

2018

LIOFILIZACIÓN DE FRUTILLAS ENTERAS (FRAGARIA ANANASSA DUCH): EFECTO DE MICRO-PERFORACIONES REALIZADAS CON TECNOLOGÍA LASER DE CO₂ EN EL TIEMPO DE SECADO PRIMARIO

KUSCH GARCÍA, CYNTHIA ROCÍO BELÉN

<https://hdl.handle.net/11673/46132>

Repositorio Digital USM, UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARIA

UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AMBIENTAL
VALPARAÍSO – CHILE



**“LIOFILIZACIÓN DE FRUTILLAS ENTERAS
(*FRAGARIA ANANASSA DUCH*): EFECTO DE MICRO-
PERFORACIONES REALIZADAS CON TECNOLOGÍA LASER
DE CO₂ EN EL TIEMPO DE SECADO PRIMARIO”**

CYNTHIA ROCÍO BELÉN KUSCH GARCÍA

**MEMORIA DE TITULACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE:
INGENIERO CIVIL QUÍMICO**

PROFESOR GUÍA:
PROFESOR CORREFERENTE:

DR. SERGIO ALMONACID MERINO
DR. RICARDO SIMPSON RIVERA

NOVIEMBRE - 2018

AGRADECIMIENTOS

Quisiera agradecer a todas las personas que he conocida en este camino, cada momento y cada experiencia, han sido fundamental para construir a la persona que soy hoy en día. De forma especial a:

Mi profesor guía, Dr. Sergio Almonacid, quien siempre ha estado a disposición para ayudar en este proceso, al Dr. Ricardo Simpson por aceptar ser parte de la comisión, a Marlene y Helena por el apoyo y disposición brindada en el desarrollo de la memoria. Al Proyecto Fondecyt 1161675, que hizo posible el desarrollo del trabajo.

A mi familia, la cual siempre me ha dado el apoyo necesario para realizar cada uno de mis sueños. A mi madre, Cynthia, por ser un ejemplo de lucha, por la confianza y el apoyo incondicional. A Cesia y Previsto por apoyarme siempre, confiar en mí ante todo y darme amor incondicional. A mis abuelos, Lina y Polo por preocuparse de mí siempre. A mi tía Quena, por siempre estar ahí para escuchar, levantar el ánimo y entregar todo el amor del mundo. A mi tía Beatriz por ayudarme a entender el mundo de otra forma, por escuchar y brindar cariño. A mi tío Polo por el cariño entregado. A mis hermanos, Nicolás y Joaquín por formar parte de mi vida. A mis angelitos Pito, Tita y Elcira.

A mis grandes amigos de la vida. Valentina, Camila, Waleska, Cono, Moisés, Viviana, Muño, Diego, Miguel, por formar parte importante en mi vida, por el apoyo incondicional, pero sobre todo por estar en las buenas y en las malas, muchas gracias a cada uno por ayudarme, por reír y llorar juntos.

A cada una de las personas con las que tuve el gusto de vivir, en especial a Dahyan, Carla, Edith, Wary, Camilo, Matías, Vale.

A mis amigos que conocí dentro de la universidad. Evelyn, Carolina, Felipe, Perla, Tami, Naty, María, Favio, Laura, Fran mil gracias por todo, sin ustedes, esto hubiera sido imposible. A Andrea por ser una excelente persona, estoy feliz de haber podido compartir este momento, por el apoyo y por tu tiempo, muchísimas gracias.

Al grupo de amigos formado en el laboratorio, Claudio, Juan O., Juano, Claudia, Rodrigo, Eric, Natalia, Andrés, muchas gracias por incluirme y dejar que sea parte de este gran grupo.

Y quisiera agradecer de forma especial a Simón y Bastián por apoyarme todo este año de estrés, por escuchar y por cada los momentos vivido, son excelentes chiquillos y se merecen lo mejor del mundo.

DEDICATORIA

A mis mamás: Cynthia y Cesia,

A mi papá: Previsto,

A mis abuelos: Lina, Polo, Pito, Tita y Elcira

Y a mi tía Quena.

RESUMEN

En la actualidad, la preservación de los alimentos es vital, es por esto que la industria de alimentos ha empezado a desarrollar diferentes técnicas de conservación, entre ellas la liofilización, el cual es un proceso de deshidratación que utiliza la sublimación del hielo. La liofilización mantiene la mayor parte de las propiedades organolépticas de los alimentos, sin embargo, es una técnica de secado que genera altos costos en el proceso, principalmente por el tiempo empleado en el proceso, siendo el secado primario la etapa que utiliza la mayor parte del tiempo, en la búsqueda por disminuirlo se utiliza tecnología de láser-CO₂, para realizar micro-perforaciones a frutillas frescas y ver su efecto en el tiempo de secado primario.

Anterior a esta investigación, Fujimaru y otros, (2012); Utilizaron micro-perforaciones en la piel de frutas, obteniendo mejoras en la eficacia de secado. Por esto, esta investigación tiene como objetivo determinar el efecto del uso de tecnología láser-CO₂ en el tiempo de secado primario de frutillas enteras.

Para lograr cumplir el objetivo de la investigación, se utiliza un arreglo de 5 micro-perforaciones, las cuales llegan a la parte central del fruto. El proceso de liofilización se realiza a una temperatura de bandeja de 50[°C] y una presión de 0,3[mbar].

Se obtiene un tiempo de secado primario de 18 horas para las frutillas sin micro-perforaciones y para las frutillas con micro-perforaciones un tiempo de 14 horas; Lo que equivale a una reducción del 22% del tiempo empleado en el secado primario.

Además, se realiza la medición de calidad del producto obtenido midiendo la rehidratación, color y textura; Dando como resultado final, que no hay diferencias significativas al compararlas con frutillas descongeladas.

Finalmente, se concluye que al utilizar micro-perforaciones en el proceso de liofilización en frutillas enteras si hay una reducción importante del tiempo del secado primario. Además, el uso de la tecnología láser-CO₂, no perjudica la calidad del producto obtenido (color y textura). Sin embargo, se obtiene una mejor rehidratación en frutillas con micro-perforaciones.

ABSTRACT

Currently, the preservation of food is vital, this is why the food industry has started to develop different techniques, among them freeze-drying, that is a dehydration process, it uses ice sublimation. Freeze drying maintains most of the organoleptic properties of food, however, it is a drying technique that generates high costs in the process, mainly due to the time spent in the process, with primary drying being the stage that uses the most of the time, in the search to reduce it, laser-CO₂ technology is used to make micro-perforations to fresh strawberries and see their effect on the time of primary drying.

Previous to this investigation, Fujimaru et al., (2012); They used micro-perforations in the skin of fruits, obtaining improvements in the efficiency of drying. Therefore, this research aims to determine the effect of the use of laser-CO₂ technology in the primary drying time of whole strawberries.

To achieve the objective of the research, an array of 5 micro-perforations is used, which reach the central part of the fruit. The lyophilization process is carried out at a tray temperature of 50 [° C] and a pressure of 0,3 [mbar].

A primary drying time of 18 hours is obtained for the strawberries without micro-perforations and for the strawberries with micro-perforations a time of 14 hours; What amounts to a reduction of 22% of the time spent on primary drying.

In addition, the quality measurement of the product obtained is measured by measuring the rehydration, color and texture; Giving as a final result, that there are no significant differences when comparing them with thawed strawberries

Finally, it is concluded that by using micro-perforations in freeze-drying process in whole strawberries if there is a significant reduction in the time of primary drying. In addition, the use of laser-CO₂ technology does not harm the quality of the product obtained (color and texture). However, a better rehydration in strawberries with micro-perforations is obtained.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CAPÍTULO I – INTRODUCCIÓN	13
1. INTRODUCCIÓN	13
OBJETIVO PRINCIPAL.....	14
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	15
CAPÍTULO II - ANTECEDENTES GENERALES	16
2. ANTECEDENTES GENERALES	16
2.1. MERCADO DE LAS FRUTILLAS.....	16
2.1.1. <i>Producción Nivel Mundial</i>	16
2.1.2. <i>Producción Nacional</i>	17
2.1.3. <i>Producción Nacional de fruta liofilizada</i>	18
2.2. FRUTILLAS	19
2.2.1. <i>Descripción de la especie</i>	19
2.2.2. <i>Características de la frutilla post cosecha</i>	20
2.2.3. <i>Conservación de frutillas enteras</i>	21
2.3. LIOFILIZACIÓN	21
2.3.1. <i>Descripción del proceso</i>	21
2.3.2. <i>Etapas del Proceso</i>	22
Congelación	23
Secado Primario	25
Secado Secundario	29
2.3.3. <i>Ventajas y desventajas de la Liofilización</i>	30
Ventajas de la liofilización.....	30
Desventajas de la liofilización.....	31
2.3.4. <i>Diferencias entre la liofilización y el secado convencional</i>	31
2.3.5. <i>Liofilización en la industria</i>	32
Liofilización de microorganismos.....	33
Liofilización de alimentos.....	33
Liofilización de productos farmacéuticos.....	33
Liofilización de células humanas	33
Otras aplicaciones	34
Empresas dedicadas a la liofilización.....	34
2.4. PARÁMETROS RELACIONADOS A LA LIOFILIZACIÓN.....	35
2.4.1. <i>Porosidad del producto liofilizado</i>	35
2.4.2. <i>Temperatura eutéctica</i>	35
2.4.3. <i>Temperatura de colapso</i>	35
2.4.4. <i>Temperatura de transición vítrea</i>	36
2.5. <i>Rehidratación del producto liofilizado</i>	38
2.6. <i>Micro-perforaciones con láser de CO₂</i>	38
CAPÍTULO III – MATERIALES Y MÉTODOS	41
3. MATERIALES Y MÉTODOS	41
3.1. METODOLOGÍA GENERAL	41
3.2. MATERIA PRIMA	42
3.3. EQUIPOS	43

3.3.1.	<i>Liofilizador</i>	43
3.3.2.	<i>Láser CO₂</i>	45
3.3.3.	<i>Medidor de Color</i>	46
3.3.4.	<i>Medidor de textura</i>	47
3.3.5.	<i>Horno</i>	47
3.3.6.	<i>Balanza</i>	47
3.4.	MÉTODOS	48
3.4.1.	<i>Preparación Frutillas</i>	48
	Micro-perforaciones en láser de CO ₂	48
3.4.2.	<i>Liofilización</i>	49
	Determinación fin del secado primario	49
3.4.3.	<i>Rehidratación</i>	50
3.4.4.	<i>Medición de humedad</i>	51
3.4.5.	<i>Medición de color</i>	51
3.4.6.	<i>Medición de textura</i>	52
3.5.	ANÁLISIS ESTADÍSTICOS	55
3.5.1.	<i>Media muestral y media poblacional</i>	55
3.5.2.	<i>Desviación estándar</i>	55
3.5.3.	<i>Intervalos de confianza</i>	55
CAPÍTULO IV – RESULTADOS Y DISCUSIÓN		57
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	57
4.1.	DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DEL SECADO PRIMARIO.....	57
4.1.1.	<i>Temperatura del producto</i>	57
4.1.2.	<i>Comparación sensor pirani con capacitivo</i>	58
4.1.3.	<i>Prueba de aumento de presión</i>	59
4.2.	TIEMPO DE SECADO PRIMARIO EN FRUTILLAS ENTERAS	59
	Temperatura del producto para frutillas	61
	Comparación sensor pirani con sensor capacitivo en frutillas.....	61
	Prueba de aumento de presión, para el fin del secado primario en frutillas.....	63
	Resumen tiempo de secado primario en frutillas enteras.....	64
4.3.	MICRO-PERFORACIONES CON LÁSER DE CO ₂	65
4.4.	TIEMPO DE SECADO PRIMARIO EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES	69
	Temperatura del producto para frutillas	70
	Comparación sensor pirani con sensor capacitivo en frutillas con 5 micro-perforaciones	71
	Prueba de aumento de presión, para el fin del secado primario en frutillas.....	73
	Resumen tiempo de secado primario en frutillas con micro-perforaciones	75
4.5.	MEDICIÓN DE CALIDAD DE FRUTILLAS LIOFILIZADAS	77
	Porcentaje de rehidratación	77
	Color en frutillas rehidratadas	78
	Textura en frutillas rehidratadas.....	80
4.6.	USO DE MICRO-PERFORACIONES A LARGO PLAZO	81
4.6.1.	<i>Diferencia en cantidad de procesos al utilizar micro-perforaciones</i>	81
4.6.2.	<i>Diferencia energética en el secado primario al utilizar micro-perforaciones de láser de CO₂</i>	82
CAPÍTULO V – CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		85
	CONCLUSIÓN	85
	RECOMENDACIONES	86

BIBLIOGRAFÍA.....	87
ANEXOS	93
5. ANEXOS	93
ANEXO 1: TABLA DISTRIBUCIÓN T-STUDENT	93
ANEXO 2: ESTANDARIZACIÓN DE FRUTILLAS	94
ANEXO 3: CAMBIO DE LA TEMPERATURA DEL PRODUCTO PARA FRUTILLAS	95
ANEXO 4: CURVA DE SECADO DE OTRA INVESTIGACIÓN.....	96
ANEXO 5: TIEMPO DE SECADO PRIMARIO CON 1 MICRO-PERFORACIÓN	97
ANEXO 6: CAMBIO DE LA TEMPERATURA DEL PRODUCTO PARA FRUTILLAS CON 5 MICRO- PERFORACIONES	100
ANEXO 7: PROCESO DE LIOFILIZACIÓN EN FRUTILLAS SIN MICRO-PERFORACIONES	101
ANEXO 8: PROCESO DE LIOFILIZACIÓN EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES.....	102
ANEXO 9: REHIDRATACIÓN DE FRUTILLAS	103
ANEXO 10: PERFILES DE REHIDRATACIÓN DE FRUTILLAS LIOFILIZADAS.....	104
ANEXO 11: COMPARACIÓN PARÁMETROS DE COLOR	106
ANEXO 12: COMPARACIÓN CARGA MÁXIMA APLICADA	108

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 2-1: MERCADO MUNDIAL DE LAS FRUTILLAS.....	16
TABLA 2-2: EXPORTACIÓN DE FRUTILLAS. 2013-2017.....	18
TABLA 2-3: DIFERENCIAS EN LOS TIPOS DE CONGELACIÓN	24
TABLA 2-4: DIFERENCIAS ENTRE EL SECADO CONVENCIONAL Y LA LIOFILIZACIÓN	32
TABLA 2-5: EMPRESAS DEDICADAS A LA LIOFILIZACIÓN	34
TABLA 3-1: INFORMACIÓN NUTRICIONAL DE LAS FRUTILLAS.....	42
TABLA 3-2: PRINCIPALES CARACTERÍSTICAS DEL LIOFILIZADOR ALPHA 2-4 LSCPLUS	43
TABLA 3-3: CARACTERÍSTICAS DEL LÁSER TI100	45
TABLA 3-4: MEDIDAS DE FRUTILLAS CON 95 % DE CONF.	48
TABLA 3-5: FORMA DE REHIDRATACIÓN.....	50
TABLA 3-6: PARÁMETROS UTILIZADOS EN EL TEXTURÓMETRO.....	53
TABLA 4-1: FIN DE SECADO PRIMARIO, SEGÚN TEMPERATURA DE PRODUCTO EN FRUTILLAS	61
TABLA 4-2: FIN DE SECADO PRIMARIO, SEGÚN COMPARACIÓN DE SENSORES DE PRESIÓN EN FRUTILLAS.....	63
TABLA 4-3: FIN DE SECADO PRIMARIO, SEGÚN DP TEST EN FRUTILLAS.....	64
TABLA 4-4: RESULTADOS TIEMPO SECADO PRIMARIO EN FRUTILLAS	64
TABLA 4-5: CONFIGURACIÓN LASER CO ₂	66
TABLA 4-6: FIN DE SECADO PRIMARIO, SEGÚN TEMPERATURA DE PRODUCTO EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES.....	71
TABLA 4-7: FIN DE SECADO PRIMARIO, SEGÚN COMPARACIÓN DE SENSORES DE PRESIÓN EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES	73
TABLA 4-8: FIN DE SECADO PRIMARIO, SEGÚN DP TEST EN FRUTILLAS CON 5 MICRO- PERFORACIONES	74
TABLA 4-9: RESULTADOS TIEMPO SECADO PRIMARIO EN FRUTILLAS CON 5 MICRO- PERFORACIONES.....	75
TABLA 4-10: COMPARACIÓN DE SECADO PRIMARIO EN FRUTILLAS	75
TABLA 4-11: HUMEDAD FRUTILLAS LIOFILIZADAS LUEGO DE UN PROCESO COMPLETO	77
TABLA 4-12: RESUMEN RESULTADOS %REHIDRATACIÓN.....	78
TABLA 4-13: RESULTADOS DE COLOR	79
TABLA 4-14: INTERVALOS DE CARGA MÁXIMA, PARA LA COMPARACIÓN DE TEXTURA DE FRUTILLAS	80
TABLA 4-15: ESTIMACIÓN DE PROCESOS DE LIOFILIZACIÓN EN UN AÑO	81
TABLA 4-16: COMPARACIÓN ENERGÉTICA DEL SECADO PRIMARIO	83
TABLA 4-17: ENERGÍA CONSUMIDA POR MASA DE AGUA EN EL SECADO PRIMARIO	83
TABLA 4-18: DIFERENCIA ECONÓMICA AL UTILIZAR MICRO-PERFORACIONES	84
TABLA 5-1: MEDICIÓN DE FRUTILLAS PARA ESTANDARIZAR MUESTRAS.....	94
TABLA 5-2: TIEMPO SECADO PRIMARIO, CON UNA MICRO-PERFORACIÓN	99
TABLA 5-3: PORCENTAJE DE REHIDRATACIÓN DE FRUTILLAS LIOFILIZADAS	103

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 2-1: PRODUCCIÓN MUNDIAL DE FRUTILLAS	17
FIGURA 2-2: FRUTA LIOFILIZADA QUE SE COMERCIALIZA EN CHILE – ISOFRUT	18
FIGURA 2-3: FRUTILLAS FRESCAS	19
FIGURA 2-4 ESTRUCTURA DE LAS FRUTILLAS.....	19
FIGURA 2-5: ÍNDICE DE MADUREZ DEL FRUTO	20
FIGURA 2-6: MATERIAL POROSO DE ALIMENTOS LIOFILIZADOS	22
FIGURA 2-7: REPRESENTACIÓN DE LAS ETAPAS DE LA LIOFILIZACIÓN.....	22
FIGURA 2-8: CAMBIOS DE COMPOSICIÓN TÍPICOS A MEDIDA QUE PROCEDE LA CONGELACIÓN DE UN ALIMENTO.....	24
FIGURA 2-9: DIAGRAMA ESTADOS DEL AGUA	26
FIGURA 2-10: ETAPAS DEL PROCESO DE LIOFILIZACIÓN. A: PUNTO INICIAL, B: CONGELACIÓN, C: GENERACIÓN DE VACÍO, D: SECADO PRIMARIO, E: SECADO SECUNDARIO.	27
FIGURA 2-11: PRINCIPIO DE PRUEBA DE AUMENTO DE PRESIÓN “PRESSURE INCREASE TEST”	28
FIGURA 2-12: DIAGRAMA DE ESTADOS DE LA FRUTILLA (Δ: TG REFERENCIAL; ◇: TEMPERATURA DE DERRETIMIENTO; □: TG DE LA INVESTIGACIÓN SÁ Y SERRANO)	37
FIGURA 2-13: MATERIAL ORGÁNICO DESPUÉS DE SER MARCADO CON LÁSER DE CO ₂	40
FIGURA 3-1: DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCEDIMIENTO	41
FIGURA 3-2: LIOFILIZADOR ALPHA 2-4 LSCPLUS.....	44
FIGURA 3-3: INTERFAZ DEL SOFTWARE CONTROLADOR LPCPLUS	45
FIGURA 3-4: LASER SYNRAD TI100	46
FIGURA 3-5: MEDIDOR DE COLOR: COLORÍMETRO KONICA MINOLTA, CR-400.....	46
FIGURA 3-6: TEXTURÓMETRO TEXTUREPRO CT V1.2 BUILD 9	47
FIGURA 3-7: FRUTILLA EN PROCESO DE MICRO-PERFORACIÓN.....	49
FIGURA 3-8: REHIDRATACIÓN FRUTILLAS LIOFILIZADAS	51
FIGURA 3-9: CURVA DE FUERZA EN FUNCIÓN DE LA DEFORMACIÓN.....	53
FIGURA 3-10: SONDA TA11/1000	54
FIGURA 4-1: DATOS TEMPERATURA DEL PRODUCTO DURANTE EL PROCESO DE LIOFILIZACIÓN	58
FIGURA 4-2: REPRESENTACIÓN SENSOR DE PRESIÓN PIRANI, TERMINO SECADO PRIMARIO EN PUNTO ONSET.....	59
FIGURA 4-3: PROCESO DE SECADO PRIMARIO PARA FRUTILLAS ENTERAS, EXPERIMENTO 1.....	60
FIGURA 4-4: PROCESO DE SECADO PRIMARIO PARA FRUTILLAS ENTERAS, EXPERIMENTO 2.....	60
FIGURA 4-5: EXPERIMENTO 1: FIN DEL SECADO PRIMARIO, SEGÚN DIFERENCIA DE SENSORES DE PRESIÓN EN FRUTILLAS.....	62
FIGURA 4-6: EXPERIMENTO 2: FIN DEL SECADO PRIMARIO, SEGÚN DIFERENCIA DE SENSORES DE PRESIÓN EN FRUTILLAS.....	62
FIGURA 4-7: DP TEST EN FUNCIÓN DEL TIEMPO EN FRUTILLAS.....	63
FIGURA 4-8: CRISTAL DE HIELO AL INTERIOR DE FRUTILLA LIOFILIZADA.....	65
FIGURA 4-9: FRUTILLAS MICRO-PERFORADAS CON LÁSER DE CO ₂	66
FIGURA 4-10: MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO, DIÁMETRO INICIAL DE LA PERFORACIÓN	67
FIGURA 4-11: MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO, DIÁMETRO FINAL DE LA PERFORACIÓN	67
FIGURA 4-12: MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO, ESTRUCTURA MICRO-PERFORACIÓN	68
FIGURA 4-13: PROCESO DE SECADO PRIMARIO PARA FRUTILLAS CON 5 MICRO- PERFORACIONES, EXPERIMENTO 2.....	69

FIGURA 4-14: PROCESO DE SECADO PRIMARIO PARA FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES, EXPERIMENTO 2	70
FIGURA 4-15: FIN DEL SECADO PRIMARIO, SEGÚN DIFERENCIA DE SENSORES DE PRESIÓN EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES, EXPERIMENTO 1	72
FIGURA 4-16: FIN DEL SECADO PRIMARIO, SEGÚN DIFERENCIA DE SENSORES DE PRESIÓN EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES, EXPERIMENTO 2	72
FIGURA 4-17: DP TEST EN FUNCIÓN DEL TIEMPO EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES, EXPERIMENTO 1	73
FIGURA 4-18: DP TEST EN FUNCIÓN DEL TIEMPO EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES, EXPERIMENTO 2	74
FIGURA 4-19: REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS INTERVALOS DE CONFIANZA AL 95%, TIEMPO DE SECADO PRIMARIO	76
FIGURA 4-20: COMPARACIÓN VISUAL DE APARIENCIA FRUTILLAS LIOFILIZADAS, DERECHA: SIN MICRO-PERFORACIONES, IZQUIERDA: CON MICRO-PERFORACIONES	76
FIGURA 4-21: COSTOS DE ENERGÍA PARA EL PROCESO DE LIOFILIZACIÓN	82
FIGURA 5-1: DISTRIBUCIÓN T-STUDENT	93
FIGURA 5-2: PENDIENTE DE LA TEMPERATURA DE PRODUCTO 1 EN EL TIEMPO, EXPERIMENTO 1 ...	95
FIGURA 5-3: PENDIENTE DE LA TEMPERATURA DE PRODUCTO 1 EN EL TIEMPO, EXPERIMENTO 2 ...	95
FIGURA 5-4: PENDIENTE DE LA TEMPERATURA DE PRODUCTO 3 EN EL TIEMPO, EXPERIMENTO 2 ...	96
FIGURA 5-5: CURVAS DE SECADO OBTENIDOS POR SHISHEHGARHAN, MAKHLOUF Y RATTI, ▲: FRUTILLAS ENTERAS, ●:5[MM], ■: 10[MM] (SHISHEHGARHA, MAKHLOUF, & RATTI, 2002)	96
FIGURA 5-6: PROCESO DE SECADO PRIMARIO, EN FRUTILLAS CON UNA MICRO-PERFORACIÓN	97
FIGURA 5-7: PENDIENTE DE LA TEMPERATURA DE PRODUCTO 3 EN EL TIEMPO, FRUTILLAS CON 1 MICRO-PERFORACIÓN	98
FIGURA 5-8: FIN DEL SECADO PRIMARIO, SEGÚN DIFERENCIA DE SENSORES DE PRESIÓN EN FRUTILLAS CON 1 MICRO-PERFORACIÓN	98
FIGURA 5-9: COMPARACIÓN DEL TIEMPO DE SECADO PRIMARIO PARA FRUTILLA CON 1 MICRO-PERFORACIÓN Y FRUTILLAS NO PERFORADAS	99
FIGURA 5-10: PENDIENTE DE LA TEMPERATURA DE PRODUCTO 1 EN EL TIEMPO, EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES DEL EXPERIMENTO 1	100
FIGURA 5-11: PENDIENTE DE LA TEMPERATURA DE PRODUCTO 3 EN EL TIEMPO, EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES DEL EXPERIMENTO 1	100
FIGURA 5-12: PENDIENTE DE LA TEMPERATURA DE PRODUCTO 3 EN EL TIEMPO, EN FRUTILLAS CON 5 MICRO-PERFORACIONES DEL EXPERIMENTO 2	101
FIGURA 5-13: PROCESO DE LIOFILIZACIÓN COMPLETO, FRUTILLAS SIN MICRO-PERFORACIONES	101
FIGURA 5-14: PROCESO DE LIOFILIZACIÓN COMPLETO, FRUTILLAS CON MICRO-PERFORACIONES	102
FIGURA 5-15: REHIDRATACIÓN A 20[°C] DE FRUTILLAS SIN PERFORAR	104
FIGURA 5-16: REHIDRATACIÓN A 2[°C] DE FRUTILLAS SIN PERFORAR	104
FIGURA 5-17: REHIDRATACIÓN A 20[°C] DE FRUTILLAS MICRO-PERFORADAS	105
FIGURA 5-18: REHIDRATACIÓN A 2[°C] DE FRUTILLAS MICRO-PERFORADAS	105
FIGURA 5-19: COMPARACIÓN LUMINANCIA EN DIFERENTE TIPOS DE FRUTILLAS	106
FIGURA 5-20: COMPARACIÓN TONALIDAD DE VERDE A ROJO EN DIFERENTE TIPOS DE FRUTILLAS	107
FIGURA 5-21: COMPARACIÓN TONALIDAD DE AZUL A AMARILLO EN DIFERENTE TIPOS DE FRUTILLAS	107
FIGURA 5-22: INTERVALO DE CARGA APLICADA A FRUTILLAS	108

CAPÍTULO I – INTRODUCCIÓN

1. Introducción

Actualmente, las frutillas se encuentran dentro de las frutas más populares a nivel mundial, esto se debe a su sabor, aroma y sobre todo a su valor nutricional. La frutilla contiene altos niveles de vitaminas A, B1, B2, C y posee sustancias químicas como hierro, fósforo, magnesio y calcio.

La frutilla es una fruta de temporada, donde las estaciones de producción (o cosecha) es en primavera-verano, siendo entre los meses de septiembre y abril en Chile, obteniendo en esta época una fruta de buena calidad y sabor. Es por esto, que la conservación de las frutillas para mantener las características organolépticas, se ha vuelto una necesidad importante en la industria de alimentos (Morales, 2017). La forma tradicional de preservar esta fruta es la congelación, la cual logra almacenar frutillas por un tiempo largo reduciendo la actividad microbiana y enzimática (Chevalier, et al, 2000). Las consecuencias adquiridas en este proceso es el deterioro en la calidad, no solo durante la congelación, sino también durante el almacenamiento congelado y la descongelación debido a la degradación de la textura, el colapso estructural y la pérdida por goteo (Galletto, et al, 2010). Además, con la congelación se requiere una cadena de frío durante todo el tiempo que se almacene el alimento, produciendo un costo importante donde del proceso.

Finalmente, se ha propuesto realizar procesos de secado donde la atención se centró en la calidad de los alimentos conservados por estos métodos (Jena & Das, 2005). La alta temperatura utilizada en el secado tradicional causó una disminución en la calidad, que consiste en grandes cambios en la estructura, valor nutritivo reducido y color frecuentemente más oscuro (Fellows, 2000).

Por la necesidad que hay en la industria de alimentos frente a los métodos de conservación mencionados anteriormente, se comienza a utilizar la liofilización, que es un proceso de deshidratación, donde el agua se elimina por sublimación, obteniendo un producto de buena calidad, conservando el aroma, sabor, color, textura y las propiedades nutricionales del alimento (Orrego A., 2008). Además, es un proceso que

no altera la estructura físico-química del producto y a su vez permite su conservación indefinida sin cadena de frío, evitando los costos de este ítem (Alvarado, 1996).

El proceso de liofilización consta de varias etapas: congelación, secado primario y secado secundario; En el secado primario ocurre la sublimación del hielo y es donde se elimina entre un 70-90% del agua del alimento (Cappola, 2006). Además, la liofilización es un proceso bastante costoso, esto se debe a los equipos y a los costos de operación asociados al proceso. Se debe mencionar que el tiempo para realizar una liofilización es bastante amplio en comparación con otros secados y específicamente la etapa de sublimación (secado primario), corresponde a la etapa con mayor cantidad de tiempo invertido dentro del proceso (Hua, et al, 2010).

La tecnología láser-CO₂, se realiza mediante energía enfocada y de alta intensidad calentando un lugar específico que puede tener un área de contacto bastante pequeño, donde se produce una evaporación instantánea del material, provocando la eliminación de los materiales que se encuentran en el camino del haz de luz (Deng, et al, 2012). Una investigación realizada por Fujimaru y otros, utilizaron micro-perforaciones en la piel de frutas, donde ha mejorado la eficacia de secado, siendo el primer estudio del uso de perforaciones de láser de CO₂ en el proceso de secado convencional.

Por lo expuesto anteriormente, en esta investigación se busca reducir el tiempo del secado primario en frutillas enteras, utilizando micro-perforaciones de laser de CO₂, lo cual aumentaría la porosidad y con ella el coeficiente de difusión efectiva del proceso.

Por lo cual, esta investigación cuenta los siguientes objetivos.

Objetivo Principal

Determinar experimentalmente el efecto de la utilización de micro-perforaciones realizadas con tecnología láser-CO₂ en el tiempo de secado primario de frutillas enteras.

Objetivos específicos

- Establecer criterios para dar por finalizado el secado primario.
- Determinar el tiempo de secado primario de frutillas sin micro-perforaciones.
- Definir la configuración de micro-perforaciones en frutillas con láser de CO₂.
- Determinar el tiempo de secado primario en frutillas tratadas con tecnología láser-CO₂.
- Determinar calidad de producto obtenido midiendo rehidratación, color y textura.
- Comparar procesos de liofilización de frutillas con y sin micro-perforaciones.

CAPÍTULO II - ANTECEDENTES GENERALES

2. Antecedentes generales

2.1. Mercado de las frutillas

2.1.1. Producción Nivel Mundial

Las frutillas se encuentran dentro de las frutas más consumidas y cultivadas en todo el mundo. Con una producción mayor a 9 millones de toneladas de frutillas registradas el 2016. Se observa un aumento de 4,3% en su producción respecto al 2015.

Tabla 2-1: Mercado Mundial de las Frutillas

	2015	2016	Variación
	Miles de Toneladas		[%]
Producción de Frutillas	8.743	9.118	4,3

Fuente: Food and Agriculture Organization of the United Nations, 2016

El principal productor de frutillas es China con 3,8 millones de toneladas, equivalentes a un 42% de la cosecha mundial. Los siguientes países productores más importantes son Estados Unidos, Turquía, España, Egipto, México, Polonia Korea y Rusia. A continuación, en la figura 2-1, se muestra la producción de frutillas a nivel mundial.

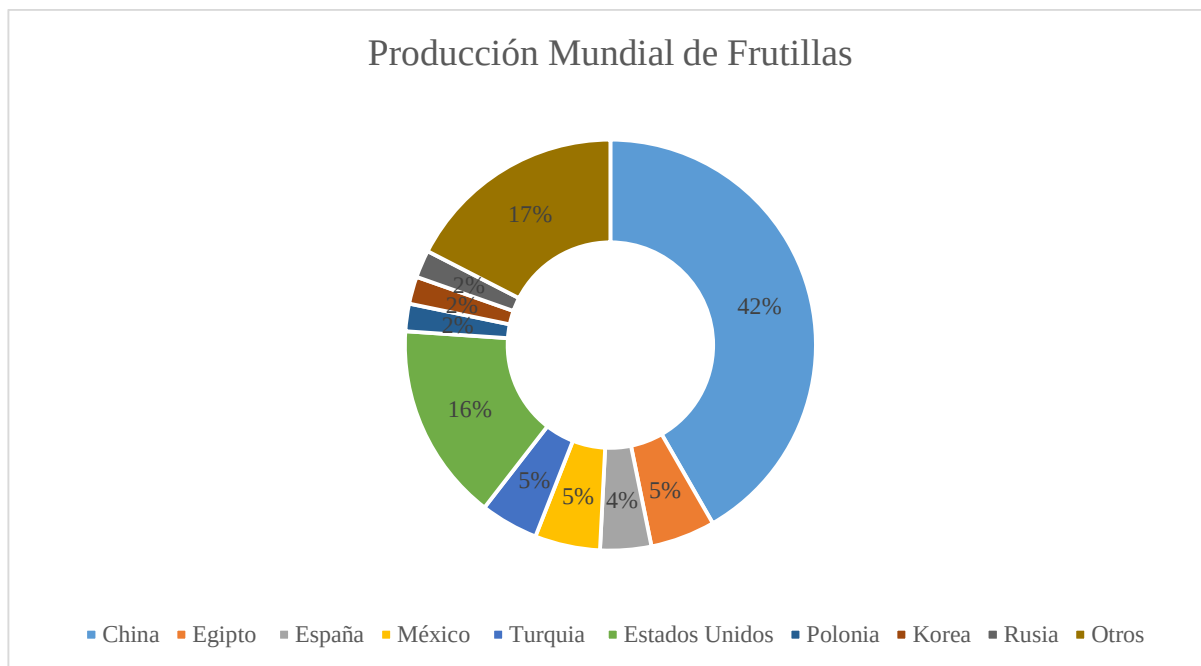


Figura 2-1: Producción Mundial de Frutillas
Fuente: Food and Agriculture Organization of the United Nations, 2016

2.1.2. Producción Nacional

Chile, cumple con las condiciones óptimas de suelo y clima para la producción de frutillas, la gran ventaja de nuestro país es la participación en el mercado de la fruta congelada, la que ha ido en aumento al igual que la demanda de frutilla (CIREN, 2017).

De acuerdo con la producción total de frutillas en Chile se destina un 65% para el consumo interno, donde un 90% es en producto fresco y un 10% en frutillas congeladas. En tanto, las exportaciones ocupan el 35%, donde la mayor parte es producto congelado (Morales, 2017).

Los países exportadores más importantes para Chile son Estados Unidos, Japón, China, Canadá, Australia, Brasil entre otros. A pesar que el 98% de las frutillas exportadas corresponde a congeladas, también existen otras formas de comercialización como fruta fresca, deshidratada y en conserva. A continuación, se muestra las exportaciones en los últimos 5 años donde ha aumentado un 49% comparando el año 2017 con el 2013.

Tabla 2-2: Exportación de Frutillas. 2013-2017

Tipo	Unidad	Año				
		2013	2014	2015	2016	2017
Fruta Fresca	[ton]	0,4	22,5	2,9	0,2	24,1
Deshidratados	[ton]	25,6	37,0	13,9	35,3	11,1
Conservas	[ton]	235,1	267,2	299,5	249,8	288,5
Congelados	[ton]	15.071,1	16.220,9	17.727,2	19.279,0	22.467,0
Total	[ton]	15.332,2	16.547,6	18.043,5	19.564,3	22.790,7

Fuente: ODEPA, 2018

2.1.3. Producción Nacional de fruta liofilizada

ISOFRUT, es única empresa chilena que se dedica a la liofilización de frutas desde el año 2016, convirtiendo fruta fresca en un producto deshidratada tipo snack, libres de conservantes y aditivos, sus productos son comercializados en los principales supermercados del país.

La distribución del producto es realizado en bolsas plásticas con un peso de 10 gramos de fruta deshidrata, donde se puede encontrar principalmente frutillas, frambuesas, plátanos, arándanos, manzanas, piñas y mangos. A continuación, se muestra la presentación del producto en el comercio.



Figura 2-2: Fruta Liofilizada que se comercializa en Chile – ISOFRUT

2.2. Frutillas

2.2.1. Descripción de la especie

Las frutillas forman parte de los frutos rojos, los que son muy cotizados en el mercado, esto se debe principalmente a los beneficios nutricionales que poseen estas frutas, ya que son ricas en polifenoles, específicamente en antocianinas y ácidos fenólicos. Estos fitoquímicos tienen una gran actividad antioxidante, además numerosos ensayos clínicos investigaron el impacto de los frutos rojos en la salud cardiovascular y se confirmaron los efectos beneficiosos en varios metanálisis y revisiones sistemáticas (Vidovic, 2018).

Las frutillas (*Fragaria x ananassa*) pertenece a la familia Rosaceae, y es una fruta con gran demanda en el mundo (Marie E. Olsson, 2004). Cuentan con las características ya mencionadas de los frutos rojos, además son una excelente fuente de vitamina C, manganeso, fibra, yodo, folato, cobre, potasio, biotina, fósforo, magnesio, vitamina B6 y grasas omega-3 (en forma de ácido alfa-linolénico).



Figura 2-3: Frutillas Frescas

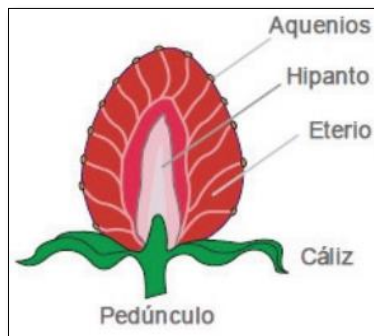


Figura 2-4 Estructura de las Frutillas

2.2.2. Características de la frutilla post cosecha

La cosecha de las frutillas se basa en la obtención de un fruto de calidad, es por esto que se realiza en las primeras horas del día, en este horario se presenta la menor pérdida de agua y una menor exposición directa con el sol, por lo cual, luego de la cosecha se procura mantener la fruta a la sombra.

Para elegir la fruta a cosechar es importante el índice de madurez que presenta en ese momento, el que se ve reflejado directamente con el color adquirido esperando un color rojo en el 80% del fruto para el consumo del fruto fresco y para la industria de congelado (Agroindustria) debe estar roja en su totalidad (Morales, 2017).



Figura 2-5: Índice de madurez del fruto
Fuente: Instituto de Desarrollo Agropecuario

El color característico de las frutillas se debe a dos pigmentos antocianos que determinan su color: pelagornidina-3-glucósido y cianidina-3-glucósido en una proporción 20:1. Las antocianinas son pigmentos hidrosolubles localizados en las vacuolas y según el tejido externo presenta mayor concentración de ellas que en el tejido interno (Huaraca, 2011).

Es importante considerar que la frutilla es un fruto no climatérico, es decir, no mejora su calidad gustativa después de la cosecha, sólo puede sufrir aumento de color y disminución de la firmeza. Además, se caracteriza por poseer una elevada tasa respiratoria, asociada a una corta vida útil de almacenamiento (Becerra, et al, 2017).

La calidad del fruto se determina por la cantidad de sólidos solubles que presenta, para el consumo se la fruta fresca el contenido adecuado de azúcares debe ser entre 9° a 13° Brix y una cantidad de ácidos cítrico de 160 mg/100g (Morales, 2017).

2.2.3. Conservación de frutillas enteras

Al tener la necesidad de conservar frutillas por un tiempo largo (un año), el método más utilizado es la congelación, el cual es un proceso eficiente debido a la transformación del agua líquida en hielo, reduciendo la actividad microbiana y enzimática (Chevalier, et al, 2000). Sin embargo, las frutas y verduras congeladas sufren un deterioro en su calidad, no solo durante la congelación, sino también durante el almacenamiento congelado y la descongelación debido a la degradación de la textura, el colapso estructural y la pérdida por goteo (Galetto, et al, 2010).

El obtener frutillas fuera de temporadas es un tema importante dentro de la industria. Es por esto, que se utiliza la congelación como método de conservación, siendo un tratamiento seguro, donde se obtiene un producto inocuo apto para el consumo. Sin embargo, hay que considerar que al momento de consumir la fruta pierde sus propiedades organolépticas, sufriendo pérdida de sabor, aroma y textura principalmente.

2.3. Liofilización

2.3.1. Descripción del proceso

La liofilización es un proceso de secado mediante sublimación. Se ha desarrollado con el fin de reducir las pérdidas de los compuestos responsables del sabor y el aroma en los alimentos, los cuales se pierden durante los procesos convencionales de secado (Orrego A., 2008). Es un proceso que no altera la estructura físico-química del material, pero a su vez permite su conservación indefinida sin cadena de frío, con un porcentaje de humedad menor al 15% y una alta estabilidad microbiológica (Alvarado, 1996).

En la liofilización el material está construido por un núcleo central de material congelado. A medida que el proceso avanza, el hielo comienza a sublimar desde la superficie exterior del alimento, provocando un plano de sublimación, que va

generando una división entre la parte que aún contiene hielo y otra parte que se encuentra seca, donde se ha formado un material poroso (Ramírez, 2008).

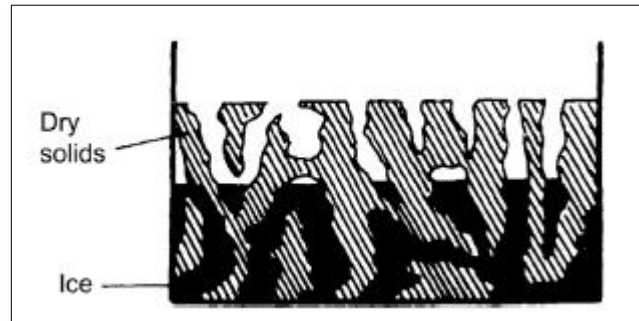


Figura 2-6: Material poroso de alimentos liofilizados
Fuente: (Ramírez, 2008)

2.3.2. Etapas del Proceso

El proceso de liofilización consta de 3 etapas (Cappola, 2006):

- Congelación:** El producto se solidifica.
- Secado Primario:** En esta etapa ocurre la sublimación, se remueve entre 70% - 90% del agua del producto.
- Secado Secundario:** En esta etapa ocurre la desorción, donde el agua que no fue congelada se evapora.

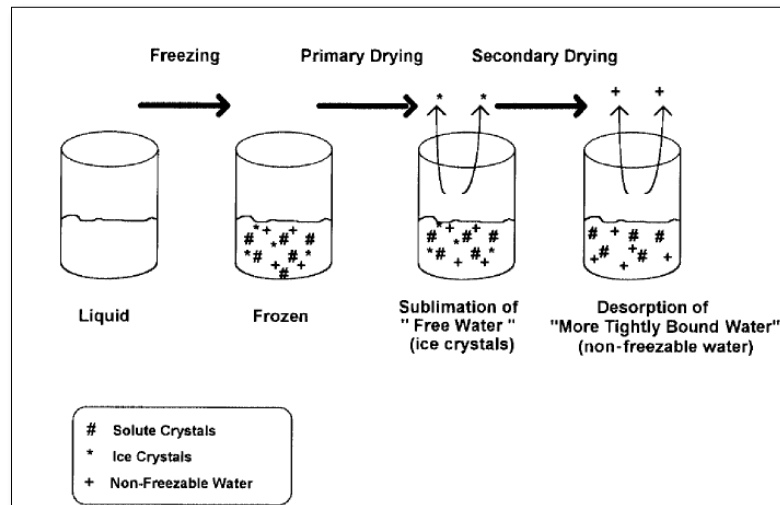


Figura 2-7: Representación de las etapas de la Liofilización
Fuente: (Cappola, 2006)

Congelación

Esta etapa es previa a la liofilización, la cual se puede realizar dentro del mismo liofilizador o en un congelador externo. Influye determinantemente en características tales como el color y la densidad del producto final, así mismo en la velocidad de sublimación (Orrego A., 2008).

La temperatura a la que se debe llegar en la congelación debe ser por debajo de la temperatura de solidificación y se debe mantener ahí durante la liofilización o cualquier almacenamiento intermedio. Si la temperatura cae lentamente se producirán cristales de hielo grandes, los que pueden causar lesiones en las células por rupturas de membrana o pared celular y estructuras internas, produciendo un mal resultado al momento de realizar la rehidratación del alimento donde se obtendría un producto muy diferente al original (fresco). Del mismo modo, podemos decir que al realizar una congelación rápida se obtienen cristales de hielo de menor tamaño, los cuales no dañan la estructura del alimento obteniendo un producto final de mejor calidad. Finalmente, como consecuencia en el proceso de liofilización al realizar una congelación más rápida se obtiene un mayor tiempo en el secado primario que al realizar una congelación lenta, esto se debe a que se forman poros de menor tamaño (Saclier, 2010).

Cuando comienza la congelación del hielo, solo hay cristales de hielo puro; esto ocurre a la temperatura de inicio de congelación T_i . A medida que prosigue la congelación se llega al punto eutéctico donde ocurre la formación cristales de soluto (o del alimento) con agua.

La fracción de agua congelada en materiales biológicos es entre un 90 – 95%, cantidad de agua que logra la cristalización. El restante del agua queda de forma líquida en el alimento (Orrego A., 2008). A medida que la temperatura es menor la formación de cristales de hielo y de soluto es mayor, quedando una cantidad menor de agua libre.

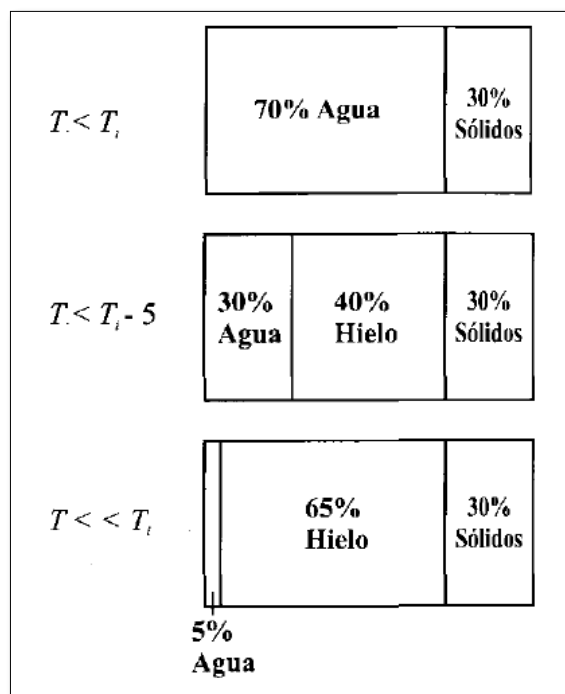


Figura 2-8: Cambios de composición típicos a medida que procede la congelación de un alimento
Fuente: (Orrego A., 2008).

A continuación, se muestran las principales diferencias de los 2 tipos de congelación recién mencionados.

Tabla 2-3: Diferencias en los tipos de congelación

Congelación Rápida	Congelación Lenta
Temperatura desciende aproximadamente -20°C en 30 min.	Temperatura de alcanza en 3-72 horas
Formación de cristales de menor tamaño	Formación de cristales grandes, causan rupturas de membrana o pared celular y estructuras internas
Al realizar la rehidratación se conserva textura y sabor original	Al realizar la rehidratación se presenta cambios en la textura y sabor del producto original.
Apariencia clara del producto seco	Apariencia oscura del producto seco

Fuente: (Hua, et al, 2010)

Dentro del agua que contiene el alimento se clasifica en dos tipos, uno es el agua que se cristaliza en el proceso de congelación, y el otro tipo de agua no se puede congelar a baja temperatura, por lo tanto se denomina “agua ligada” (Hua, et al, 2010).

Secado Primario

En esta etapa ocurre el proceso de sublimación desde la fase sólida a la gaseosa, las condiciones a la que se debe operar son bajo el punto triple del agua (6,13[mbar] ó 4580[mTorr] y 0,001[°C]), como se observa en la figura 2-9. Mientras se disponga de un sistema que constantemente retire este vapor, el proceso de secado por sublimación continuará hasta que se agote el hielo presente. La fuerza impulsora que mantiene la sublimación es el gradiente de presión de vapor entre la superficie congelada del producto y el condensador (Kramer, 1999). Luego de la eliminación de los cristales de hielo, comienza el secado secundario, como consecuencia no hay una demarcación aguda del termino del secado primario y del comienzo del secado secundario (Jennings, 2008).

Cuando comienza la sublimación del material congelado, el material se ve privado de calor, y por lo tanto, se enfría más. Por el contrario, la energía necesaria para la sublimación se introduce en el producto aumentando gradualmente la temperatura del estante (Christ, 2015).

En la figura 2-9, el segmento D se debe suministrar calor para convertir el hielo en vapor por sublimación, donde ocurre el secado primario (Ratti, 2013).

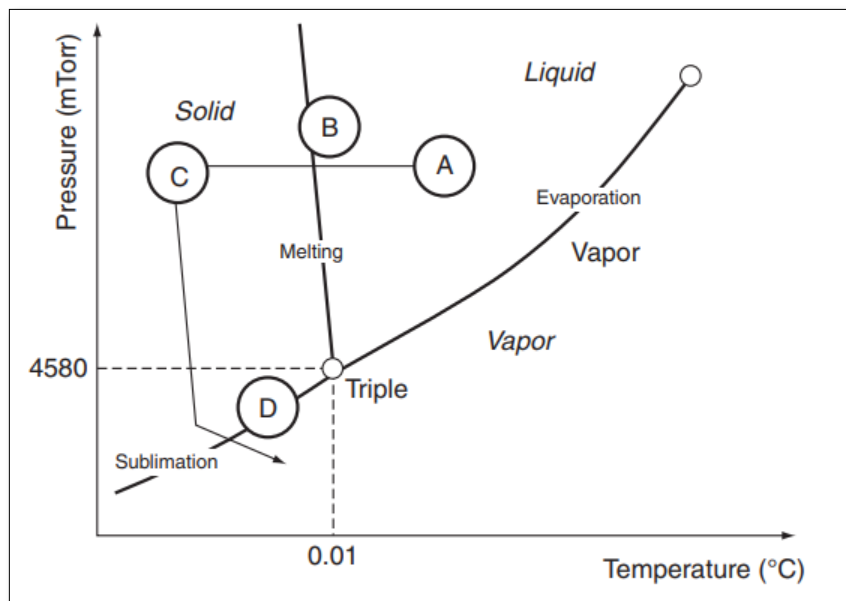


Figura 2-9: Diagrama estados del agua
Fuente: (Ratti, 2013)

La temperatura máxima permisible en la sublimación es la temperatura vítrea (T_g) o la temperatura eutéctica, si la temperatura es demasiada alta el material colapsará (Hua, et al, 2010).

Fin del secado primario

El fin del secado primario es difícil de definir, ya que es el momento exacto cuando no quedan cristales de hielo y termina la sublimación, retirando entre el 90-95% de humedad del producto. Empíricamente, se ha determinado que el fin del secado primario es cuando la temperatura del producto se acerca a la temperatura de la placa, el problema de este método es que solo se mide un alimento en particular y puede ocurrir que otros alimentos dentro del mismo equipo tengan una pequeña diferencia de tiempo para completar el secado primario o incluso partes del mismo alimentos no llegan al final de esta etapa. Si el secado secundario comienza antes de que todo el alimento haya completado el secado primario, pueden ocurrir defectos por colapso o fusión parcial (Jennings, 2008).

Una de las limitaciones de la tecnología actual es la imposibilidad de obtener una medición directa de los parámetros de interés sin afectar la dinámica del proceso o

dañar las condiciones estériles de los productos. Una termocupla delgada insertada en el producto, utilizada para controlar el proceso, llega a ser invasivo para el sistema, afectando también a la transferencia de calor del producto, como consecuencia, la cinética de secado es muy rápida en el vial supervisado y no es representativa en todo el sistema. Sin embargo, es el método que se ha propuesto para la supervisión del secado primario y para poder detectar el fin de la ésta etapa (Barresi, et al, 2009). El final de la sublimación ocurre cuando hay un aumento en las temperaturas del producto, como se observa en la fase D de la figura 2-10. Se asume que todos los restos de hielo se eliminan en ese momento, lo que equivale a una buena aproximación para asegurar que el secado primario ha finalizado (Roy & Pikal, 2016).

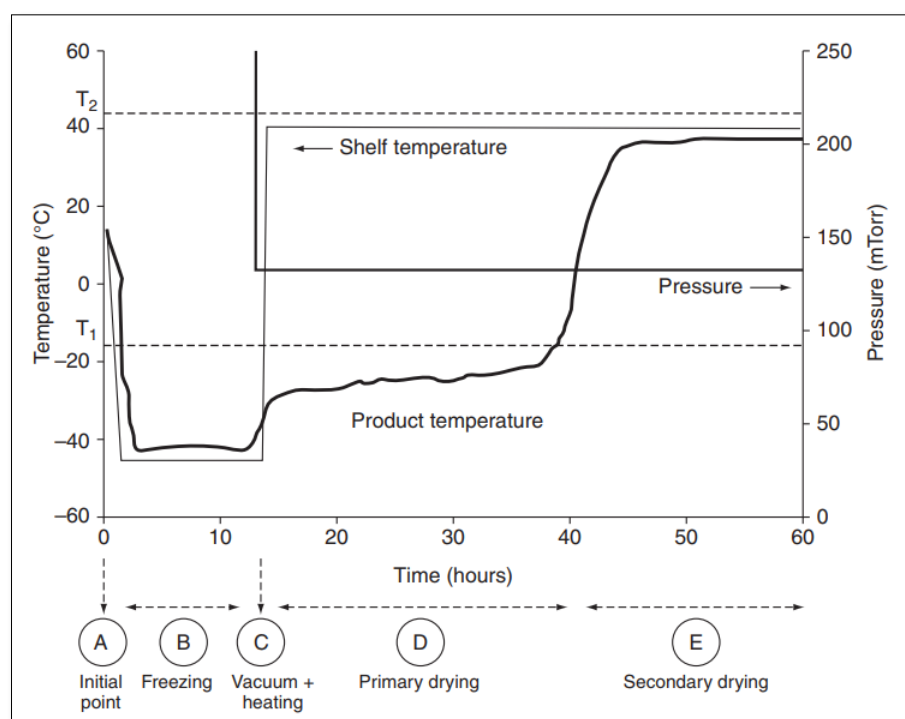


Figura 2-10: Etapas del proceso de liofilización. A: punto inicial, B: congelación, C: generación de vacío, D: secado primario, E: secado secundario.
Fuente: (Ratti, 2013)

Además, se sugiere que se puede detectar el final del secado primario, como el punto cuando la concentración de agua dentro de la cámara de secado es muy baja y la presión medida por el sensor pirani se aproxima al sensor capacitivo (Barresi, y otros, 2009).

Adicionalmente, para determinar el fin del secado primario, los equipos de liofilización cuentan con una válvula que logran la separación entre la cámara donde se encuentra el producto y el condensador, permitiendo realizar una prueba denominada “Pressure Increase Test” o “Pressure Rise Test”, donde la válvula se cierra cada cierto tiempo y por un tiempo determinado (ej. Cierre de válvula cada 60 [min] por 30[seg]), al realizar esta prueba el vapor de agua obtenida de la sublimación del hielo no se puede escapar de la cámara donde se encuentra el producto, como se aprecia en la figura 2-11. Dando como resultado un aumento de presión en la cámara, que se puede medir, sin embargo, una vez que el producto está completamente seco habrá poco o ningún aumento en la presión (Christ, 2015).

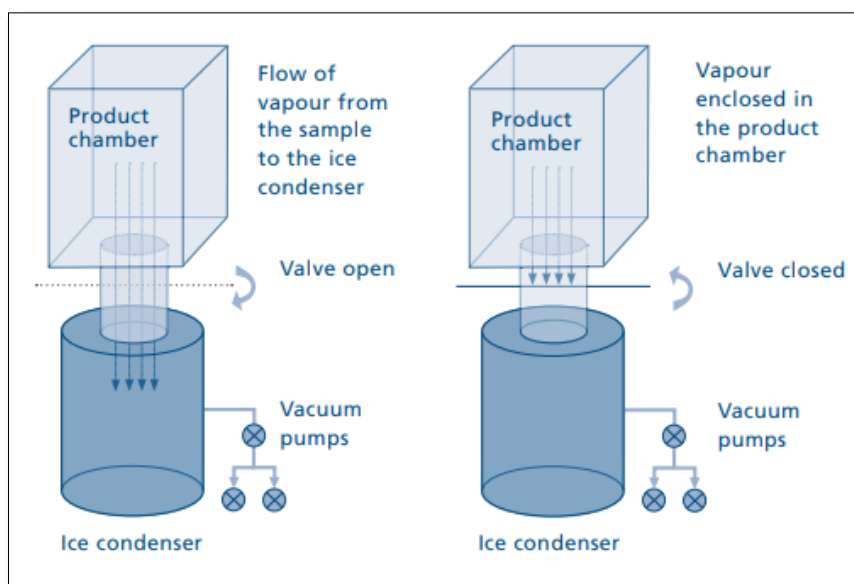


Figura 2-11: Principio de prueba de aumento de presión “Pressure Increase Test”
Fuente: (Christ, 2015)

De hecho, de acuerdo para la literatura, la sensibilidad del método depende de la relación de la superficie de sublimación activa al volumen de la cámara y disminuye a medida que el tamaño del lote disminuye, pero no se especifica ningún límite inferior necesario para obtener datos confiables (Milton, et al, 1997).

Secado Secundario

Las porciones remanentes de agua no congelada (agua ligada), que no sublima en la primera etapa del secado, se elimina por desorción de la fase de soluto. Inmediatamente después del secado primario, un producto amorfo todavía contiene una buena cantidad de agua residual (5%-20% en base a sólidos secos, dependiendo de la formulación). El objetivo principal de esta etapa, es la reducción de humedad residual a un nivel óptimo de esterilidad, que suele ser 1%-3%. El secado secundario se realiza disminuyendo la presión de operación y aumentando la temperatura (Tang & Pikal, 2004).

La temperatura de la cámara de liofilización debe aumentar lentamente en el secado secundario, ya que un aumento brusco puede provocar colapso en los productos amorfos, debido al alto contenido de humedad residual, el potencial de colapso es mayor al principio del secado secundario. Una velocidad de incremento de 0,1 ó 0,15°C por min para productos amorfos es generalmente un procedimiento seguro y apropiado, esta velocidad de no necesita mantener una vez que la temperatura del producto alcanza la temperatura ambiente. Los productos cristalinos no tienen ningún potencial de colapso durante el secado secundario, y se sugiere una tasa de incremento más alta para dichos productos (0,3 o 0,4°C por min) (Tang & Pikal, 2004).

Los productos deben mantenerse a una temperatura "alta" durante un período suficiente para permitir la desorción del agua deseada. Por lo general, es mejor usar una temperatura alta dentro de la cámara de liofilización durante un tiempo corto que una temperatura baja durante un período prolongado (Pikal M., et al, 1990). La razón es que la tasa de desorción de agua disminuye drásticamente con el tiempo a una temperatura dada y tiempos superiores a 3-6 horas, y no puede disminuir aún más la humedad. Los productos amorfos son más difíciles de secar que los productos cristalinos; por lo tanto, se necesitan temperaturas más altas y prolongadas para eliminar el agua absorbida (Tang & Pikal, 2004).

Normalmente, los tiempos de secado de 3-6 horas a la temperatura del terminal son óptimos, con la temperatura del terminal variando de acuerdo con la formulación, pero

normalmente están en el rango de 40 a 50 °C. El tiempo óptimo de secado secundario se puede determinar mediante la medición de humedad residual en tiempo real durante el secado secundario extrayendo muestras del liofilizador sin interrumpir el secado en frío (Kamat, et al, 1989).

2.3.3. Ventajas y desventajas de la Liofilización

El principal objetivo de la liofilización es quitar el agua de un material, mientras queda la estructura básica y composición del material intacto. Hay dos razones para hacer esto con un alimento (Ramírez, 2006):

1. Disminución del agua: se realiza para evitar que el alimento se estropee por la acción de microorganismos, tales como las bacterias que se alimentan de la materia y la descomponen. Las bacterias pueden generar enfermedades o causar el mal gusto en los alimentos.
2. Reducción de peso total del alimento: la mayoría de los alimentos está compuesto de una gran parte de agua (la mayoría de las frutas entre un 80 – 90% de agua). Al eliminar el agua, se obtiene un alimento más ligero, facilitando el transporte del producto.

A continuación, se presentan las principales ventajas y desventajas de la liofilización (Pardo & Mauricio, 2002):

Ventajas de la liofilización

- a. Mantiene mejor la estructura y el aspecto original del alimento.
- b. La baja temperatura de trabajo impide la alteración de productos termolábiles.
- c. Al sublimar el hielo, queda una estructura porosa que permite una reconstitución rápida.
- d. Inhibe el deterioro del color y sabor por las reacciones químicas y las pérdidas de propiedades fisiológicas.
- e. La humedad residual es baja.
- f. El tiempo de conservación es largo.

- g. La retención de aromas es muy alta.
- h. El encogimiento es despreciable.

Desventajas de la liofilización

- a. Es necesaria una gran inversión de equipamientos, alrededor de tres veces el de otros métodos.
- b. Alto coste energético.
- c. Elevado tiempo de proceso.
- d. Alto precio del producto final.

2.3.4. Diferencias entre la liofilización y el secado convencional

Realizar un proceso de secado es bastante simple, donde los productos pueden ser alimentos, drogas, u otro material biológico. Solo se debe fijar en un área caliente, árida y el interior líquido del agua se evaporará. El calor entrega la energía necesaria para que las moléculas de agua se puedan romper libremente y logren convertirse de agua líquida a gas. Existen dos principales problemas en este tipo de secado (Ramírez, 2006).

1. Dificultad de eliminar el agua: es difícil eliminar toda el agua, ya que la mayoría del agua no se expone directamente al aire. Generalmente, se puede eliminar entre un 90-95% lo que retrasará la actividad bacteriana y enzimática, sin embargo, no la parará totalmente.
2. Cambio de características organolépticas: el calor implicado en el proceso de evaporación cambia perceptiblemente la forma, textura y la composición del material, de la misma forma como ocurre con el horno. Además, la energía térmica facilita las reacciones químicas que hacen cambiar la forma, gusto, olor o aspecto total.

A continuación, se muestra un cuadro de diferencias entre el secado convencional y la liofilización.

Tabla 2-4: Diferencias entre el secado convencional y la liofilización

Secado Convencional	Liofilización
Recomendado para obtener alimentos secos (verduras y granos)	Recomendado para la mayoría de los alimentos pero se ha limitado a aquéllos que son difícil de secar a través de otros métodos
Es poco satisfactorio para carne	Recomendado para carnes crudas y cocidas
Rango de Temperatura 37 – 93°C	Temperaturas debajo del punto congelación
Presiones atmosféricas	Presiones reducidas (27–133 Pa)
Se evapora el agua de la superficie del alimento	Se sublima el agua del frente de congelación
Movimiento de solutos y lo que causa algunas veces endureciendo	Movimiento mínimo de solutos
Las tensiones en alimentos sólidas causan daño estructural y encogimiento	Cambios estructurales o encogimiento mínimos
Rehidratación incompleta o retardada	Rehidratación completo o rápido
Partículas porosas secas tienen a menudo una densidad más alta que el alimento original	Partículas porosas secas tienen una densidad más baja que el alimento original
Olor y sabor frecuentemente anormal	Olor y sabor normalmente intensificado
Color frecuentemente más oscuro	Color normal
Valor nutritivo reducido	Nutrientes retenidos en gran porcentaje
Costos generalmente bajos	Costos generalmente altos, aproximadamente cuatro veces más que el secado convencional

Fuente: (Fellows, 2000)

2.3.5. Liofilización en la industria

Los usos de hoy en día la liofilización se puede dividir en los siguientes tipos (Hua, et al, 2010):

- Liofilización de alimentos y microorganismos: en la industria lo que más se realiza es la liofilización de microorganismos, café y la leche. Está emergiendo la liofilización de frutas y verduras.
- Liofilización de productos farmacéuticos biológicos: se ha convertido en la aplicación más importante y con mayor inversión.
- Liofilización de células humanas.
- Otros dominios.

Liofilización de microorganismos

Una gran cantidad de microorganismos han podido ser liofilizados exitosamente, como bacterias, actinomicetos, levaduras, hongos filamentosos y virus. La supervivencia liofilizada de los microorganismos es más del 80%. Sin embargo, hasta ahora hay muchos microorganismos que no pueden ser liofilizados. Incluso para muchos microorganismos que se liofilizan con éxito, los procedimientos de liofilización no son lo mismo, y el los agentes no son tan similares.

Liofilización de alimentos

En alimentos se obtiene la ventaja de conservar el color, olor y sabor; evitando la pérdida de ingredientes nutricionales y endurecimiento de la superficie.

Los alimentos están completamente deshidratados, por lo cual son livianos, fácil de rehidratar, solubles y se pueden almacenar a temperatura ambiente por un largo tiempo. Se les conoce como el procesamiento de alimentos del siglo 21, los cuales tienen un gran valor agregado y su precio es de 7 a 8 veces un producto congelado y 4 a 6 veces más que los alimentos secados por exposición de calor.

Liofilización de productos farmacéuticos

Los productos farmacéuticos fabricados con este método tienen siguientes características: estabilidad estructural, básicamente sin cambios en la actividad biológica y casi ninguna pérdida de los ingredientes volátiles. Los productos farmacéuticos tienen una estructura porosa y buena eficacia terapéutica, alta pérdida de agua de 95% -99%, almacenamiento conveniente a temperatura ambiente o en el refrigerador durante mucho tiempo.

Liofilización de células humanas

La liofilización de células humanas atrae una gran atención y se estudia activamente en el actual círculo académico internacional. Si logra ser exitoso, la tecnología tendrá aplicaciones extremadamente importantes y generará un cambio significativo en la medicina clínica. Sin embargo, la liofilización de las células humanas es mucho más

difícil que microorganismos y drogas biológicas. Actualmente todavía está en la exploración etapa y aún no se ha puesto en práctica clínica.

Otras aplicaciones

La tecnología de liofilización ha encontrado aplicaciones importantes, como las que se mencionaran a continuación.

- Preservación de la piel, córnea y hueso, y en la preparación del andamio de productos de ingeniería de tejidos.
- En la ciencia de los materiales para la preparación de diversos polvos superfinos, incluidos polvo de cerámica, polvo de catalizador, polvo de metal, polvo de aleación y magnético polvo para grabar.
- Nuevos cosméticos para el cuidado de la salud, la preparación de muestras biológicas de electrones microscopía, la fabricación de muestras de órganos animales y humanos.

Empresas dedicadas a la liofilización

Existen varias empresas a nivel mundial dedicadas a la liofilización, las que se muestran en la tabla 2-5:

Tabla 2-5: Empresas dedicadas a la liofilización

Nombre empresa	Lugar	A que se dedica
LioBra	Brasil	Fármacos y alimentos
Commercial Freeze Dry	Reino Unido	Alimentos
HULL an SP Industries	Estados Unidos	Fármacos
Botanique Preservation, Inc	Estados Unidos	Material botánico y taxidermia
Nutripac S. A.	Brasil, Argentina y México	Fármacos, alimentos

Fuente: (Ramírez, 2006)

2.4. Parámetros relacionados a la liofilización

2.4.1. Porosidad del producto liofilizado

La liofilización provoca un cambio en la textura del producto, aumentando la porosidad y como consecuencia el aumento de superficie específica lo que provoca una reducción de la resistencia a la difusión de la humedad durante la fase final (Mounir, et al, 2012). Al realizar una congelación lenta se forman cristales de agua más voluminosos, provocando una rápida velocidad de secado y obteniendo poros más grandes, en comparación con la congelación rápida la cual genera cristales más finos, obteniendo como resultado poros más pequeños (Mafart & Béliard, 1994).

La porosidad obtenida en el proceso de liofilización hace que se pueda obtener buenos resultados al rehidratar el producto procesado (Pardo & Mauricio, 2002).

2.4.2. Temperatura eutéctica

Teóricamente, cuando se llega al punto eutéctico, todos los constituyentes de la muestras se cristalizan simultáneamente. Sin embargo, para la mayoría de los productos biológicos, muy pocos solutos cristalizaran a la temperatura eutéctica. Por lo tanto, si la temperatura continúa disminuyendo, se formarán más cristales de hielo; y la concentración de soluto dentro de la solución no congelada aumentara por estar sobresaturada, entonces tiene lugar la transición vítrea. Si se forma un sólido eutéctico durante la congelación, la temperatura en la sublimación debe ser inferior a ella (Hua, et al, 2010).

La temperatura eutéctica en la liofilización es una transición termodinámica de primer orden mientras que transiciones de vidrio son transiciones de segundo orden que puede depender de las muestras y del procedimiento de medición (Pikal & Shah, 1990).

2.4.3. Temperatura de colapso.

El colapso en las estructuras ocurre cuando se somete el producto a temperaturas altas, por lo cual, la viscosidad de la matriz disminuye y ocurriendo ablandamiento. Se pierde la estructura del poro (Pikal & Shah, 1990). La temperatura de colapso, depende

de la temperatura de proceso y de la humedad, disminuyendo a medida que aumenta el contenido de humedad de la muestra (Hua, et al, 2010).

El secado primario se debe realizar bajo la temperatura de colapso (Tang, et al, 2006). Cuando una matriz sólida (usualmente liofilizada) alcanza la temperatura de colapso, una aparición inicial de la extensión de interpartículas se manifiesta como una pérdida de estructura y una disminución del volumen de la muestra (Guy Levi, 1995).

2.4.4. Temperatura de transición vítrea

La transición vítrea es el paso de un estado termodinámico meta-estable, caracterizado por una alta agregación y orden molecular, a otro estado termodinámico conocido como estado gomoso, donde existe mayor movilidad de las moléculas y por ende menor estabilidad. Conocer la temperatura a la cual sucede el cambio del estado vítreo al estado desordenado supone una información muy importante a la hora de predecir y controlar las condiciones de almacenamiento óptimas que requiere un producto alimenticio, con miras a preservar sus características y propiedades sensoriales y alargar su vida útil (Gutiérrez, et al, 2015).

En temperaturas inferiores a la temperatura vítrea (T_g), se presenta un material vítreo rígido, el cual presenta una alta viscosidad (J. D. Ferry, 1980). Por encima de T_g los materiales vítreos se ablandan y como líquidos sobrenfriados tienen una disminución en la viscosidad y un aumento en la movilidad molecular. El cambio en el estado vítreo constituye un indicador del comienzo de los mecanismos de deterioro (Chirife & Buera, 1994).

En términos generales, cuanto mayor sea el valor de T_g , más estable es el producto. El valor de T_g se ve afectado por la humedad contenida y la historia térmica que ha experimentado el producto (Hua, et al, 2010).

A continuación, se muestra el diagrama de estados de la frutilla obtenido en la investigación de M.M. Sá y A.M. Sereno en 1994.

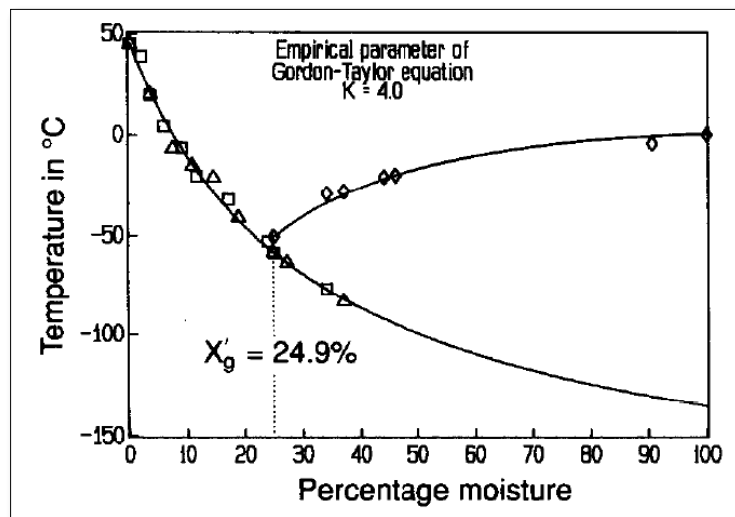


Figura 2-12: Diagrama de estados de la frutilla (Δ : Tg referencial; $\diamond$: Temperatura de derretimiento; $\square$: Tg de la investigación Sá y Serrano)
Fuente: (Sá & Sereno, 1994)

Para realizar la sublimación se debe utilizar una temperatura menor a Tg para evitar desvitrificación (Hua, et al, 2010). Para mantener los criterios de calidad de los productos alimenticios, es necesario mantener la parte no congelada en un estado vítreo amorfo, manteniendo la temperatura por debajo de la temperatura vítrea. Donde, a su vez la difusión prácticamente se detiene y las tasas de las reacciones bioquímicas que requieren contacto entre las moléculas se reducen considerablemente (Simatos, Blond, Dauvois, & Sauvageot, 1974). Tg puede ser determinada por calorimetría de barrido diferencial (DSC), basado en la variación de entalpía por unidad de masa. Maltini & Giangiacomo (1976) y Levine & Slade (1989) informaron un valor de Tg, para las frutillas de aproximadamente de -35°C (Chokri & René, 1997).

2.5. Rehidratación del producto liofilizado

Los productos liofilizados se rehidratan rápidamente y pueden llegar a tener un contenido de humedad y propiedades organolépticas similares a las del alimento original (Ocaña, 2013). Es importante considerar que la rehidratación no es el proceso inverso a la deshidratación, ya que ambos fenómenos tienen diferentes mecanismos de transferencia de materia y dependen de factores distintos.

La rehidratación en el proceso de secado, es el parámetro de calidad más evaluado en la literatura. De hecho, ningún producto seco puede tener buenos resultados de calidad si su rehidratación es baja. El secado por liofilización tiene una rehidratación entre 4 – 6 veces más alta que la de alimentos secados al aire, por lo que es una buena opción para comidas instantáneas o sopas listas para comer (Meda & Ratti, 2005).

El estado sólido del agua durante la liofilización protege la estructura y la forma de los productos con una reducción mínima del volumen, manteniendo la estructura de los alimentos y las células casi intactas, con un producto final altamente poroso, influyendo en la transferencia de masa durante la rehidratación, lo que hace que los productos liofilizados se rehidraten más rápido. Por lo tanto, cuando se trata de materiales altamente porosos, como los productos liofilizados, la capilaridad en lugar de la difusión podría ser el modo principal de transporte de agua (Saguy, et al, 2004).

2.6. Micro-perforaciones con láser de CO₂

La tecnología láser-CO₂ es una herramienta de gran precisión que genera un haz de luz enfocada eficientemente a un punto muy fino (Synrad, 2017). Ocurre una amplificación de la luz por emisión de radiación, generando haces de luz monocromática coherente y direccional que pueden centrarse en pequeños puntos, permitiendo la perforación específica, sin daños excesivos en áreas adyacentes (Fujimaru, et al, 2012).

La luz proveniente del láser crea una energía enfocada y de alta intensidad, calentando un lugar pequeño, lo que produce una evaporación instantánea del material, generando la perforación deseada (Deng, et al, 2012).

Debido a la longitud de onda del láser-CO₂, se puede utilizar eficientemente en materiales de origen orgánico, como madera, cuero, tela, papel y materiales similares. Es por esto, que en los últimos años el avance tecnológico ha hecho que sea posible el uso del láser en la industria de alimentos, donde se ha utilizado marcar quesos o carnes curadas, incisiones de castañas, bioestimulación, etc (elenlaser, 2017).

El láser-CO₂ es una solución potente para aplicaciones en la industria de alimentos y se puede ocupar de diferentes formas como perforar, micro-perforar, cortar y marcar. Al igual que en otros sectores industriales, las aplicaciones láser en la industria de alimentos permiten una gran eficiencia y precisión (elenlaser, 2017).

En estudios realizados en la industria de alimentos se ha llegado a la conclusión que a pesar de trabajar con energía y presión muy altas, la acción del láser se concentra en una pequeña parte del material orgánico, en consecuencia, la zona afectada por el láser es escasa y muy localizada. El resultado es que las propiedades organolépticas de los alimentos, como el sabor, la frescura, la textura y el color, no se modifican de ninguna manera por la acción del láser (elenlaser, 2017).

La ventaja de este tipo de sistema es que incluso con una fuente de láser de CO₂ de baja potencia, se puede obtener excelentes resultados. En términos generales, cuanto mayor sea la potencia del láser, más rápida será la operación y, por lo tanto, la productividad del sistema. El proceso se basa en el escaneo láser del producto a tratar, donde se debe regular cuidadosamente los parámetros de velocidad y potencia del láser, es posible configurar el láser con extrema precisión de acuerdo con los resultados que desea obtener (elenlaser, 2017).

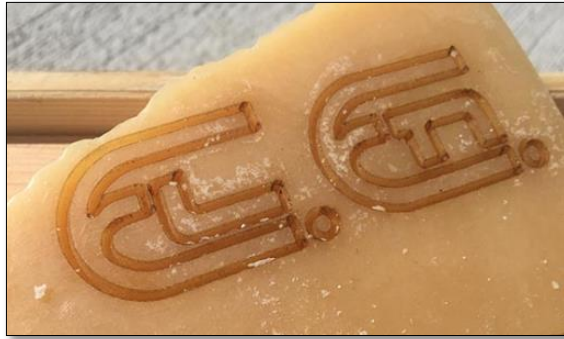


Figura 2-13: Material orgánico después de ser marcado con láser de CO₂
Fuente: (elenlaser, 2017)

Una investigación realizada por Fujimaru y otros, utilizaron micro-perforaciones en la piel de frutas, donde ha mejorado la eficacia de secado, siendo el primer estudio del uso de perforaciones de láser de CO₂ en el proceso de secado convencional (Deng, et al, 2012).

CAPÍTULO III – MATERIALES Y MÉTODOS

3. Materiales y Métodos

3.1. Metodología general

Se realiza la comparación de los tiempos de secado primario de frutillas con y sin micro-perforaciones. Primero se realiza una selección de tamaño de las frutillas, para que sean datos comparables, luego se realizan secados primarios para ambos casos por separado, utilizando las mismas condiciones de operación, al obtener el tiempo de sublimación, se hacen liofilizaciones completas para determinar la calidad del producto obtenido. A continuación, en la figura 3-1, se muestra el diagrama de flujo seguido en la investigación.

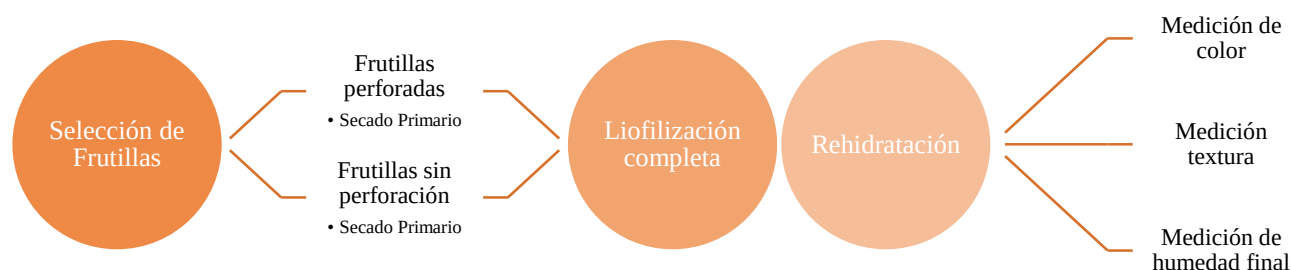


Figura 3-1: Diagrama de flujo del procedimiento

3.2. Materia prima

Se utilizan frutillas compradas en supermercados nacionales, de la marca Hortifrut, en dos formatos de 300 [g] o 500 [g], se necesitan frutillas de un tamaño mediano que se especificará más adelante.

Hortifrut, da la garantía de una fruta en condiciones aptas para trabajar, ya que cuenta con campos certificados, con altos estándares de calidad y productos con trazabilidad controlada.

En la tabla 3-1, se muestra la información nutricional de las frutillas.

Tabla 3-1: Información nutricional de las frutillas

INFORMACIÓN NUTRICIONAL		
Porción: 100 [g] (1/2 taza)		
Porciones por envase: 3		
	100 [g]	1 porción
Energía [kcal]	32	32
Proteínas [g]	0,7	0,7
Grasa Total [g]	0,3	0,3
H de C disponible [g]	7,7	7,7
Azúcares totales [g]	4,9	4,9
Sodio [mg]	1	1
Polifenoles totales [mg EAG]	222	222

Fuente: (Hortifrut, 2018)

3.3. Equipos

3.3.1. Liofilizador

Se utiliza un liofilizador marca Christ, modelo Alpha 2-4 LSCplus, la tabla 3-2, indica las principales características del equipo.

Tabla 3-2: Principales características del liofilizador Alpha 2-4 LSCplus

Datos de rendimiento	Equipo: Alpha 2-4 LSCplus
Condensador:	
Capacidad	4 [kg] máx.
Rendimiento	4 [kg] / 24 [h] máx.
Temperatura	Aprox. -85[°C]
Volumen cámara	Aprox. 6,5 [L]
Temperaturas de bandejas	Aprox. -35[°C] hasta +60[°C]
Superficie máxima por bandeja	Diámetro: 200[mm] A_{total} : 0,031[m ²]

Fuente: (Christ, 2016)

El equipo cuenta con 3 partes principales:

1. Cámara de liofilización: es donde se introduce el producto a liofilizar, proporciona un entorno limpio y a veces estéril para el proceso, además de otorgar las condiciones de temperatura y presión necesarias para realizar el proceso de liofilización.
2. Condensador: su función es eliminar los vapores condensables antes de que entren al sistema de bombeo de vacío.
3. Sistema de vacío: su función es proporcionar las presiones necesarias para las fases del secado primario y secundario.

A continuación, se muestra el liofilizador utilizado.



Figura 3-2: Liofilizador Alpha 2-4 LSCplus

Los sensores de presión del equipo son los siguientes:

- Sensor pirani: se basa en la dependencia de la presión de la disipación de calor interno al medio ambiente. La disipación de calor afecta a la resistencia eléctrica del cable o la corriente, que fluye a una tensión constante aplicada, el cual dependerá del tipo de gas (Christ, 2015).
- Sensor capacitivo: se basa en la deflexión dependiente de la presión de la membrana de un condensador eléctrico, que no depende de la composición del medio (Christ, 2015).

El equipo se controla a través del software LPCplus, la cual es una plataforma donde se ingresa el programa que se utilizara para realizar el liofilizador, donde se puede ver las gráficas de forma inmediata a lo largo de la prueba.

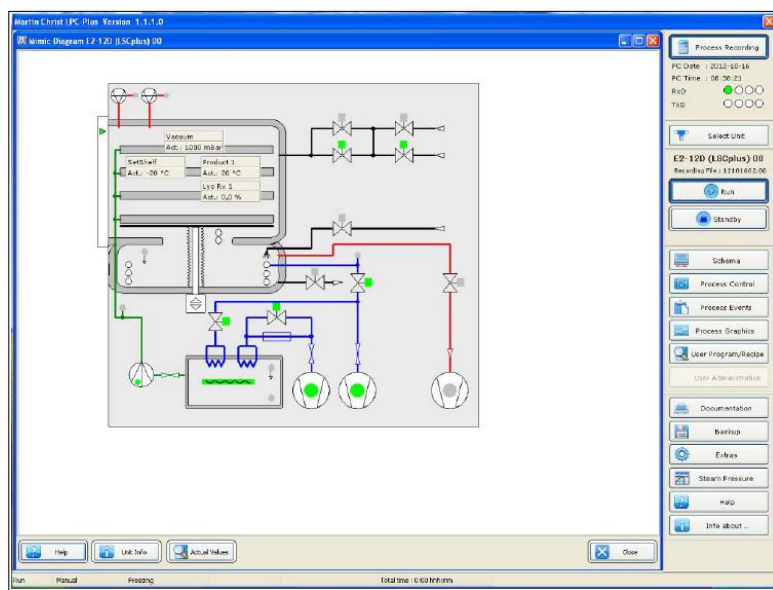


Figura 3-3: Interfaz del software controlador LPCplus

3.3.2. Láser CO₂

Se utiliza un láser de CO₂, de marca Synrad modelo TI100, en la tabla 3-3, se mencionan las principales características del láser.

Tabla 3-3: Características del láser TI100

Características	Equipo: TI100
Potencia de salida	100[W]
Diámetro haz	2,0[mm] +/- 0,3[mm]
Longitud de onda	9,3 -10,6 [μm]
Enfriamiento	Aire / ventilador
Carga máxima de calor	1700[W]

Fuente: (Synrad, 2017)

El funcionamiento del láser se realiza a través de software; Shortcut to WinMark, donde se dibuja la plantilla con la perforación deseada. Para utilizar el láser se debe determinar la potencia total, la cantidad de pulsos, frecuencia y velocidad lineal.



Figura 3-4: Laser Synrad TI100

3.3.3. Medidor de Color

Para la medición del color de la frutilla se utiliza el colorímetro Marca Konica Minolta, modelo CR-400. Se obtienen las coordenadas de color CIE-L*a*b* (Konica Minolta, 2007).

Los parámetros de medición indican lo siguiente:

- L*: Luminosidad (+) Blanco, (-) Negro
- a*: (+) Rojo, (-) Verde
- b*: (+) Amarillo, (-) Azul



Figura 3-5: Medidor de Color: Colorímetro Konica Minolta, CR-400

3.3.4. Medidor de textura

Se utiliza un texturómetro, “TexturePro CT V1.2 Build 9”, el cual sirve para medir la dureza de las frutillas, para poder determinar la calidad de la fruta liofilizada. Para realizar la prueba de textura, se debe seleccionar la pieza y los parámetros como tipo test, tipo de objetivo y cantidad de carga de activación para poder hacer la medición. El equipo utiliza el software “TexturePro CT”, donde se colocan los parámetros y hace funcionar el texturómetro.



Figura 3-6: Texturómetro TexturePro CT V1.2 Build 9

3.3.5. Horno

Para medir la humedad se utiliza una estufa marca Memmert modelo UM200, la que cuenta con una temperatura nominal de 220[°C] y un volumen de 32[L].

3.3.6. Balanza

Se utiliza la balanza marca RADWAG modelo AS 200/C/2, con una capacidad máxima de 220[g] y una legibilidad de 0,1[mg].

3.4. Métodos

3.4.1. Preparación Frutillas

En la preparación de las frutillas, como la fruta es comprada en supermercado su índice de maduración es estándar para un consumo fresco (figura 2-5) y cuenta con 9°-13° Brix.

Lo primero que se realiza es corta el cáliz y pedúnculo (figura 2-4), dejando la frutilla entera para realizar el proceso, por cada liofilización se utilizan 9 frutillas, las cuales deben tener medidas estándares, para obtener datos comparables.

Se considera como una elipse la forma que queda como base de las frutillas. Por lo cual, se estable rangos de área de contacto, altura y la masa, las que se definen en la tabla 3-4.

Tabla 3-4: Medidas de frutillas con 95% de conf.

Área de contacto [mm ²]	Altura [mm]	Masa [g]
752,30 ± 60,88	45,14 ± 2,09	30,96 ± 2,32

Por cada liofilización, 3 frutillas tendrán termocuplas Pt100, indicando la temperatura de la frutilla, el lugar donde se introducen las termocuplas es en la parte interior de la frutilla, donde se asume que es la última parte que sublima.

Micro-perforaciones en laser de CO₂

Para realizar las perforaciones, se debe cargar la configuración que se desea realizar en el software, donde se introducen los parámetros definidos para realizar la operación deseada, es importante considerar que el láser trabaja a una distancia de 128[mm], entre el haz de luz y el producto, para obtener el resultado deseado se debe ajustar la base donde se encuentra el alimento para que esta distancia sea siempre la misma.



Figura 3-7: Frutilla en proceso de micro-perforación

3.4.2. Liofilización

Para realizar la liofilización, se realiza una congelación a -85°C en la cámara del condensador del liofilizador por 105[min].

Para realizar la liofilización, en el secado primario se utiliza una presión de 0,3[mbar] y una temperatura de bandeja de 50°C (Chokri & René, 1997), y el secado secundario a una presión de 0,01[mbar] y una temperatura de bandeja de 50°C .

Determinación fin del secado primario

Para dar por finalizado el secado primario se utilizan criterios obtenidos de bibliografías, los cuales se han adaptado a las condiciones del laboratorio según los sensores que contiene el liofilizador Alpha 2-4 LSCplus, y los análisis que se pueden realizar en el equipo. Cada criterio que se utiliza arroja un tiempo diferente para un mismo resultado, que es el tiempo del secado primario, por lo cual se utiliza intervalos con un 95% de confianza para la obtención del tiempo, se realiza para frutillas con y sin micro-perforaciones, para luego realizar el análisis estadístico correspondiente y determinar la diferencia al utilizar el láser en el proceso de liofilización.

3.4.3. Rehidratación

La rehidratación de las frutillas liofilizadas, se realizan para evaluar la calidad de la fruta obtenida y obtener el rendimiento de rehidratación.

Se rehidratan 2 grupos de frutillas:

- I. Frutillas liofilizadas con micro-perforaciones.
- II. Frutillas liofilizadas sin micro-perforaciones.

Por cada grupo de frutillas se utilizan dos temperaturas de rehidratación: 2[°C] y 20[°C]. Lo que da un total 4 grupos, como se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 3-5: Forma de rehidratación

	Micro-perforaciones	Temperatura rehidratación
Grupo 1	SI	2[°C]
Grupo 2	SI	20[°C]
Grupo 3	NO	2[°C]
Grupo 4	NO	20[°C]

Se realiza la rehidratación utilizada por Meda y Ratti, donde se dejan las frutillas liofilizadas a temperatura ambiente, por cada grupo se utilizan 3 frutillas, cada uno en un vaso precipitado de 200 [ml], en el cual se colocan 100 [ml] de agua destilada, las muestras se sumergen por diferentes períodos de tiempo (1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 y 60 [min]). Para que las muestras se mantengan completamente sumergidas, se utiliza un vaso precipitado de 50 [ml] con un poco que agua. Luego, de cada periodo de rehidratación las muestras se deben pesar para obtener la curva de rehidratación a lo largo del tiempo, previo al pesaje se dejar estilar las muestras para eliminar el exceso de agua que se encuentra en la parte exterior de la fruta y no afecte a los pesos obtenidos.

La cantidad de rehidratación se calcula de la siguiente manera:

$$\%rehidratación = \frac{W_r}{W_0} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde, W_r es el peso después de la rehidratación, W_0 el peso inicial (Meda & Ratti, 2005).

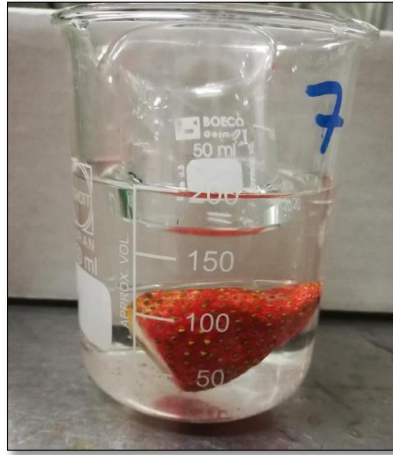


Figura 3-8: Rehidratación frutillas liofilizadas

3.4.4. Medición de humedad

La medición de humedad es para obtener la humedad obtenida al finalizar el secado primario y la humedad final al realizar un proceso completo de liofilización.

Al sacar la fruta del liofilizador, se deben pesar, luego colocar las muestras en un desecador al vacío y se mantienen por 24 horas en la estufa a 60[°C], finalmente se sacan las muestras y se vuelven a pesar. La humedad se calcula de la siguiente forma:

$$\%Humedad = \frac{\text{Peso muestra húmeda} - \text{Peso muestra seca}}{\text{Peso muestra húmeda}} \cdot 100 \quad (2)$$

3.4.5. Medición de color

La medición de color se realiza para comparar los siguientes grupos de frutillas:

- Frutillas descongeladas.
- Frutillas liofilizadas y rehidratadas sin perforaciones.
- Frutillas liofilizadas y rehidratadas con perforaciones.

Los pasos realizados para cada medición son los siguientes:

- I. Calibración de blanco: se realizan 3 mediciones en la placa blanca de calibración.
- II. La cantidad de frutillas medidas es de 3 por grupo, realizando 5 mediciones en el plano ecuatorial por frutilla.
- III. Se obtienen las coordenadas del color.

Luego de obtener las coordenadas de color, se puede obtener el parámetro “hue” indicando el ángulo de tono (Konica Minolta, 2007).

$$hue_{ab} = Arctg\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad (3)$$

Otro parámetro que se obtiene es la pureza del color, denominado Croma.

$$Croma_{ab} = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (4)$$

3.4.6. Medición de textura

La medición de textura se realiza en frutillas rehidratadas y descongeladas, donde se aplica una prueba de comprensión. Este test puede medir la fuerza necesaria para producir una deformación dada y/o la deformación causada por una determinada fuerza.

Se obtendrá la dureza, que es la fuerza requerida para comprimir un alimento entre molares o en conjunto lengua y paladar. Se mide en unidades de fuerza como Newton [N] (Rosenthal, 1999).

El test que se realiza para obtener la dureza es del primer ciclo de compresión, obteniendo así la dureza, que es la fuerza máxima obtenida, como se representa en la figura 3-9 (Galletto, et al, 2010).

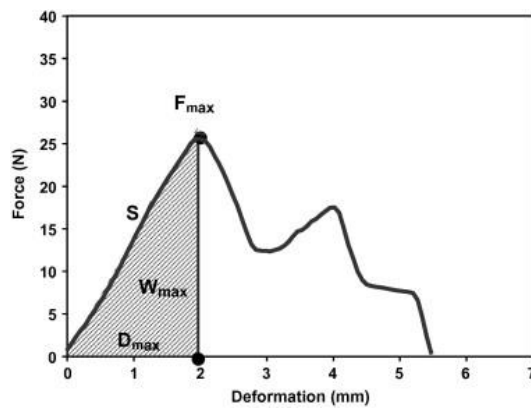


Figura 3-9: Curva de fuerza en función de la deformación
Fuente: (Galletto, et al, 2010)

Donde $F_{\max}$ es la dureza, $D_{\max}$ es la distancia de deformación para alcanzar la dureza, S es la pendiente de la curva de fuerza en función de la deformación y $W_{\max}$ es el trabajo necesario para alcanzar la fuerza máxima (Galletto, et al, 2010).

Los parámetros utilizados para la prueba de textura son los siguientes:

Tabla 3-6: Parámetros utilizados en el Texturómetro

Parámetro	Valor
Tipo de muestra	Bloque
Largo de muestra [mm]	-
Diámetro Muestra [mm]	-
Tipo de Test	Compresión
Deformación [%]	30
Carga Activación [N]	0,07
Velocidad Test [mm/seg]	1
Sonda	TA11/1000
Contador de Ciclos	1
Tiempo de Recuperación [s]	0

A continuación, se muestra la sonda utilizada en el test de textura.



Figura 3-10: Sonda TA11/1000

3.5. Análisis estadísticos

3.5.1. Media muestral y media poblacional

Es una característica importante de una muestra de “n” observaciones, representando su valor medio, se representa como $\bar{y}$. Se puede escribir de la siguiente forma (Box, Hunter, & G.Hunter, 2008):

$$\bar{y} = \frac{y_1 + y_2 + \dots + y_n}{n} = \frac{\sum y}{n} \quad (5)$$

Si una población teórica contiene un número “N” muy grande de observaciones, resulta conveniente representar la misma medida de posición mediante la letra griega η y denominarla media poblacional, de forma que (Box, Hunter, & G.Hunter, 2008):

$$\eta = \frac{\sum y}{N} \quad (6)$$

3.5.2. Desviación estándar

La desviación estándar, representada por la letra σ , es el índice de dispersión de un conjunto de datos, a medida que este valor aumenta, la dispersión crece (Box, Hunter, & G.Hunter, 2008):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (y - \eta)^2}{N}} \quad (7)$$

3.5.3. Intervalos de confianza

Los procedimientos más utilizados de inferencia estadística son: la construcción de intervalos de confianza y la prueba de hipótesis. La probabilidad de que el valor real del parámetro esté en el intervalo construido, se denomina nivel de confianza y su notación es $1 - \alpha$. Por el contrario, la probabilidad de equivocarse, se denomina nivel de significancia y su notación es α .

La construcción de intervalos de confianza es por lo general $1 - \alpha = 95\%$ (o significancia $\alpha = 5\%$).

Para construir un intervalo de confianza, se puede comprobar que la denominada Distribución Normal Estándar cumple con lo siguiente:

$$P(-1,96 < z < 1,96) = 0,95 \quad (8)$$

Si una variable y posee una distribución $N(\eta, \sigma)$ entonces el 95% de las veces se cumple:

$$-1,96 \leq \frac{\bar{y} - \eta}{\sigma} \cdot \sqrt{n} \leq 1,96 \quad (9)$$

Al despejar η se obtiene el siguiente intervalo de confianza:

$$IC = \left[\bar{y} - 1,96 \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}} ; \bar{y} + 1,96 \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right] \quad (10)$$

Cuando la muestra es pequeña se debe utilizar la distribución t-Student, por lo cual, la desviación estándar a utilizar es la siguiente:

$$s = + \sqrt{\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n - 1}} \quad (11)$$

Y el intervalo de confianza de la siguiente manera:

$$IC = \left[\bar{y} - t_{n-1, \frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} ; \bar{y} + t_{n-1, \frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \right] \quad (12)$$

El valor $t_{n-1, \frac{\alpha}{2}}$ se obtiene del anexo 1.

CAPÍTULO IV – RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4. Resultados y Discusión

4.1. Determinación del tiempo del secado primario

Es necesario establecer criterios para determinar el momento que finaliza el secado primario. Como se expuso anteriormente, es el momento exacto donde todos los cristales de hielo sublimaron y comienza el secado secundario, ocurriendo la desorción del agua que no se congeló.

4.1.1. Temperatura del producto

La temperatura del producto se mide con una termocupla, que es insertada en la parte inferior del alimento, donde se asume que es la última parte en sublimar, por lo cual al momento de terminar el secado primario ocurre un aumento brusco en la temperatura del alimento, ya que sublima la última capa de hielo, donde se encuentra la termocupla (Bardat, et al, 1993). Para determinar este punto con precisión, se selecciona los datos donde se observa que ocurre el secado primario y el aumento de temperatura que indicará su final, descartando los valores iniciales y finales del proceso completo, ya que no aportan información para determinar cuando acaba el secado primario.

Se calcula la pendiente por tramos de 20 [min] en el set de datos seleccionados. El momento que aumenta de temperatura debido al calentamiento del producto, ocurrirá un aumento en la pendiente de la temperatura del producto en función del tiempo, en ese momento se da por finalizado el secado primario.

En la figura 4-1, se muestra un proceso completo de liofilización como ejemplo de la toma de datos, en este caso sería entre las 6 y 20 horas.

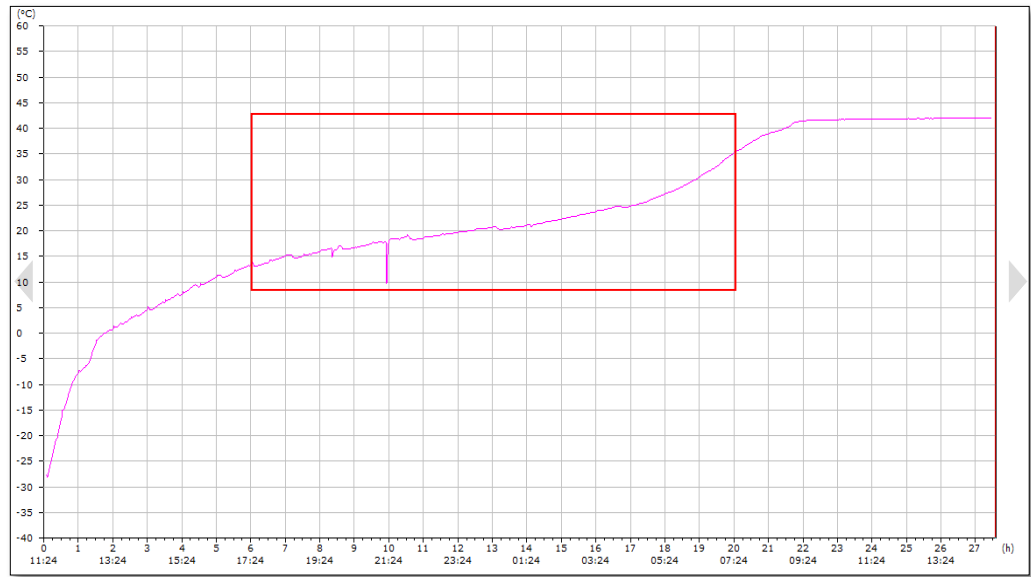


Figura 4-1: Datos temperatura del producto durante el proceso de liofilización

4.1.2. Comparación sensor pirani con capacitivo

El criterio de diferencia de presión, indica la diferencia entre el sensor pirani con el sensor capacitivo. El sensor pirani es sensible a la composición de gases de la cámara de liofilización, ya que mide la conductividad térmica del gas en la cámara de secado, en cambio el sensor capacitivo mide la presión absoluta de la cámara de secado. Durante el secado primario, en el sensor pirani se registra un 60% más que en el sensor capacitivo, debido a que la conductividad térmica del vapor de agua es alrededor de 1,6 veces la conductividad térmica del nitrógeno, gracias a esta diferencia se puede determinar el fin del secado primario, en el momento que la presión indicada por el sensor pirani comienza a disminuir bruscamente (onset) ver figura 4-2, lo que se debe a que la composición del gas cambia de vapor de agua a aire (mayormente nitrógeno), por cual se asume que la sublimación ha finalizado (Patel, et al, 2010).

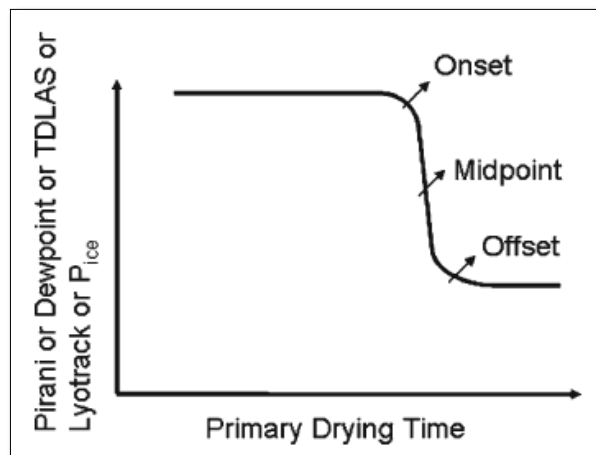


Figura 4-2: Representación sensor de presión pirani, termino secado primario en punto onset
Fuente: (Patel, Doen, & Pikal, 2010)

4.1.3. Prueba de aumento de presión

Esta prueba consiste en registrar el aumento de presión de la cámara de secado después de haber sido aislada de la cámara del condensador, si el secado primario aún no termina la presión dentro de la cámara aumentará ya que no se puede condensar el vapor de agua que sale del alimento, el problema que tiene esta prueba es que al aislar la cámara de secado la temperatura se eleva lo que puede produce colapso en el producto (Bardat, et al, 1993).

El final del secado primario ocurre cuando hay una caída brusca de la diferencia de presión dentro de la cámara, indicando una baja en el flujo de vapor de agua que sale del producto, es cuando pasa a secado secundario. La representación gráfica es como la figura 4-2, siendo el fin del secado primario en el punto onset.

La prueba de aumento de presión se realizó cada 30[min] por un tiempo de 30[seg].

4.2. Tiempo de secado primario en frutillas enteras

Para obtener los tiempos de secado primario, se utilizaron los criterios expuestos en el punto 4.1, utilizando 2 experimentos, los cuales se aprecian en las figuras 4-3 y 4-4.

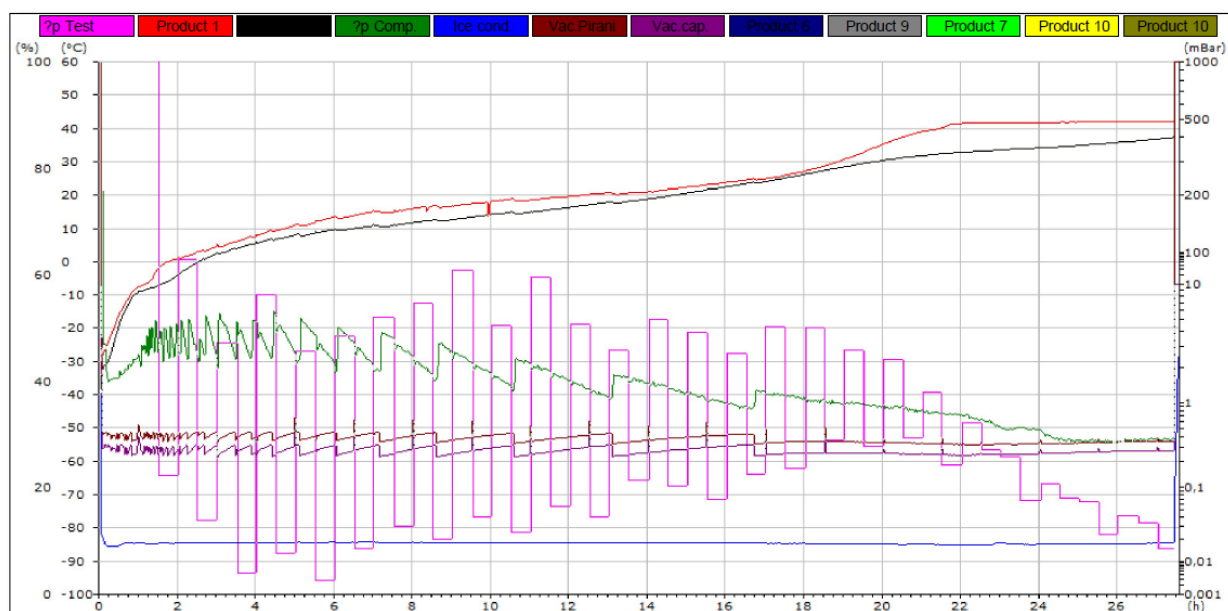


Figura 4-3: Proceso de secado primario para frutillas enteras, experimento 1

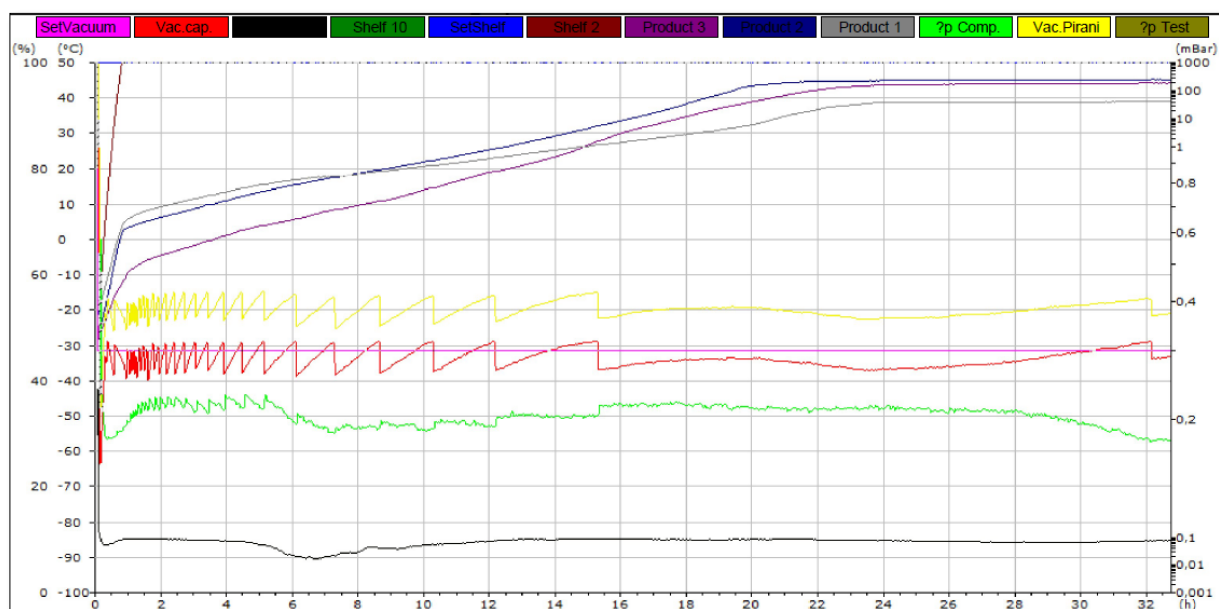


Figura 4-4: Proceso de secado primario para frutillas enteras, experimento 2

En el experimento 2, no se realizó la prueba de aumento de presión.

Cada criterio para determinar el fin del secado primario se debe analizar por separado.

Temperatura del producto para frutillas

Para la obtención del tiempo por el criterio de temperatura del producto, solo se utilizan los datos de temperatura donde se obtiene una diferencia notoria en la pendiente dT/dt . No se pueden considerar los datos de temperatura en el tiempo que no cumplan con una diferencia notoria de pendiente, pues no se tiene una referencia aceptable para definir el fin del secado primario.

Experimento 1: La temperatura del producto donde se obtiene un incremento está representada por “producto 1” en la figura 4-2. El rango de tiempo que se selecciona para obtener las pendientes de las temperaturas del producto es de las 10 horas de proceso hasta las 20 horas.

Experimento 2: Las temperaturas del producto utilizadas están representadas por “producto 1” y “producto 3” en la figura 4-3. El rango de tiempo que se selecciona para obtener las pendientes de las temperaturas del producto es de las 5 horas de proceso a las 22 horas. En este experimento, se obtiene 2 tiempo de secado primario por el mismo criterio, por lo cual, se informara el promedio de ellos para su posterior análisis.

A través, de este criterio se obtienen un tiempo de fin de secado primario, correspondiente a temperatura de producto analizada, el tiempo encontrado se describen en la tabla 4-1. En Anexos 3, se muestran la representación gráfica de las pendientes en el tiempo.

Tabla 4-1: Fin de secado primario, según temperatura de producto en frutillas

	Experimento 1	Experimento 2	Promedio
Tiempo de secado primario [h]	16,2	19,05	17,63

Comparación sensor pirani con sensor capacitivo en frutillas

Para determinar el fin del secado con este criterio se utilizan los datos de Δp comparativo, donde se indica la diferencia de presión entre el sensor pirani y el

capacitivo. En la figura 4-5, se representa los datos obtenidos del experimento 1 y en la figura 4-6, los del experimento 2.

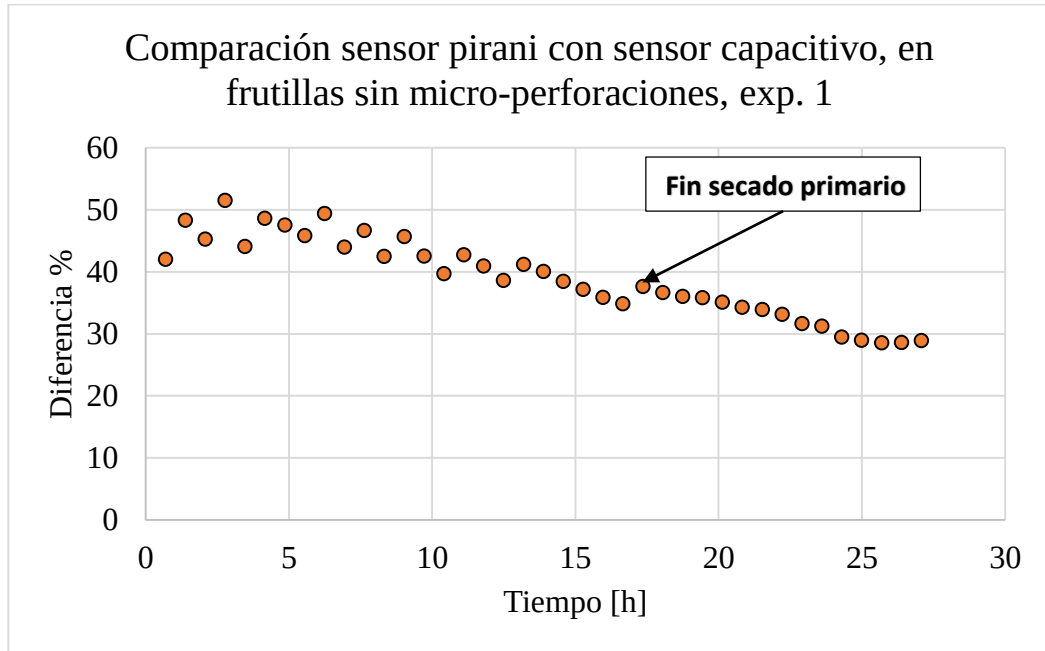


Figura 4-5: Experimento 1: Fin del secado primario, según diferencia de sensores de presión en frutillas.

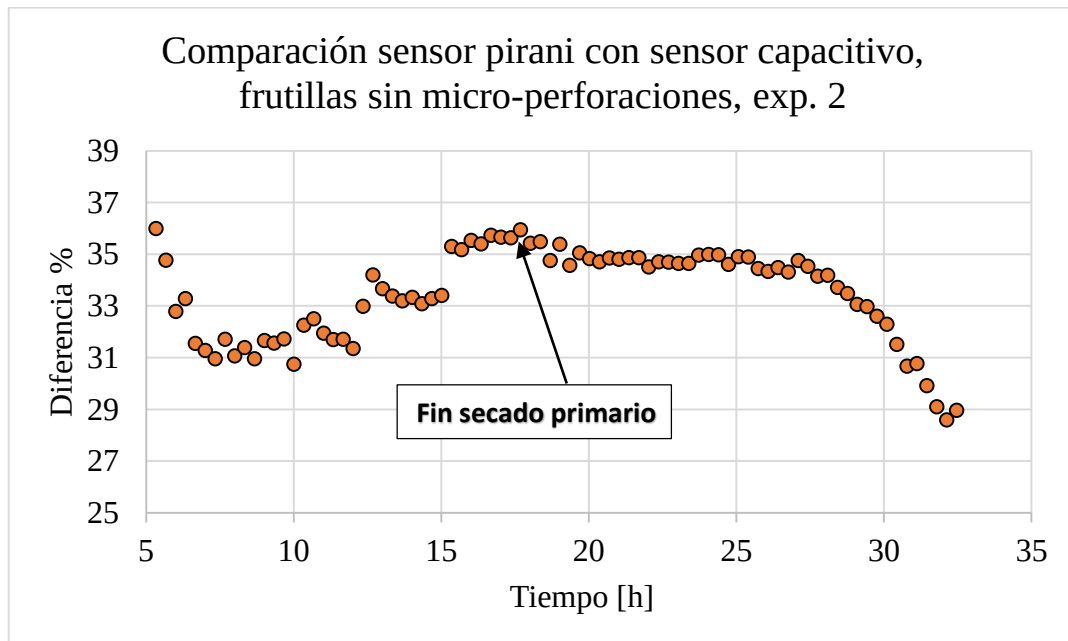


Figura 4-6: Experimento 2: Fin del secado primario, según diferencia de sensores de presión en frutillas.

El fin del secado primario se obtiene dónde comienza a disminuir el % de diferencia entre los sensores de presión, el cual corresponde a:

Tabla 4-2: Fin de secado primario, según comparación de sensores de presión en frutillas

	Experimento 1	Experimento 2	Promedio
Tiempo de secado primario [h]	17,4	18,1	17,75

Prueba de aumento de presión, para el fin del secado primario en frutillas

En la prueba de aumento de presión se utilizan los datos ΔP test, el cual indica la diferencia de presión absoluta de la cámara de secado, esta prueba solo fue realizada para el experimento 1.

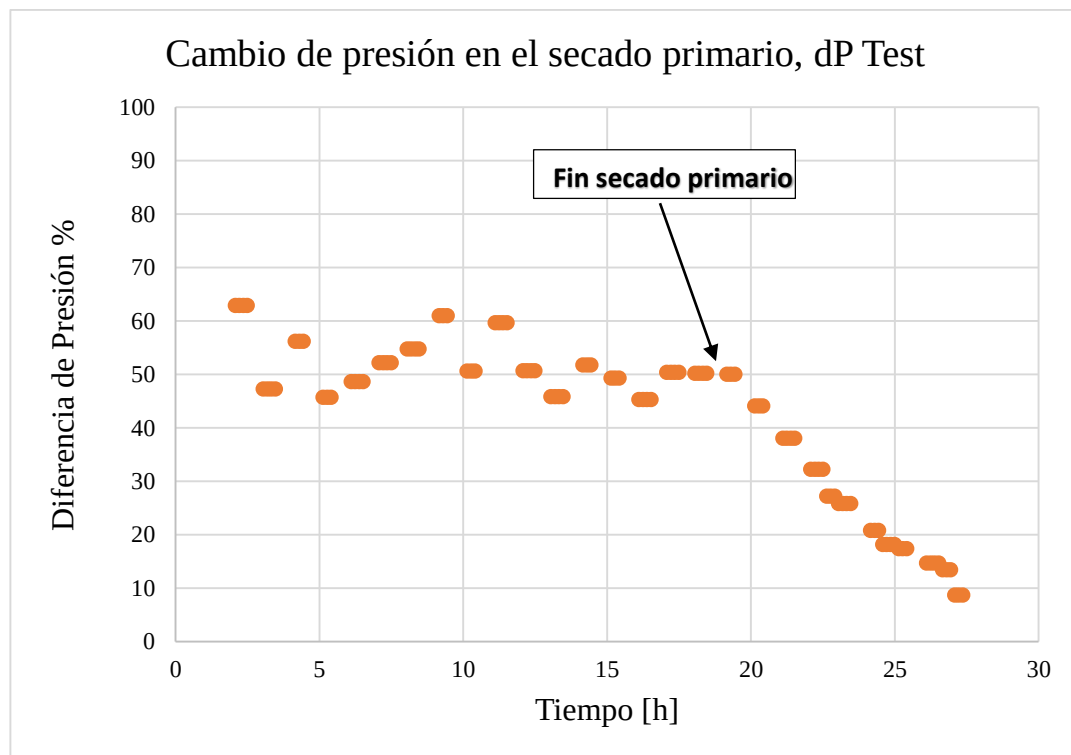


Figura 4-7: dP test en función del tiempo en frutillas

El fin del secado primario se obtiene cuando comienza a disminuir de forma brusca la diferencia de presión.

Tabla 4-3: Fin de secado primario, según dP test en frutillas

Tiempo de fin de secado primario [h]
19,4

Resumen tiempo de secado primario en frutillas enteras

A continuación, en la tabla 4-8 se presentan el resumen de los tiempos obtenidos de secado primario para frutillas enteras.

Tabla 4-4: Resultados tiempo secado primario en frutillas

	Tiempo secado primario [horas]				
Criterio utilizado	Experimento 1	Experimento 2	Promedio	Desviación	95% IC
Temperatura producto	16,2	19,05	18,03	1,13	16,90 – 19,16
Comparación sensores de presión	17,4	18,1			
Aumento de presión	19,4	-			

El tiempo de secado primario obtenido para frutillas enteras se encuentra entre de 16,90 – 19,16 horas, obteniendo una humedad alrededor de 7% al final del secado primario. En la investigación realizada por Shishegharhan, Makhoulf y Ratti, para llegar a un 7% de humedad se necesitan 24 horas de proceso (ver anexo 4), lo que significa una diferencia de 6 horas para las frutillas, indicando que las condiciones utilizadas para realizar el secado, mejoran los tiempos de liofilización. A pesar de alcanzar un tiempo menor que lo presentado por la bibliografía utilizada, se desea disminuir el tiempo de secado primario con el uso de micro-perforaciones de láser de CO₂, para obtener un proceso más eficiente.

4.3. Micro-perforaciones con láser de CO₂

La liofilización de frutillas requiere un tiempo bastante amplio, lo que se debe principalmente a la formación de un cristal de hielo en la parte interior de la frutilla. Por lo general, en este lugar se forma un espacio sin materia, generando un hueco dentro de la fruta y es ahí donde se forma el cristal de hielo en la etapa de congelación (ver figura 4-8), que es difícil de sublimar.

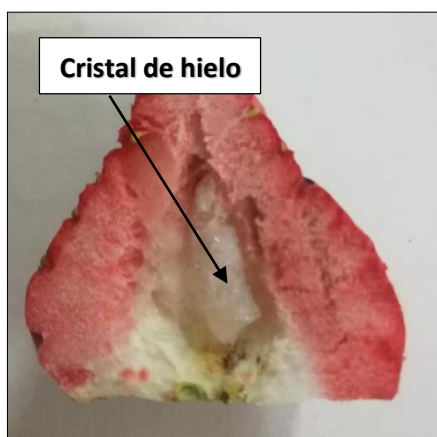


Figura 4-8: Cristal de hielo al interior de frutilla liofilizada.

Al realizar las micro-perforaciones, el vapor de agua que va sublimando del cristal tendrá una salida directa de la fruta, obteniendo una disminución del tiempo de proceso.

Se buscó la configuración del láser con el objetivo de llegar a la mitad de la frutilla, se realizaron pruebas con una sola perforación donde no se encontró una diferencia significativa en el tiempo de secado primario (ver anexos 5).

Finalmente, se utilizaron 5 perforaciones por frutilla, las cuales llegan a la mitad de la frutilla y al menos una micro-perforación al lugar donde se forma el cristal de hielo. En la figura 4-9, se muestra la distribución de las micro-perforaciones y el lugar hasta donde llegan a lo largo de las frutillas.

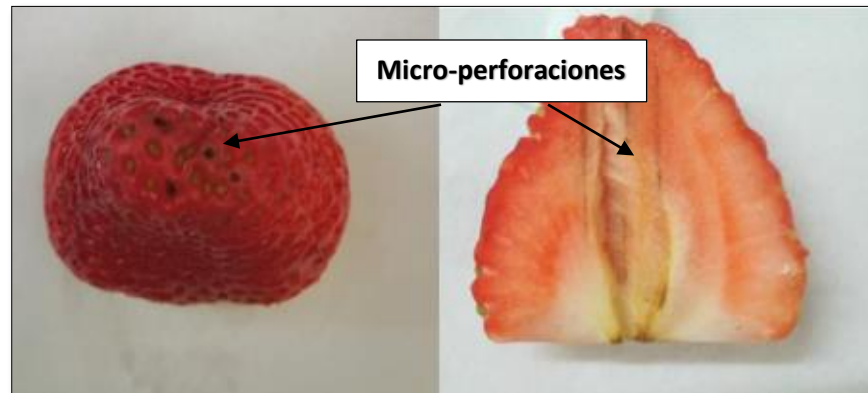
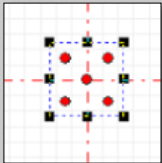


Figura 4-9: Frutillas micro-perforadas con láser de CO₂

La configuración utilizada se describe en la tabla 4-5.

Tabla 4-5: Configuración Laser CO₂

Parámetro	Valor
Velocidad Lineal	100 [cm/seg]
Potencia	50% de 100[W]
Pulsos	600 pulsos de 1 [mseg]
Frecuencia	50 KHz
Espacio entre columnas	7 [mm]
Espacio entre filas	7 [mm]
Plantilla utilizada	

Las micro-perforaciones tiene una forma de tronco de cono, donde los diámetros son 0,595[mm] y 1,252[mm], obteniendo una reducción de 0,15% del volumen de la frutilla. En las figuras 4-10 y 4-11, se muestra el mismo poro donde se aprecia la diferencia de los diámetros.

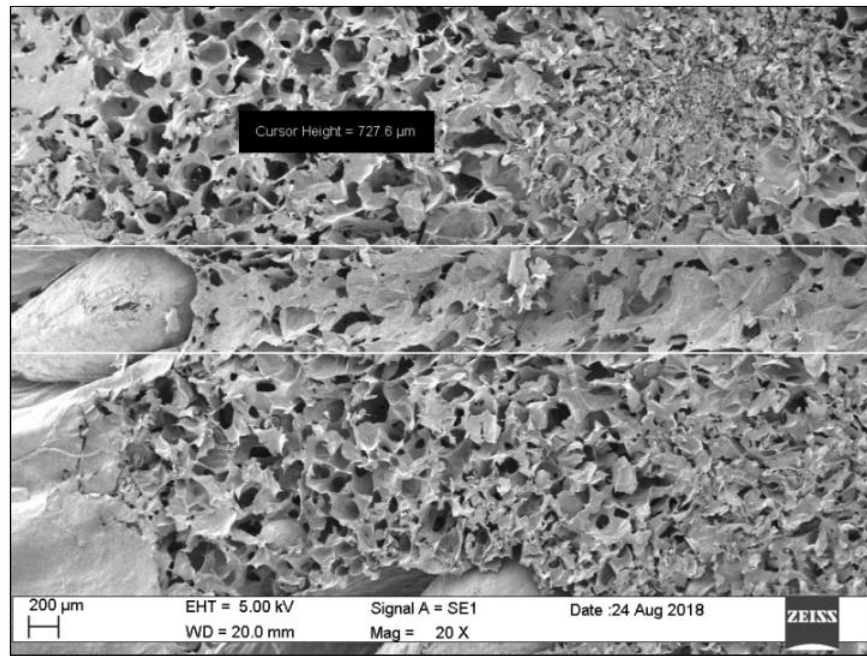


Figura 4-10: Microscopía electrónica de barrido, diámetro inicial de la perforación

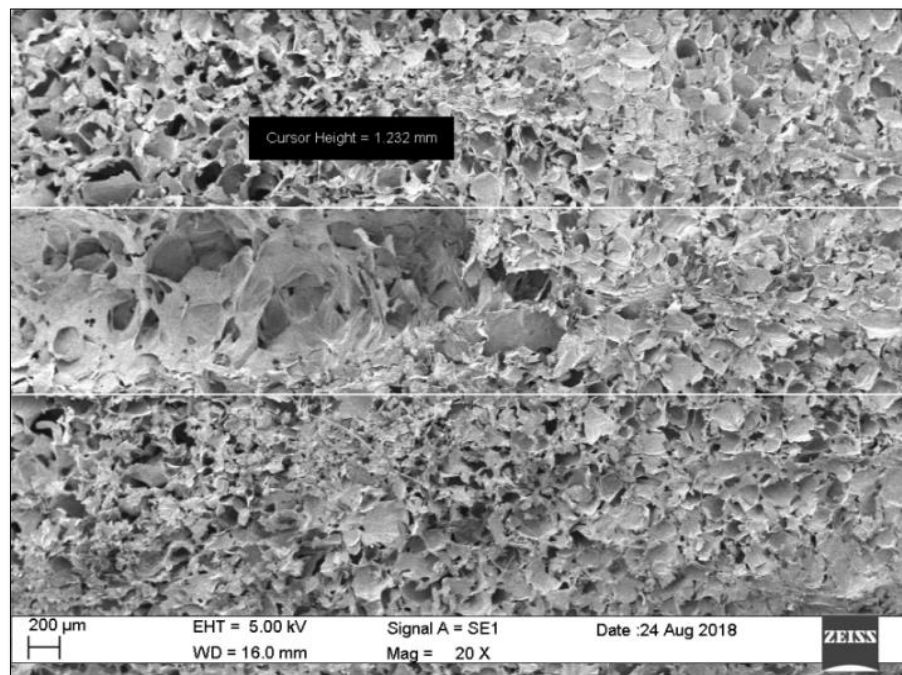


Figura 4-11: Microscopía electrónica de barrido, diámetro final de la perforación

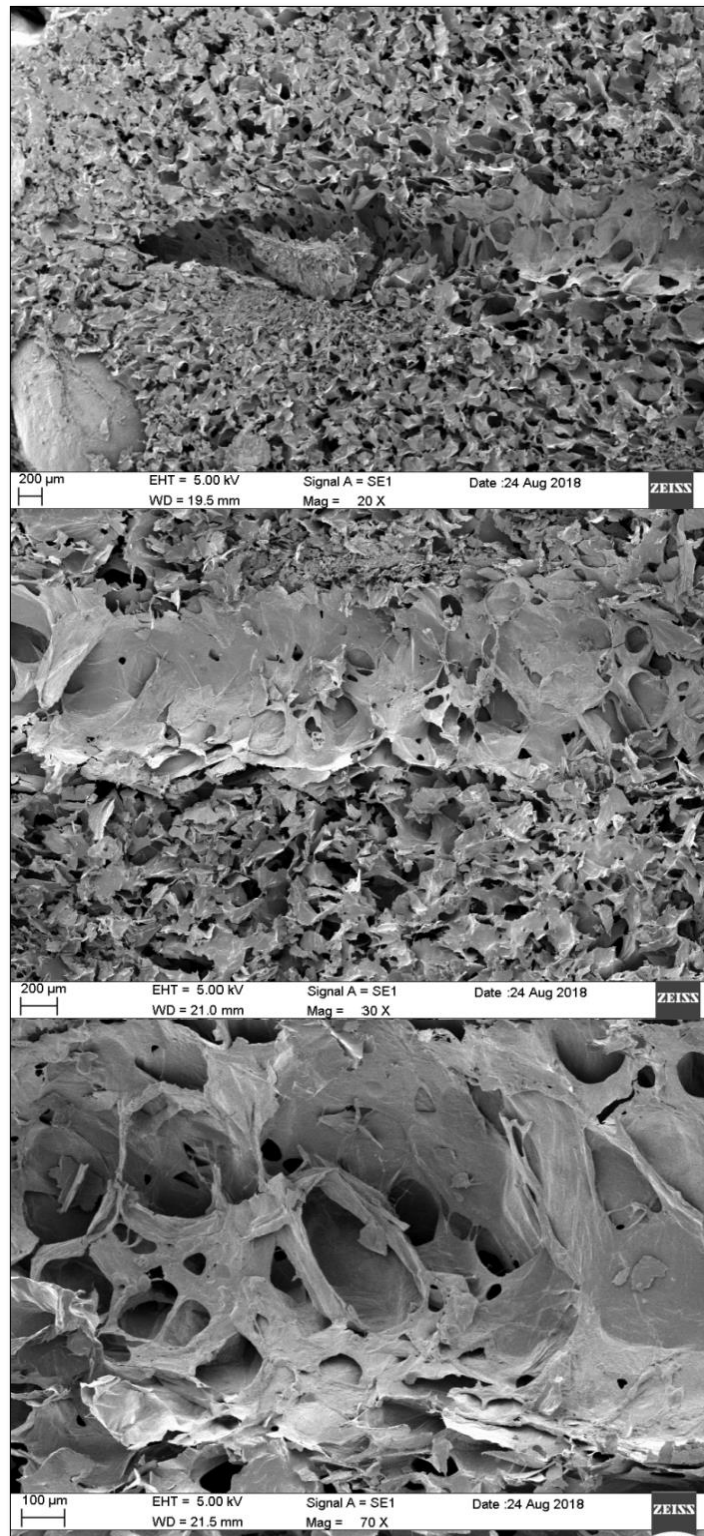


Figura 4-12: Microscopía electrónica de barrido, estructura micro-perforación

Las micro-perforaciones realizadas con el láser de CO₂, no producen un cierre de los poros, provocando un flujo mucho más eficaz del vapor de agua hacia la cámara de liofilización, lo que se puede observar en la figura 4-12, donde se muestra que las paredes de la perforación contiene una forma similar al resto de la estructura de la frutilla y una gran porosidad. A su vez, las perforaciones provocaran una salida directa del vapor de agua, aumentando su transferencia hacia el exterior del alimento.

4.4. Tiempo de secado primario en frutillas con 5 micro-perforaciones

Para obtener los tiempos de secado primario, se utilizaron los criterios expuestos en el punto 4.1, utilizando 2 experimentos, los cuales se aprecian en las figuras 4-13 y 4-14.

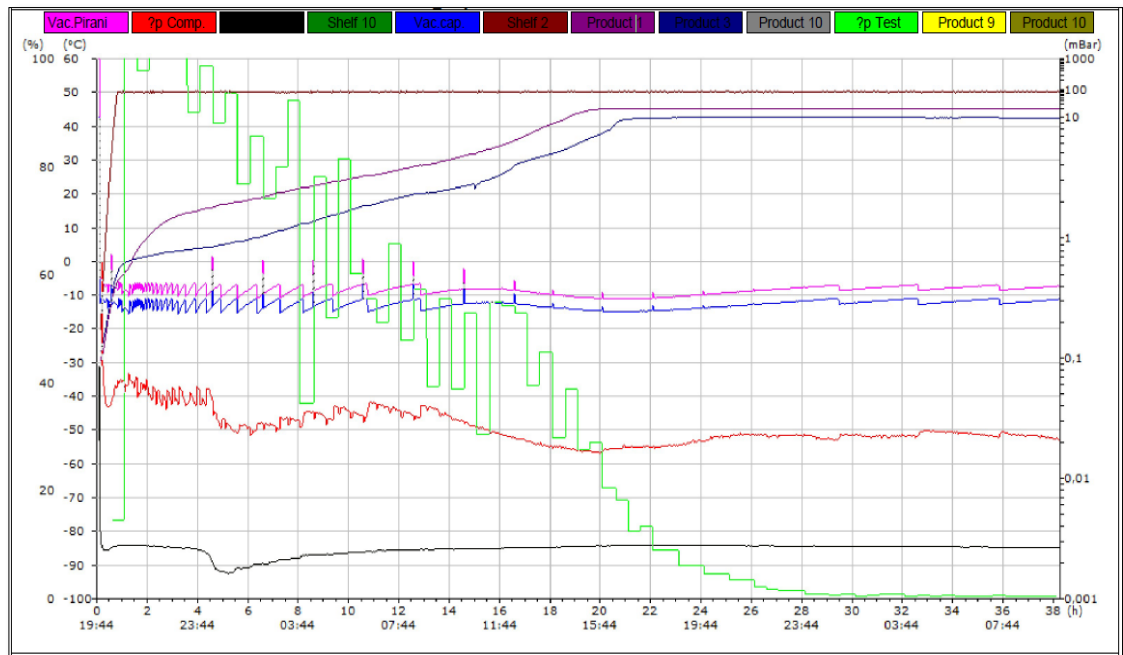


Figura 4-13: Proceso de secado primario para frutillas con 5 micro-perforaciones, experimento 2

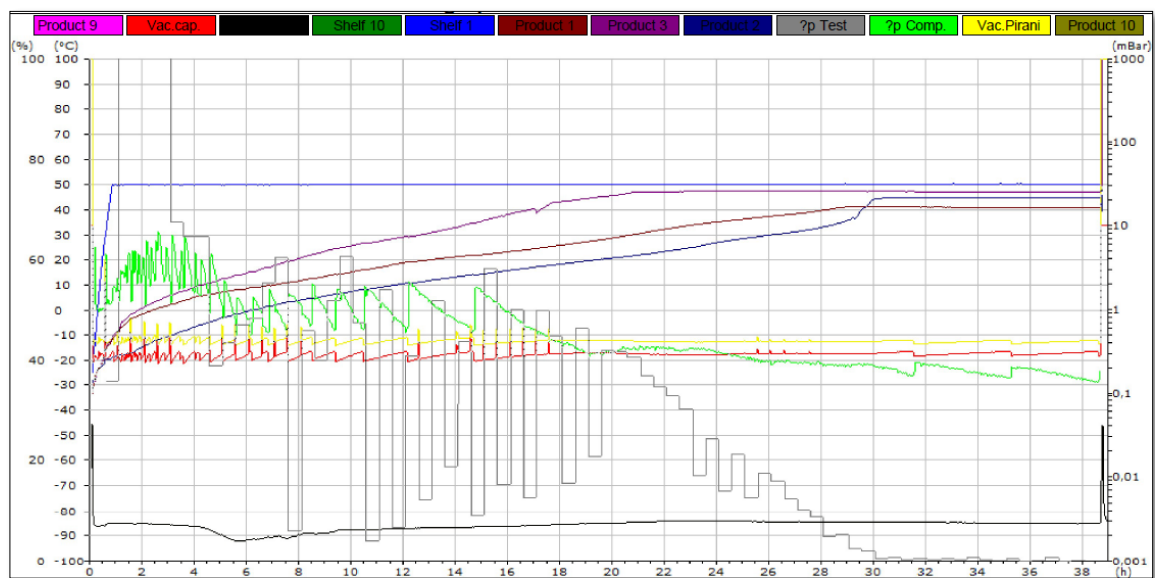


Figura 4-14: Proceso de secado primario para frutillas con 5 micro-perforaciones, experimento 2

Cada criterio para determinar el fin del secado primario se debe analizar por separado.

Temperatura del producto para frutillas

Para la obtención del tiempo por el criterio de temperatura del producto, solo se utilizan los datos de temperatura donde se obtiene una diferencia notoria en la pendiente dT/dt . No se pueden considerar los datos de temperatura en el tiempo que no cumplan con una diferencia notoria de pendiente, pues no se tiene una referencia aceptable para definir el fin del secado primario.

Experimento 1: Las temperaturas del producto donde se obtiene un incremento están representada por “producto 1” y “producto 3” en la figura 4-13. El rango de tiempo que se selecciona para obtener las pendientes de las temperaturas del producto es de las 4 horas de proceso hasta las 18 horas.

En este experimento, se obtiene 2 tiempo de secado primario por el mismo criterio, por lo cual, se informara el promedio de ellos para su posterior análisis.

Experimento 2: La temperaturas del producto utilizada está representada por “producto 1” en la figura 4-14. El rango de tiempo que se selecciona para obtener las pendientes de las temperaturas del producto es de las 6 horas de proceso a las 15 horas. En este caso, se obtiene 2 tiempo se secado primario, por lo cual, se informara el promedio de ellos para su posterior análisis.

A través, de este criterio se obtienen un tiempo de fin de secado primario, correspondiente a temperatura de producto analizada, el tiempo encontrado se describen en la tabla 4-6. En Anexos 6, se muestran la representación gráfica de las pendientes en el tiempo.

Tabla 4-6: Fin de secado primario, según temperatura de producto en frutillas con 5 micro-perforaciones

	Experimento 1	Experimento 2	Promedio
Tiempo de secado primario [h]	13,00	12,16	12,58

Comparación sensor pirani con sensor capacitivo en frutillas con 5 micro-perforaciones

Para determinar el fin del secado con este criterio se utilizan los datos de Δp comparativo, donde se indica la diferencia de presión entre el sensor pirani y el capacitivo. En la figura 4-15, se representa los datos obtenidos del experimento 1 y en la figura 4-16, los del experimento 2.

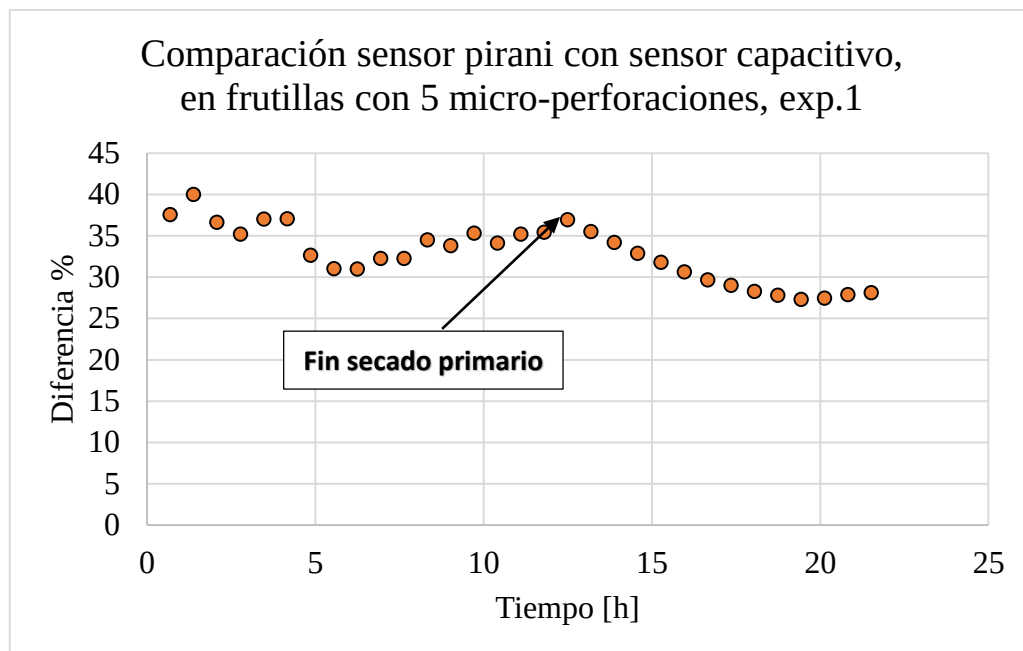


Figura 4-15: Fin del secado primario, según diferencia de sensores de presión en frutillas con 5 micro-perforaciones, experimento 1

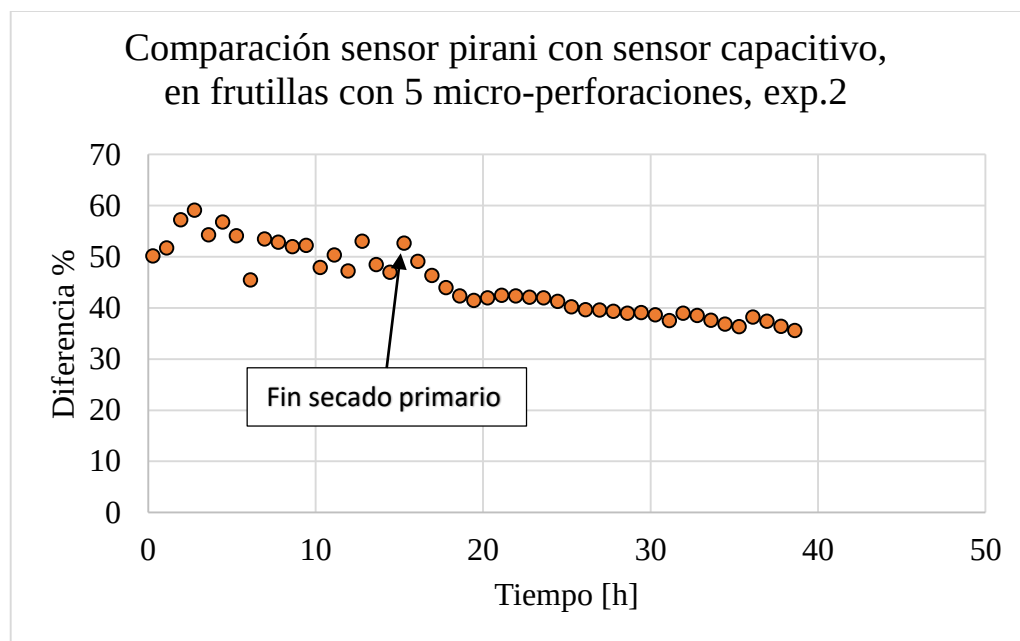


Figura 4-16: Fin del secado primario, según diferencia de sensores de presión en frutillas con 5 micro-perforaciones, experimento 2

El fin del secado primario se obtiene dónde comienza a disminuir el % de diferencia entre los sensores de presión, el cual corresponde a:

Tabla 4-7: Fin de secado primario, según comparación de sensores de presión en frutillas con 5 micro-perforaciones

	Experimento 1	Experimento 2	Promedio
Tiempo de secado primario [h]	13,18	15,27	14,23

Prueba de aumento de presión, para el fin del secado primario en frutillas

En la prueba de aumento de presión se utilizan los datos ΔP test, el cual indica la diferencia de presión absoluta de la cámara de secado. Los resultados del experimento 1 se muestran en la figura 4-17 y los del experimento 2 en la figura 4-18.

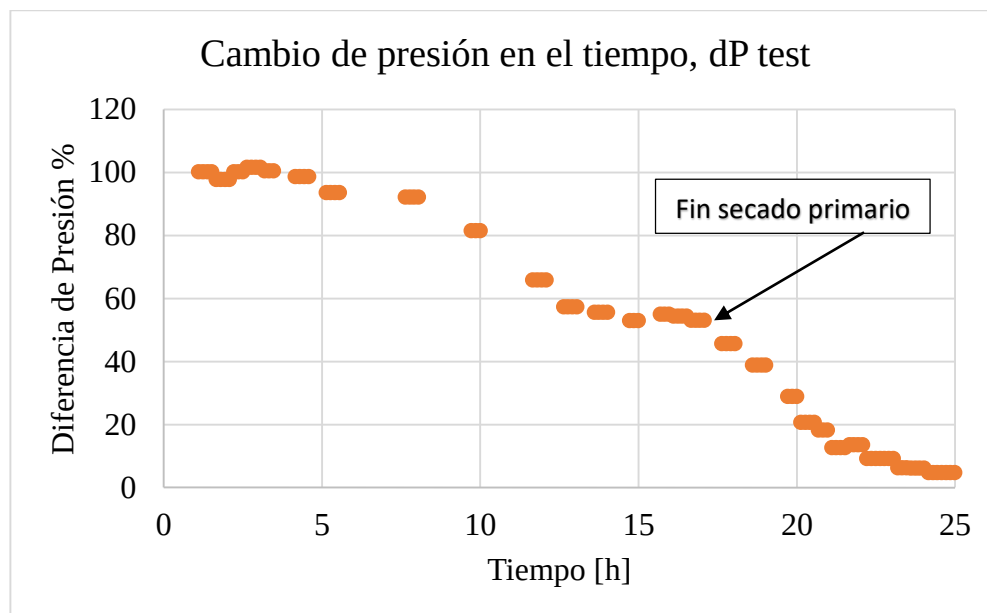


Figura 4-17: dP test en función del tiempo en frutillas con 5 micro-perforaciones, experimento 1

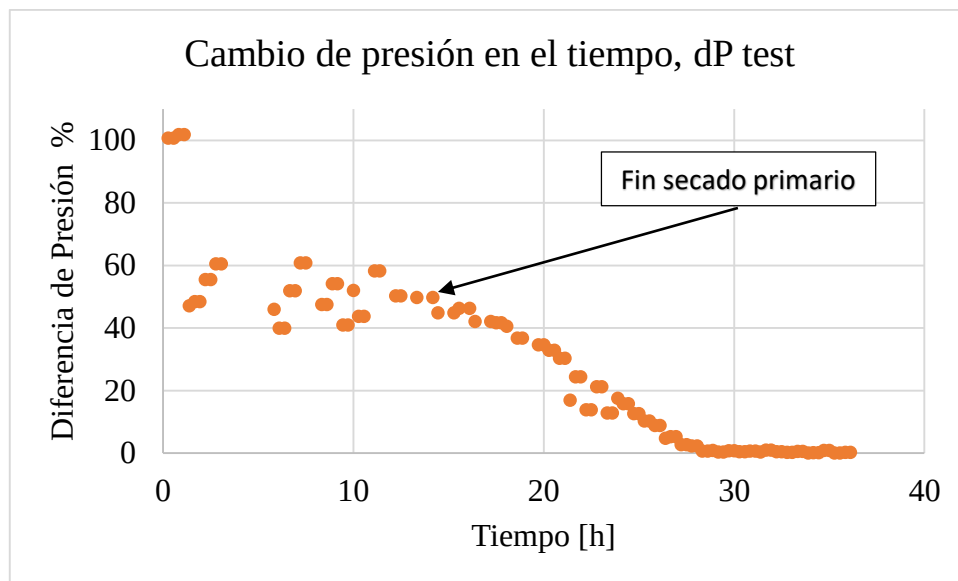


Figura 4-18: dP test en función del tiempo en frutillas con 5 micro-perforaciones, experimento 2

El fin del secado primario se obtiene cuando comienza a disminuir de forma brusca la diferencia de presión.

Tabla 4-8: Fin de secado primario, según dP test en frutillas con 5 micro-perforaciones

	Experimento 1	Experimento 2	Promedio
Tiempo de secado primario [h]	16,7	14,43	15,57

Resumen tiempo de secado primario en frutillas con micro-perforaciones

A continuación, en la tabla 4-9 se presentan el resumen de los tiempos obtenidos de secado primario para frutillas con 5 micro-perforaciones.

Tabla 4-9: Resultados tiempo secado primario en frutillas con 5 micro-perforaciones

	Tiempo secado primario [horas]				
Criterio utilizado	Experimento 1	Experimento 2	Promedio	Desviación	95% IC
Temperatura producto	13,00	12,16	14,12	1,34	12,78-15,46
Comparación sensores de presión	13,18	15,27			
Aumento de presión	16,7	14,43			

El tiempo de secado primario en frutillas con 5 micro-perforaciones se encuentra fuera del intervalo de tiempo de las frutillas sin micro-perforaciones, por lo cual, son estadísticamente diferentes. En la tabla 4-10, se encuentra la comparación de los tiempos obtenidos, obteniendo los tiempos con un 95% de confianza.

Tabla 4-10: Comparación de secado primario en frutillas

	Tiempo [h]			
Tipo de frutillas	Promedio	Intervalo de confianza	Diferencia en horas	Diferencia porcentual
Frutillas sin micro-perforaciones	18,03	16,89 – 19,16	3,91	22%
Frutillas con 5 micro-perforaciones	14,12	12,78-15,46		

Los resultados obtenidos, indican que los tiempos para el proceso de secado primario en frutillas con y sin micro-perforaciones son diferentes, ya que no se superponen los intervalos de confianza, como se muestra en la figura 4-19. Obteniendo, una disminución de tiempo de secado primario de 22% al utilizar 5 micro-perforaciones en cada frutilla, lo que significa una reducción de 3,91 horas aproximadamente.

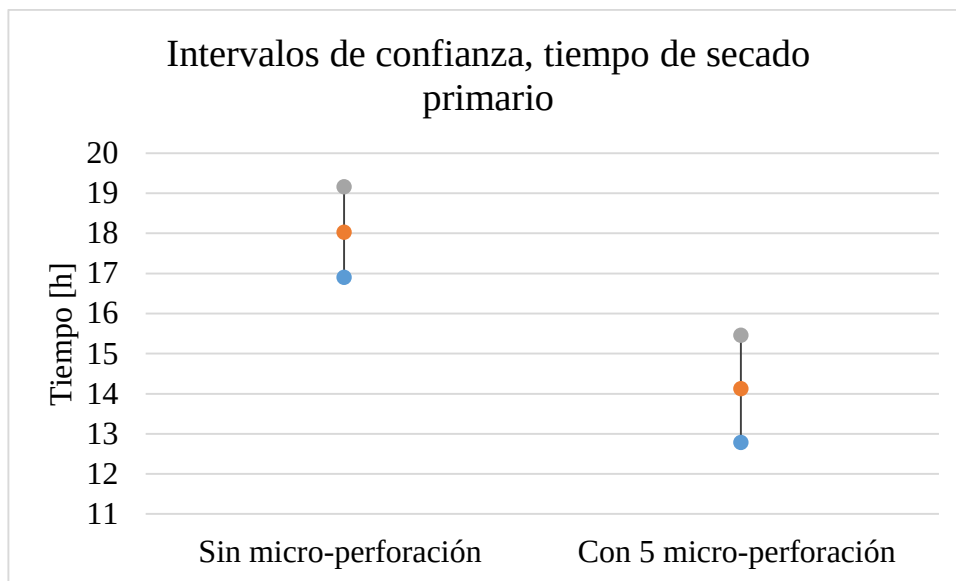


Figura 4-19: Representación gráfica de los intervalos de confianza al 95%, tiempo de secado primario

La variación de tiempo se debe a un aumento de la transferencia de masa (vapor de agua) desde la frutilla congelada hacia el exterior, las micro-perforaciones aumentan el coeficiente de difusividad efectiva y además producen una salida más directa del vapor de agua, reduciendo la resistencia de la capa seca que da como resultado la disminución del tiempo del secado. Es importante, acotar que las micro-perforaciones no dañan la estructura de la frutilla y se obtienen visualmente frutillas similares con y sin micro-perforaciones.



Figura 4-20: Comparación visual de apariencia frutillas liofilizadas, Derecha: sin micro-perforaciones, Izquierda: con micro-perforaciones

La reducción de la resistencia de la capa se evidencia en los resultados obtenidos por la prueba de aumento de presión, ya que en las frutillas micro-perforadas hay cambios mucho más grandes de presión llegando a 100% o más, lo que no ocurre con las frutillas no micro-perforadas que se mantienen con un cambio de presión casi constante de 50%, la diferencia se debe a que las frutillas con micro-perforaciones tienen un mayor flujo de vapor, provocando una aumento de presión mayor.

4.5. Medición de calidad de frutillas liofilizadas

La rehidratación de las frutillas liofilizadas se utiliza como un parámetro del proceso, para determinar cuánto varían los parámetros de las frutillas al deshidratarse, en este caso se calcula el porcentaje de rehidratación (indica cuanto se rehidrato con respecto al producto fresco), el color y la textura (dureza).

La rehidratación se realizó a frutillas con y sin micro-perforaciones, con procesos completos de liofilización (ver Anexo 7 y 8). Las humedades obtenidas al final de estos procesos se describen en la tabla 4-11.

Tabla 4-11: Humedad frutillas liofilizadas luego de un proceso completo

Tipo de Frutillas	Humedad al final del proceso de liofilización
Frutillas sin micro-perforaciones	1,65%
Frutillas con micro-perforaciones	2,63%

Porcentaje de rehidratación

La rehidratación fue llevada a 2 temperaturas para frutillas con y sin micro-perforaciones (ver tabla 3-5). Los resultados de la rehidratación se resumen en la tabla 4-12 y con más detalles en el anexo 9.

Tabla 4-12: Resumen resultados %rehidratación

Grupo	% Rehidratación promedio
Con Micro-perf. a 2[°C]	33%
Con Micro-perf. a 20[°C]	28%
Sin Micro-perf. a 2[°C]	22%
Sin Micro-perf. a 20[°C]	21%

Se alcanzan bajos porcentajes de rehidratación, no alcanzando a recuperar ni un 40% del agua perdida por la liofilización, este factor es importante ya que se espera alcanzar un alimento similar al inicial (fresco), lo que no se obtuvo con este método de rehidratación. Sin embargo, a pesar de los valores bajos, las frutillas con micro-perforaciones tuvieron una mejor rehidratación, esto se debe a que las micro-perforaciones aumentan el área de contacto de las frutillas facilitando la transferencia de masa. Cabe señalar que el láser de CO₂ no produce un cierre en los poros por donde pasa el haz de luz, dejando el interior de la frutilla en contacto directo con el agua al momento de rehidratar (ver figura 4-12). Otro factor que influye, es la disminución del tiempo del secado primario, ya que al tener la frutilla un menor tiempo a una temperatura alta se produce menos colapso en la estructura, manteniendo un producto poroso que ayuda al agua a introducirse en el alimento.

La mayor rehidratación se aprecia entre los primeros 10[min] de contacto con el agua, se pueden ver los perfil de rehidratación en anexo 10.

Color en frutillas rehidratadas

El color de las frutillas rehidratadas se usa para comparar con frutillas frescas y frutillas descongeladas, midiendo la luminosidad (L), tonalidad verde a rojo (a*), tonalidad azul a amarillo (b*), ángulo de tono (hue) y pureza del color (croma).

Tabla 4-13: Resultados de color

Tipo de frutillas	L	a*	b*	Hue [°]	croma
Frescas	34,26 ± 0,61 ^a	32,97 ± 0,93 ^a	18,73 ± 1,04 ^a	29,60	37,92
Descongeladas	34,41 ± 1,16 ^b	29,42 ± 0,78 ^b	20,77 ± 1,07 ^b	35,22	36,01
Rehidratadas a 20[°C] con micro-perf.	34,59 ± 2,17 ^{a,b}	28,85 ± 1,79 ^b	22,71 ± 2,02 ^b	38,21	36,71
Rehidratadas a 2[°C] con micro-perf.	38,43 ± 3,30 ^{a,b}	32,17 ± 2,39 ^{a,b}	25,02 ± 2,34	37,87	40,76
Rehidratadas a 20[°C] sin micro-perf.	35,51 ± 2,47 ^{a,b}	25,87 ± 2,59 ^b	24,26 ± 2,89 ^b	43,16	35,46
Rehidratadas a 2[°C] sin micro-perf.	33,42 ± 1,37 ^{a,b}	27,64 ± 2,35 ^b	20,17 ± 2,10 ^{a,b}	36,87	34,22

Letras iguales en la misma columna representa que son iguales con 95% de confianza.

Para el caso del parámetro de luminancia, las frutillas rehidratadas a 2[°C] con micro-perforaciones son las que obtienen un mayor valor, además de que sus valores no se encuentran dentro del rango de frutillas frescas, pero si dentro del intervalo de confianza de las frutillas descongeladas, lo que significa que no son estadísticamente diferentes. En la luminancia en general (ver figura 5-19), todas las frutillas rehidratadas logran formar parte del intervalo de confianza de las frutillas descongeladas, por lo cual se concluye que no existe una diferencia significativa entre frutillas descongeladas y frutillas rehidratadas por parte de este parámetro.

Al analizar la tonalidad de verde a rojo (a*) (figura 5-20), solo las frutillas rehidratadas a 2[°C] con micro-perforaciones forman parte del intervalo de confianza de las frutillas frescas, por lo tanto, existen cambios significativos en la tonalidad del color a* al realizar liofilización y rehidratación. Sin embargo, no hay diferencias entre las frutillas rehidratadas y las frutillas descongeladas.

Al comparar la tonalidad de azul a amarillo (b^*) (figura 5-21), solo la rehidratadas a 2[°C] sin micro-perforaciones son iguales a las frutillas frescas, las demás no forman parte de su intervalo de confianza. Sin embargo, solo en las frutillas rehidratadas a 2[°C] se encuentran diferencias significativas.

Textura en frutillas rehidratadas

La textura de las frutillas rehidratadas se usa para comparar con frutillas frescas y frutillas descongeladas, midiendo la carga máxima aplicada [g].

Tabla 4-14: Intervalos de carga máxima, para la comparación de textura de frutillas

	Intervalo de Carga Máxima [g]		
	Valor mínimo	Valor Promedio	Valor máximo
Frescas	817,56	1062,62	1307,68
Descongeladas	108,32	172,27	236,21
Rehidratadas a 2°C sin micro-perf.	89,95	112,45	134,95
Rehidratadas a 20°C sin micro-perf.	76,63	99,12	121,62
Rehidratadas a 2°C con micro-perf.	81,43	115,15	148,87
Rehidratadas a 20°C con micro-perf.	88,73	119,49	150,25

Los intervalos de carga máxima, se obtienen con un 95% de confianza. Como se observa en la tabla 4-14, los valores de frutillas rehidratadas están muy alejados del rango de carga máxima de las frutillas frescas. Por otro lado, las cargas de las frutillas rehidratadas se encuentran dentro de los valores de intervalo de confianza de las frutillas descongeladas, lo que indica que las frutillas rehidratadas con las frutillas descongeladas no presentan diferencia en la textura obtenida. En anexo 12, se aprecia los intervalos de confianza de forma gráfica.

Finalmente, se puede apreciar que al analizar el color y la textura de las frutillas rehidratadas no hay diferencias con las frutillas descongeladas, por lo cual la liofilización es una buena opción para la conservación de frutillas a largo plazo, sin la necesidad de tener una cadena de frío.

4.6. Uso de micro-perforaciones a largo plazo

4.6.1. Diferencia en cantidad de procesos al utilizar micro-perforaciones

Es conveniente realizar una estimación de la visión a largo plazo del uso de micro-perforaciones para la liofilización de frutillas enteras.

Considerando los tiempos máximos de secado primario, para ambos procesos con y sin micro-perforaciones, para situarse en el peor de los casos con respecto a los tiempos de los procesos, y utilizando un secado secundario estándar de 15 horas para ambos casos, se considera el cambio de equipo a uno de tamaño industrial, por lo tanto, se obtiene la diferencia entre el proceso con frutillas con y sin micro-perforaciones, trabajando de forma continua en un año, sin considerar tiempos de congelación y micro-perforación, ya que se asume que se debe tener el producto listo para el proceso. A continuación, se muestra los resultados obtenidos.

Tabla 4-15: Estimación de procesos de liofilización en un año

Tipo de frutillas	Secado Primario [h]	Secado Secundario [h]	Proceso total [h]	Procesos en un año	Diferencia en procesos	Diferencia %
Frutillas sin micro-perforaciones	19,14	15	34,14	256	31	11%
Frutillas con micro-perforaciones	15,46	15	30,46	287		

Como se aprecia en la tabla 4-15, al utilizar 5 micro-perforaciones por frutilla se obtiene un aumento de eficiencia de 11% en comparación a la cantidad de procesos que se obtienen sin el uso de micro-perforaciones, lo que es igual a 31 procesos adicionales de liofilización de frutillas.

4.6.2. Diferencia energética en el secado primario al utilizar micro-perforaciones de láser de CO₂

El proceso de liofilización conlleva un gasto energético importante, donde el 45% corresponde a la sublimación (secado primario), como se muestra en la figura 4-21 (Ratti, 2001).

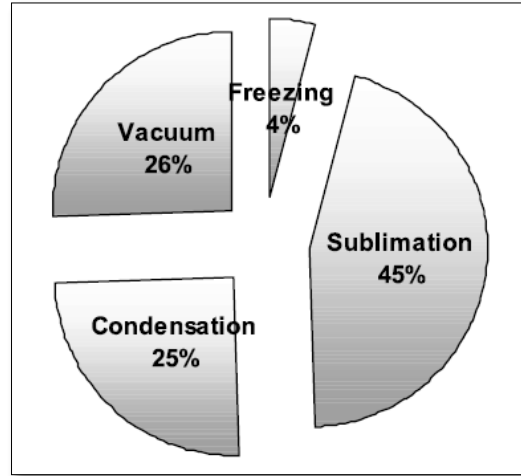


Figura 4-21: Costos de energía para el proceso de liofilización
Fuente: (Ratti, 2001).

El equipo donde ocurre la liofilización tiene 2 gastos de energía importantes, la energía consumida por la bomba de vacío que corresponde a 575[W] y la energía consumida por el sistema de compresión, el cual genera la condensación del vapor de agua, siendo en este caso de 1350[W] (Christ, 2016).

El proceso de liofilización con frutillas micro-perforadas, se suma la energía utilizada en realizar las micro-perforaciones, utilizando la siguiente ecuación

$$E[W \cdot s] = Pot_{total} \cdot \% \text{ de potencia} \cdot N^{\circ}_{Pulsaciones} \cdot tiempo[s] \cdot N^{\circ}_{perforaciones} \cdot N^{\circ}_{Muestras} \quad (13)$$

Según la configuración utilizada en el láser la potencia total es de 100[W], con 50% de potencia, 600 pulsaciones, en un tiempo de 0,001[s], 5 perforaciones por frutilla y 9 muestras. Obteniendo una energía de 0,375[W · h] por cada proceso.

Por lo tanto, en la tabla 4-16 se compara los gastos de energía de los procesos con y sin frutillas micro-perforadas.

Tabla 4-16: Comparación energética del secado primario

	Unidades	Frutillas sin micro-perforaciones	Frutillas con 5 micro-perforaciones
Tiempo secado primario	[h]	18	14
Compresor	W*h	24.300	18.900
Bomba Vacío	W*h	10.350	8.050
Láser CO₂	W*h	0,0	0,375
Total de energía	W*h	34.650	26.950
Diferencia	W*h	7.700	
% de diferencia	%	22,2	

El gasto consumido por el láser de CO₂ corresponde a un 0,14% del total de la energía consumida, por lo tanto, se considera como despreciable frente a los otros gastos energéticos del proceso.

El ahorro de energía en el uso del láser es de un 22,2%, lo que equivale a una diferencia energética de 7700[W · h] por cada proceso de liofilización.

Para realizar la diferencia de energética por masa de agua evaporada, se considera una masa inicial de 278[g], con una humedad inicial de 92% y una humedad final de 7% al finalizar el secado primario. Por lo tanto, la masa seca es de 22,3[g] y la masa de agua evaporada corresponde a 254,7[g].

Comparando los procesos de secado primario se obtienen los siguientes resultados:

Tabla 4-17: Energía consumida por masa de agua en el secado primario

Tipo de liofilización	KJ/Kg de H ₂ O _{evaporada}	Diferencia KJ/Kg de H ₂ O _{evaporada}	Diferencia %
Sin micro-perforaciones	489.808	108.841	22,2
Con 5 micro-perforaciones	380.968		

La diferencia obtenida entre los diferentes tipos de liofilización, se debe a la disminución del tiempo del secado primario que se obtienen al realizar micro-perforaciones a frutillas enteras, provocando una disminución del 22% de la energía consumida en frutillas sin tratamiento de micro-perforación.

Si se analizan los datos obtenidos para una producción de 1 ton de frutillas frescas, lo que representa la obtención de 86 kg de frutillas liofilizadas con un 7% de humedad al finaliza el secado primario. Por lo tanto, se obtienen los siguientes resultados:

Tabla 4-18: Diferencia económica al utilizar micro-perforaciones

Tipo de liofilización	Energía consumida [kWh]	Diferencia de energía consumida [kWh]	Ahorro económico [USD]
Sin micro-perforaciones	124.640	27.696	4.000
Con 5 micro-perforaciones	96.943		

Por lo tanto, al procesar una toneladas de frutillas el ahorra económico es de 4.000 dolares, se considera un valor de 100[\$/kWh] que es el promedio en el valor de una red domiciliaria (Chilquinta, 2018).

CAPÍTULO V – CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusión

La determinación del tiempo de secado primario se realiza a través de sensores que contiene el proceso, por lo cual, aumentará la exactitud de la medición a medida que los sensores se encuentren en buen estado y en la posición correcta en el alimento y en el equipo.

Se logró determinar el tiempo de secado primario en frutillas con y sin micro-perforaciones. Donde comprueba que el uso de tecnología láser-CO₂ genera un impacto importante en la reducción del tiempo de secado primario, lo que equivale a una diferencia de proceso de 4 horas, aumentando la eficiencia del proceso en un 22%.

Sin embargo, al utilizar una micro-perforación en el centro de la frutilla no se obtienen diferencias significativas en el tiempo del secado primario.

Al evaluar color y textura en frutillas rehidratadas con y sin micro-perforaciones no presentan diferencias de calidad entre ellas, esto quiere decir que el uso de la tecnología láser-CO₂ no afecta al producto obtenido, conservando su calidad de producto liofilizado.

Al evaluar la calidad de la frutilla liofilizada, en ambos casos con y sin micro-perforaciones, no se obtienen diferencias significativas con la fruta descongelada (color y textura). Por lo tanto, se puede cambiar la forma de conservación que lidera el mercado por la liofilización y se obtendrá como resultado una fruta de calidad similar.

Recomendaciones

Se realizan las siguientes recomendaciones:

- Utilizar un método más preciso para determinar el fin del secado primario, como una balanza instantánea o espectroscopia de masa.
- Analizar el tiempo de secado primario con otra configuración del láser, ya sea en profundidad o en números de perforaciones.
- Realizar un análisis del uso de perforaciones en el secado secundario, para tener conocimiento de su efecto en todo el proceso de liofilización.
- Utilizar otro método para reducir el tiempo de secado primario, como la utilización de microondas.
- Evaluar diferentes procesos de rehidratación, para generar un buen protocolo para el producto obtenido.

BIBLIOGRAFÍA

- Alvarado, J. d. (1996). *Principios de Ingeniería Aplicados a Alimentos* . Quito, Ecuador : Radio Comunicaciones OEA.
- Bardat, A., Biguet, J., Chetenet, E., & Courteille, F. (1993). Moisture Measurement: A New Method for Monitoring Freeze-drying Cycles. *Centre National de Transfusion Sanguine*, 293-299.
- Barresi, A. A., Pisano, R., Fissore, D., Rasetto, V., Velardi, S. A., Vallan, A., & Marco Parvis, M. G. (2009). Monitoring of the primary drying of a lyophilization process in vials . *Chemical Engineering and Processing* 48, 408-423.
- Becerra, C., Robledo, P., & Defilippi, B. (2017). *Cosecha y Poscosecha de la Frutilla*. Santiago: Instituto de Investigaciones Agropecuarias.
- Box, G. E., Hunter, J. S., & G.Hunter, W. (2008). *Estadística para Investigadores, diseño, innovacion y descubrimiento* . Barcelona: Reverté.
- Cappola, M. L. (2006). Freeze-Drying Concepts: The Basics. *Protein Formulation and Delivery*, 159-199.
- Chevalier, D., Le Bail, A., & Ghoul, M. (2000). Freezing and ice crystals in a cylindrical food model: Part I. Freezing at atmospheric pressure. *Journal of Food Engineering*, 46, 277–285.
- Chilquinta. (2018). *Chilquinta*. Obtenido de <https://www.chilquinta.cl/uploads/2018/02/20180212171427-suministro20170701.pdf>
- Chirife, J., & Buera, P. M. (1994). Water Activity, Glass Transition and Microbial Stability in Concentrated/Semimoist Food Systems. *Journal of Food Science* 59(5), 921-927.

- Chokri, H., & René, F. (1997). Determination of Freeze-drying Process Variables for Strawberries. *Journal of Food Engineering* 32, 133-154.
- Christ, M. (2015). *Gefriertrocknung mit System*. CHRIST.
- Christ, M. (2016). *Smart Freeze Drying*. Alemania.
- CIREN. (2017). Obtenido de Centro de Información de Recursos Naturales: <https://www.ciren.cl/wp-content/uploads/2017/12/Frutilla.pdf>
- Deng, Q., Whitmore, B., Ling, Q., & Morrissey, M. (2012). *Dehydration of Infused Blueberries with Assistance of CO₂ Laser perforation*. Food Innovation Center: Oregon State University.
- Díaz, A. (2007). *Medio de Cosecha para Plantaciones de Frutilla Hidropónica*. Santiago : Universidad de Chile .
- elenlaser. (2017). *Industrial Laser División*. Obtenido de <https://elenlaser.com/blog/laser-peeling-fruit-vegetables.html>
- Fellows, P. (2000). *Food Processing Technology: Principles and Practice*. CRC Press LLC.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations. (2016). Obtenido de <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC>
- Fujimaru, T., Ling, Q., & Morrissey, M. T. (2012). Effects of Carbon Dioxide (CO₂) Laser Perforation as Skin Pretreatment to Improve Sugar Infusion Process of Frozen Blueberries. *Journal of Food Science, Institute of Food Technologists*, 45-51.
- Galetto, C. D., Verdini, R. A., Zorrilla, S. E., & Rubiolo, A. C. (2010). Freezing of strawberries by immersion in CaCl₂ solutions. *Food Chemistry*, 243-248. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.04.018>
- Gutiérrez, L., Arias, S., Garzón, D., López, D., & Osorio, A. (2015). Transición vítrea en alimentos: sistemas binarios agua-carbohidratos. *Vector*, 9 , 21-28.

- Guy Levi, M. K. (1995). Volumetric shrinkage (collapse) in freeze-dried carbohydrates above their glass transition temperature. *Food Research International* 28, 145-151.
- Hortifrut. (2018). Obtenido de <http://www.hortifrut.com/fruta.asp#frescos>
- Hua, T.-C., Liu, B.-L., & Zhang, H. (2010). *Freeze-drying of pharmaceutical and food products*. Beijin: Woodhead Publishing Limited and Science Press.
- Huaraca, A. (2011). *Evaluación nutritiva y nutracéutica de la frutilla (Fragari vesca) deshidratada por el método de liofilización y comparación con la obtenida por deshidratación en microondas*. Riobamba: Escuela Superior Politécnica de Chimborazo- Facultad de Bioquímica y Farmacia.
- J. D. Ferry, J. W. (1980). *Viscoelastic Properties of Polymer*. Chichester: British Polymer Journal.
- Jena, S., & Das, H. (2005). Modelling for moisture variation during osmo-concentration in pineapple. *Journal of Food Engineering* 66 (4), 425-432.
- Jennings, T. A. (2008). *Lyophilization: Introduction and Basic Principles*. New York: Informa Helthcare.
- Kamat, M. S., Lodder, R. A., & DeLuca., P. P. (1989). Near-infraredspectroscopic determination of residual moisture in lyophilizedsucrose through intact glass vials. . *Pharm. Res.* 6, 961-965.
- Konica Minolta. (2007). *Precise Color Communication*.
- Kramer, M. (1999). *Innovatives Einfrierverfahren zur Minimierung der Prozeßzeit von Gefriertrocknungszyklen Den Naturwissenschaftlichen Fakultäten*. . Stuttgart: Den Naturwissenschaftlichen Fakultäten der Friedrich- Alexander- Universität Erlangen- Nürnberg zur Erlangung des Doktorgrades.
- Levine, H., & Slade, L. (1989). A food polymer science approach to the practice of cryostabilization technology. *Comments Agric. Food Chem.*, 1, 315-396.

- Mafart, P., & Béliard, E. (1994). *Ingeniería Industrial Alimentaria: Volumen II: Técnicas de Separación, Volume 2*. Acribia: illustrated.
- Maltini, E., & Giangiacomo, R. (1976). Aspetti tecnici della liofilizzazione delle fragole e delle banane. *Industrie Alimentari*, 49-55.
- Marie E. Olsson, J. E.-E. (2004). Antioxidants, Low Molecular Weight Carbohydrates, and Total Antioxidant Capacity in Strawberries (*Fragaria* × *ananassa*): Effects of Cultivar, Ripening, and Storage. *Agricultural and Food Chemistry*, 2490-2498.
- Meda, L., & Ratti, C. (2005). Rehydration of freeze-dried strawberries at varying temperatures. *Journal of Process Engineering*, 233-246.
- Milton, N., Pikal, M. J., Roy, M., & Nail, S. (1997). Evaluation of manometric temperature measurement as a method of monitoring product temperature during lyophilisation. *PDA Journal of Pharmaceutical Science* 5, 7-16.
- Morales, C. (2017). *Manual de manejo agronómico de la frutilla*. Santiago: Instituto de Desarrollo Agropecuario.
- Mounir, S., Allaf, T., Mujumdar, A., & Allaf, K. (2012). Swell drying: Coupling instant controlled pressure drop dic to standard convection drying processes to intensify transfer phenomena and improve quality—an overview. *Drying Technology* 30, 1508-1531.
- Ocaña, E. (2013). *Ontención de uva liofilizada*. Quito: Universidad central del Ecuador.
- ODEPA. (2018). *Boletín de fruta fresca* .
- Orrego A., C. E. (2008). *Congelación y Liofilización de Alimentos*. Colombia: Univesidad Nacional de Colombia.

- Pardo, B., & Mauricio, J. (2002). *Modelling Studies on Freeze-drying of Coffee Extracts. A PhD. Thesis*. The University of Reading. Faculty of Life Sciences. School of Food Biosciences.
- Patel, S. M., Doen, T., & Pikal, M. J. (2010). Determination of End Point of Primary Drying in Freeze-Drying Process Control. *AAPS PharmSciTech*, Vol. 11, No. 1, 73-84.
- Pikal, M. J., & Shah, S. (1990). The collapse temperature in freeze drying: Dependence on measurement methodology and rate of water removal from the glassy phase. *International Journal of Pharmaceutics*, 62, 165-186.
- Pikal, M. J., Shah, S., Roy, M. L., & Putman., R. (1990). The secondarydrying stage of freeze drying: drying kinetics as a function oftemperature and chamber pressure. *Int. J. Pharm.* 60 , 203-217.
- Ramírez, J. (2006). *Liofilización: Estado del Arte*. Cali - Colombia : Universidad del Valle.
- Ramírez, J. (2008). *Liofilización de Alimentos*. Cali,Colombia: Universidad del Valle.
- Ratti, C. (2001). Hot air and freeze-drying of high-value foods: ar eview. *Journal of Food Engineering* 49, 311-319.
- Ratti, C. (2013). Freeze drying for food powder production . *Handbook of Food Powders*, 57-84.
- Rosenthal, A. (1999). *Food texture, measurements and preception*. Maryland, USA: Aspen Publisher.
- Roy, M. L., & Pikal, M. J. (2016). Process Control in Freeze Drying: Determination of the End Point of Sublimation Drying by an Electronic Moisture Sensor. *Journal of Parenteral Science & Technology*, 60-68.
- Sá, M., & Sereno, A. (1994). Glass Transition and state deagrams for typical natural fruits and vegetables . *Thermochimica Acta* 246, 285-297.

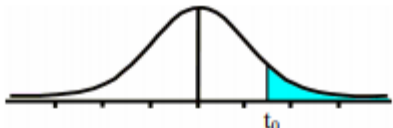
- Saclier, M. P. (2010). Effect on ultrasonically induced nucleation on ice crystals size and shape during freezing in vials. *Chemical Engineering Science* , 3064-3071.
- Saguy, I., Marabi, A., & Wallach, R. (2004). Water imbibition in dry porous foods. *Proceedings of ICEF9 (International Conference Engineering*, CDRom.
- Salinas, H. S. (2009). *mat.* Obtenido de <http://www.mat.uda.cl/hsalinas/cursos/2009/estadistica/semestre%202/intervalos-confianza.pdf>
- Shishegarha, F., Makhlouf, J., & Ratti, C. (2002). Freeze-Drying characteristic of strawberries . *Dryinf Tecnhnology* 20(1), 131-145.
- Simatos, D., Blond, G., Dauvois, P., & Sauvageot. (1974). *La Lyophilisation: Principes et Applications*. Paris: Collection de l'ANRT.
- Synrad. (2017). *Synrad, a Novanta company*. Obtenido de Retrieved from Synrad Web Site: <https://www.synrad.com/products/lasers/ti-series>
- Tang, X. (., & Pikal, M. J. (2004). Design of Freeze-Drying Processes for Pharmaceuticals: Practical Advice. *Pharmaceutical Research* 21, 191-200.
- Tang, X., Nail, S. L., & Pikal, M. J. (2006). Evaluation of Manometric Temperature Measurement, a Process Analytical Technology Tool for Freeze-Drying: Part I, Product Temperature Measurement. *AAPS PharmSciTech*, E1-E9.
- Vidovic, N. (2018). Berries and Berry Products. *Reference Module in Food Science*.

ANEXOS

5. Anexos

Anexo 1: Tabla Distribución t-Student

Tabla t-Student



Grados de libertad	0.25	0.1	0.05	0.025	0.01	0.005
1	1.0000	3.0777	6.3137	12.7062	31.8210	63.6559
2	0.8165	1.8856	2.9200	4.3027	6.9645	9.9250
3	0.7649	1.6377	2.3534	3.1824	4.5407	5.8408
4	0.7407	1.5332	2.1318	2.7765	3.7469	4.6041
5	0.7267	1.4759	2.0150	2.5706	3.3649	4.0321
6	0.7176	1.4398	1.9432	2.4469	3.1427	3.7074
7	0.7111	1.4149	1.8946	2.3646	2.9979	3.4995
8	0.7064	1.3968	1.8595	2.3060	2.8965	3.3554
9	0.7027	1.3830	1.8331	2.2622	2.8214	3.2498
10	0.6998	1.3722	1.8125	2.2281	2.7638	3.1693
11	0.6974	1.3634	1.7959	2.2010	2.7181	3.1058
12	0.6955	1.3562	1.7823	2.1788	2.6810	3.0545
13	0.6938	1.3502	1.7709	2.1604	2.6503	3.0123
14	0.6924	1.3450	1.7613	2.1448	2.6245	2.9768
15	0.6912	1.3406	1.7531	2.1315	2.6025	2.9467
16	0.6901	1.3368	1.7459	2.1199	2.5835	2.9208
17	0.6892	1.3334	1.7396	2.1098	2.5669	2.8982
18	0.6884	1.3304	1.7341	2.1009	2.5524	2.8784
19	0.6876	1.3277	1.7291	2.0930	2.5395	2.8609
20	0.6870	1.3253	1.7247	2.0860	2.5280	2.8453
21	0.6864	1.3232	1.7207	2.0796	2.5176	2.8314
22	0.6858	1.3212	1.7171	2.0739	2.5083	2.8188
23	0.6853	1.3195	1.7139	2.0687	2.4999	2.8073
24	0.6848	1.3178	1.7109	2.0639	2.4922	2.7970
25	0.6844	1.3163	1.7081	2.0595	2.4851	2.7874
26	0.6840	1.3150	1.7056	2.0555	2.4786	2.7787
27	0.6837	1.3137	1.7033	2.0518	2.4727	2.7707
28	0.6834	1.3125	1.7011	2.0484	2.4671	2.7633
29	0.6830	1.3114	1.6991	2.0452	2.4620	2.7564
30	0.6828	1.3104	1.6973	2.0423	2.4573	2.7500
31	0.6825	1.3095	1.6955	2.0395	2.4528	2.7440
32	0.6822	1.3086	1.6939	2.0369	2.4487	2.7385

Figura 5-1: Distribución t-Student

Anexo 2: Estandarización de frutillas

Tabla 5-1: Medición de frutillas para estandarizar muestras

	Diámetro 1	Diámetro 2	Perímetro	Área Contacto	Altura	Peso
	37,84	32,83	111,15	975,69	42,85	38,56
	39,30	28,86	107,69	890,80	47,25	36,24
	32,54	28,36	95,77	724,79	41,97	30,16
	36,58	24,24	96,52	696,41	43,42	28,96
	31,19	25,73	89,62	630,30	43,55	28,27
	36,39	26,81	99,85	766,25	40,21	25,78
	33,89	26,28	94,89	699,50	45,48	25,25
	34,02	27,11	96,33	724,36	42,37	27,50
	34,03	21,34	88,12	570,36	46,03	30,14
	38,28	31,64	110,08	951,26	50,87	34,58
	37,12	26,19	100,19	763,54	40,92	25,76
	35,33	24,75	95,11	686,77	46,55	36,87
	30,72	27,96	92,23	674,60	54,53	34,32
	36,74	30,32	105,58	874,90	47,59	34,91
	32,69	26,41	93,10	678,07	40,86	27,39
	37,36	24,85	98,71	729,16	47,74	30,73
Promedio	35,25	27,11	98,43	752,30	45,14	30,96
Desv	2,59	2,88	6,97	114,26	3,92	4,35
t(15;0,025)	2,13	2,13	2,13	2,13	2,13	2,13
n	16	16	16	16	16	16
Intervalo de confianza	1,38	1,54	3,71	60,88	2,09	2,32

Anexo 3: Cambio de la temperatura del producto para frutillas

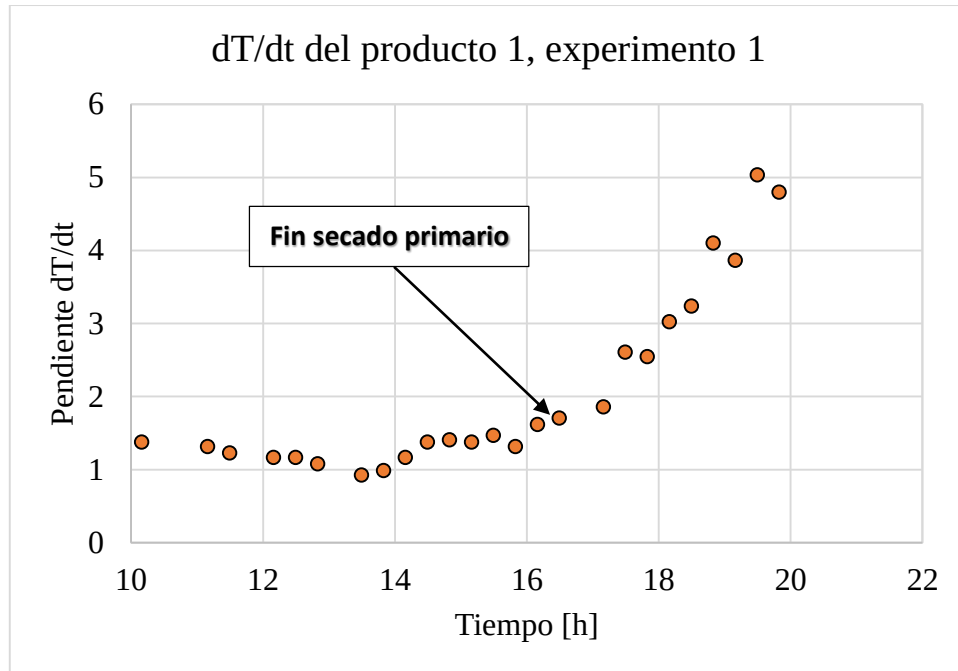


Figura 5-2: Pendiente de la temperatura de producto 1 en el tiempo, experimento 1

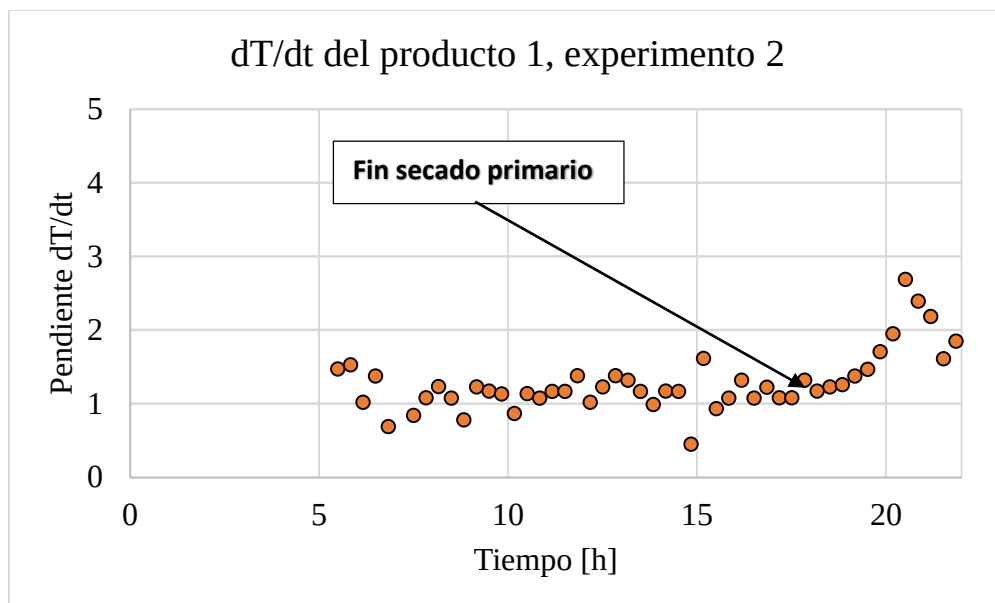


Figura 5-3: Pendiente de la temperatura de producto 1 en el tiempo, experimento 2

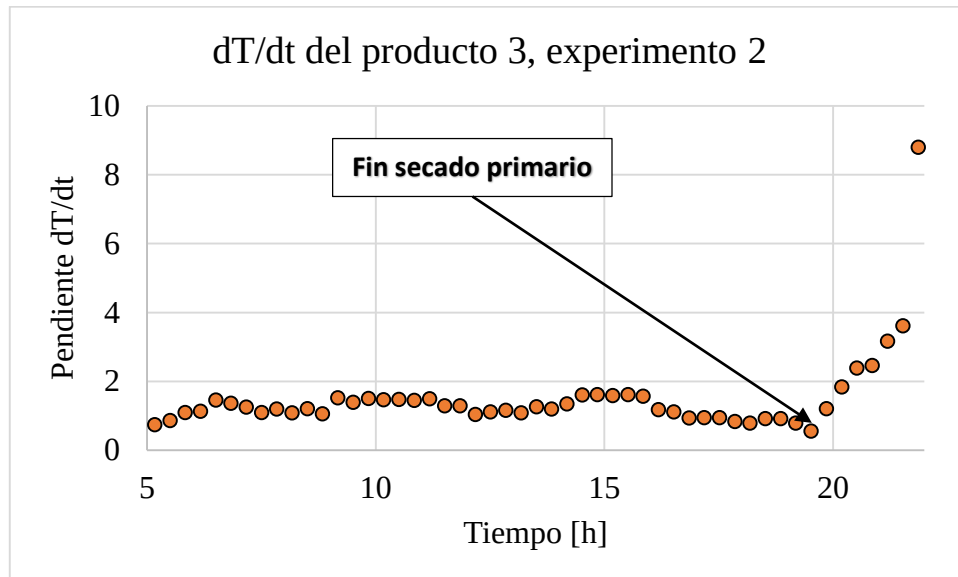


Figura 5-4: Pendiente de la temperatura de producto 3 en el tiempo, experimento 2

Anexo 4: Curva de secado de otra investigación

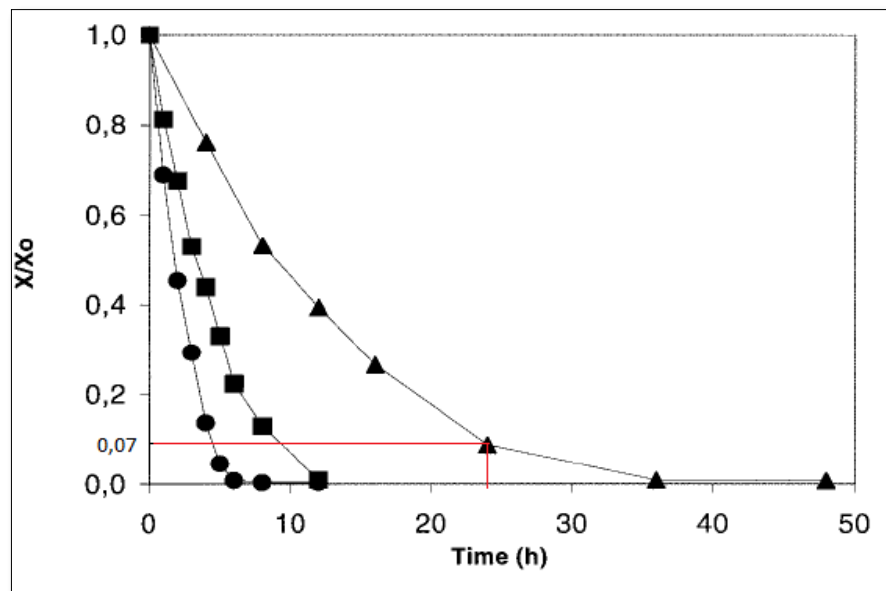


Figura 5-5: Curvas de secado obtenidos por Shishegarhan, Makhlouf y Ratti, ▲ : Frutillas enteras, ●: 5[mm], ■: 10[mm] (Shishegarha, Makhlouf, & Ratti, 2002)

Anexo 5: Tiempo de secado primario con 1 micro-perforación

Al determinar la cantidad de micro-perforaciones, se realizó una prueba con 1 micro-perforación. A continuación, en la figura 5-6 se presenta el proceso de secado primario con un micro-perforación.

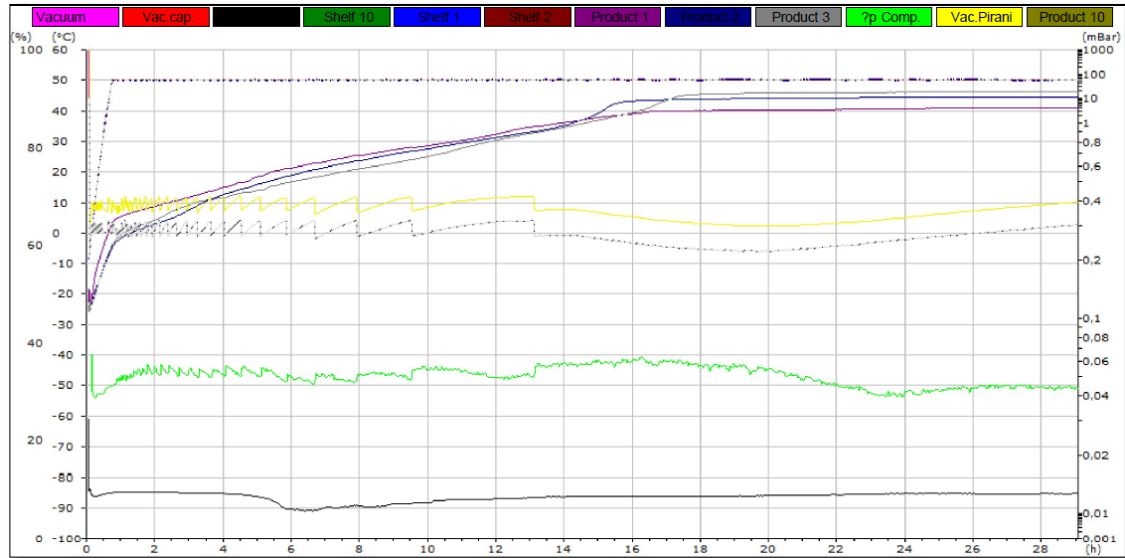


Figura 5-6: Proceso de secado primario, en frutillas con una micro-perforación

Se utilizan el método de temperatura de producto donde se considera el producto 3 y ΔP comparativo para determinar el fin del secado primario.

A continuación, se presentan las curvas de las pendientes de temperaturas de producto en el tiempo y la curva ΔP comparativo.

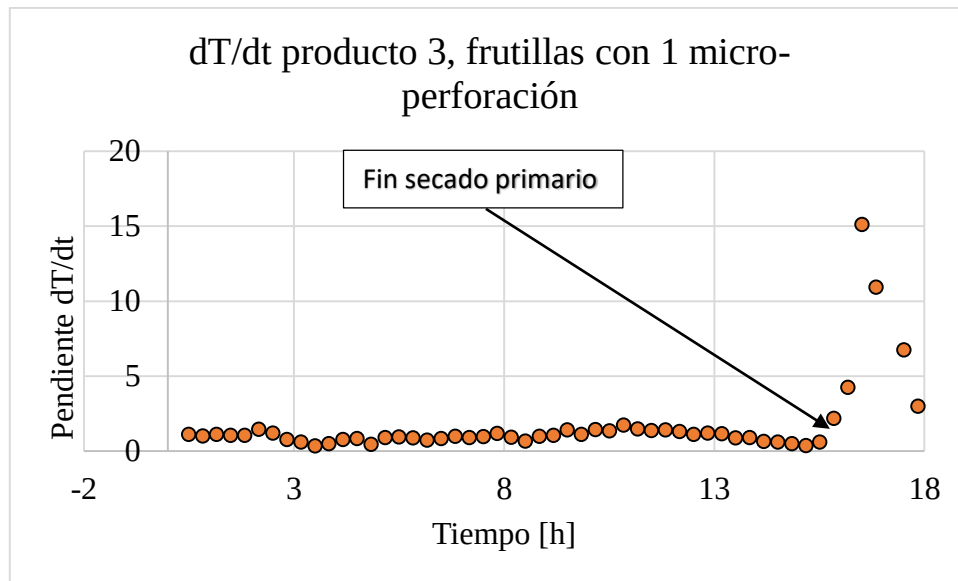


Figura 5-7: Pendiente de la temperatura de producto 3 en el tiempo, frutillas con 1 micro-perforación

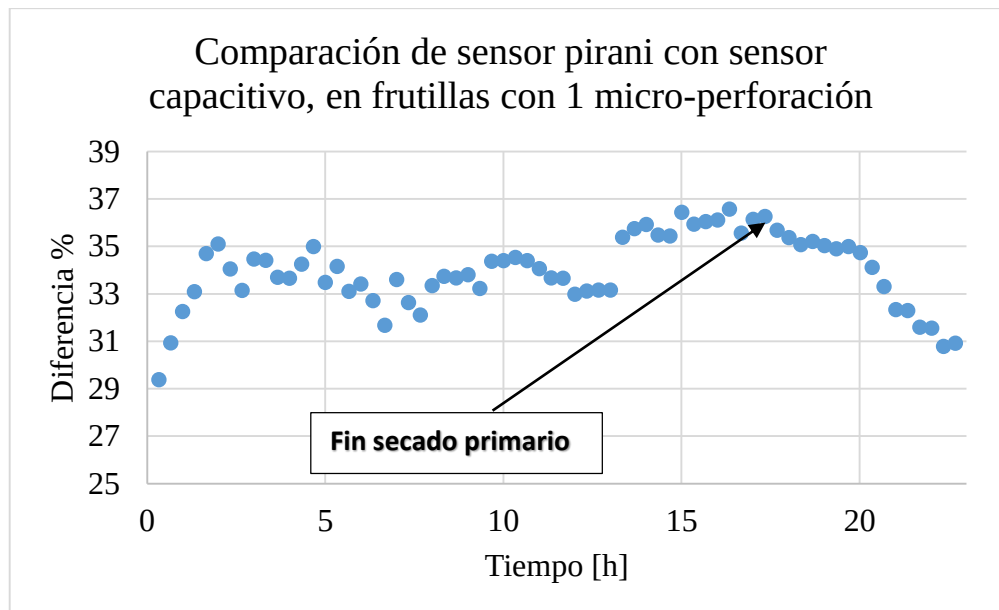


Figura 5-8: Fin del secado primario, según diferencia de sensores de presión en frutillas con 1 micro-perforación

Por lo cual, se obtienen los siguientes tiempo de secado primarios.

Tabla 5-2: Tiempo secado primario, con una micro-perforación

	Criterios para determinar el fin de secado primario			
	Temperatura de producto	Comparación de sensores de presión	Promedio	Desviación
Tiempo secado primario [h]	15,84	18,01	16,93	1,1

Al realizar el secado primario con una micro-perforación se logra una disminución del tiempo de 6,12%, analizando el promedio de los tiempos. Sin embargo, al analizar los intervalos de tiempo (ver figura 5-9), estos se sobreponen, por lo cual no hay diferencia significativas entre los dos procesos, es por esto que se busca otra configuración para las micro-perforaciones.

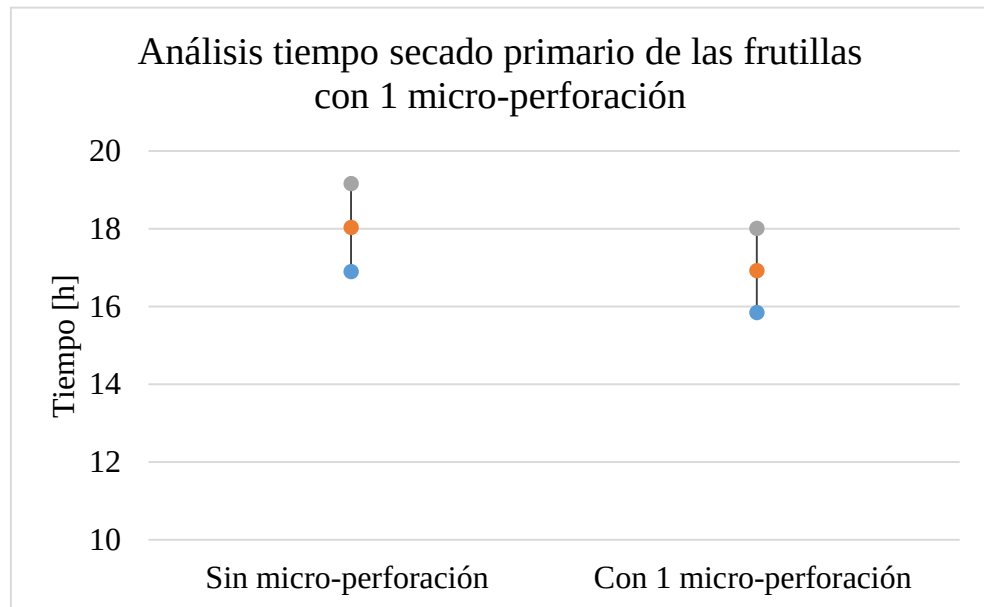


Figura 5-9: Comparación del tiempo de secado primario para frutilla con 1 micro-perforación y frutillas no perforadas

Anexo 6: Cambio de la temperatura del producto para frutillas con 5 micro-perforaciones

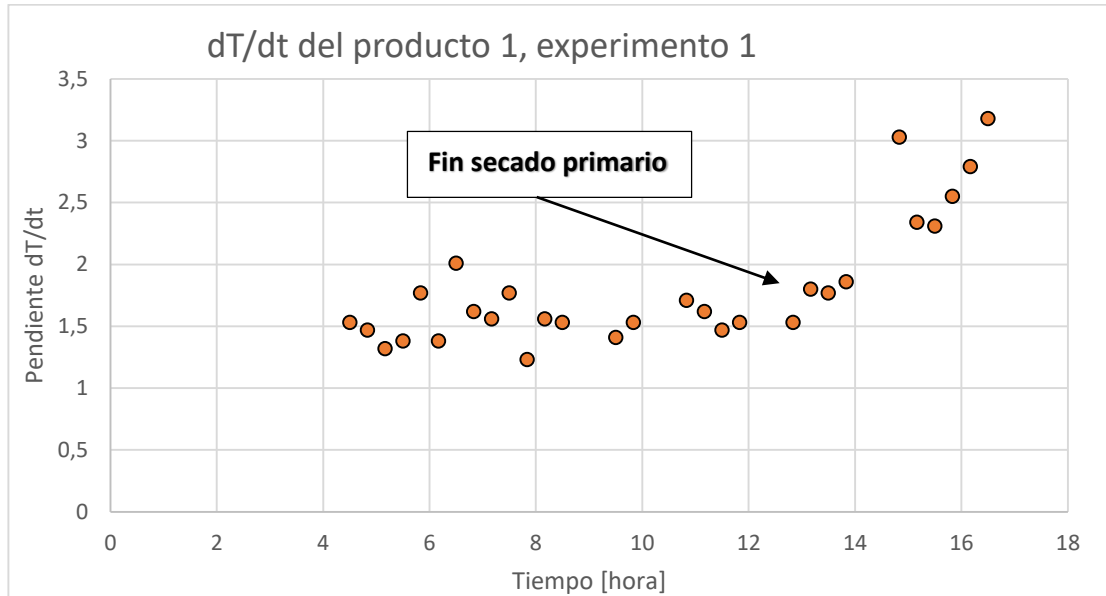


Figura 5-10: Pendiente de la temperatura de producto 1 en el tiempo, en frutillas con 5 micro-perforaciones del experimento 1

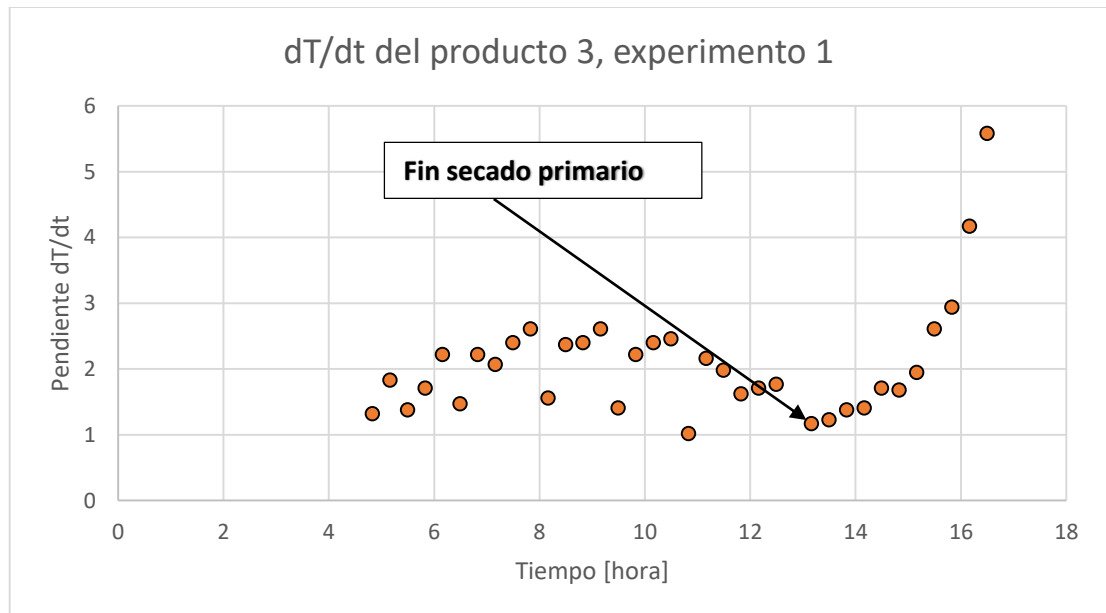


Figura 5-11: Pendiente de la temperatura de producto 3 en el tiempo, en frutillas con 5 micro-perforaciones del experimento 1

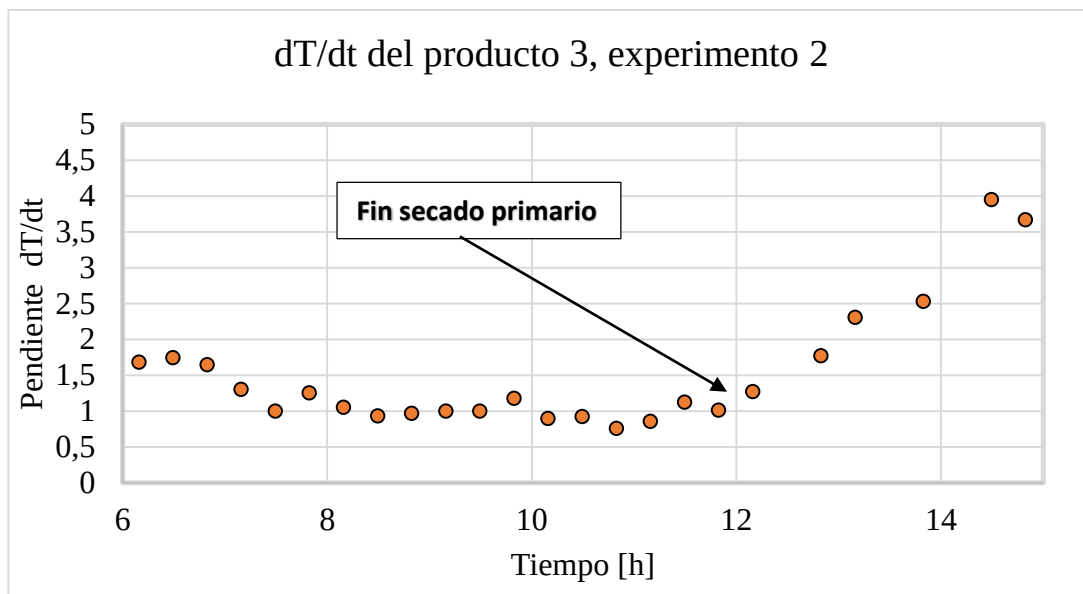


Figura 5-12: Pendiente de la temperatura de producto 3 en el tiempo, en frutillas con 5 micro-perforaciones del experimento 2

Anexo 7: Proceso de liofilización en frutillas sin micro-perforaciones

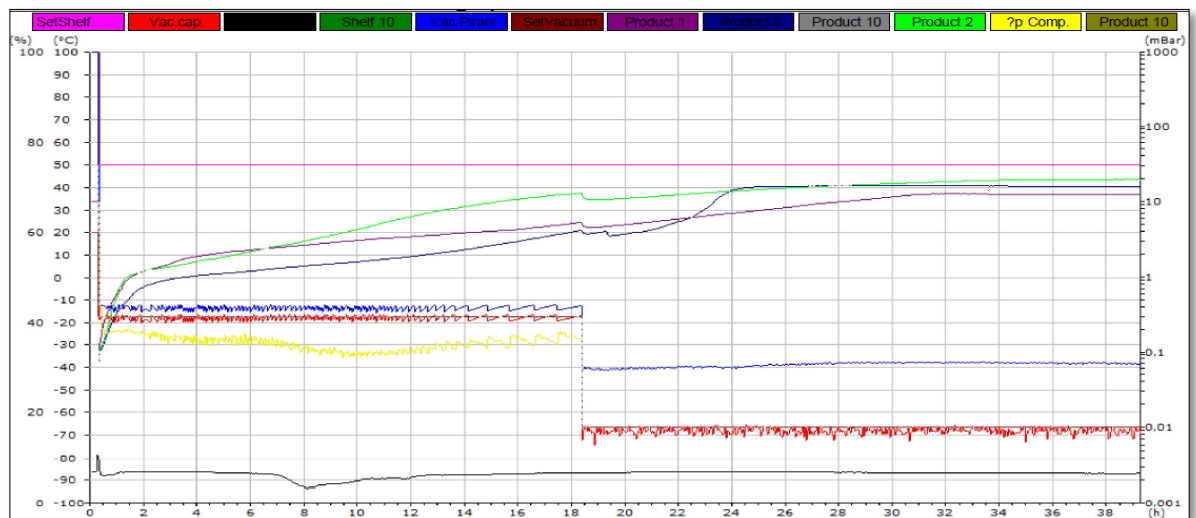


Figura 5-13: Proceso de liofilización completo, frutillas sin micro-perforaciones

Anexo 8: Proceso de liofilización en frutillas con 5 micro-perforaciones

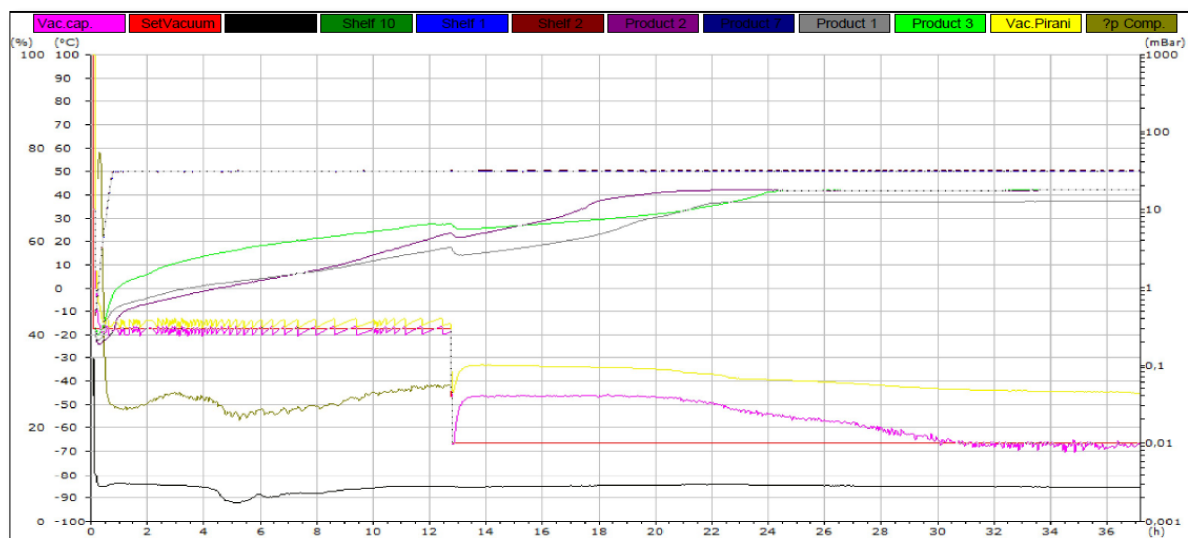


Figura 5-14: Proceso de liofilización completo, frutillas con micro-perforaciones

Anexo 9: Rehidratación de frutillas

Tabla 5-3: Porcentaje de rehidratación de frutillas liofilizadas

Grupo	Temp. [°C]	Masa Fresco [g]	Masa Liofilizado [g]	Masa rehidratado [g]	% Rehidratación	% Rehidratación promedio
Micro-perforadas	20	30,73	4,18	11,2332	37%	28%
	20	36,87	3,59	9,7685	26%	
	20	34,07	3,17	7,45773	22%	
	2	34,58	2,85	10,9596	32%	33%
	2	29,42	4,32	11,5859	39%	
	2	34,91	4,00	9,7827	28%	
Sin micro-perforaciones	20	28,3756	3,0615	5,638	20%	21%
	20	26,1729	2,2081	5,9474	23%	
	20	30,749	2,9484	6,5111	21%	
	2	30,9141	2,981	6,4389	21%	22%
	2	36,5991	4,1673	9,2101	25%	
	2	33,9878	3,2634	6,8054	20%	

Anexo 10: Perfiles de rehidratación de frutillas liofilizadas

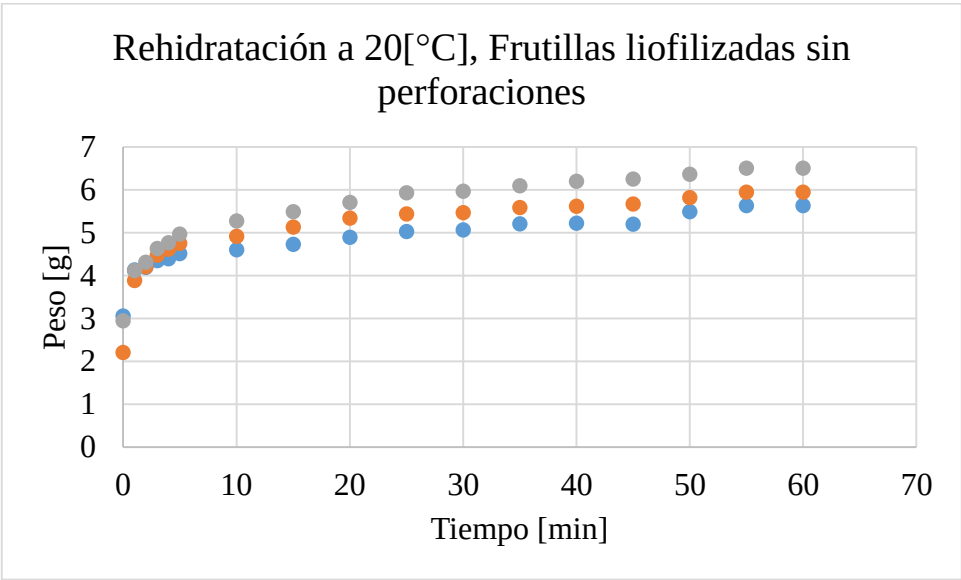


Figura 5-15: Rehidratación a 20[°C] de frutillas sin perforar

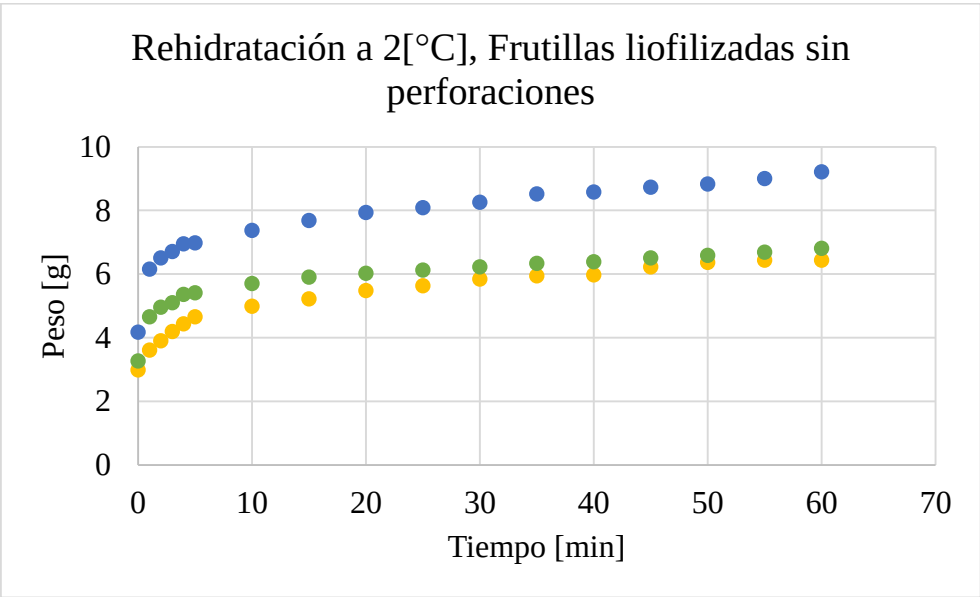


Figura 5-16: Rehidratación a 2[°C] de frutillas sin perforar

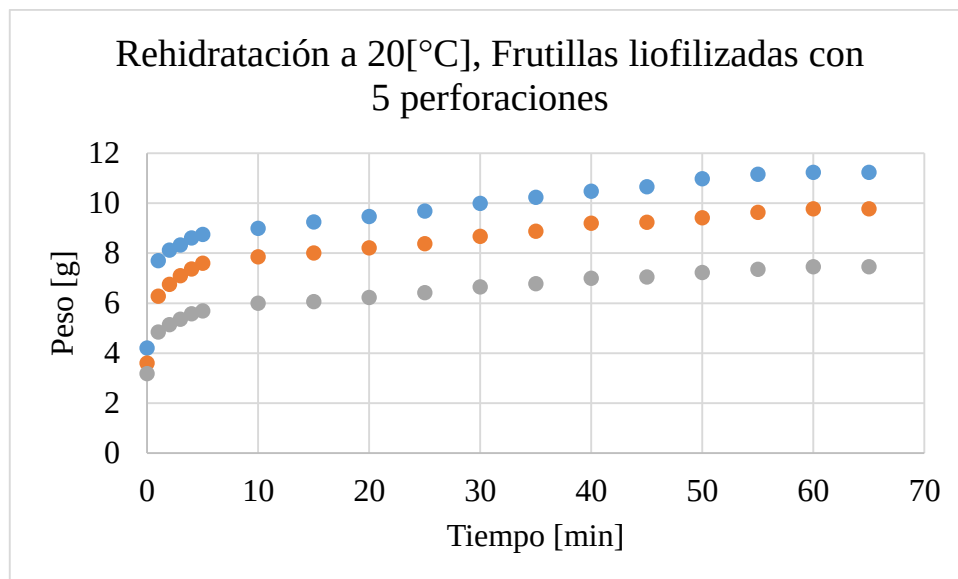


Figura 5-17: Rehidratación a 20[°C] de frutillas micro-perforadas

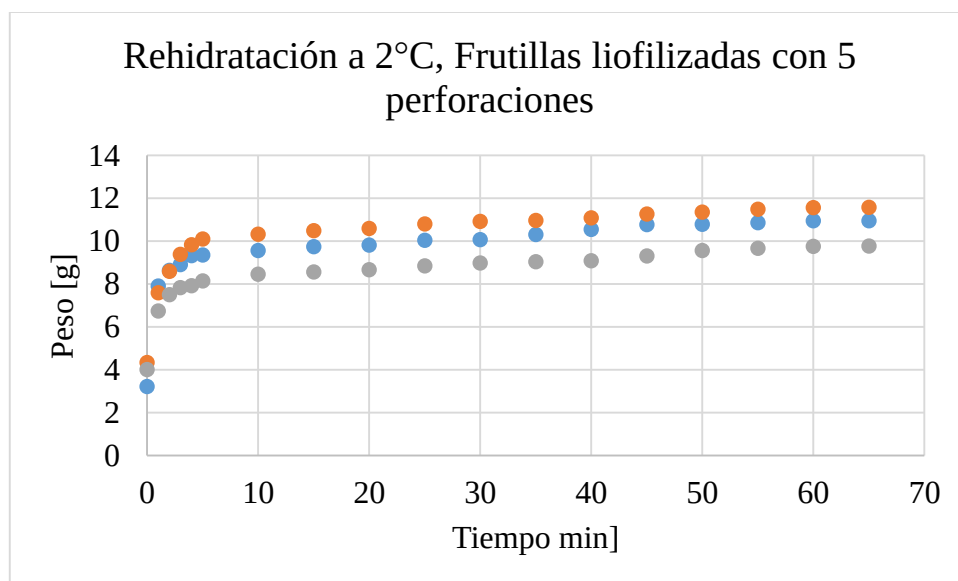


Figura 5-18: Rehidratación a 2[°C] de frutillas micro-perforadas

Anexo 11: Comparación parámetros de color

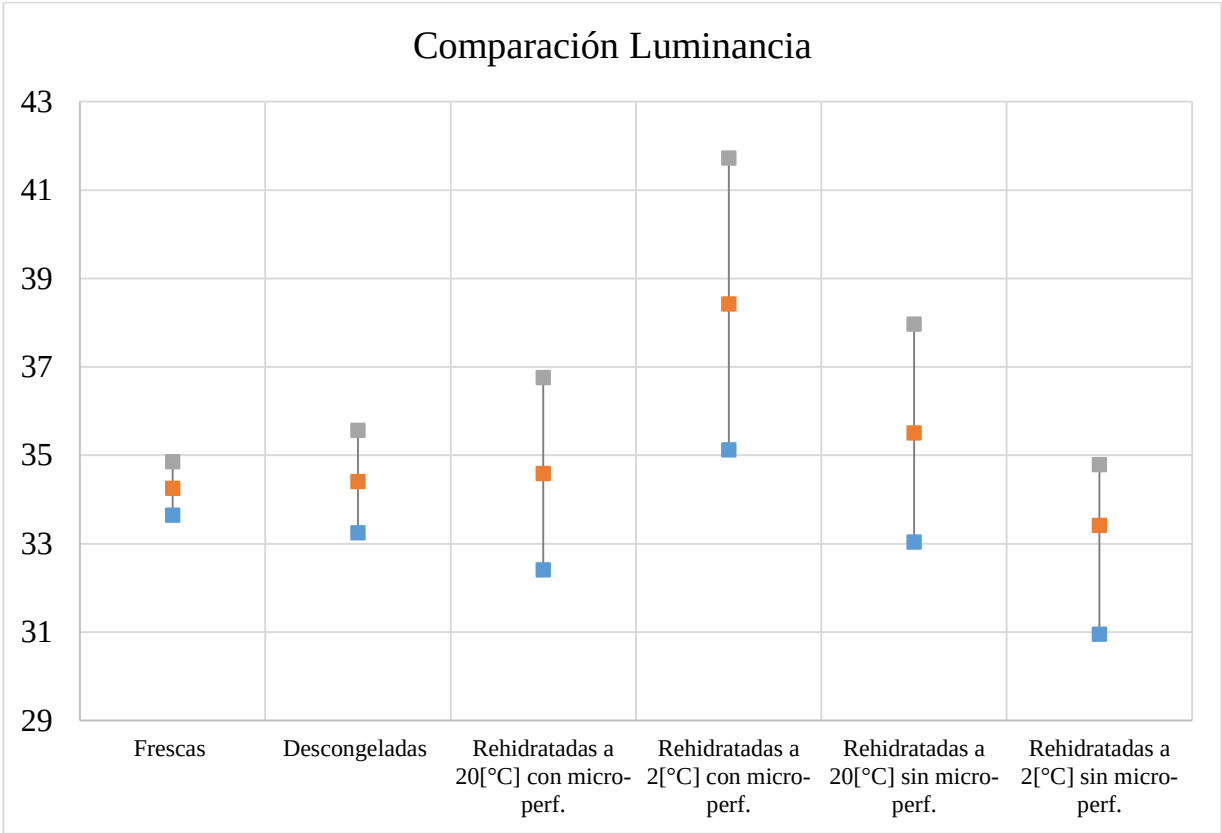


Figura 5-19: Comparación luminancia en diferente tipos de frutillas

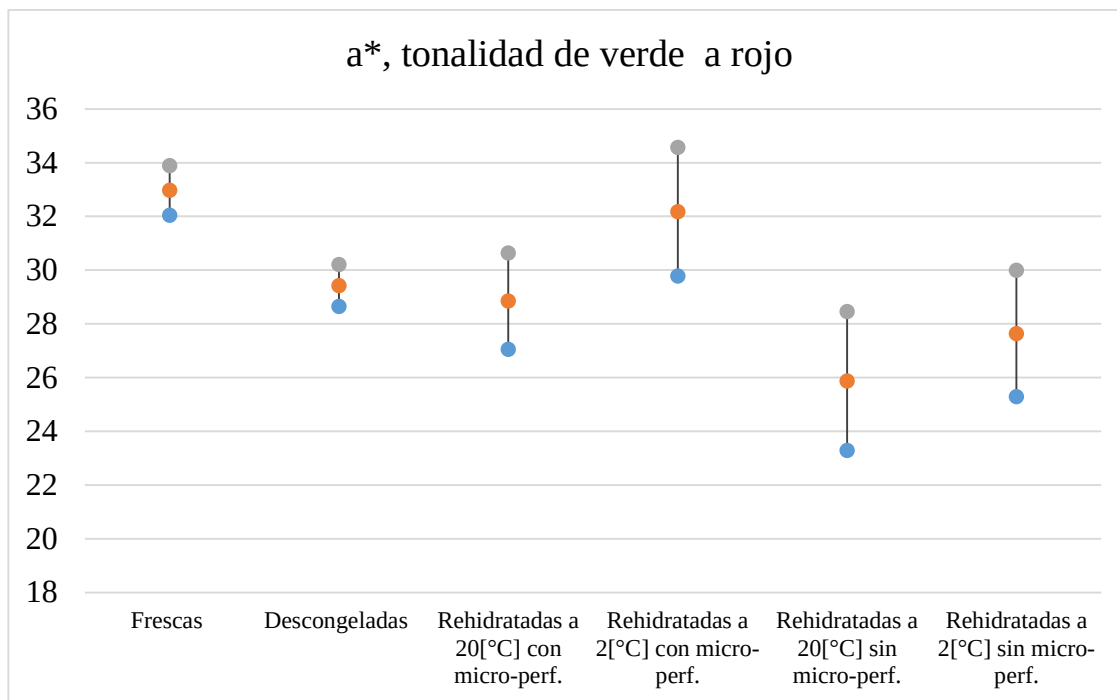


Figura 5-20: Comparación tonalidad de verde a rojo en diferente tipos de frutillas

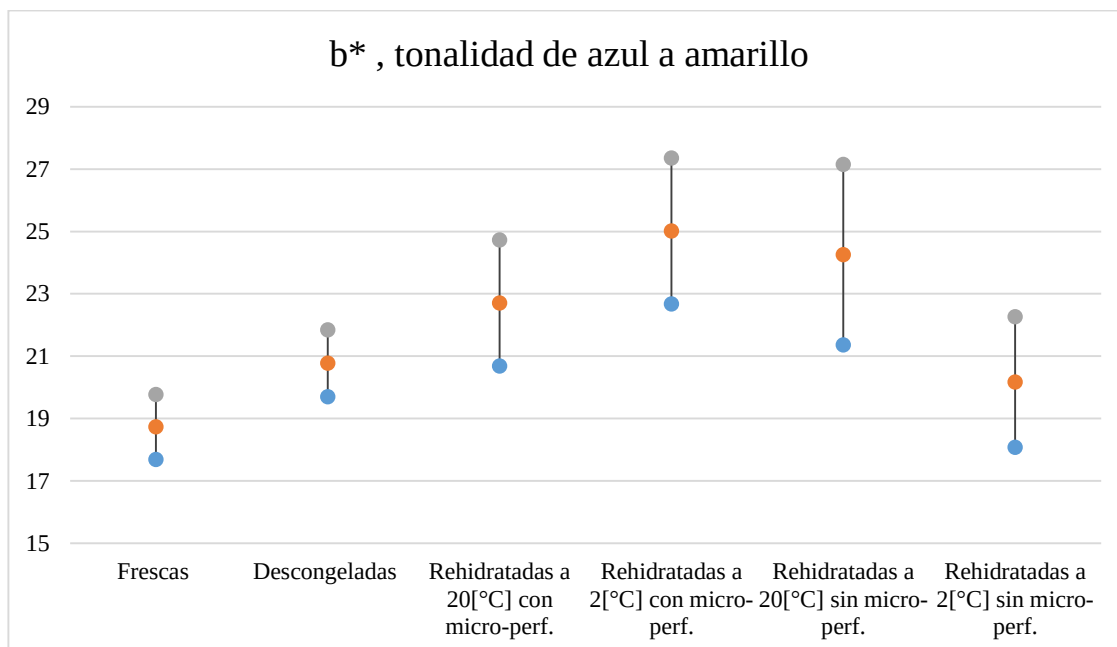


Figura 5-21: Comparación tonalidad de azul a amarillo en diferente tipos de frutillas

Anexo 12: Comparación Carga máxima aplicada

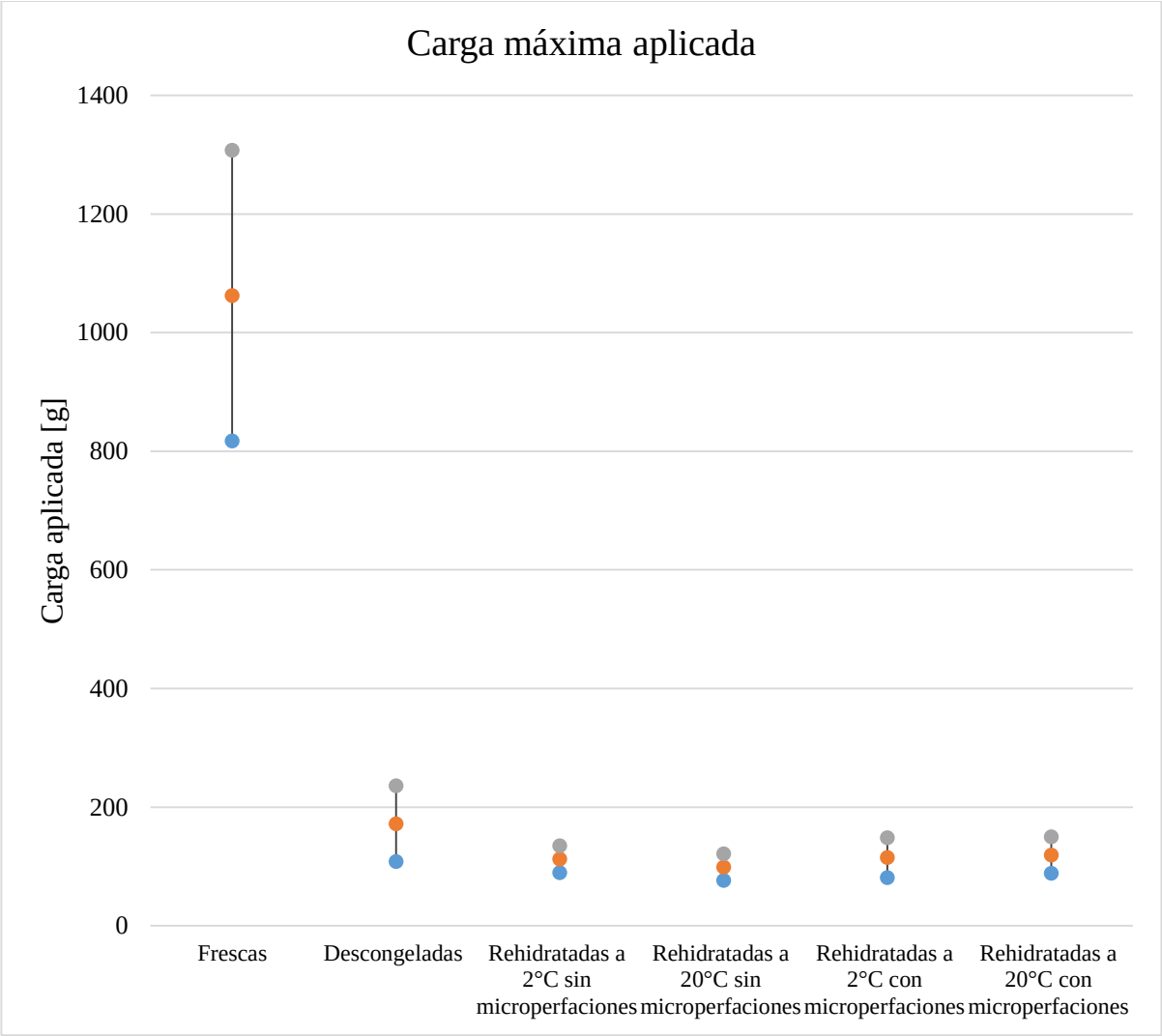


Figura 5-22: Intervalo de carga aplicada a frutillas