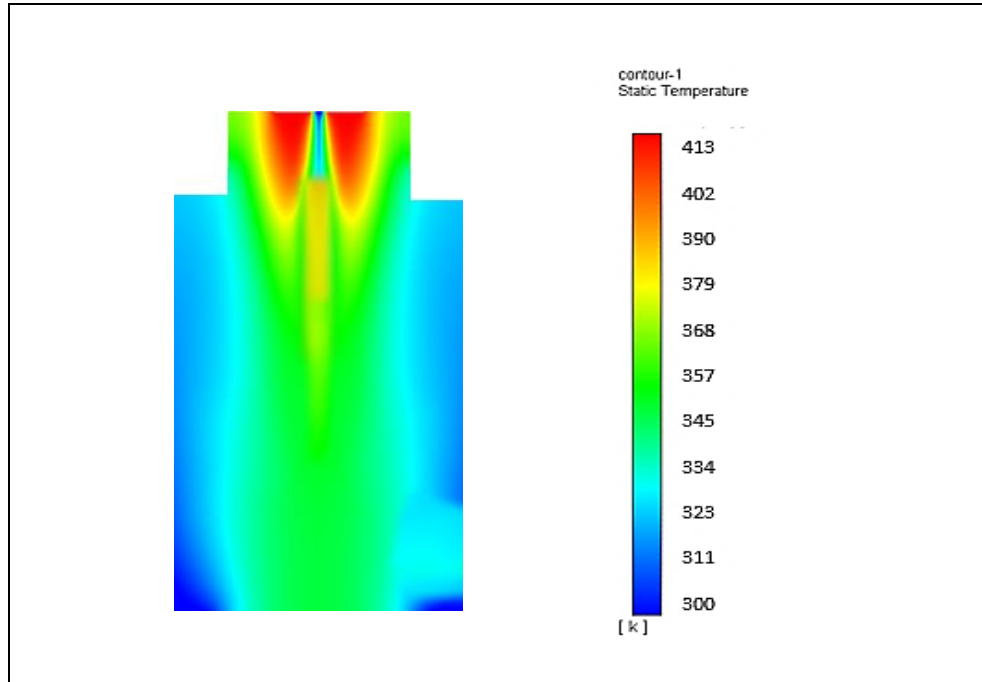
\*Error:  $\frac{|T_{exp}-T_{CFD}|}{T_{exp}} * 100$

Para representar la precisión del modelado CFD con respecto a los experimentos, se presenta una Pareto (Figura 5-8) de las temperaturas medidas en los 9 puntos del eje central según lo mostrado en la figura 5-2. El coeficiente de correlación lineal ( $R^2$ ) fue de 0,95, lo que demuestra el buen ajuste, aun con un modelo 2D CFD. Sin embargo, se observa que las temperaturas estimadas por el modelo son menores que las temperaturas medidas durante la operación del secado por atomización. Esto se debe a una sobreestimación de las pérdidas de calor, al pronóstico de la tasa de evaporación y pone de manifiesto la alta sensibilidad del modelo a las condiciones de contorno, principalmente las temperaturas de entrada de los fluidos y las temperaturas de la pared a lo largo de las secciones del equipo.



**Figura 5-7.** Curva de ajuste entre la temperatura CFD y experimental

El contorno de los resultados de temperatura de CFD para el aire en la cámara de secado se presenta como representación 2D (Figura 5-8). Se observa un rápido cambio de temperatura en los datos experimentales de temperatura, mientras que para los resultados CFD el cambio es más lento. Esta observación lleva a deducir que el modelo CFD tiende a subestimar el transporte convectivo por efectos de la entrada de flujo turbulento, lo que podría mejorarse en futuros estudios modificando el modelo de turbulencia.



**Figura 5-8.** Perfiles térmicos en la cámara de secado

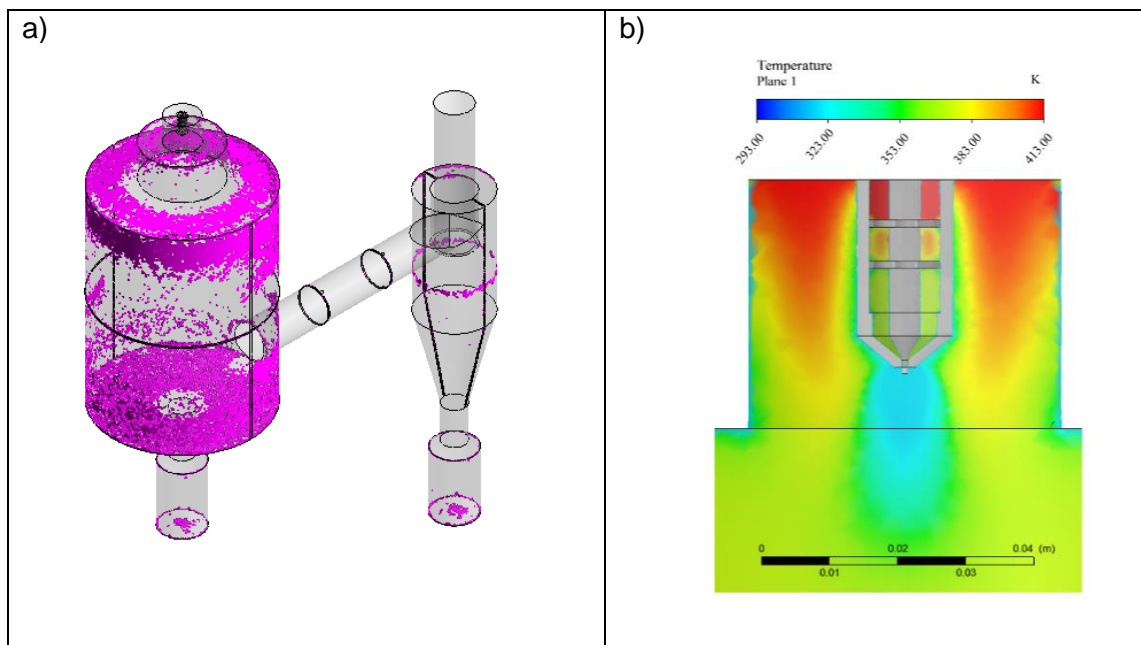
La diferencia de temperatura radial máxima es de 35°C y longitudinal de 50°C, lo cual es un aspecto que se debe considerar en el escalado. Para tener un perfil radial y longitudinal más homogéneo, se puede aislar la pared o cambiar el material que conduce a un aumento en la temperatura de la pared interna. Esto también puede ayudar a reducir las acumulaciones indeseables de producto y aumentar la velocidad de secado simultáneamente.

Adicionalmente, para el escalado y diseño de equipos para el secado de miles es importante poder evaluar el efecto del flujo del aire de atomización dado que en el equipo LABPLANT SD-06, el flujo es fijo y reduce la temperatura de entrada del aire de secado en 20 °C, afectando el rendimiento en el proceso de secado.

El equipo presenta acumulación de partículas en las paredes internas (observación experimental). Esta acumulación se da principalmente en la sección de secado, donde el contenido de agua de las partículas todavía es alto. El modelo CFD no predice adecuadamente este fenómeno. El modelo de deposición de paredes sobrestima la acumulación, hecho que está de la mano con la subestimación del rendimiento del producto indicado en la tabla 5-5. Por lo tanto, para mejorar el modelo global CFD se deben evaluar otros modelos de deposición de partículas en el secado por aspersion más acorde

para materiales con alto contenido de azúcares (Sadripour et al., 2014; M.W. Woo et al., 2009).

La figura 5-9a, muestra las zonas de deposición del material en polvo, evidenciando que este fenómeno ocurre principalmente en las paredes de la cámara de secado. La figura 5-9b) muestra que el aire de atomización después de pasar a alta velocidad través del área anular de la boquilla, entra a la cámara de secado para disgregar en finas gotas la miel alimentada y para disminuir la temperatura del aire de secado de 413 K hasta alrededor de 393 K y luego se estabiliza en proceso alrededor de 343 K tanto para la cámara, como para el conector y ciclón.

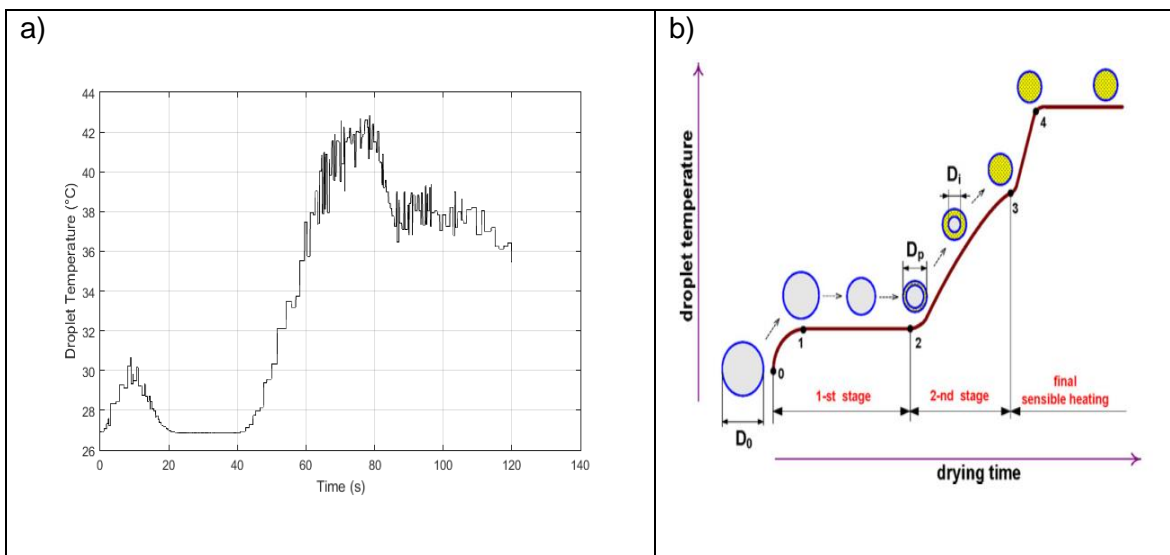


**Figura 5-9.** Resultados del modelado 3D CFD. a) Volumen muerto con velocidades por debajo de  $5 \times 10^{-4}$  m / s, b) Comportamiento térmico en el sistema de atomización.

Una vez que el aire de atomización se mezcla con el aire de secado, la temperatura se homogeneiza en valores de alrededor de 393 K. Esta caída de temperatura es crítica en el proceso de secado, ya que la evaporación del agua mejora a altas temperaturas, por lo que las pérdidas de calor son el fenómeno que principalmente afecta el rendimiento del proceso. El efecto de la presión es inverso; la caída de presión afecta positivamente el

proceso de secado, lo que permite que el agua del sistema reduzca su temperatura de saturación y que la evapore de una manera más eficiente.

La implementación del modelo DPM permitió obtener una representación cualitativa del perfil de temperatura de las partículas en términos del tiempo de residencia de las gotas dentro del sistema (Figura 5-10). Este perfil se estima como la temperatura calculada de la partícula en función del tiempo de cada trayectoria de la partícula dentro del equipo. Las partículas atrapadas por el fenómeno de deposición de la pared no se consideran en el perfil.



**Figura 5-10.** Perfil de temperatura de partículas sólidas con el secador por aspersión resultante del uso de la cinética de secado de gotitas en dos etapas. a) Perfil de temperatura de las partículas durante el proceso de secado, b) cinética de secado de gotitas conceptual en dos etapas (Mezhericher et al., 2010)

De todas maneras, cabe resaltar que el contorno de velocidad mostrado en la figura 5-6b y el contorno de temperaturas mostrado en la figura 5-8, para un secador co-corriente con boquilla de doble fluido mezcla externa tienen similitudes frente al trabajo de (Mezhericher et al., 2010) en cuanto a modelos 2D con altas velocidades y temperaturas en el eje central

pero una gran zona de bajas velocidades y bajas temperaturas cercanas a la pared de la cámara de secado.

En conclusión, el modelo desarrollado fue capaz de reproducir con precisión el campo térmico y el campo de velocidades dentro de la cámara de secado, las variables del proceso como el rendimiento y la humedad presentan un error residual con valores por debajo del 10%. Aun así, a partir de la Tabla 5-7 y la Figura 5-8 es posible observar que la temperatura en las secciones cercanas a la pared tiene baja precisión; debido a la sobrestimación de las pérdidas de calor en el sistema, directamente relacionada con el enfoque de condiciones de contorno discreto utilizado para el campo de temperatura en las paredes internas del dominio bajo del equipo. Además, el modelo considera la deposición de partículas por las superficies internas, pero en los resultados, se observa una acumulación no clara de material sólido que es una causa importante del error residual obtenido para el rendimiento (4.71%).

## **6. Conclusiones y recomendaciones**

### **6.1. Conclusiones**

El conocimiento adquirido en esta investigación, en términos de métodos y protocolos a través de la caracterización fisicoquímica, reológica y térmica de las mieles, de la panela en polvo y panela granulada, genera información para la comprensión de los principios físicos y químicos asociados al proceso de producción tradicional. Así mismo, permitirá mejorar las condiciones de procesamiento actuales y el desarrollo de tecnologías para la obtención de productos de valor agregado para los nuevos mercados, como es el caso de la técnica de secado por aspersión de mieles evaluada.

Se pudo establecer que la calidad de la panela es afectada por factores tecnológicos (evaporación abierta hornilla tradicional y evaporación abierta con vapor), de procesamiento (panela granulada y panela en bloque) y agroecológicos (región) por las diferencias encontradas en las propiedades fisicoquímicas, reológicas y térmicas de las mieles estudiadas en este trabajo

Se estandarizaron los métodos de medición de las propiedades fisicoquímicas como contenido de humedad, pH, acidez, cenizas y perfil de azúcares tanto de jugos como mieles, aunque en este trabajo solo se hace énfasis en las mieles por ser la materia prima de la técnica a evaluar. Estas propiedades presentaron el mismo comportamiento entre

trapiches y entre lotes del mismo trapiche sin embargo si mostraron diferencias significativas entre etapas de muestreo, trapiches de la misma región y trapiches de diferentes regiones, lo que significa que estas propiedades son afectadas por el factor tecnológico (sistema de evaporación) y el factor agroecológico (región).

Las propiedades fisicoquímicas a medida que se van concentrando las mieles cambian por efecto térmico, el pH (6 -6,5) se reduce por efecto de la descomposición de la sacarosa, por ende, la acidez (0,86-1,06 mg ácido aconítico/100g muestra b.s) se incrementa al igual que las cenizas (0,011 y 0,015 g/100g en b.s); comportamiento que concuerda con el reportado en la literatura.

Con respecto al perfil de azúcares, durante la concentración la sacarosa tuvo una disminución en su contenido entre 0,6% y 1,2% consistente con la reducción del pH y el incremento de la acidez por efecto de su degradación térmica (hidrólisis). Acorde con esto, la glucosa se incrementó.

Se estandarizaron las propiedades reológicas (viscosidad) y térmicas como la capacidad calorífica de mieles de caña panelera. Se encontraron diferencias significativas de todas las propiedades a excepción de la viscosidad, lo que permitió obtener modelos matemáticos en función de la concentración ( $^{\circ}$ Brix) y la temperatura ( $^{\circ}$ C), ajustables a los datos reales, lo que representa que pueden ser utilizados como insumo para modelos mejorados o estudios posteriores.

Se logró incrementar el porcentaje de recuperación del producto en polvo de 32% al 86%, mediante la encapsulación de la miel con proteína de soya, caseinato de calcio y suero de leche (Fig. 4-19d), porque estos aditivos en una baja concentración en peso < 3% (p/p) tienen un gran poder de formación de película modificando la morfología de irregular y aglomerada a partículas esféricas y achatadas, propias de los productos de naturaleza amorfa obtenidos por esta técnica de secado, como se pudo demostrar con la caracterización del producto obtenido.



En este estudio se realizó el modelado del secador escala laboratorio LABPLANT SD-06 utiliza modelado CFD con una malla poliédrica no estructurada de alta calidad. La configuración de la simulación se basó en los fenómenos: deposición de partículas en las paredes del equipo, comportamiento compresible del aire con gas ideal EOS, pérdidas de calor con el medio ambiente, turbulencia del flujo con el modelo K- $\epsilon$  estándar de turbulencia RANS. Además, se consideró la dependencia de la viscosidad del aire y la densidad de la miel de caña de azúcar con la temperatura local en el dominio tridimensional. La configuración de CFD implementada permitió obtener resultados precisos en los perfiles de temperatura y rendimiento del proceso, lo que permitió identificar opciones de mejora y comprender los fenómenos involucrados en la operación.

Las simulaciones realizadas predijeron el comportamiento del sistema operativo real con precisión para los principales parámetros de calidad del proceso, se obtuvieron errores de: 4,54% para el perfil de temperatura en los puntos de medición, 4,71% para el rendimiento del producto y 5,08% para la humedad en el producto. La precisión de los resultados obtenidos también puede representarse por la correlación entre los datos de temperatura experimental y los resultados de CFD para la temperatura experimental de proceso, en este caso el coeficiente de correlación tiene un valor de  $R^2 = 0,95$ . La precisión obtenida permite concluir que el modelo CFD adecuado debe combinar modelos 2D y 3D para estimaciones reales y que se puede utilizar para desarrollos adicionales, como el diseño de componentes internos, las optimizaciones de las condiciones del proceso y la escalada, incluso cuando no se usó UDF.

El enfoque implementado permitió que el modelo fuera altamente flexible para las variables críticas de operación de proceso, como la temperatura, el flujo de aire y miel, las propiedades del fluido y las variables geométricas, como tamaños, diámetros, longitudes, etc. La mejor manera de mejorar la precisión del modelo es la implementación de rutinas de usuario, sin embargo, estas pueden reducir la flexibilidad del modelo para evaluar ventanas de operación más amplias.

El modelo CFD utilizado fue capaz de reproducir el comportamiento térmico detallado de las partículas dentro del equipo combinando los resultados de modelos 2D y 3D como lo recomienda la literatura. Aunque los datos CFD subestiman el perfil de temperatura en el eje central, con errores menores al 10%, los valores estimados en las paredes de la cámara de secado y sus zonas cercanas estimados son muy bajos con relación a los datos experimentales, por lo cual debe validarse si el modelo de turbulencia del flujo de aire  $K-\epsilon$  estándar, predice correctamente el patrón de flujo de aire para atomizadores tipo boquilla de doble fluido, mezclado externo.

Los perfiles térmicos, radiales y axiales, se estimaron para evaluar el rendimiento del modelo CFD en la predicción de los campos de temperatura para el aire en condiciones de operación que muestran una predicción precisa del campo térmico según el modelo 2D-CFD. El modelo CFD utilizado subestima el rápido cambio de temperatura en el eje vertical dentro de la cámara de secado, así como, las temperaturas en las zonas cercanas a las paredes de la cámara. Este estudio encontró que, en la cámara de secado, la diferencia máxima en temperatura radial es de 35 °C teniendo como referencia la temperatura central a la misma altura y longitudinalmente la diferencia es de 50 °C, datos que deben considerarse en el escalado a nivel industrial.

## 6.2. Recomendaciones

Como este trabajo se identificó que el proceso de secado por aspersión de mieles, las propiedades con mayor influencia en el rendimiento y el porcentaje de recuperación de sólidos son la tensión superficial y la viscosidad de las mieles alimentadas, se recomienda realizar un estudio de la técnica evaluando su efecto en el proceso de secado la interacción entre ellas y métodos para modificarlas en favor de la rentabilidad del proceso considerando sus propiedades sensoriales.

La estabilidad de un producto en polvo secado por aspersión a condiciones ambientales no controladas, debe ser estudiada asociándolo con un estudio de la temperatura de transición vítrea del producto y/o con el estudio de la cristalización de la glucosa durante el proceso de secado.

Por la alta complejidad de un modelo computacional de secado por aspersión, debe ser considerado un estudio de sensibilidad de todas las variables que afectan el proceso, para considerar solo las dominantes y preferiblemente contar con un secador de alta funcionalidad que permita construir algunos puntos del perfil térmico y de humedad de manera axial, y radial, que retroalimente las simulaciones y permita un modelo robusto y de fácil interpretación.

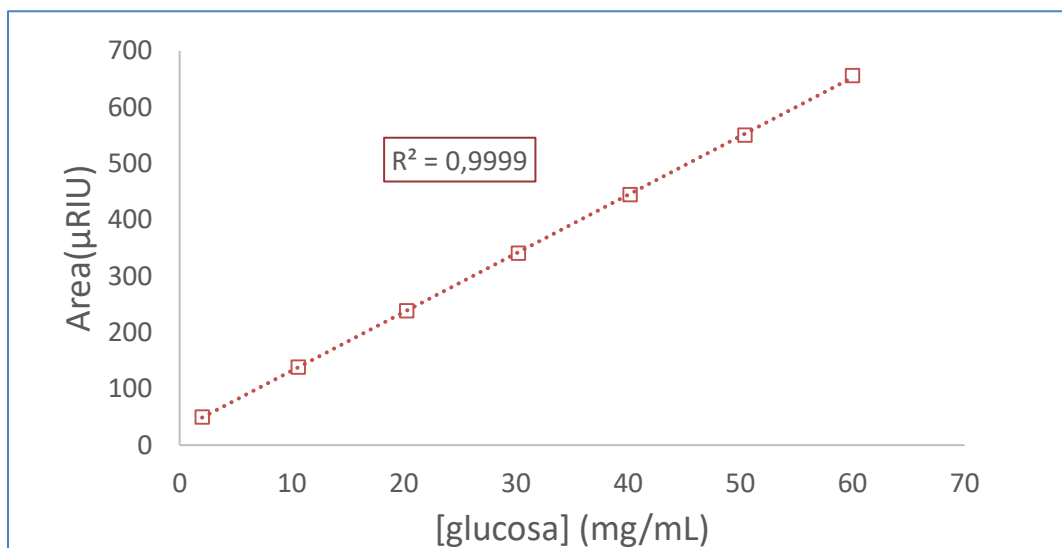
El modelo de la cinética de secado de las gotas de las mieles obtenido como tesis de maestría, debe ser ajustado a una nube de gotas e incorporado al modelo global de CFD, para poder ser considerado como herramienta para diseño escalado de este proceso.

Los resultados de CFD permitieron observar un problema de recolección del producto obtenido en los vasos recolectores, debido al alto pegajosidad y adherencia del producto en polvo en las paredes del equipo y a las zonas de bajas velocidades en la cámara y el conector, este hecho puede mejorarse realizando modificaciones al equipo: modificando la geometría de los recipientes recolectores de polvo (disminuir su tamaño y área transversal), adecuando un sistema de vibración que permita que toda partícula que toca las paredes se suelte de forma rápida y continúe su camino hasta el ciclón, evaluando otras geometrías en el ciclón que mejoren el flujo de las partículas en su interior, y por ende aumente su separación y recuperación, acondicionamiento del aire de atomización (deshumidificador), filtros en la salida del tubo de salida del aire de secado sin afectar la caída de presión del equipo, recubrimiento interno en las paredes de la cámara, para disminuir la acumulación y/o ubicar el soplador después del ciclón para asegurar el flujo del aire constante, todas están son alternativas para considerar en el proceso a nivel industrial.

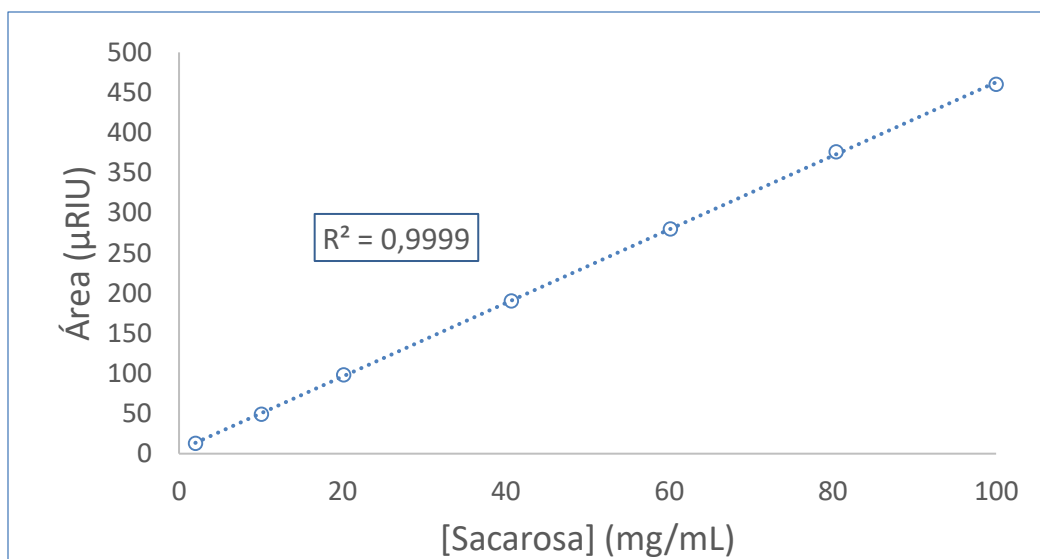
Adicionalmente, es recomendable para estudios posteriores realizar análisis sensorial paralelo al desarrollo de productos obtenidos por secado por aspersión y con aditivos vegetales buscando ofrecer un producto funcional y agradable en cuanto a sabor al consumidor final.

## A.Anexo: curvas de calibración

➤ Curvas de calibración de patrones y Cromatogramas del perfil de azúcares \_HPLC.



**Figura A-1.** Curva de calibración de Glucosa – HPLC.



**Figura A-2.** Curva de calibración de Sacarosa – HPLC

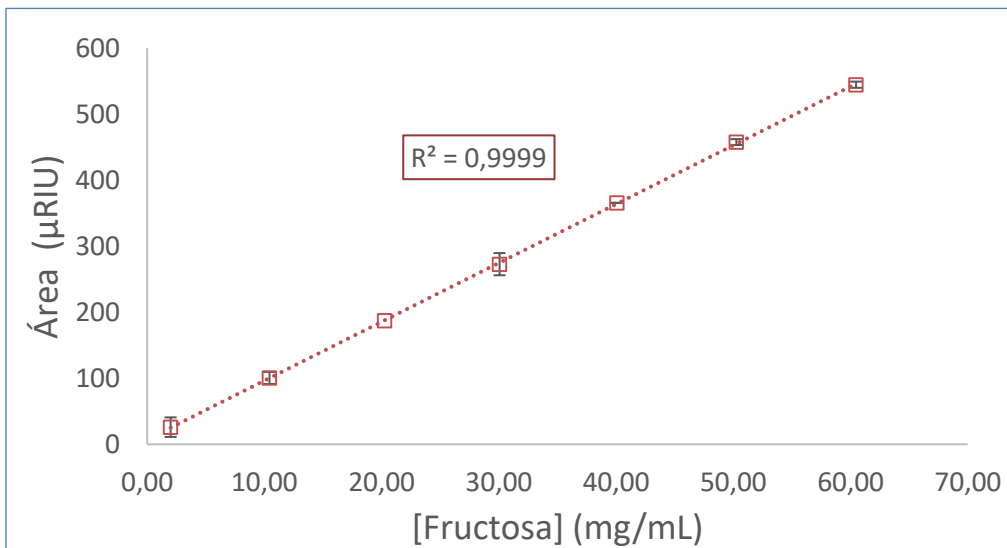


Figura A-3. Curva de calibración de Fructosa – HPLC

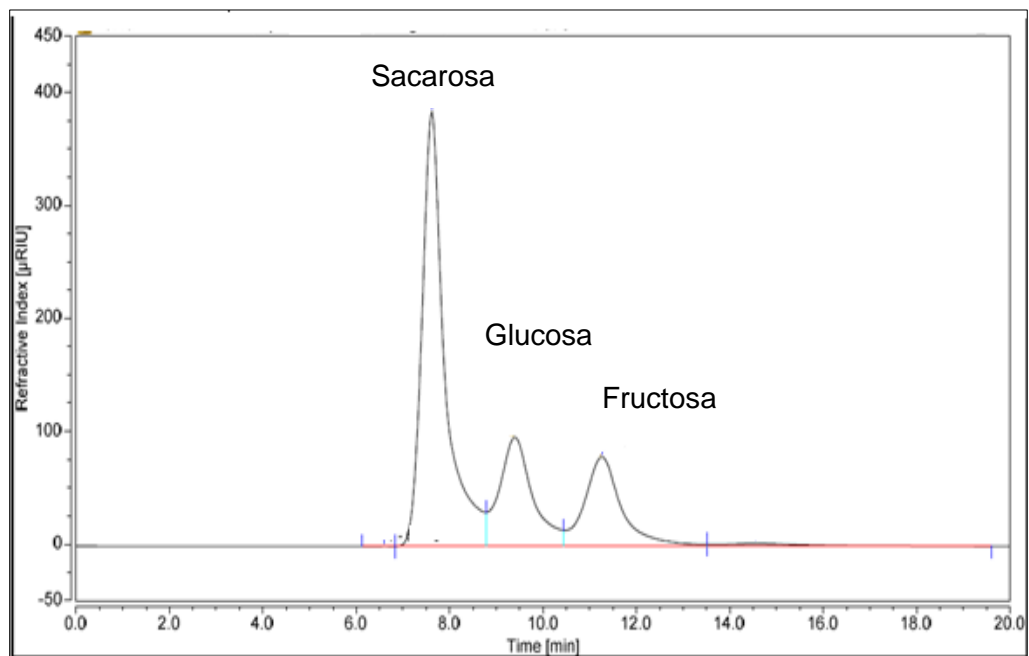
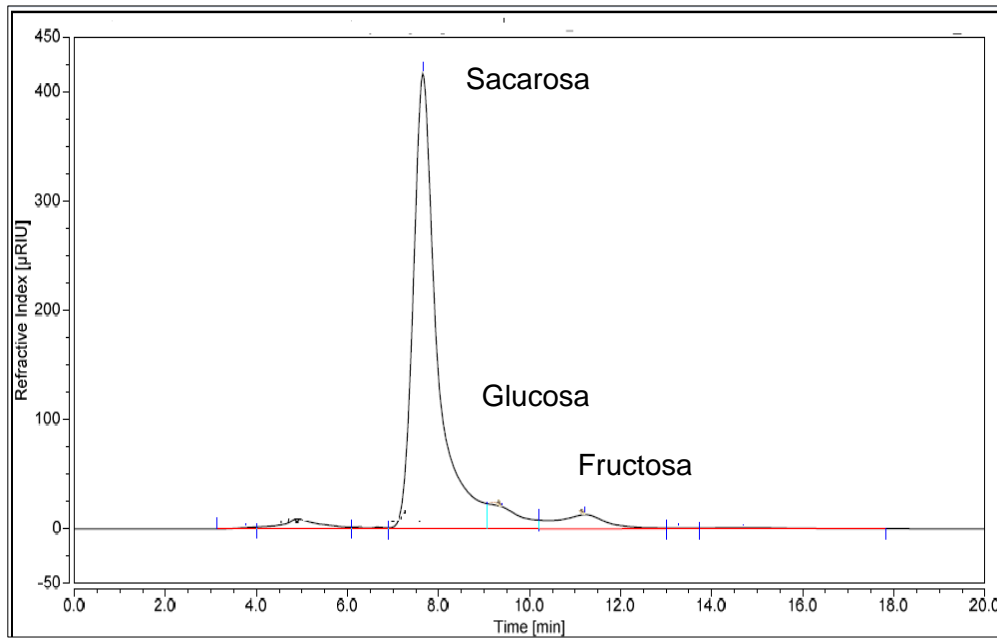


Figura A-4. Cromatograma del patrón 40 mg/ml, 8 mg/ml y 6 mg/ml de Sacarosa, Glucosa y Fructosa respectivamente.

**Figura A-5.** Cromatograma mieles 60 °Brix, trapiche SENA.

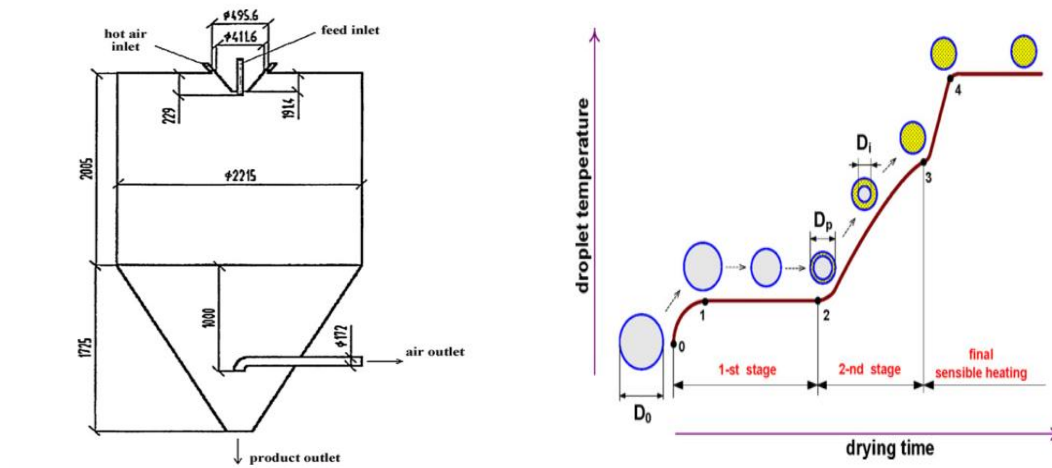




## B. Anexo: Algunos modelos de secado por aspersión de alimentos como referentes

### 1. MODELO BASADO EN LA CINÉTICA DE SECADO

El modelo desarrollado por Mezhericher (2010) bidimensional con enfoque Euleriano–Lagrangiano, con flujo de dos fases, considera la cinética de secado de las gotas en dos etapas (Mezhericher et al., 2010)



**Figura B-1.** Geometría de la cámara de secado y cinética de secado de la gota en dos etapas adoptado para el modelo Mezhericher (2010).

Imágenes tomadas de (Mezhericher et al., 2010)

Las ecuaciones que describen el modelo para el gas (fase continua) y las gotas y partículas (fase discreta) durante el secado son:

## FASE CONTINUA

Ecuación de continuidad:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j u_j) = S_c \quad (1)$$

Ecuación de Momento

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho u_i) + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j u_i) = -\frac{\partial p}{\partial x_j} + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[ \mu_e \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \right] + \Delta \rho g_i + U_{pi} S_c + \sum F_{gp} \quad (2)$$

Ecuación de conservación de la energía

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho h) + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j h) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left( \frac{\mu_e}{\sigma_h} \frac{\partial h}{\partial x_j} \right) - q_r + S_h \quad (3)$$

Ecuación de conservación de la energía por componente o especie:

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho Y_v) + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j Y_v) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left( \frac{\mu_e}{\sigma_y} \frac{\partial v}{\partial x_j} \right) + S_c \quad (4)$$

Ecuación de la energía cinética de turbulencia:

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho k) + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j k) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left( \frac{\mu_e}{\sigma_k} \frac{\partial k}{\partial x_j} \right) + G_k + G_b - \rho \varepsilon \quad (5)$$

Ecuación de la tasa de disipación de la energía cinética de turbulencia:

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho \varepsilon) + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j \varepsilon) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left( \frac{\mu_e}{\sigma_\varepsilon} \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right) + \frac{\varepsilon}{k} (C_1 G_k - C_2 \rho \varepsilon) \quad (6)$$

La producción de energía cinética de turbulencia debido al gradiente de la velocidad media:

$$G_k = \mu_T \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \quad (7)$$

La generación de energía cinética de turbulencia debido a la flotabilidad:

$$G_b = -\beta g_j \frac{\mu_T}{\sigma_T} \frac{\partial T}{\partial x_j} \quad (8)$$

Donde  $\beta$  es el coeficiente de dilatación térmica

$$\beta = -\frac{1}{\rho} \left( \frac{\partial \rho}{\partial T} \right)_p \quad (9)$$

La viscosidad efectiva:

$$\mu_e = \mu + \mu_T \quad (10)$$

La viscosidad de turbulencia

$$\mu_T = C_\mu \rho \frac{K^2}{\varepsilon} \quad (11)$$

Se utiliza la ecuación de gas ideal para establecer la relación entre la presión, la densidad y la temperatura del aire:

$$P = \frac{\rho}{M} \mathcal{R}T \quad (12)$$

### FASE DISCRETA:

El movimiento de las partículas sigue la segunda ley de Newton

$$\frac{d\vec{U}_p}{dt} = \vec{g} + \frac{\sum \vec{F}_p}{m_p} \quad (13)$$

Donde  $\sum \vec{F}_p$  es la sumatoria de las fuerzas que ejerce el aire, las paredes de la cámara de secado y otras partículas sobre las partículas

$$\sum \vec{F}_p = \vec{F}_D + \vec{F}_A + \vec{F}_B + \vec{F}_C \quad (14)$$

Donde  $\vec{F}_D$  es la fuerza de arrastre,  $\vec{F}_A$  es la fuerza de masa añadida (virtual),  $\vec{F}_B$  es la fuerza de flotabilidad y  $\vec{F}_C$  es la fuerza de contacto.

La fuerza de arrastre es determinada así:

$$\vec{F}_D = \frac{\pi}{8} \rho C_D |\vec{U} - \vec{U}_p| (\vec{U} - \vec{U}_p) d_p^2 \quad (15)$$

El coeficiente de arrastre  $C_D$  es calculado con una correlación empírica.

La fuerza de la masa añadida es la que se requiere para acelerar la capa de gas que se encuentra alrededor de la gota/partícula se calcula así:

$$\vec{F}_A = \rho \frac{\pi d_p^3}{12} \left( \frac{D\vec{U}}{Dt} - \frac{d\vec{U}_p}{dt} \right) \quad (16)$$

La fuerza de flotabilidad

$$\vec{F}_B = -\rho \frac{\pi d_p^3}{6} \vec{g} \quad (17)$$

La  $\vec{F}_C$  se incrementa con las interacciones y/o colisiones entre las gotas/partículas con otras gotas/partículas y con la pared de la cámara de secado. Las interacciones gota/gota y partícula/partícula no son consideradas. Aunque, la fuerza ejercida por las paredes de la cámara en la que golpea partícula se calcula utilizando la segunda ley de Newton y los valores predefinidos de coeficientes normal y tangencial de restitución

Modelo cinética de secado:

El modelo de dos etapas de la cinética de secado mostrado en la figura B1 es utilizado para describir los fenómenos de transporte internos de la aspersión de gotas/ partículas. Este modelo fue validado comparando los resultados con datos experimentales y teóricos para el caso de una sola gota secada con aire en régimen laminar.

Las ecuaciones básicas de este modelo se muestran a continuación:

#### PRIMERA ETAPA DE SECADO

En esta primera etapa de secado, se supone que la temperatura de la gota debe para ser distribuidos de manera uniforme.

Ecuación de conservación de la energía

$$h_{fg}m_v + c_{p,d}m_d \frac{dT_d}{dt} = h(T_g - T_d)4\pi R_d^2 \quad (18)$$

El tiempo de cambio del radio exterior de la gota

$$\frac{dR_d}{dt} = - \frac{1}{\rho_{d,w}4\pi(R_d)^2} m_v \quad (19)$$

Tasa de transferencia de masa de la superficie de las gotas (ley de la convección de masas)

$$m_v = h_D(\rho_{v,s} - \rho_{v,\infty})4\pi(R_d)^2 \quad (20)$$

Los coeficientes de calor por convección y transferencia de masa,  $H_C$  y  $H_D$ , son evaluados en función de los números de Nusselt y Sherwood respectivamente:

$$Nu_d = (2 + 0.6Re_d^{1/2}Pr^{1/3})(1 + B)^{-0.7} \quad (21)$$

$$Sh_d = (2 + 0.6Re_d^{1/2}Sc^{1/3})(1 + B)^{-0.7} \quad (22)$$

La masa de la gota se encuentra Integrando la ecuación (19):

$$m_d = m_{d,0} - \frac{8}{6}\pi\rho_{d,w}[(R_{d,0})^3 - (R_d)^3] \quad (23)$$

Contenido de humedad en base seca

$$X_d = \frac{m_{d,w}}{m_{d,s}} = \frac{m_d}{m_{d,0}}(1 + X_{d,0}) - 1 \quad (24)$$

## SEGUNDA ETAPA DE SECADO

En esta etapa, la partícula húmeda se considera como una esfera con propiedades físicas isotrópicas y conductividad térmica de la corteza independiente de la temperatura. La región de la corteza se supone que está atravesado por un gran número de capilares cilíndricos rectos idénticos, y la región del núcleo húmedo se considera que es una esfera con fracciones líquidas y sólidas.

Las ecuaciones de conservación de la energía para las regiones de núcleo y corteza húmedos son las siguientes:

$$\rho_{wc} C_{p,wc} \frac{\partial T_{wc}}{\partial t} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left( k_{wc} r^2 \frac{\partial T_{wc}}{\partial r} \right), \quad 0 \leq r \leq R_i(t). \quad (25)$$

$$\frac{\partial T_{cr}}{\partial t} = \frac{\alpha_{cr}}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left( r^2 \frac{\partial T_{cr}}{\partial r} \right), \quad R_i(t) \leq r \leq R_p \quad (26)$$

Las condiciones de frontera se encuentran definidas así:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial T_{wc}}{\partial r} = 0, \quad r = 0 \\ T_{wc} = T_{cr}, \quad r = R_i(t); \\ k_{cr} \frac{\partial T_{cr}}{\partial r} = k_{wc} \frac{\partial T_{wc}}{\partial r} + h_{fg} \frac{m_v}{A_i}, \quad r = R_i(t); \\ h(T_g - T_{cr}) = k_{cr} \frac{\partial T_{cr}}{\partial r}, \quad r = R_p \end{array} \right. \quad (27)$$

La tasa de retroceso de la interfaz de núcleo - corteza mojada

$$\frac{d(R_i)}{dt} = - \frac{1}{\varepsilon \rho_{wc,w} 4\pi R_i^2} m_v \quad (28)$$

La tasa de transferencia de masa total a través de los poros de la corteza:

$$m_v = m_{v,diff} + m_{v,flow} = h_D (\rho_{v,s} - \rho_{v,\infty}) A_p \quad (29)$$

La tasa de flujo másico de la difusión del vapor

$$m_{v,diff} = \frac{8\pi \varepsilon^\beta D_{v,cr} M_w R_p R_i}{\Re(T_{cr,s} + T_{wc,s}) (p_m - p_v)} \left( p_v \frac{\partial p_m}{\partial r} - p_m \frac{\partial p_v}{\partial r} \right) \quad (30)$$

La tasa de flujo másico de flujo de vapor forzada

$$m_{v,flow} = - \frac{B_k}{\mu_m} \frac{8\pi R_p R_i M_m P_m}{\Re(T_{cr,s} + T_{wc,s})} \frac{\partial p_m}{\partial r} \quad (31)$$

La permeabilidad,  $B_k$ , es calculado con la ecuación de Carman–Kozeny:

$$B_k = \frac{d_p^2 \varepsilon^3}{180(1-\varepsilon)^2} \quad (32)$$

La masa de la partícula:

$$m_p = \frac{m_{d,0}}{(1+X_{d,0})} \left( 1 - \frac{\rho_{wc,w}}{\rho_{wc,s}} \right) + \frac{4}{3} \pi \rho_{wc,w} [\varepsilon R_i^3 + (1-\varepsilon) R_p^3] \quad (33)$$

Contenido de humedad de la partícula

$$X_p = \frac{m_v}{m_s} = \frac{m_p}{m_{d,0}} (1 + X_{d,0}) - 1 \quad (34)$$

La solución numérica de las ecuaciones de este modelo y las simulaciones se realizaron utilizando CFD FLUENT e incorporando un solucionador basada en la presión axi-simétrico 2D.

## 2. MODELO SECADO POR ASPERSION DE PRODUCTOS CON ALTO CONTENIDO DE AZÚCAR CONSIDERANDO LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VITREA.

Los supuestos considerados para este modelo son: uniformidad en la temperatura del aire y la humedad, así como, en la velocidad del aire axial a lo largo del área de la sección transversal de la cámara de secado, no hay componentes radial y tangencial del aire de secado de entrada. Tampoco se presenta aglomeración ni rompimiento de las gotas o partículas durante el tiempo que están en la cámara de secado (Truong et al., 2005b, 2005a).

Las ecuaciones que describen el modelo para el secado de sacarosa/ maltodextrina (60/40) son:

Trayectoria de las gotas/partículas

$$\frac{dU_{px}}{dh} = \left[ \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_p} \right) g - \frac{3 \rho_a C_d U_R (U_{px} - U_{ax})}{4 \rho_p d_p} \right] \frac{1}{U_{px}} \quad [1]$$

$$\frac{dU_{pr}}{dh} = \left[ \frac{U_{pt}^2}{r} - \frac{3 \rho_a C_d U_R (U_{pr} - U_{ar})}{4 \rho_p d_p} \right] \frac{1}{U_{px}} \quad [2]$$

$$\frac{dU_{pt}}{dh} = \left[ -\frac{U_{pt} U_{pr}}{r} - \frac{3 \rho_a C_d U_R (U_{pt} - U_{at})}{4 \rho_p d_p} \right] \frac{1}{U_{px}} \quad [3]$$

X, r, t son las componentes axial, radial y tangencial respectivamente.

Velocidad promedio entre la gota y el aire  $U_R$ :

$$U_R = [(U_{px} - U_{ax})^2 + (U_{pr} - U_{ar})^2 + (U_{pt} - U_{at})^2]^{1/2} \quad [4]$$

Coefficiente de la fuerza de arrastre se calcula a partir del número de Reynolds

$$C_d = \frac{24}{Re}, \quad Re \leq 0.2 \quad [5]$$

$$C_d = \frac{24}{Re} + \frac{4}{Re^{1/3}}, \quad 0.2 < Re < 500 \quad [6]$$

$$C_d = 0.44, \quad 500 \leq Re \quad [7]$$

$$Re = \frac{\rho_a U_R d_p}{\mu_a} \quad [8]$$

La distancia radial se halla conociendo la densidad y viscosidad del aire

$$\frac{dr}{dh} = \frac{U_{pr}}{U_{px}} \quad [9]$$

Balance de materia gotas / partículas

$$\frac{dm_p}{dh} = -\xi \frac{A_p K_m}{U_{px}} (Y_e - Y) \quad [10]$$

Coefficiente de transferencia de masa

$$K_m = \rho_a D_v Sh / d_p \quad [11]$$

Balance de calor gotas / partículas

$$\frac{dT_p}{dh} = [\pi d_p K_a Nu (T_a - T_p) + (H_{fg} + C_{pv} (T_a - T_p))] \frac{1}{m_s (c_{ps} + X C_{pw}) U_{px}} \quad (12)$$

Diámetro de la gota

$$d_p = d_{pi} \left( \frac{\rho_{pi} - 1000}{\rho_p - 1000} \right)^{1/3} \quad [13]$$

$$\rho_p = \frac{1-X}{1+X \frac{\rho_s}{\rho_w}} \rho_s \quad [14]$$

$$\rho_s = x_{MD} \rho_{MD} + (1 - x_{MD}) \rho_{suc} \quad [15]$$

La correlación para los coeficientes de transferencia de calor y masa de la superficie de las gotas al aire circundante, el número de Sherwood y el número de Nusselt, se calculan usando las ecuaciones Ranz y para líquidos puros.

$$Sh = 2 + 0.6Re^{0.5}Sc^{1/3} \quad [16]$$

$$Nu = 2 + 0.6Re^{0.5}Pr^{1/3} \quad [17]$$

Balance de masa para el medio de secado

$$G \frac{dY_b}{dh} = \sum_{droplets} \left( -\frac{dm_p}{dh} \right) \quad [18]$$

Balance de calor para el medio de secado

$$\frac{dH_h}{dh} = \sum_{droplets} \frac{1}{G} \left[ H_v \frac{dm_p}{dh} - \frac{K_a \pi d_p Nu (T_a - T_p)}{U_{px}} \right] \quad [19]$$

$$H_h = C_{pa}(T_a - 273.16) + YH_v \quad [20]$$

$$H_v = C_{pv}(T_a - T_{dewp}) + h_{fgdewp} + C_{pw}(T_{dewp} - 273.16) \quad [21]$$

Temperatura de transición vítrea de las partículas (ecuación de Gordon – Taylor)

$$T_{gMSW} = \frac{K_{MS}x_s}{K_{MS}x_s + x_M} \frac{(1-x_w)T_{gs} + K_{SW}x_w T_{gw}}{1-x_w + K_{SW}x_w} + \frac{x_m}{K_{MS}x_s + x_M} \frac{(1-x_w)T_{gm} + K_{MW}x_w T_{gw}}{1-x_w + K_{MW}x_w} \quad [22]$$

$$x_w = \frac{x}{1+x} \quad [23]$$

$$x_s = \frac{1-x_w}{1+R_{MS}} \quad [24]$$

$$x_s = R_{MS}x_s \quad [25]$$

Contenido de humedad total y la diferencia de temperatura

$$X_{ov} = \frac{\sum_{droplets} F(j)X_j m_{sj}}{\sum_{droplets} F(j)m_{sj}} \quad [26]$$

$$\Delta T_{ov} \sum_{droplets} F_v(j) \Delta T_j \quad [27]$$

Isoterma de adsorción para la solución modelo modificada usando ecuación de Henderson  
 $\ln(1 - RH) = -c_1(T + c_2)(100X)^m \quad [28]$

Calor latente de vaporización para la solución modelo

$$H_{fg} = A_1 + B_1T + (A_2 + B_2T)\exp(-A_3X) \quad [29]$$

Distribución del tamaño de la gota



$$\ln\sigma_{gd} = -0.01396v_{sd} + 1.07753 \quad [30]$$

Ecuaciones adicionales requeridas para la solución del modelo

$$D_{vs} = 5904.7(M_p)^{0.171}(\pi d_a N_a)^{-0.537}(\mu_F)^{-0.017} \quad [31]$$

$$\ln\sigma_{gw} = \frac{-0.01396D_{vsw}}{K_{sh}} + 1.07753 \quad [32]$$

$$\ln D_{gVw} = \ln D_{vsw} + 0.5(\ln\sigma_{gw})^2 \quad [33]$$

$$\ln D_{gNw} = \ln D_{vsw} - 2.5(\ln\sigma_{gw})^2 \quad [34]$$

$$f(\ln d_p) = \frac{1}{\ln\sigma_{gw}\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(\ln d_p - \ln D_{gNw})^2}{2\ln^2\sigma_{gw}}\right] \quad [35]$$

$$F(j) = F(\ln d_p) = f(\ln d_p) d \ln d_p \quad [36]$$

$$N_{drop} = \frac{Q_f}{\rho_{pi} \sum_{droplets} F(\ln d_p) \frac{\pi d_p^3}{6}} \quad [38]$$

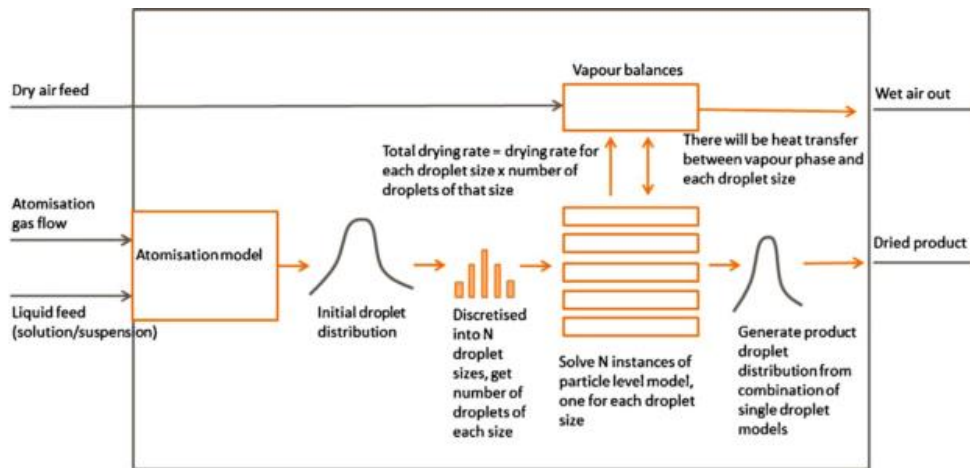
$$\begin{cases} 1 & = \xi : X \geq X_c \\ 1 - a_1 (X_c - X) & = \xi : X_0 \leq X \leq X_c \\ \omega_0/\omega_c + a_2(X - X_0) & = \xi : X \leq X_0 \\ \omega_0/\omega_c (X - X_e)/(X_0 - X_e) & = \\ 1 + a_1 (X_0 - X_c) & = \omega_0/\omega_c \end{cases} \quad [39]$$

$$\xi_{mix} = \xi_{Suc}(1 - x_{MD}) + \xi_{MD}x_{MD} \quad [40]$$

Este modelo buscó describir la pegajosidad en una cámara de secado cónica durante la aspersion para alimentos ricos en azúcar considerando la temperatura de transición vítrea. El modelo de secado por aspersion describe el estado unidimensional estable con distribución log-normal de las gotas generadas por el atomizador rotatorio. Se calculó la diferencia entre la temperatura de las partículas y su temperatura de transición vítrea ( $\Delta T_{pg}$ ) para todos los tamaños de partícula como una función de la distancia desde atomizador. Este trabajo desarrolló la predicción y medición de la temperatura de salida del aire para diferentes condiciones de secado.

### 3. MODELO INCREMENTAL DEL TIPO “POPULATION BALANCE MODEL (PBES)”

Pinto et al (2014) desarrollo este modelo usando un spray dryer a escala laboratorio con una boquilla de dos fluidos para la atomización. Los supuestos para este modelo son: La fase de vapor se supone que es perfectamente mezclado, la fase de gotas sigue el flujo de tapón, no se presenta ruptura ni aglomeración de gotas, hay transferencia de calor entre las gotas y el vapor (Pinto et al., 2014).



**Figura B-2.** Descripción grafica del modelo “population balance model (PBEs)”

Este modelo consta de dos segmentos: la primera es la generación de una distribución de gotas que sale del atomizador. La distribución del tamaño de gota se puede proporcionar ya sea como un conjunto fijo de parámetros, independientemente de las condiciones de alimentación o como una función de parámetros de alimentación. Luego esta se discretiza en una serie de tamaños de gota para su uso posterior.

La segunda parte del modelo es el proceso de secado. Las velocidades de secado de las gotas de diferentes tamaños se calculan como una función de las condiciones de vapor en la cámara y el tiempo de residencia de las gotas.

Las ecuaciones asociadas a este modelo se muestran a continuación:

Distribución de tamaño de las gotas

$$\frac{d_{sm}}{D} = \left(1 + \frac{W_L}{W_{atm}}\right) k_2 \left(\frac{\mu_L \sqrt{\sigma}}{\sqrt{\rho_L \rho_g} U_g^2 D^{1.5}}\right)^{k_1} \quad (1)$$

El tamaño de gota inicial y el tamaño de partícula final están relacionados por un balance de masas en la fracción de sólidos, suponiendo que no hay coalescencia, aglomeración o desgaste:

$$m_s = m_d s_d = \frac{\pi}{6} d_d^3 \rho_d s_d = m_p s_p = \frac{\pi}{6} d_p^3 \rho_p s_p \quad (2)$$

Por lo tanto, el tamaño de partícula final se puede estimar a partir del tamaño de gota inicial:

$$d_p = d_d \left(\frac{\rho_d s_d}{\rho_p s_p}\right)^{1/3} \quad (3)$$

La velocidad de secado de una sola gota esférica de líquido puro se puede calcular a partir de un balance de calor utilizando la teoría de la transferencia de calor estándar:

$$Q_d = h_{dg} A_d (T_g - T_{wb}) = \lambda_{eu} \frac{-dm_d}{dt} \quad (4)$$

$$\frac{-d}{dt} \frac{\pi d_d^3 \rho_d \lambda_{eu}}{6} = h_{dg} \pi d_d^2 (T_g - T_{wb}) \quad (5)$$

$$Nu = \frac{h_{dg} d_d}{k_g} = 2 + 0.6 Re^{0.5} pr^{0.33} \quad (6)$$

La ecuación (4) se puede resolver analíticamente:

$$\frac{-d}{dt} (d_d^3) = 3 d_d^2 \frac{d d_d}{dt} = \frac{6 Nu k_g d_d (T_g - T_{wb})}{\rho_d \lambda_{ev}} \quad (7)$$

$$\int_d^0 -d_d d d_d = \left[\frac{-d_d^2}{2}\right]_d^0 = \int_0^t \frac{2 Nu k_g (T_g - T_{wb})}{\rho_d \lambda_{ev}} dt \quad (8)$$

$$t = \frac{\rho_d d_d^2 \lambda_{ev}}{4 Nu k_g (T_g - T_{wb})} \quad (9)$$

Balance en la fase vapor

$$\frac{dM_{V,i}}{dt} = F_{V,in} X_{V,in,i} - F_{V,out} X_{V,out,i} \quad \forall i \in C_V - C_{LV} \quad (10)$$

$$\frac{dM_{V,i}}{dt} = F_{V,in}X_{V,in,i} - F_{V,out}X_{V,out,i} + \sum_{j \in P_S} R_{drying,j,i} \quad \forall i \in C_{LV} \quad (11)$$

Masa total de vapor

$$M_{V,total} = \sum_{i \in C_V} M_{V,i} \quad (12)$$

Composición de la fase vapor

$$X_{V,i}M_{V,total} = M_{V,i} \quad i \in C_V \quad (13)$$

Como se supone mezcla perfecta en la cámara, la composición del vapor de salida es de suponer igual a la composición del vapor en el interior del sistema:

$$X_{V,out,i} = X_{V,i} \quad i \in C_V \quad (14)$$

Volumen de vapor

$$V_V = \sum_{i \in C_V} \frac{M_{V,i}}{\rho_{V,i}} \quad (15)$$

$$P_{out} = P_{in} \quad (16)$$

Balance de energía fase vapor:

$$\frac{dH_V}{dt} = \phi_{V,in} - \phi_{V,out} + \sum_{j \in P_S} \left( \sum_{i \in C_{LV}} R_{drying,j,i} C_{p,v,i} \right) (T_V - T_{ref}) - \sum_{j \in P_S} \sum_{z=1}^{N_{FV}} Z \left( \left( \frac{F_{s,dry,j,z}}{F_{s,dry,mon,j,z}} \right) h \int_{\tau=0}^{\tau_d} A_{s,j,z,\tau} (T_V - t_{s,j,z,\tau}) d\tau \right) \quad (17)$$

$$\phi_{V,in} = F_{V,in} \left( \sum_{i \in C_V} X_{V,in,i} C_{p,v,i} \right) (T_{V,in} - T_{ref}) \quad (18)$$

$$= F_{V,out} \left( \sum_{i \in C_V} X_{V,out,i} C_{p,v,i} \right) (T_{V,out} - T_{ref}) \quad (19)$$

$$T_{V,out} = T_V \quad (20)$$

Balances de la fase sólida:

Balance de humedad de equilibrio

$$-F_{s,dry,mon,j,z} \frac{\partial X_{S,j,i,\tau,z}}{\partial \tau} = R_{s,drying,mon,j,i,\tau,z} \quad i \in C_{LV}, j \in P_S \quad (21)$$

$$\tau \in (0, \tau_{max}), z = 1, \dots, N_{FV} X_{S,j,i,0} = X_{S,in,j,i}$$

La velocidad nominal de secado de las gotas

$$R_{s,drying,mon,j,i,\tau,z} = f_{s,j,i,\tau,z} = R_{unhindered} A_{s,mon,j,\tau,z} \quad (22)$$

$$i \in C_{LV}, j \in P_S, \tau \in [0, \tau_{max}], z = 1, \dots, N_{FV}$$

La velocidad de secado relativo se encuentra relacionado con el contenido de humedad de las gotas:

$$f_{S,j,i,\tau,z} = \max[0, \min(1, \phi_{S,j,i,\tau,z})] \quad i \in C_{LV}, j \in P_S$$

$$\tau \in [0, \tau_{max}], z = 1, \dots, N_{FV}$$

Después de resolver el modelo se reportan datos de contenido de humedad, tiempo de secado vs. Diámetro de la gota, algunos datos comportamentales cualitativos y otros cuantitativos, igualmente permite la comparación de resultados experimentales con datos teóricos. Como limitaciones identificadas se destacan que esta aproximación no contempla la modelización de la formación de costras, el modelamiento del ciclón y ni describe el comportamiento de secado dentro de las gotas.

## **C.Anexo: Modelos de secado por aspersión basados en números adimensionales y considerando boquilla de dos fluidos**

### **Modelo 1. Balance de masa y energía**

Conociendo las condiciones ambientales humedad relativa del aire, temperatura ambiente y el contenido de sólidos en las mieles alimentadas, y la humedad deseada en el producto en polvo obtenido, se puede realizar los balances de masa y calor y establecer la cantidad de aire de secado necesario para el proceso y las condiciones de salida tanto para el aire como al producto en polvo.

Los balances fueron realizados teniendo como base de cálculo, el flujo de alimento y a partir de los datos ambientales promedio: 19 °C de Temperatura, 45% de humedad relativa, presión atmosférica (560 mmHg.) y altitud sobre el nivel del mar de Bogotá (2630m). Para el aire, se evaluaron temperaturas entre 70°C y 160°C, con el fin de establecer si la cantidad de aire necesario para secar las mieles alimentadas se encontrara dentro del intervalo de operación del equipo de secado (Labplant SD-06), es decir, entre 10 y 30 las temperaturas de salida fueron las correspondientes experimentalmente entre 50°C y 90°C. Con el balance realizado se identificó que el máximo flujo del aire solo puede secar mieles alimentadas a un flujo < 2Kg miel/h y la eficiencia térmica es muy baja <50% para temperaturas de entrada del aire <100°C, siendo este el límite inferior.

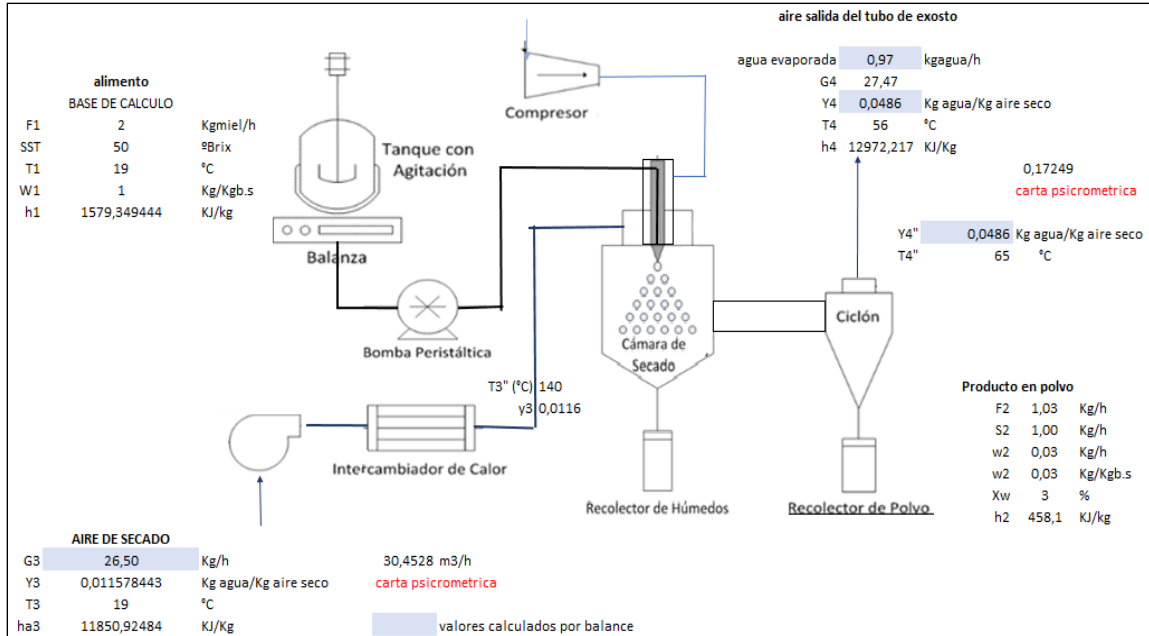


Figura C-1. Balance de materia y energía del secado por aspersion de mieles de caña.

El balance de masa global en la cámara de secado es:

$$F_1 \cdot (X_1 - X_2) = G_3 \cdot (Y_4 - Y_3) \quad (1)$$

Dónde:

$F_1$  (Kg/s): Flujo másico del alimento

$G_3$  (Kg/s): Flujo másico del aire de secado

$X_{1,2}$  (Kg agua/Kg): Humedad del alimento y del producto en polvo obtenido respectivamente

$Y_{3,4}$  (Kg agua/Kg aire seco): Humedad absoluta del aire a la entrada y a la salida respectivamente

El balance de calor en la cámara de secado es:

$$F_1 \cdot (h_{s1} - h_{s2}) = G_3 \cdot (H_{a4} - H_{a3}) \quad (2)$$

Dónde:

$H_{a1,2}$  (J/Kg): Entalpia del aire a la entrada y a la salida respectivamente

$h_{s1,2}$  (J/Kg): Entalpia del solido en el alimento y en el producto

Las propiedades para poder calcular las entalpías tanto para el aire como para los sólidos en el alimento se encuentran en la tabla C-1

**Tabla C-1.** Propiedades térmicas para las mieles de caña y el aire.

PROPIEDADES		
MIELES		
Densidad, kg/m <sup>3</sup>	$\rho(\text{g/ml}) = 6,7 \times 10^{-3} \cdot \text{SST} - 4,8 \times 10^{-4} \cdot T + 1,028$	(3.4)
Capacidad calorífica, J/kgK	$C_p(\text{J/(g}^\circ\text{K)}) = 17,39 - 0,03126 \cdot \text{SST} + 0,0046 \cdot T + 0,00013 \cdot T^2$	(3.8)
AIRE		
Densidad kg/m <sup>3</sup>	$(353,12832/\text{TA(K)}) \cdot ((1+Y)/(1+1,6 \cdot Y))$	
Capacidad calorífica J/kgK	$1,9327 \times 10^{-10} \cdot (\text{TA(k)})^4 - 7,9999 \times 10^{-7} \cdot (\text{TA(k)})^3 + 1,1407 \times 10^{-3} \cdot (\text{TA(k)})^2 - 0,4489 \cdot (\text{TA(k)}) + 1057,3$	
Viscosidad Pa.s	$(-0,00003 \cdot \text{TA(k)}^2 + 0,0687 \cdot \text{TA(k)} + 0,885) \cdot 1 \times 10^{-6}$	
AGUA PURA		
Capacidad calorífica, J/kg·C	$1,9211 \times 10^{-6} \cdot T_e(\text{K})^4 - 2,5648 \times 10^{-3} \cdot T_e(\text{K})^3 + 1,2905 \cdot T_e(\text{K})^2 - 289,55 \cdot T_e(\text{K}) + 28586$	
Entalpia de vaporización, J/kg	$3158100 - 2401,8 \cdot T_e(\text{K})$	

La entalpía de los sólidos a la entrada de la cámara de secado ( $h_{s1}$ ) se calcula: (Johansen Crosby, 1989)

$$h_{s1} = C_{pSS} \cdot (T_{s1} - T_0) + X_1 \cdot C_{pw} \cdot (T_{s1} - T_0) \quad (3)$$

Dónde:

$C_{pSS}$  ( ): Calor específico del sólido seco

$T_{s1,2}$  (K): Temperatura del sólido a la entrada y a la salida

$T_0$  (K): Temperatura de referencia (293 K)

La entalpía de los sólidos a la salida de la cámara de secado ( $h_{s2}$ ) se calcula: (Johansen Crosby, 1989)

$$h_{s2} = C_{pSS} \cdot (T_{s2} - T_0) + X_2 \cdot C_{pw} \cdot (T_{s2} - T_0) \quad (4)$$

Dónde:

$C_{pw}$  (J/Kg·K): Calor específico del agua

La entalpía del aire a la entrada de la cámara de secado ( $H_{a3}$ ) y a la salida de la cámara de secado ( $H_{a4}$ ) se calcula: (Johansen Crosby, 1989):

$$H_{a3} = (C_{pa} + C_v \cdot Y_1) \cdot (T_{a3} - T_0) + \lambda_0 \cdot Y_3 \quad (5)$$



$$H_{a4} = (C_{pa} + C_v \cdot Y_2) \cdot (T_{a4} - T_0) + \lambda_0 \cdot Y_2 \quad (6)$$

Dónde:

$C_{pa}$  (J/Kg\*K): Calor específico del aire seco

$C_v$  (J/Kg\*K): Calor específico del vapor de agua

$T_{a3,4}$  (K): Temperatura del aire a la entrada y a la salida

$\lambda_0$  (J/Kg): Entalpia de vaporización a la temperatura de referencia

Al sustituir la Ec. 6 en la Ec. 2 e igualarla con la Ec. 1 y despejar  $Y_2$  se obtiene:

$$Y_2 = \frac{[H_{a3} - C_{pa} \cdot (T_{a4} - T_0)](X_1 - X_2) + Y_1(h_{s2} - h_{s1})}{h_{s2} - h_{s1} + [C_v \cdot (T_{a4} - T_0) + \lambda_0] \cdot (X_1 - X_2)} \quad (7)$$

La presión parcial del agua ( $P_A$ ) se calcula:

$$P_A = \frac{Y_2 \cdot P_t \cdot M_B}{M_A + Y_2 \cdot M_B} \quad (8)$$

Dónde:

$P_A$  (Pa): Presión parcial del agua

$P_t$  (Pa): Presión total

$M_A$  (Kg/mol): Peso molecular del agua

$M_B$  (Kg/mol): Peso molecular del aire

La humedad relativa (%HR) se define como (Treybal, 2000):

$$\%HR = \frac{P_A}{P_0} * 100 \quad (9)$$

Dónde:

$\%HR$  (%): Humedad relativa

$P_0$  (Pa): Presión de referencia

## Modelos 2. Basado en Números adimensionales

La interacción gotas – aire de secado, se lleva a cabo una transferencia simultánea de calor y masa, por lo que el calor se transfiere del aire a la gota por convección y el vapor se transporta desde la gota al aire por convección a través de la capa límite de la gota. Si las velocidades de las gotas y del aire difieren debido al proceso de atomización ya sea por el tipo de atomización o por efecto de la turbulencia del aire, también hay un intercambio de impulso entre las gotas y el aire. Luego, las gotas siguen la corriente de aire y la velocidad el aire relativo a la gota se reduce. Inicialmente, la velocidad de evaporación de las gotas en la pulverización es casi constante. La temperatura del aire de secado disminuye rápidamente. La temperatura de la superficie de la gota es casi constante y puede estar representada por la temperatura del bulbo húmedo. La presión parcial del agua en la superficie de la gota también es casi constante durante este período. La mayor parte del agua se elimina durante este período. Con cierto contenido de humedad, la gota se transforma en partículas húmedas y el proceso cambia: la tasa de eliminación de humedad disminuye y la temperatura de la superficie de las partículas aumenta. Cuando la partícula se seca, su temperatura es cercana al gas circundante, es decir, a la temperatura de salida de la cámara de secado (Wisniewski, 2015; Zbicinski et al., 2002).

Cuando las gotas viajan juntas con la corriente de aire y la velocidad relativa de la gotita al aire es pequeña, entonces la transferencia de calor se puede aproximar con el número de Nusselt así:

Reynolds ( $Re$ ) = 0, porque la velocidad relativa es despreciable

$$Re = \frac{D \cdot V \cdot \rho_a}{\mu_a} ; Re = \frac{D \cdot \rho_a^3 \cdot (\rho_{agua} - \rho_a) \cdot g}{18 \cdot \mu_a^2} \quad (1)$$

Dónde:

D (m): Diámetro de la gota

V (m/s): Velocidad

$\rho_a$ (Kg/m<sup>3</sup>): Densidad del aire de secado

$\mu_a$  (Pa\*s): Viscosidad dinámica del aire de secado

$\rho_{agua}$  (Kg/m<sup>3</sup>): Densidad del agua

g (m/s<sup>2</sup>): Coeficiente gravitacional

Prandlt (Pr)

$$Pr = \frac{C_p * \mu_a}{K_d} \quad (2)$$

Dónde:

$C_p$  (J/Kg\*K): Capacidad calorífica

$K_d$  (W/m\*K): Conductividad térmica del aire.

Nusselt (Nu)

$$Nu = \frac{h_c * D}{K_d} \quad ; \quad Nu = 2 + 0,6 * Re^{0,5} Pr^{0,33} = h_c * Dd / k \quad (3)$$

Dónde:  $h_c$  (W/m<sup>2</sup>\*K): Coeficiente convectivo del aire de secado

Como Re es cero, entonces Nu=2

De igual forma el coeficiente de transferencia de masa se puede aproximar mediante el número de Sherwood:

Sherwood (Sh)

$$Sh = \frac{k_g * D}{D_v} \quad ; \quad Sh = 2 + 0,6 * Re^{0,5} Sc^{0,33} \quad ; \quad K_g = \frac{Sh * D_v}{D} \quad (4)$$

Como Re es cero, entonces Sh= 2

Dónde:  $k_g$  (): Coeficiente de transferencia de masa

De igual forma con el  $D_v$  - coeficiente de difusión; con el número de Schmidt

Schmidt (Sc)

$$Sc = \frac{\mu_a}{D_v * \rho_a} \quad ; \quad Sc = \frac{\mu_a}{D * V * \rho_a} \quad ; \quad D_v = \frac{\mu_a}{Sc * \rho_a} \quad (5)$$

Dónde:  $D_v$  (m<sup>2</sup>/s): Coeficiente de difusión

Los números de Weber y Ohnesorge permiten entender la variabilidad de las distribuciones del diámetro de partícula asociados a las propiedades del alimento.

Weber (We)

$$We = \frac{\rho_a * D * V^2}{T_s} \quad (6)$$

Dónde:

$T_s$  (N/m): Tensión superficial

Ohnesorge (Oh)

$$Oh = \frac{\mu_{liq}}{D * \rho_{liq} * T_s} \quad (7)$$

Dónde:

$\mu_{liq}$  (Pa\*s): Viscosidad dinámica de la miel

$\rho_{liq}$  (Kg/m<sup>3</sup>): Densidad de la miel

Otra aproximación que se puede realizar es considerar que la evaporación de gotas puede realizarse en caída libre, por lo que la velocidad relativa aire gota, puede ser reemplazada por la velocidad terminal

Velocidad terminal de la gota

$$V = \sqrt{\frac{4 * g * D * (\rho_{liq} - \rho_a)}{3 * \rho_a * C}} \quad ; \quad C_D = \frac{18,6}{Re^{0,6}} \quad (8)$$

Dónde:

$C_D$ : Coeficiente de arrastre

### Modelo Simple para un atomizador de dos fluidos mezcla externa

Las estimaciones anteriores son válidas para gotas con diámetros de partícula  $<100\mu\text{m}$  y con  $Nu=2$ , se puede encontrar el tiempo mínimo de vaporización de las gotas con la siguiente ecuación:

Tiempo mínimo de vaporización de gotas

$$t = \frac{\rho_{liq} * D^2 * \lambda_{ev}}{4 * Nu * K_g (T_a - T_{Bh})} \quad (9)$$

Dónde:

$\lambda_{ev}$  (J/Kg): Calor de vaporización

$T_{Bh}$  (K): Temperatura de bulbo húmedo

Tamaño de la gota para un atomizador de dos fluidos

$$\frac{D_{cm}}{D_d} = \left(1 + \frac{W_L}{W_{atm}}\right) * K_2 * \left(\frac{Oh}{We}\right)^{K_1} \quad (10)$$

Dónde:

$D_{cm}$  (m): Diámetro medio de la gota

$D_d$  (m): Diámetro del orificio del líquido

$W_L$  (Kg/s): Flujo másico del líquido

$W_{atm}$  (Kg/s): Flujo másico del aire de atomización

Posteriormente, se repiten los cálculos con otro diámetro de gota (disminuye a medida que se seca) y una temperatura consistente con el fenómeno de evaporación que se está realizando en la cámara



## Bibliografía

- (AOAC)., A. of official A. C. (2012). *Official methods of analysis of AOAC International*. (A. of A. Communities, Ed.) (17th ed.). Gaithersburg MD, USA.
- (ICONTEC), I. C. de N. T. y C. (1996). NTC 852 -1. Cereales. Determinacion de densidad en masa.
- Acuña, O. (2008). Panela granulada: isotermas de sorción de humedad, modelos de ajuste y calor de sorción.
- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B. ., & Truong, V. (2003a). In situ characterization of stickiness of sugar-rich foods using a linear actuator driven stickiness testing device. *Journal of Food Engineering*, 58(1), 11–22. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(02\)00328-X](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(02)00328-X)
- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B. R., & Truong, V. (2004). Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: Experiments and modelling. *Journal of Food Engineering*, 62(1), 53–68.
- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B. R., & Truong, V. (2003b). Characterization of the Surface Stickiness of Fructose–Maltodextrin Solutions During Drying. *Drying Technology*, 21(1), 17–34. <https://doi.org/10.1081/DRT-120017281>
- Adhikari, B., Howes, T., Lecomte, D., & Bhandari, B. R. (2005a). A glass transition temperature approach for the prediction of the surface stickiness of a drying droplet during spray drying. *Powder Technology*, 149(2–3), 168–179. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2004.11.007>
- Adhikari, B., Howes, T., Shrestha, A., & Bhandari, B. R. (2007). Effect of surface tension and viscosity on the surface stickiness of carbohydrate and protein solutions. *Journal of Food Engineering*, 79(4), 1136–1143. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.04.002>
- Adhikari, B., Howes, T., Wood, B. J., & Bhandari, B. R. (2009). The effect of low

- molecular weight surfactants and proteins on surface stickiness of sucrose during powder formation through spray drying. *Journal of Food Engineering*, 94(2), 135–143. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.01.022>
- Agrospectiva, & Fedepanela. (2011). Instantanización de panela por aglomeración. *Universidad Nacional de Colombia*.
  - Agrospectiva, & MINCIT. (2007). *Propuesta sobre posibilidades futuras de negocios para la cadena de la panela*. Bogotá.
  - Aguilera, J. M., del Valle, J. M., & Karel, M. (1995). Caking phenomena in amorphous food powders. *Trends in Food Science and Technology*, 6(5), 149. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(00\)89023-8](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(00)89023-8)
  - Alamilla-Beltrán, L., Chanona-Pérez, J. J., Jiménez-Aparicio, A. R., & Gutiérrez-López, G. F. (2005). Description of morphological changes of particles along spray drying. *Journal of Food Engineering*, 67(1–2), 179–184. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.05.063>
  - Alarcón, A. L. (2017). Estudio del comportamiento de propiedades fisicoquímicas, reológicas y térmicas de jugos y mieles de caña panelera.
  - Anandharamakrishnan, C., and S., P. I. (2015). 1 Introduction to spray drying. In *Spray Drying Techniques for Food Ingredient Encapsulation*.
  - Arias Giraldo, S., Ceballos Peñaloza, A. M., & Gutiérrez Mosquera, L. F. (2016). Determinación experimental de propiedades térmicas y físicas Para jugo de caña, miel y panela. *Vitae*.
  - ASTM Standard E1269. (2007). “Determining Specific Heat Capacity by DSC, 5432. <https://doi.org/10.1520/E1269>
  - Astolfi-Filho, Z., Telis, V. R. N., de Oliveira, E. B., Coimbra, J. S. dos R., & Telis-Romero, J. (2011). Rheology and fluid dynamics properties of sugarcane juice. *Biochemical Engineering Journal*, 260–265. Retrieved from <https://doi.org.ezproxy.unal.edu.co/10.1016/j.bej.2010.11.004%0Ahttp://hdl.handle.net/11449/72311>
  - AZTI Tecnalia. (2014). Tendencias alimentarias. Retrieved from <http://www.foodtrendtrotters.com/2014/03/14/tendencias-en-nutricion-y-salud/>
  - Bacio Parra, L. V. (2007). *Optimización Multi-Objetivo en el Problema de Metodología de Superficie Multi-Respuesta*. Centro de Investigación en



- Matemáticas, A. C. Retrieved from [https://cimat.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1008/69/2/TE\\_221.pdf](https://cimat.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1008/69/2/TE_221.pdf)
- Bayon, A., Valero, D., García-Bartual, R., Vallés-Morán, F. José, & López-Jiménez, P. A. (2016). Performance assessment of OpenFOAM and FLOW-3D in the numerical modeling of a low Reynolds number hydraulic jump. *Environmental Modelling & Software*, *80*, 322–335. <https://doi.org/10.1016/j.envsoft.2016.02.018>
  - Bhandari, B.R., & Howes, T. (1999). Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Engineering*, *40*(1–2), 71–79. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00039-4](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00039-4)
  - Bhandari, B. R., Datta, N., & Howes, T. (1997). Problems Associated With Spray Drying Of Sugar-Rich Foods. *Drying Technology*, *15*(2), 671–684. <https://doi.org/10.1080/07373939708917253>
  - Boonyai, P., Bhandari, B., & Howes, T. (2004). Stickiness measurement techniques for food powders: a review. *Powder Technology*, *145*(1), 34–46. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2004.04.039>
  - Carter, B. P., & Schmidt, S. J. (2012). Developments in glass transition determination in foods using moisture sorption isotherms. *Food Chemistry*, *132*(4), 1693–1698. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.06.022>
  - Castellanos, O. F., Torres, L. M., & Florez, D. H. (2010). *Agenda prospectiva de investigación y desarrollo tecnologico para la cadena productiva de la panela y su agroindustria en Colombia*. Bogotá.
  - Celis, T. (2017). UN COLOMBIANO CONSUME 19 KILOS DE PANELA CADA AÑO. *La Republica*, 21–23. Retrieved from <https://www.agronegocios.co/agricultura/un-colombiano-consume-19-kilos-de-panela-cada-ano-2622598>
  - Ceuterick, M., Vandebroek, I., Torry, B., & Pieroni, A. (2008). Cross-cultural adaptation in urban ethnobotany: The Colombian folk pharmacopoeia in London. *Journal of Ethnopharmacology*, *120*(3), 342–359. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2008.09.004>
  - Clavijo, María. (2010). *Estudio del efecto del uso de jugo de dos genotipos de caña de azúcar previamente descortezada y de la temperatura de la fuente de*

- calentamiento sobre el proceso en la elaboración de panela granulada*. Quito. <https://doi.org/10.3171/2015.7.JNS151408>
- Colina, J., Guerra, M., Guilarte, D., & Alvarado, C. (2008). Evaluación de la funcionalidad de panelas artesanales como antioxidante y fuente de minerales. *Archivos Latinoamericanos de Nutricion*, 62(25), 1–17. <https://doi.org/10.1021/jf020331q>
  - Colina, J., Guerra, M., Guilarte, D., & Alvarado, C. (2012). Contenido de polifenoles y capacidad antioxidante de bebidas elaboradas con panela. *Archivos Latinoamericanos de Nutricion*, 62(3), 303–310. Retrieved from <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84876776775&partnerID=tZOtx3y1>
  - Corpoica. (2003). *Elaboración manual de la panela granulada*.
  - Corpoica. (2007). *Guía tecnológica para el manejo integral del sistema productivo de la caña panelera*. Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, Colombia; Corpoica, Bogotá, Colombia. Retrieved from <http://www.panelamonitor.org/documents/519/guia-tecnologica-para-el-manejo-integral-del-siste/>
  - Cortes, M., Ciro, H. J., Rodríguez, E., & Largo, E. (2012). Secado por aspersión de concentrado de caña panelera: una tecnología apropiada para mejorar la competitividad de la cadena. *Universidad de Antioquia*, 119. Retrieved from <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=169823914009>
  - De Maria, G. (2013). Panela: The natural nutritional sweetener. *Agro Food Industry Hi-Tech*, 24(6), 44–48. Retrieved from [http://www.teknoscienze.com/articles/agro-food-industry-hi-tech-panela-the-natural-nutritional-sweetener.aspx#.VeCxFl\\_N8s](http://www.teknoscienze.com/articles/agro-food-industry-hi-tech-panela-the-natural-nutritional-sweetener.aspx#.VeCxFl_N8s)
  - Defraeye, T. (2014). Advanced computational modelling for drying processes – A review. *Applied Energy*, 131, 323–344. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2014.06.027>
  - Esparza, M., & Antonio, J. (1990). Determinación de la humedad de equilibrio en panela. *Agronomía Colombiana*, 7, 70–75. Retrieved from <http://www.panelamonitor.org/documents/575/determinacion-de-la-humedad-de-equilibrio-en-panel/>

- Euromonitor, I. (2015). The Sugar Backlash and its Effects on Global Consumer Markets.
- Expósito, I., & Bringas, M. (2013). Ciencia y Tecnología de Alimentos Tecnología Enero - abril ISSN 0864-4497, pp. 45-48, 23(1), 45–48.
- Fajardo, B. et al. (1999). Determinación de Algunas Propiedades Físicas y Mecánicas de la panela granulada. *Revista de Ingeniería e Investigación*, 43, 34–39. Retrieved from <http://www.bdigital.unal.edu.co/23983/1/21079-71436-1-PB.pdf>
- FAO. (2017). *The future of food and agriculture. Trends and challenges*. Roma. Retrieved from <http://www.fao.org/3/a-i6583e.pdf>
- FAOSTAT. (2017). FAOSTAT. Retrieved August 20, 2008, from <http://www.fao.org/faostat/es/#data/QC>
- Fedepanela. (2015). En el mercado novedosas bebidas instantáneas de panela. Retrieved from <http://www.fedepanela.org.co/index.php/publicaciones/noticias/88-novedosas-bebidas-instantaneas-de-panela-un-balance-ideal-entre-sabor-y-nutricion-1>
- Fedepanela. (2016). Centrales de mieles. Retrieved from <http://www.fedepanela.org.co/index.php/publicacion/noticias/>
- Fedepanela. (2018). *Cifras panela año 2017*.
- Fluent, A. (2016). *ANSYS Engineering Analysis System User's Manual* (17th ed.). Houston.
- Gahona, E. (2008). Introducción a la reología de alimentos. *Universidad de Serna*. Retrieved from [http://datateca.unad.edu.co/contenidos/211613/Reologia\\_en\\_alimentos.pdf](http://datateca.unad.edu.co/contenidos/211613/Reologia_en_alimentos.pdf)
- García, A. A. D., & Castañeda, P. D. R. (2002). Análisis de las viscosidades de mieles y masas cocidas de las provincias de Santiago de Cuba y las tunas con vistas a establecer las variaciones más esperadas con la temperatura. *Tecnología Química*, XXII(2), 49-58. ISSN 0041-8420.
- García C., J. . (2017). *Juliana María García Chacón*.
- Garcia, H., Peña, A., López, R., Duran, E., & Olvera, G. (2010). *Desarrollo de un sistema de evaporación y concentración de jugos de múltiple efecto para mejorar la eficiencia térmica y productividad y disminuir el impacto ambiental en*

*la producción de panela.*

- Garcia, H. R. (1997). Caracterización nutricional de la panela. *Corpoica*.
- García, J. M., Narváez, P. C., Heredia, F. J., Orjuela, Á., & Osorio, C. (2017). Physicochemical and sensory (aroma and colour) characterisation of a non-centrifugal cane sugar (“panela”) beverage. *Food Chemistry*, 228, 7–13. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.134>
- GEA NIRO. (2012). The spray drying process. Retrieved February 15, 2014, from <http://www.niro.com/niro/cmsdoc.nsf/WebDoc/ndkk5hmc6zSprayDryersSprayDryers>
- GEA NIRO. (2018). spray drying. Small-scale solutions for R&D and production.
- Gianfrancesco, A. (2009). *SPRAY DRYING ENGINEERING: PARTICLE STICKINESS IN RELATION WITH AGGLOMERATION*. Thèse. l'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement. Retrieved from <https://tel.archives-ouvertes.fr/pastel-00005602/document>
- Goula, A. M., & Adamopoulos, K. G. (2005). Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. *Journal of Food Engineering*, 66(1), 35–42. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.02.031>
- Guerra, M. J., & Mujica, M. V. (2010). Physical and chemical properties of granulated cane sugar “panelas.” *Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 30(1), 250–257. Retrieved from [http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0101-20612010000100037](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0101-20612010000100037)
- Guerrero Useda, M., & Escobar Guzmán, J. (2015). Eficiencia técnica de la producción de panela The technical efficiency of Non Centrifugal Sugar production. *Journal of Technology*, 14(1), 107–116.
- Guevara L., M. A., & Belalcázar C., L. . (2017). NGL supersonic separator: modeling, improvement, and validation and adjustment of k-epsilon RNG modified for swirl flow turbulence model. *Revista Facultad de Ingeniería*, (82), 82–93. <https://doi.org/10.17533/udea.redin.n82a11>
- Gutiérrez S., J. A. (2015). Modelación CFD y validación experimental del proceso de evaporación de agua en un secador por aspersión, 141. Retrieved

- from <http://www.bdigital.unal.edu.co/51629/>
- Gutiérrez Suárez, J. A. (2015). Modelación CFD y validación experimental del proceso de evaporación de agua en un secador por aspersion, 141. Retrieved from <http://www.bdigital.unal.edu.co/51629/>
  - Guzmán G., S. P., & Castaño C., J. J. (2002). Secado por atomización del jugo de la caña de azúcar 1. *Cenicafè*, 53(4), 327–333. Retrieved from <http://www.cenicafe.org/es/publications/arc053%252804%2529327-333.pdf>
  - Hari, K., Jebitta, S. R., & Sivaraman, K. (2013). Production and characterization of sugarcane juice powder, 3, 20–34.
  - Hernández Ceja, Y. (2014). *Elaboración de panela blanca a partir de jugo de caña purificado con carbón activado de bagazo y ultrafiltración*. Universidad Veracruzana. Retrieved from <http://www.panelamonitor.org/media/docrepo/document/files/elaboracion-de-panela-blanca-a-partir-de-jugo-de-cana-purificado-con-carbon-activado-de-bagazo-y-ultrafiltracion.pdf>
  - Hines, W. W., & Montgomery, D. C. (1996). *Probabilidad y estadística para ingeniería y administración* (Tercera ed). México: compañía editorial continental, S.A. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
  - ICBF. (2015). Tabla de Composición de Alimentos Colombianos.
  - Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). (2009). NTC 1311- Productos agrícolas. Panela.
  - Intipunya, P., Shrestha, A., Howes, T., & Bhandari, B. (2009). A modified cyclone stickiness test for characterizing food powders. *Journal of Food Engineering*, 94(3–4), 300–306. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.03.024>
  - Jaffé, W. (2012). Azúcar no-centrifugada (Panela): producción mundial y comercio. *Panela Monitor*, 48.
  - Jaffé, W. R. (2012). Health Effects of Non-Centrifugal Sugar (NCS): A Review. *Sugar Tech*, 14(2), 87–94. <https://doi.org/10.1007/s12355-012-0145-1>
  - Jaffé, W. R. (2015). Nutritional and functional components of non centrifugal cane sugar: A compilation of the data from the analytical literature. *Journal of Food Composition and Analysis*, 43. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2015.06.007>
  - Jagannadha Rao, P. V. K., Das, M., & Das, S. K. (2009). Changes in physical

- and thermo-physical properties of sugarcane, palmyra-palm and date-palm juices at different concentration of sugar. *Journal of Food Engineering*, 90(4), 559–566.
- Jagannadha Rao, P. V. K., Das, M., & S.K. Das. (2008). Thermophysical Properties of Sugarcane, Palmyra Palm, and Date-palm Granular Jaggery. *International Journal of Food Properties*, 11(4). Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1080/10942910701671281>
  - Jagannadha Rao, Polamarasetty V K, Das, M., & Das, S. K. (2010). Effect of moisture content on glass transition and sticky point temperatures of sugarcane, palmyra-palm and date-palm jaggery granules. *International Journal of Food Science and Technology*, 45(1), 94–104. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2009.02108.x>
  - Jaskulski, M., Wawrzyniak, P., & Zbiciński, I. (2018). CFD simulations of droplet and particle agglomeration in an industrial counter-current spray dryer. *Advanced Powder Technology*, 29(7), 1724–1733. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2018.04.007>
  - Jayasundera, M., Adhikari, B., Adhikari, R., & Aldred, P. (2011). The effect of protein types and low molecular weight surfactants on spray drying of sugar-rich foods. *Food Hydrocolloids*, 25(3), 459–469. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2010.07.021>
  - Jayasundera, M., Adhikari, B., Aldred, P., & Ghandi, A. (2009). Surface modification of spray dried food and emulsion powders with surface-active proteins: A review. *Journal of Food Engineering*, 93(3), 266–277. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.01.036>
  - Jayasundera, Mithila, Adhikari, B., Adhikari, R., & Aldred, P. (2011). The effects of proteins and low molecular weight surfactants on spray drying of model sugar-rich foods: Powder production and characterisation. *Journal of Food Engineering*, 104(2), 259–271. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.12.017>
  - Jayasundera, Mithila, Adhikari, B., Howes, T., & Aldred, P. (2011). Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation. *Food Chemistry*, 128(4), 1003–1016. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.006>
  - Jayasundera, Mithila, Adhikari, B., Howes, T., & Aldred, P. (2014). Corrigendum

- to “Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation” [Food Chemistry 128 (2013) 1003–16]. *Food Chemistry*, 151, 161. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.11.017>
- Jiménez, N., Bohuon, P., Dornier, M., Bonazzi, C., Pérez, A. M., & Vaillant, F. (2012). Effect of water activity on anthocyanin degradation and browning kinetics at high temperatures (100–140°C). *Food Research International*, 47(1), 106–115. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.02.004>
  - Johansen Crosby, E. (1989). SPRAY DRYING HANDBOOK. *Drying Technology*.
  - Karthikeyan, J., & Samipillai, S. S. (2010). Sugarcane in therapeutics. *Journal of Herbal Medicine and Toxicology*, 4, 9–14. Retrieved from <http://www.panelamonitor.org/media/docrepo/document/files/sugar-cane-in-therapeutics.pdf>
  - Kemp, I. C., Hartwig, T., Herdman, R., Hamilton, P., Bisten, a., & Bermingham, S. (2015). Spray Drying with a Two-Fluid Nozzle to Produce Fine Particles: Atomisation, Scale-Up and Modelling. *Drying Technology*, 3937(November), 07373937.2015.1103748. <https://doi.org/10.1080/07373937.2015.1103748>
  - Kemp, Ian C., Wadley, R., Hartwig, T., Cocchini, U., See-Toh, Y., Gorringer, L., ... Ricard, F. (2013). Experimental Study of Spray Drying and Atomization with a Two-Fluid Nozzle to Produce Inhalable Particles. *Drying Technology*. <https://doi.org/10.1080/07373937.2012.710693>
  - Keshani, S., Daud, W. R. W., & Nourouzi, M. M. (2015). Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. *Journal of Food Engineering*, 146, 152–162. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.09.004>
  - Keshani, S., Daud, W. R. W., Nourouzi, M. M., Namvar, F., & Ghasemi, M. (2015). Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. *Journal of Food Engineering*, 146, 152–162. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.09.004>
  - Keshani, S., Montazeri, M. H., Daud, W. R. W., & Nourouzi, M. M. (2015). CFD Modeling of Air Flow on Wall Deposition in Different Spray Dryer Geometries. *Drying Technology*. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.966201>

- Khaleel Abdul Fattah Mahmoud Al-Hasan. (2000). *Effect of storage on flavour, colour and other sensory qualities of sugarcane juice*. University of Putra, Malaysia. Retrieved from [http://psasir.upm.edu.my/8426/1/FSMB\\_2000\\_17\\_A.pdf](http://psasir.upm.edu.my/8426/1/FSMB_2000_17_A.pdf)
- Khuenpet, K., Charoenjarasrerk, N., & Jaijit, S. (2016). Investigation of suitable spray drying conditions for sugarcane juice powder production with an energy consumption study. *Agriculture and Natural Resources*, 50(2), 139–145. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.anres.2015.08.003>
- Krishnaiah, D., Nithyanandam, R., & Sarbatly, R. (2014). A critical review on the spray drying of fruit extract: effect of additives on physicochemical properties. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 54(4), 449–473. <https://doi.org/10.1080/10408398.2011.587038>
- Kuei-Yuan Chien. (1982). Predictions of channel and boundary layer flows with a low Reynolds number turbulence model. *AIAA Journal*, 20.
- Kuriakose, R., & Anandharamakrishnan, C. (2010). Computational fluid dynamics (CFD) applications in spray drying of food products. *Trends in Food Science & Technology*, 21(8), 383–398. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2010.04.009>
- Labplant UK. (2004). SD-06 Spray dryer. Labplant. Assembly & operating instructions.
- Labuza, T. P., & Altunakar, B. (2006). 5 *Water Activity Prediction and Moisture Sorption Isotherms. Water Activity in Foods* (Vol. 100). <https://doi.org/10.1002/9780470376454.ch5>
- Langley, S. (2014). Negative attitude towards sugar changes consumer choices, research. *Australian Food News*. Retrieved from <http://ausfoodnews.com.au/2014/11/26/negative-attitude-towards-sugar-changes-consumer-choices-research.html>
- Langrish, T. A. G., & Fletcher, D. F. (2001). Spray drying of food ingredients and applications of CFD in spray drying. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 40(4), 345–354. [https://doi.org/10.1016/S0255-2701\(01\)00113-1](https://doi.org/10.1016/S0255-2701(01)00113-1)
- Langrish, T. A. G., & Fletcher, D. F. (2003). Prospects for the Modelling and



- Design of Spray Dryers in the 21st Century. *Drying Technology*, 21(2), 197–215. <https://doi.org/10.1081/DRT-120017743>
- Largo A., E., Cortés R., M., & Ciro V., H. J. (2014). The adsorption thermodynamics of sugarcane (*saccharum officinarum* L.) powder obtained by spray drying technology. *VITAE, Revista de La Facultad de Química Farmacéutica*, 21(3), 165–177.
  - Largo A., E., Cortés R., M., & Ciro V., H. J. (2015). Influence of Maltodextrin and Spray Drying Process Conditions on Sugarcane Juice Powder Quality. *Revista Facultad Nacional de Agronomía*, 68(1), 7509–7520. Retrieved from <http://www.revistas.unal.edu.co/index.php/refame/article/viewFile/47839/49365>
  - Lee, K. Y., Nurok, D., & Zlatkis, A. (1979). Determination of glucose, fructose and sucrose in molases by high-performance thin-layer chromatography. *Journal of Chromatography A*, 174(1), 187–193. [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(00\)87049-1](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(00)87049-1)
  - Lin, J.-C., & Gentry, J. (2003). Spray Drying Drop Morphology: Experimental Study. *Aerosol Science and Technology*.
  - Madariya, P. B., & Rao, K. J. (2012). A Study on Utilisation of Whey in Jaggery Production. *Sugar Tech*, 14(3), 295–303.
  - MADR, M. de A. y D. (2018). *Datos estadísticos cadena panela*. Retrieved from <http://www.agronet.gov.co/Paginas/Resultados-de-busqueda.aspx?k=panela>
  - Maldonado Valderrama, J. (2006). *Caracterización interfacial de proteínas y tensioactivos: aplicación a dispersiones alimentarias*. Grupo de física de fluidos y biocoloides (Vol. Ph.D).
  - Mathlouthi, M., & Rogé, B. (2003). Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders. *Food Chemistry*, 82(1), 61–71. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00534-4](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00534-4)
  - Meerod, K., Weerawatanakorn, M., & Pansak, W. (2019). Impact of Sugarcane Juice Clarification on Physicochemical Properties, Some Nutraceuticals and Antioxidant Activities of Non-centrifugal Sugar. *Sugar Tech*, (3), 471., 3, 471. <https://doi.org/10.1007/s12355-018-0646-7>.
  - Mestry, A. P., Mujumdar, A. S., & Thorat, B. N. (2011). Optimization of Spray Drying of an Innovative Functional Food: Fermented Mixed Juice of Carrot and

- Watermelon. *Drying Technology*, 29, 1121–1131. <https://doi.org/10.1080/07373937.2011.566968>
- Mezhericher, M., Levy, A., & Borde, I. (2010). Spray drying modelling based on advanced droplet drying kinetics. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 49(11), 1205–1213. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2010.09.002>
  - Minea, V. (2017). *Computational fluid dynamics simulation of Spray Dryers*. (Arun S. Mujumdar, Ed.) (Vol. 2). New York: CRC Press.
  - Ministerio de protección Social. (2006). Resolución 779 DE 2006, 2006(Marzo 17), 1–19.
  - Ministerio de salud. (2016). Resolución número 3803 de 2016 - Recomendaciones de ingesta de energía y nutrientes (RIEN) para la población Colombiana. 22 De Agosto, 26. Retrieved from [https://www.minsalud.gov.co/Normatividad\\_Nuevo/Resolución\\_3803\\_de\\_2016.pdf](https://www.minsalud.gov.co/Normatividad_Nuevo/Resolución_3803_de_2016.pdf)
  - Ministerio de Salud y Protección Social, M. (2012). *Concepto científico acrilamida en panela*. Retrieved from <https://www.minsalud.gov.co/sites/rid/Lists/BibliotecaDigital/RIDE/IA/INS/Concepto-acrilamida-panela.pdf>
  - Mosquera, L. H. M. (2010). *Influencia de la humedad y de la adición de solutos (maltodextrina o goma arábica) en las propiedades fisicoquímicas de borjón y fresa en polvo*. Universidad Politécnica de Valencia.
  - Mujica, M. V., Guerra, M., & Soto, N. (2008). Efecto de la variedad, lavado de la caña y temperatura de punteo sobre la calidad de la panela granulada. *Interciencia*, 33(8), 598–603. Retrieved from <http://www.redalyc.org/pdf/339/33933808.pdf>
  - Mujumbar, A. S. (2006). *Handbook of Industrial Drying*.
  - Mujumdar, A S. (2015). *Classification and Selection of industrial dryers*.
  - Muzaffar, K., & Kumar, P. (2015). Parameter optimization for spray drying of tamarind pulp using response surface methodology. *Powder Technology*, 279. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.010>
  - Nakasone, Yukio; Ikema, Yoichiro; Kobayashi, A. (1990). Changes in the

- composition of amino acids during manufacturing process of non-centrifuged cane sugar (Kokuto). *Science Bulletin of the College of Agriculture, U. of the Ryukyus*, 37, 35–39. Retrieved from [http://www.panelamonitor.org/media/docrepo/document/files/changes-in-the-composition-of-amino-acids-during-manufacturing-process-of-non-centrifugal-cane-sugar-\(kokuto\).pdf](http://www.panelamonitor.org/media/docrepo/document/files/changes-in-the-composition-of-amino-acids-during-manufacturing-process-of-non-centrifugal-cane-sugar-(kokuto).pdf)
- Naranjo, W. (2008). *Caracterización reológica y térmica de dos variedades de caña*. Universidad Técnica de Ambato.
  - Nielsen, S. (2001). *food analysis* (Vol. 40). [https://doi.org/10.1002/1521-3773\(20010316\)40:6<9823::AID-ANIE9823>3.3.CO;2-C](https://doi.org/10.1002/1521-3773(20010316)40:6<9823::AID-ANIE9823>3.3.CO;2-C)
  - Noor Afiqah Md Noor, Maizura Murad, & E. M. E. (2018). Physicochemical, antioxidant and microbial properties of fresh black stem sugarcane juice with addition of calamansi juice. *Sains Malaysiana*, 47(9), 2047–2054. Retrieved from [http://journalarticle.ukm.my/12393/%0Ahttp://www.ukm.my/jsm/english\\_journals/vol47num9\\_2018/contentsVol47num9\\_2018.html](http://journalarticle.ukm.my/12393/%0Ahttp://www.ukm.my/jsm/english_journals/vol47num9_2018/contentsVol47num9_2018.html)
  - Normand, V., Subramaniam, A., & Donnelly, J. (2013). Spray drying: Thermodynamics and operating conditions. *Carbohydrate Polymers*, 97(2), 489–495. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.04.096>
  - Oakley, D. E., & Bahu, R. E. (1993). Computational modelling of spray dryers. *Computers & Chemical Engineering*, 17, S493–S498. [https://doi.org/10.1016/0098-1354\(93\)80271-N](https://doi.org/10.1016/0098-1354(93)80271-N)
  - Osorio, G. (2007). *Buenas prácticas agrícolas -BPA- y buenas prácticas de manufactura -BPM- en la producción de caña y panela*.
  - Palacios C, L. M. (2012). *Factibilidad técnica para la obtención de panela porcionada de alta velocidad de disolución a nivel de trapiche*. Universidad Nacional de Colombia. Retrieved from <http://www.bdigital.unal.edu.co/7834/>
  - Palzer, S. (2005). The effect of glass transition on the desired and undesired agglomeration of amorphous food powders. In *Chemical Engineering Science* (Vol. 60, pp. 3959–3968).
  - Parada Díaz, R. L. (2010). *Adición de maltodextrina o goma arábica a pulpa de fresa para la obtención de polvos liofilizados estables durante el*

*almacenamiento*. Universidad de las Américas Puebla.  
<https://doi.org/4061045811781>

- Patel, K. C., Chen, X. D., Lin, S. X. Q., & Adhikari, B. (2009). A composite reaction engineering approach to drying of aqueous droplets containing sucrose, maltodextrin (DE6) and their mixtures. *AIChE Journal*, *55*(1), 217–231. <https://doi.org/10.1002/aic.11642>
- Patel, R. P., Patel, M. P., & Suthar, A. M. (2009). Spray Drying Technology: an overview. *Indian Journal of Science and Technology*. Retrieved from <http://sdmimdjournal.in/index.php/indjst/article/view/30719>
- Peña, A. (2009). *Determinación de propiedades fisicoquímicas de jugos y mieles de caña panelera*. Universidad Nacional de Colombia.
- Phanikumar, H. K. (2011). Sugarcane juice powder by spray drying technique. *Science Tech Entrepreneur*, *5*. Retrieved from <http://www.panelamonitor.org/media/docrepo/document/files/sugarcane-juice-powder-by-spray-drying-technique.pdf>
- Pinto, M., Kemp, I., Bermingham, S., Hartwig, T., & Bisten, A. (2014). Development of an axisymmetric population balance model for spray drying and validation against experimental data and CFD simulations. *Chemical Engineering Research and Design*, *92*(4), 619–634. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2013.12.019>
- Prada, E., Garcia, H. R., & Chaves, 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 Effects of evaporation pressure and antifoam concentration and the use of a flocculant and adjuvant on the. *Corpoica Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, *15*, 153–172.
- Qudsieh, H. Y. M., Yusof, S., Osman, A., & Rahman, R. A. (2001). Physico-chemical changes in sugarcane (*Saccharum officinarum* var yellow cane) and the extracted juice at different portions of the stem during development and maturation. *Food Chemistry*, *75*(2), 131–137. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(00\)00294-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(00)00294-6)
- Quesada, A., Afschar, A., & Wagner, F. (1994). Microbial production of propionic acid and vitamin B12 using molasses or sugar. *Applied Microbiology and Biotechnology*, *41*(4), 378–383. <https://doi.org/10.1007/BF00939023>

- Rao, P. V. K. J., Das, M., & Das, S. K. (2007). Jaggery – A Traditional Indian Sweetener. *Indian Journal of Traditional Knowledge*, 6(January), 95–102. Retrieved from [http://nopr.niscair.res.in/bitstream/123456789/854/1/IJTK\\_6\(1\)\(2007\)\\_95-102.pdf](http://nopr.niscair.res.in/bitstream/123456789/854/1/IJTK_6(1)(2007)_95-102.pdf)
- Revelo, D. (2014). Microencapsulación de tomate de árbol (*Solanum betaceum* Cav.) mediante spray drying para aplicación en productos lácteos., 21.
- Rodriguez, G., Garcia, H., & Roa Diaz, santacoloma, P. (2004). *Producción de panela como estrategia de diversificación en la generación de ingresos en áreas rurales de América Latina Producción de panela como estrategia de diversificación en áreas rurales de America Latina*. Roma: FAO. Retrieved from [http://www.fao.org/fileadmin/user\\_upload/ags/publications/AGSF\\_WD6s.pdf](http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/ags/publications/AGSF_WD6s.pdf)
- Rojas, C., Tripaldi, P., & Dután, H. (2010). Desarrollo y optimización de una infusión aromática tipo tisana aplicando diseño de Plackett-Burman y optimización de máxima pendiente. *Revista de Ciencias*, 14, 103–115.
- Roos, Y. (1993). Melting and glass transitions of low molecular weight carbohydrates. *Carbohydrate Research*, 238, 39–48. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(93\)87004-C](https://doi.org/10.1016/0008-6215(93)87004-C)
- Roos, Y. H. (2003). Thermal analysis, state transitions and food quality. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 71(1), 197–203. Retrieved from <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0037288959&partnerID=tZOtx3y1>
- Roos, Yrjö H. (2002). Importance of glass transition and water activity to spray drying and stability of dairy powders. *Le Lait*, 82(4), 475–484. <https://doi.org/10.1051/lait>
- Roos, Yrjö H. (2007). *Water Activity in Foods*. (G. V. Barbosa-Cnovas, A. J. Fontana, S. J. Schmidt, & T. P. Labuza, Eds.), *Water Activity in Foods: Fundamentals and Applications*. Oxford, UK: Blackwell Publishing Ltd. <https://doi.org/10.1002/9780470376454>
- Ruano Uscategui, D. C., Ciro Velásquez, H., & Sepulveda Valencia, U. (2018). Estudio cinético de algunas características de calidad de un producto en polvo obtenido mediante secado por aspersion a partir de jugo de caña panelera y concentrado proteico de lactosuero dulce. *Revista UIS Ingenierías*, 17(2), 127–

140. <https://doi.org/10.18273/revuin.v17n2-2018012>
- Ruiz, P. C. (2014). *Comparación del método HPLC y método de infrarrojos para la determinación de azúcares en la miel*. Universidad de La Rioja.
  - Saavedra-Leos, M. Z., Alvarez-Salas, C., Esneider-Alcalá, M. A., Toxqui-Terán, A., Pérez-García, S. A., & Ruiz-Cabrera, M. A. (2012). Towards an improved calorimetric methodology for glass transition temperature determination in amorphous sugars. *CyTA - Journal of Food*, 10(4), 258–267. <https://doi.org/10.1080/19476337.2011.639960>
  - Saavedra-Leos, M. Z., Grajales-Lagunes, A., González-García, R., Toxqui-Terán, A., Pérez-García, S. a, Abud-Archila, M. a, & Ruiz-Cabrera, M. a. (2012). Glass transition study in model food systems prepared with mixtures of fructose, glucose, and sucrose. *Journal of Food Science*, 77(5), E118-26. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2012.02678.x>
  - Sadripour, M., Rahimi, A., & Hatamipour, M. S. (2014). CFD modeling and experimental study of a spray dryer performance. *Chemical Product and Process Modeling*, 9(1), 15–24. <https://doi.org/10.1515/cppm-2013-0034>
  - Sander, A., & Penović, T. (2014). Droplet size distribution obtained by atomization with two-fluid nozzles in a spray dryer. *Chemical Engineering and Technology*, 37(12), 2073–2084. <https://doi.org/10.1002/ceat.201400185>
  - Santhalakshmy, S., Don Bosco, S. J., Francis, S., & Sabeena, M. (2015). Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder. *Powder Technology*, 274, 37–43. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.01.016>
  - SENA. (2014). La cadena productiva de la caña panelera y la sostenibilidad. Retrieved from <http://comunidad.udistrital.edu.co/ieud/files/2014/11/Presentaci%25C3%25B3n-Cadena-Productiva-de-La-Panela.pdf>
  - Shi, Q., Fang, Z., & Bhandari, B. (2013). Effect of Addition of Whey Protein Isolate on Spray-Drying Behavior of Honey with Maltodextrin as a Carrier Material. *Drying Technology*. <https://doi.org/10.1080/07373937.2013.783593>
  - Shishir, M. R. I., & Chen, W. (2017). Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends in Food Science and Technology*,

- 65, 49–67. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.05.006>
- Sho, H. (2001). History and characteristics of Okinawan longevity food. *Asia Pacific Journal of Clinical Nutrition*, 10(2), 159–164.
  - SIOC. (2010). *Acuerdo de competitividad cadena agroindustrial de la panela*.
  - Skripnikov, D. (2016). *Spray Droplet Size Distribution measurement*. Lappeenranta University of Technology School.
  - Superintendencia de Industria y Comercio(SIC). (2012). *Cadena productiva de la panela en Colombia: diagnóstico de libre competencia (2010-2012)*. Retrieved from [http://www.sic.gov.co/recursos\\_user/documentos/promocion\\_competencia/Estudios\\_Economicos/Panela2012.pdf](http://www.sic.gov.co/recursos_user/documentos/promocion_competencia/Estudios_Economicos/Panela2012.pdf)
  - Tiwari, G. N., Prakash, O., & Kumar, S. (2004). Evaluation of convective heat and mass transfer for pool boiling of sugarcane juice. *Energy Conversion and Management*, 45(2), 171–179. [https://doi.org/10.1016/S0196-8904\(03\)00143-2](https://doi.org/10.1016/S0196-8904(03)00143-2)
  - Tontul, I., & Topuz, A. (2017). Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends in Food Science and Technology*, 63, 91–102. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.03.009>
  - Tran, T. T. H., Jaskulski, M., & Tsotsas, E. (2017). Reduction of a model for single droplet drying and application to CFD of skim milk spray drying. *Drying Technology*, in press.(0), 1–13. <https://doi.org/10.1080/07373937.2016.1263204>
  - Triana, N. (2015). *Secado por aspersión vs panela en polvo*.
  - Truong, V., Bhandari, B. R., & Howes, T. (2005a). Optimization of co-current spray drying process for sugar-rich foods. Part II—Optimization of spray drying process based on glass transition concept. *Journal of Food Engineering*, 71(1), 66–72. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.10.018>
  - Truong, V., Bhandari, B. R., & Howes, T. (2005b). Optimization of co-current spray drying process of sugar-rich foods. Part I—Moisture and glass transition temperature profile during drying. *Journal of Food Engineering*, 71(1), 55–65. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.10.017>
  - Turchiuli, C., Gianfrancesco, A., Palzer, S., & Dumoulin, E. (2011). Evolution of particle properties during spray drying in relation with stickiness and

- agglomeration control. *Powder Technology*, 208(2), 433–440.  
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2010.08.040>
- Valayetham, K. A. L. (2009). *Development of spray dried sugar cane powder*. Universiti Malaysia Pahang.
  - Vehring, R., Foss, W. R., & Lechuga-Ballesteros, D. (2007b). Particle formation in spray drying. *Journal of Aerosol Science*, 38(7), 728–746.  
<https://doi.org/10.1016/j.jaerosci.2007.04.005>
  - Verma, a. K., Singh, S., Singh, S., & Dubey, A. (2012). 16S rDNA Sequence Based Characterization of Bacteria in Stored Jaggery in Indian Jaggery Manufacturing Units. *Sugar Tech*, 14(4), 422–427.  
<https://doi.org/10.1007/s12355-012-0162-0>
  - Verma, V. K., & Narain, M. (1990). Moisture absorption isotherms of jaggery. *Journal of Stored Products Research*, 26(2), 61–66.  
[https://doi.org/10.1016/0022-474X\(90\)90001-9](https://doi.org/10.1016/0022-474X(90)90001-9)
  - Vicente, J., Pinto, J., Menezes, J., & Gaspar, F. (2013). Fundamental analysis of particle formation in spray drying. *Powder Technology*, 247, 1–7.
  - Wang, S., & Langrish, T. (2009). A review of process simulations and the use of additives in spray drying. *Food Research International*, 42(1), 13–25.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2008.09.006>
  - Wang, Shuosi, & Langrish, T. (2010). The Use of Surface Active Compounds as Additives in Spray Drying. *Drying Technology*, 28(3), 341–348.  
<https://doi.org/10.1080/07373931003641404>
  - Wang, Shuosi, Langrish, T., & Adhikari, B. (2013). A Multicomponent Distributed Parameter Model for Spray Drying: Model Development and Validation with Experiments. *Drying Technology*, 31(13–14), 1513–1524.  
<https://doi.org/10.1080/07373937.2013.813533>
  - Wisniewski, R. (2015). Spray Drying Technology Review, (July), 1–46.
  - Woo, M.W., Daud, W. R. W., Tasirin, S. M., & Talib, M. Z. M. (2009). Controlling food powder deposition in spray dryers: Wall surface energy manipulation as an alternative. *Journal of Food Engineering*, 94(2), 192–198.  
<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.10.001>
  - Woo, Meng Wai, Daud, W. R. W., Mujumdar, A. S., Talib, M. Z. M., Hua, W. Z.,



- & Tasirin, S. M. (2008). Comparative study of droplet drying models for CFD modelling. *Chemical Engineering Research and Design*, 86(9), 1038–1048. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2008.04.003>
- Woo, Meng Wai, Daud, W. R. W., Tasirin, S. M., & Talib, M. Z. M. (2008). Amorphous particle deposition and product quality under different conditions in a spray dryer. *Particuology*, 6(4), 265–270. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2008.03.008>
  - Wrolstad, R. E., & Smith, D. E. (1959). *Food Analysis*. *Nature* (Vol. 184). <https://doi.org/10.1038/1841347a0>
  - Xia, B., & Sun, D.-W. (2002). Applications of computational fluid dynamics (CFD) in the food industry: a review. *Computers and Electronics in Agriculture*, 34(1–3), 5–24. [https://doi.org/10.1016/S0168-1699\(01\)00177-6](https://doi.org/10.1016/S0168-1699(01)00177-6)
  - Zbicinski, I., Delag, A., Strumillo, C., & Adamiec, J. (2002). Advanced experimental analysis of drying kinetics in spray drying. In *Chemical Engineering Journal* (Vol. 86, pp. 207–216).