

2019

# APLICACIÓN DE PERFILES VARIABLES DE TEMPERATURA (VRT) PARA LA ESTERILIZACIÓN SIMULTÁNEA DE MULTIPROCESOS

SALGADO GONZÁLEZ, CONSTANZA BEATRIZ

---

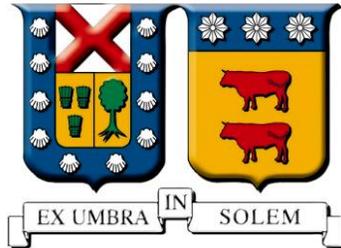
<https://hdl.handle.net/11673/48015>

*Repositorio Digital USM, UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARIA*

**UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARIA**

**DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUIMICA Y AMBIENTAL**

**VALPARAISO – CHILE**



**“Aplicación de perfiles variables de temperatura (VRT) para la esterilización simultánea de multiproductos”**

Memoria de Título presentada por  
**Constanza Beatriz Salgado González**

Como requisito para optar al título de:  
**Ingeniero Civil Químico**

Profesor Guía  
Dr. Cristian Ramírez Bustos

Profesores Correferentes  
Dr. Ricardo Simpson Rivera  
Mcs. Helena Nuñez Andrade

Agosto, Valparaíso 2019

## Agradecimientos

Primero que todo, quisiera darle gracias a mis papas, que gracias a ellos y su esfuerzo yo estoy estudiando en esta gran universidad, y sin duda alguna, este triunfo en mi vida también es de ellos. Los amo con el corazón.

Agradecer también a mis profesores guías, el profesor Cristian Ramirez y Ricardo Simpson, por su infinita sabiduría y apoyo que me dieron durante todo el proceso. También a la profesora Helena Nuñez, quien me apoyó constantemente en el laboratorio con una excelente disposición y paciencia para cuando debía realizar experimentos.

A mi hermano por acompañarme en este camino de estudios, por acompañarnos mutuamente lejos de casa en este camino duro de la ingeniería. Gracias por brindarme ese apoyo incondicional en los momentos más difíciles.

A mis amigos y compañeros de carrera, amigos de Baile Social, de Promoción IQA y de las diversas actividades que realicé durante el desarrollo de mis estudios. Sin duda alguna, este gran paso, también es gracias a ellos, que con su apoyo, amor, amistad, risas y llantos logramos acompañarnos y sacar sonrisas en los momentos más difíciles. Los quiero y gracias por cuidarme, quererme y hacer mi paso por la universidad tan hermoso e inolvidable.

A tí, sin duda amor, por enseñarme a creer en mi misma, por darme fuerzas en los momentos difíciles, pero principalmente por darle alegría a mi vida a través de tu amor, comprensión y cariño infinito. Te amo siempre.

## Resumen

El proceso de esterilización es uno de los métodos más utilizados y efectivos en la conservación de alimentos que tiene como objetivo lograr la esterilidad de los productos sin afectar sus propiedades organolépticas. Es así, como la implementación de Esterilización Simultánea de multiproductos (SMPS) podría ser una mejora del proceso tradicional al utilizar temperaturas variables en el autoclave, permitiendo procesar simultáneamente dos o más productos sin generar pérdidas de calidad, más allá de las obtenidas individualmente a temperatura constante (CRT). El objetivo de esta investigación es comprobar que cuando dos productos son esterilizados simultáneamente a una temperatura constante, alguno de los productos queda sobreprocesado, perdiendo calidad en el producto final. Pero en cambio, si se utiliza un perfil variable de temperaturas (VRT), a lo menos logra conservar la calidad que poseen los productos al ser procesados de forma individual.

Para comprobar lo anterior se utiliza una solución de bentonita al 5%, a la cual se le añaden 20 [mg/L] de ácido gálico ( $z=52$  [°C],  $D=344,8$  [min]) cuya degradación térmica se utiliza para cuantificar la calidad final del producto. Esta solución es vertida en dos latas, una con un valor  $f_h$  35 [min] ( $0,078 \times 0,057$  [m]) y la otra  $f_h$  52 [min] ( $0,084 \times 0,086$  [m]). Al realizar el proceso de esterilización multiproducto a CRT a  $120^\circ\text{C}$  para ambas latas, se obtuvo que la lata de  $f_h$  35 [min] queda sobreprocesada, llegando a perder un 6,1 % de retención de calidad en la superficie del producto con respecto a su proceso de esterilización individual, pero logrando disminuir el tiempo de procesamiento en un 42%. En cambio, al procesar dos latas simultáneamente con VRT, la lata de  $f_h$  35 [min] logra aumentar el porcentaje de retención de calidad en un 6,7% respecto a su proceso individual, y con la ventaja de mantener el mismo tiempo que se utilizó en esterilizar las dos latas individualmente.

De acuerdo a estos resultados, se observó que el proceso de esterilización simultánea a CRT no logra conservar la calidad del producto, debido a que el alimento queda sobreprocesado. En cambio, el proceso de esterilización simultánea VRT si logra conservar la calidad del producto final, logrando en este caso aumentar su retención de calidad en la superficie, manteniendo el tiempo de procesamiento que se utiliza en esterilizar ambas latas de forma individual.

# Contenidos

|   |    |
|---|----|
| Agradecimientos .....   | 2  |
| Resumen .....   | 3  |
| Introducción.....   | 10 |
| Objetivo principal .....  | 11 |
| Objetivos Secundarios .....   | 11 |
| Capítulo 1: Antecedentes Teóricos.....                                    | 12 |
| 1.1    Procesos térmicos .....  | 12 |
| 1.2    Cinética microbiana .....  | 14 |
| 1.3    Estimación de la letalidad del proceso.....                        | 17 |
| Cálculo de $F_0$ .....  | 18 |
| 1.4    Penetración de calor en alimentos.....                             | 21 |
| 1.5    Curvas de penetración de calor .....                               | 23 |
| 1.6    Esterilización multiproducto.....                                  | 24 |
| 1.7    Procesos de esterilización CRT y VRT .....                         | 27 |
| Estimación de retención de calidad de la superficie de los alimentos..... | 28 |
| Capítulo 2: Materiales y métodos.....                                     | 31 |
| 2.1    Alimento Modelo.....   | 31 |
| 2.2    Materiales y Reactivos.....  | 31 |
| Ácido Gálico.....   | 31 |
| Reactivo Folin-Ciocalteu .....  | 31 |
| Carbonato de Sodio .....  | 32 |
| Envases .....   | 32 |

|   |  |    |
|---|--|----|
| 2.3                                     | Equipos utilizados.....  | 32 |
|   | Baño Termoregulado con Agitador .....                                      | 32 |
|   | Baño termoregulado .....   | 32 |
|   | Autoclave.....   | 33 |
|   | Espectrofotómetro .....  | 33 |
|   | Balanza .....  | 33 |
|   | Máquina Selladora.....   | 33 |
| 2.4                                     | Metodología experimental .....   | 33 |
|   | Determinación de concentración de Polifenoles .....                        | 33 |
|   | Curva de calibración Ácido Gálico .....                                    | 34 |
|   | Procedimiento para obtener los parámetros cinéticos D y z.....             | 36 |
|   | Evaluación de difusividad a distintas concentraciones.....                 | 36 |
|   | Obtención de tiempos óptimos de esterilización .....                       | 38 |
|   | Procedimiento para Esterilización Simultánea Multiproducto usando CRT..... | 38 |
|   | Procedimiento para Esterilización Simultánea Multiproducto usando VRT..... | 38 |
|   | Cálculo letalidad $F_0$ .....  | 39 |
| Capítulo 3: Análisis de Resultados..... |  | 40 |
| 3.1                                     | Curvas de degradación térmica del ácido gálico .....                       | 40 |
| 3.1.1                                   | Determinación de los parámetros cinéticos D y z.....                       | 41 |
| 3.2                                     | Evaluación de difusividad térmica a distintas concentraciones.....         | 42 |
| 3.3                                     | Obtención de tiempos óptimos de esterilización .....                       | 44 |
| 3.4                                     | Esterilización Simultánea a temperatura constante (CRT).....               | 46 |
| 3.5                                     | Obtención del perfil variable .....  | 49 |

|  |    |
|--|----|
| 3.6 Comparación perfil constante (CRT) vs perfil variable (VRT)..... | 51 |
| Conclusiones.....  | 53 |
| Referencias .....  | 54 |
| Anexos.....  | 57 |
| Anexo 1 .....  | 57 |
| Anexo 2 .....  | 57 |
| Anexo 3 .....  | 58 |
| Anexo 4 .....  | 59 |
| Anexo 5 .....  | 61 |
| Anexo 6 .....  | 62 |

## Índice de Figuras

|   |    |
|---|----|
| Figura 1. Curva de mortalidad de microorganismos (Deak, 2014). .....  | 15 |
| Figura 2. Curva resistencia térmica y Z-valores (Holdsworth & Simpson, 2016). .....   | 16 |
| Figura 3. Temperatura y Tasa letal versus temperatura. (Holdsworth & Simpson, 2016)...  | 17 |
| Figura 4. Curva penetración de calor Método de Ball .....   | 20 |
| Figura 5. Calentamiento en contenedores cilíndricos por a) conducción y b) convección (Ghani & Farid, 2006). .....                    | 22 |
| Figura 6. Curva de penetración de calor en autoclave. (Simpson, Almonacid, Nuñez, Urtubia, & Texeira, 2012).....                      | 24 |
| Figura 7. Procesos letales equivalentes para producto A y B para un $F_0$ de 6 min (Simpson, y otros, 2019).....                      | 26 |
| Figura 8. Región factible para diferentes valores de $f_h$ en función de $f_h$ para procesos CRT y VRT. (Simpson, y otros, 2019)..... | 28 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 9. Proceso de letalidad equivalente y y retención de calidad en la superficie a cualquier temperatura para producto A. (Simpson, y otros, 2019).....  | 29 |
| Figura 10. Proceso de letalidad equivalente y y retención de calidad en la superficie a cualquier temperatura para producto B. (Simpson, y otros, 2019)..... | 29 |
| Figura 11. Curva calibración ácido gálico.....   | 35 |
| Figura 12. Perfil VRT teórico.....   | 39 |
| Figura 13. Degradación del ácido gálico con la temperatura .....   | 40 |
| Figura 14. Obtención del parámetro cinético D .....  | 41 |
| Figura 15. Obtención del parámetro cinético Z.....   | 42 |
| Figura 16. Zoom a la zona factible de acuerdo a los $f_h$ obtenidos.....   | 43 |
| Figura 17. Curva letalidad Equivalente .....   | 44 |
| Figura 18. Esterilización CRT lata $f_h$ 35 [min] a 120°C.....   | 45 |
| Figura 19. Esterilización lata $f_h$ 52 [min] a 120°C.....   | 45 |
| Figura 20. Porcentaje de retención de calidad a 110°C, 120°C y 130°C para latas de distinto tamaño .....   | 46 |
| Figura 21. Esterilización CRT multiproducto a 120°C .....  | 47 |
| Figura 22. Esterilización VRT multiproducto.....   | 49 |
| Figura 23. Cálculo de difusividad de bentonita.....  | 60 |

## Índice de Tablas

|   |    |
|---|----|
| Tabla 1. Datos de inactivación para algunos microorganismos. (Richardson, 2004) .....                 | 13 |
| Tabla 2. Caracterización de productos A y B. (Simpson, y otros, 2019) .....                           | 25 |
| Tabla 3. Dimensiones de latas existentes .....  | 32 |
| Tabla 4. Valores del parámetro cinético D .....   | 41 |
| Tabla 5. Resultados esterilización con distintas concentraciones de bentonita.....                    | 43 |
| Tabla 6. Resultados esterilización CRT a 120°C y comparación lata fh 35 [min].....                    | 47 |
| Tabla 7. Comparación Tiempos de proceso a 120°C SMPS CRT v/s tradicional individual                   | 48 |
| Tabla 8. Resultados esterilización VRT y comparación lata fh 35 [min].....                            | 50 |
| Tabla 9. Comparación Tiempos de proceso a 130°C SMPS VRT v/s Proceso tradicional individual CRT ..... | 51 |
| Tabla 10. Diluciones para la curva de calibración.....  | 57 |
| Tabla 11. Datos de curva de calibración de ácido gálico .....   | 57 |
| Tabla 12. Datos de ejemplo para el cálculo de Fo.....   | 57 |
| Tabla 13. Datos de degradación del ácido gálico a 100°C .....   | 58 |
| Tabla 14. Datos de degradación del ácido gálico a 110°C .....   | 59 |
| Tabla 15. Datos de degradación del ácido gálico a 120°C .....   | 59 |
| Tabla 16. Parámetros cinéticos según modelo con lata al 5% .....                                      | 60 |
| Tabla 17. Obtención del valor de Difusividad térmica de muestra al 5% .....                           | 60 |
| Tabla 18. Tiempos de esterilización a 110°C.....  | 61 |
| Tabla 19. Tiempos de esterilización a 120°C.....  | 61 |
| Tabla 20. Tiempos de esterilización a 130°C.....  | 61 |
| Tabla 21. Detalle información esterilización lata f <sub>h</sub> 35 [min] a 110°C.....                | 62 |

|   |    |
|---|----|
| Tabla 22. Detalle información esterilización lata $f_h$ 52 [min] a 110°C..... | 62 |
| Tabla 23. Detalle información esterilización lata $f_h$ 35 [min] a 120°C..... | 63 |
| Tabla 24. Detalle información esterilización lata $f_h$ 52 [min] a 120°C..... | 63 |
| Tabla 25. Detalle información esterilización lata $f_h$ 35 [min] a 130°C..... | 64 |
| Tabla 26. Detalle información esterilización lata $f_h$ 52 [min] a 130°C..... | 64 |

## Introducción

La esterilización es uno de los métodos más utilizados y efectivos en la conservación de alimentos, ya que es una de las tecnologías mejor desarrolladas y que requieren un bajo costo de inversión (Li & Farid, 2016). A pesar de esto, los consumidores cada vez exigen mayor calidad en sus productos a menor costo, lo que conlleva a la búsqueda de nuevas tecnologías para optimizar los procesos sin afectar las propiedades organolépticas de los alimentos. Algunas investigaciones apuntan a combinar tratamientos térmicos con tecnologías de esterilización no convencionales como alta presión (HPP), rayos UV, luz pulsada, campos eléctricos pulsados (PEF) o irradiación, las cuales son capaces de reducir el tiempo y mejorar la eficacia de la esterilización, pero que requieren mayor investigación para minimizar los costos de inversión, simplificar los procesos y asegurar que estas nuevas tecnologías proporcionen una verdadera esterilización (Li & Farid, 2016). Otra alternativa para mejorar el procesamiento térmico de los alimentos envasados es la implementación simultánea de esterilización multiproducto (SMPS) que podría aumentar la retención de calidad de la superficie hasta un 20% y reducir considerablemente los tiempos de proceso utilizando perfiles variables en el autoclave (Noronha & Hendrickx, 1993). Para esto, se recomienda no utilizar temperaturas superiores a 130°C para evitar una degradación excesiva en la superficie de los productos y no menor a 107°C ya que si bien tiene poco o nulo efecto letal en las esporas termofílicas, la degradación de nutrientes continuaría disminuyendo a una tasa significativa (Teixeira, Zinsmeister, & Zaharadnik, 1975). Además, por otro lado, se ha demostrado que las tasas de calentamiento y enfriamiento deben ser tan rápidas como las restricciones del proceso lo permitan para tener una estrategia de control óptima (Nadkarni & Hatton, 1985). Cabe mencionar que algunos estudios han mencionado que la utilización de perfiles variables de temperatura de autoclave (VRT) no mejora considerablemente la retención de la calidad promedio respecto a perfiles constantes de temperatura de autoclave (CRT), pero cuando se pretende minimizar el tiempo de proceso, los perfiles VRT presentan mayores ventajas (Noronha & Hendrickx, 1993).

Cada tipo de alimento posee su tiempo de procesamiento óptimo, en donde se considera un producto esterilizado, pero posee una retención de calidad suficiente para que conserve las propiedades originales del alimento. Para optimizar el proceso se podrían esterilizar dos

alimentos distintos al mismo tiempo y de esta forma ahorrar energía y tiempo utilizado. El problema radica en que uno de ellos quedará sobreprocesado perdiendo parte importante de su calidad. Por lo tanto, para comprobar que el proceso de esterilización simultánea a VRT podría ser una mejora del proceso tradicional y logra conservar las propiedades del alimento a diferencia del proceso de esterilización simultánea CRT, esta investigación tiene los siguientes objetivos:

### ***Objetivo principal***

- ❖ Demostrar que dos productos distintos, bajo un proceso CRT no se pueden procesar simultáneamente dado que uno de ellos pierde calidad respecto al proceso individual. Pero en cambio, cuando se utiliza un perfil VRT, se logra conservar la calidad que poseen los procesos de esterilización (CRT) individuales de cada producto

### ***Objetivos Secundarios***

- ❖ Obtener parámetros cinéticos de degradación térmica ( $z$  y  $D$ ) de ácido gálico, para ser utilizado como parámetro de calidad en el proceso de esterilización comercial.
- ❖ Evaluar bentonita al 5%, 10% y 15% para escoger la muestra que tenga la difusividad térmica adecuada para el sistema de perfil variable y generar 2 productos con  $f_h$  distintos.
- ❖ Obtención de curva de procesos equivalentes a distintas condiciones de temperatura utilizando como criterio de esterilización  $F_0 = 6$  min.
- ❖ Evaluar la factibilidad de Esterilización Simultánea bajo condiciones CRT.
- ❖ Obtener perfil VRT óptimo mediante optimización matemática que permita esterilizar simultáneamente ambos productos.
- ❖ Validación de proceso SMPS VRT y comparación con proceso SMPS CRT.

# Capítulo 1: Antecedentes Teóricos

## *1.1 Procesos térmicos*

El procesamiento térmico es un método para preservar los alimentos envasados, de tal forma de mantener sus propiedades organolépticas y que no sean dañinas al momento de ingerirlas. Hoy en día, existen una amplia gama de materiales de embalaje, como latas metálicas, envases de plástico y vidrio, que pueden presentarse en diferentes formas geométricas. Cualquiera que sea el material utilizado en el producto, es necesario aplicar un proceso adecuado, es decir, durante un tiempo determinado a una temperatura específica para garantizar la inocuidad de los alimentos (Richardson, 2004).

Los procesos térmicos pueden tener 3 objetivos como medio de extender la vida útil:

1. Desnaturalizar enzimas
2. Destruir células microbianas vegetativas
3. Destruir esporas bacterianas.

Para cada uno de estos objetivos, existen procesos térmicos dirigidos: Blanqueo, Pasteurización y Esterilización, respectivamente. De estos métodos, el tratamiento más severo es el proceso de Esterilización, ya que destruye las esporas bacterianas y las células vegetativas exponiendo los alimentos a altas temperaturas (Richardson, 2004). El objetivo del proceso de esterilización es extender la vida útil de los productos alimenticios, mediante la destrucción de microorganismos dañinos de tal forma que sean seguros para el consumo humano (Ghani & Farid, 2006). Cabe mencionar que no existe la esterilidad absoluta, sino que se minimiza la probabilidad de supervivencia de los microorganismos, es decir, reducir la cantidad de microorganismo en  $10^{-12}$  veces, término conocido como 12D (Deak, 2014). Cuando los productos son sometidos a un proceso de esterilización seguro, pero aun contienen microorganismos termófilos (resistentes al calor) que no son una amenaza a la salud humana, se conoce el proceso como “esterilización comercial” (Richardson, 2004). La combinación de tiempo/temperatura debe ser la adecuada para inactivar el microorganismo objetivo. En la Tabla 1, se muestran algunos ejemplos de microorganismos presentes en los alimentos y su tiempo y temperatura necesarios para inactivarlos.

Tabla 1. Datos de inactivación para algunos microorganismos. (Richardson, 2004)

| Organismos                             | Tiempo [min] | Temperatura [°C] |
|--|--------------|------------------|
| <i>Células Vegetativas</i>             | 10           | 80               |
| <i>Esporas de levadura</i>             | 5            | 60               |
| <i>Fungi</i>                           | 30-60        | 88               |
| <i>Clostridium thermoscharolyticum</i> | 3-4          | 121              |
| <i>Basillus stearothermophilus</i>     | 4            | 121              |
| <i>Clostridium botulinum</i>           | 3            | 121              |
| <i>Toxinas A y B Botulinum</i>         | 0,1-1        | 121              |
| <i>Clostridium sporogenes</i>          | 1,5          | 121              |
| <i>Bacillus subtilis</i>               | 0,6          | 121              |

Existen varios factores que influyen en la esterilidad comercial de los productos, tales como actividad de agua, pH, composición y consistencia de los alimentos, etc. El pH es uno de los factores más importantes ya que influye en la actividad y crecimiento de microorganismos. Por ejemplo, para productos ácidos,  $\text{pH} < 4,5$ , los organismos patógenos no causan problemas por lo que solo es necesario tratamientos térmicos suaves, como la pasteurización. Para  $\text{pH} > 4,5$ , los denominados productos de baja acidez, el proceso debe ser suficiente para inactivar las esporas de *Clostridium Botulinum*, ya que puede subsistir a nula o poca alimentación metabólica y son extremadamente resistentes a los tratamientos químicos y físicos, pudiendo causar la enfermedad del botulismo. Es por esto, que para la mayoría de los procesos se elige la destrucción de este microorganismo como base (Richardson, 2004).

De acuerdo al pH, los productos se dividen en 4 categorías (Holdsworth & Simpson, 2016):

Grupo 1: Productos de baja acidez ( $\text{pH} > 5$ ). Carne, pescados, leche, algunas sopas y vegetales.

Grupo 2: Productos de mediana acidez ( $\text{pH} 5-4,5$ ). Variedad de carnes y vegetales, pasta, sopas y peras.

Grupo 3: Productos ácidos: ( $\text{pH} 4,5-3,7$ ). Tomates, higos, piñas y otras frutas.

Grupo 4: Productos de alta acidez ( $\text{pH} < 3,7$ ). Jugos cítricos, pepinillos, pomelo y ruibarbos.

## 1.2 Cinética microbiana

Para definir y conocer todos los factores involucrados en los procesos térmicos, se debe conocer la cinética microbiana asociada, planteándose la destrucción de la población microbiana como un proceso continuo en el tiempo y que generalmente es caracterizada por una cinética de primer orden como se aprecia en la *Ecuación 1*.

$$\frac{dN}{dt} = -kN \quad (1)$$

En la ecuación anterior, se denomina (dN) como el cambio del número de sobrevivientes en un tiempo dado (dt) que es proporcional al número real de células vivas (N), donde el factor k corresponde al coeficiente de mortalidad. (Deak, 2014). Al integrar la ecuación entre el número de células iniciales ( $N_0$ ) y el número de células supervivientes ( $N_t$ ), se obtienen las siguientes ecuaciones:

$$\ln\left(\frac{N_t}{N_0}\right) = -kt \quad (2)$$

$$N_t = N_0 e^{-kt} \quad (3)$$

Desde la forma logarítmica de la ecuación, el coeficiente de mortalidad se puede expresar como:

$$k = \frac{2,303}{t \log\left(\frac{N_0}{N_t}\right)} \quad (4)$$

Al representar el número de células supervivientes en función del tiempo, se obtiene una línea recta, cuya pendiente se relaciona con el coeficiente de mortalidad como se puede apreciar en la Figura 1.

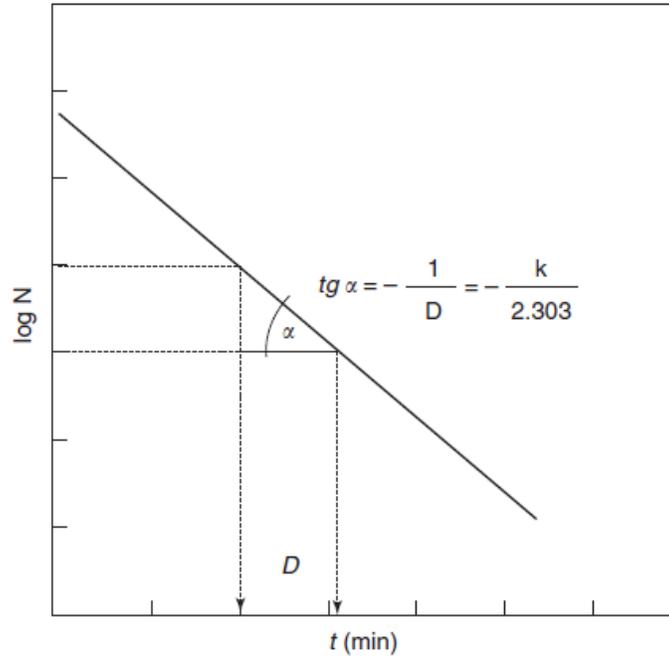


Figura 1. Curva de mortalidad de microorganismos (Deak, 2014).

El parámetro  $D$ , mencionado en la Figura 1, se denomina como *Tiempo de Reducción Decimal* y corresponde al tiempo de calentamiento necesario para inactivar el 90% de los microorganismos y hace referencia además al grado de resistencia de destrucción de una población microbiana (Holdsworth & Simpson, 2016).

A mayor valor  $D$ , mayor la resistencia que poseen los microorganismos frente a un factor destructivo, que puede ser la exposición al calor, luz, etc. Cuando los valores  $D$  son graficados versus la temperatura, se obtiene la curva de resistencia térmica, como se aprecia en la Figura 2.

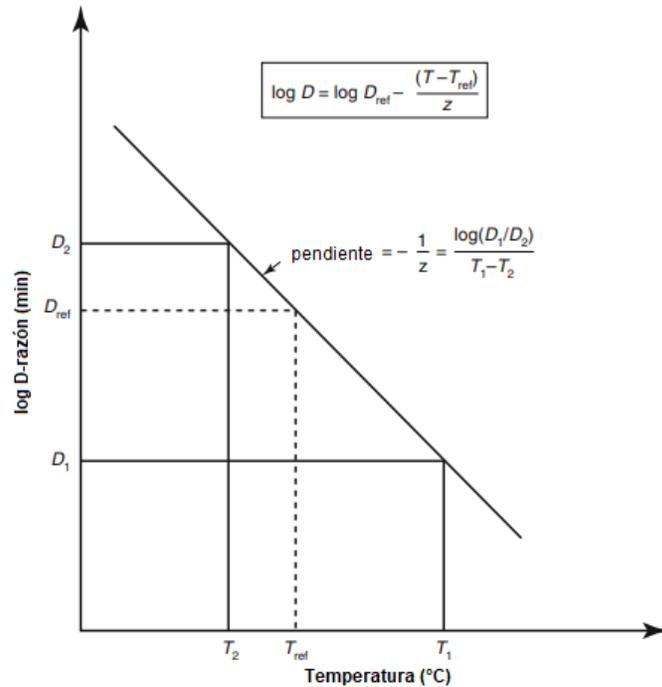


Figura 2. Curva resistencia térmica y Z-valores (Holdsworth & Simpson, 2016).

La pendiente de la línea es el cambio de la resistencia en función de la temperatura, en donde el valor  $z$ , es la constante de *Resistencia Térmica* que representa el grado de aumento de la temperatura en donde el tiempo de reducción decimal ( $D$ ) disminuye una décima parte (Deak, 2014).

La resistencia al calor de los microorganismos depende principalmente de la genética de estos, pero puede ser modificada por las condiciones ambientales y son diferentes entre unos y otros. Respecto a la inocuidad de los alimentos, el grado mínimo de proceso térmico elegido debe ser adecuado para matar al microbio patógeno más resistente que puede crecer en la práctica del enlatado, que como se mencionó antes, es el *Clostridium Botulinum* el que constituye el mayor peligro para la salud y cuyas endosporas tienen una alta resistencia al calor. El valor  $D$  para esta espora es de 0,21 [min] a 121°C y su Resistencia térmica (valor  $z$ ) es de 10°C (Deak, 2014). Estos valores son utilizados para calcular los requisitos de los procesos térmicos y su eficacia del proceso.

### 1.3 Estimación de la letalidad del proceso

Para representar de forma cuantitativa la velocidad de inactivación de microorganismos a una temperatura dada se utiliza la relación  $D_{ref}/D$  que se conoce como Tasa Letal (L) y es definida a través de la *Ecuación 6* (Holdsworth & Simpson, 2016).

$$L = 10^{\frac{T-T_{ref}}{z}} \quad (5)$$

Como las tasas letales son aditivas, es posible cuantificar el proceso en el rango de temperatura utilizada, por lo que la integral de la tasa letal se conoce como valor F, que sirve como medida de eficacia de los procesos térmicos, como se puede apreciar en la Figura 3.

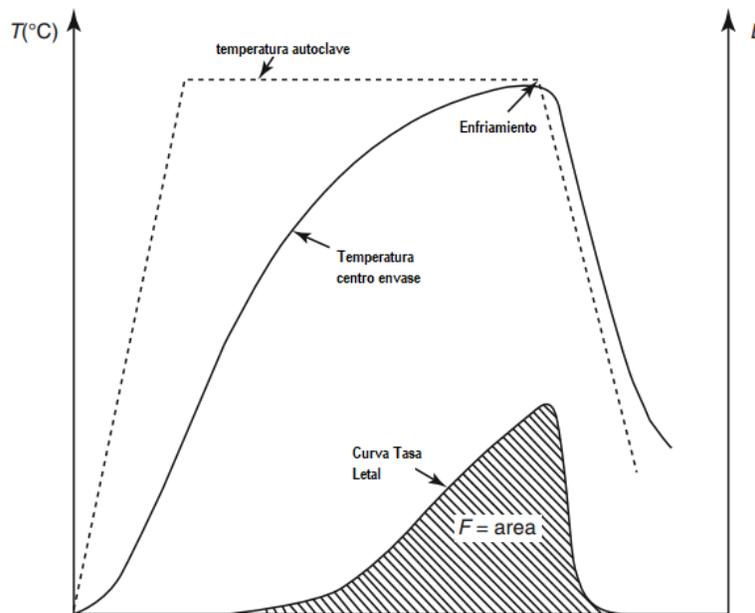


Figura 3. Temperatura y Tasa letal versus temperatura. (Holdsworth & Simpson, 2016)

Al variar la temperatura desde una temperatura ambiente hasta la temperatura del autoclave (o de forma inversa, para el caso del enfriamiento) es necesario integrar las tasas letales alcanzadas a dichas temperaturas para encontrar el valor F (Holdsworth & Simpson, 2016). Este valor es equivalente en distintos procesos debido a la combinación de temperatura y tiempo y se representa a través de la *Ecuación 7* (Holdsworth & Simpson, 2016).

$$F = \int_0^t 10^{\frac{T-T_{ref}}{z}} dt \quad (6)$$

Cuando el valor F utiliza la temperatura de referencia de la bacteria Clostridium Botulinum, que es el organismo importante a considerar en los procesos de esterilización de alimentos, se denomina  $F_0$  y queda expresado de la siguiente forma:

$$F_0 = \int_0^t 10^{\frac{T-121,1}{10}} dt \quad (7)$$

Algunos de los criterios de esterilización es que el producto debe alcanzar un valor de  $F_0$  de 6 minutos, para considerarse esterilizada (Holdsworth & Simpson, 2016).

#### Cálculo de $F_0$

##### Método General de Bigelow

El primer procedimiento para calcular procesos térmicos fue planteado por W. Bigelow en 1920 y es conocido como Método General. Este método requiere del historial de tiempo-temperatura en el punto más frío del producto para calcular el valor  $F_0$  y se denomina con el nombre de “general” porque puede aplicarse a cualquier situación de producto/proceso. Esto se debe a que es independiente de las condiciones del proceso, el modo de transferencia de calor, las propiedades del producto o el tamaño o forma del recipiente al basarse únicamente en la temperatura en el punto frío del alimento (Ahmed & Rahman, 2012).

Este método tiene una alta precisión, pero en la época que fue planteado este método los cálculos eran imposibles de realizar, por lo que Ball planteó una solución alternativa más simple para la obtención del valor  $F_0$  (Ahmed & Rahman, 2012). Existen diferentes métodos para calcular el área bajo la curva de letalidad, pero requiere el cálculo de área de figuras irregulares. Para realizar esto, entre alguno de los métodos, se encuentra la regla trapezoidal y la regla de Simpson. Ambos métodos utilizan como largo de la línea vertical  $y_0, y_1, y_2, \dots, y_n$ ,

espaciados equitativamente a una distancia  $t$  (Holdsworth & Simpson, 2016). La regla de Simpson está dada por la *Ecuación 9*:

$$F = \frac{1}{3}(y_0 + 4y_1 + 2y_2 + 4y_3 + \dots + 2y_{n-2} + 4y_{n-1} + y_n) \quad (8)$$

Para el caso de la regla trapezoidal, el valor se calcula según la expresión de la *Ecuación 10*:

$$F = t \left( \frac{1}{2}(y_0 + y_n) + y_1 + y_2 + \dots + y_{n-1} \right) \quad (9)$$

### Método de Ball

El método de Ball utiliza la diferencia entre la temperatura del punto frío del producto con el autoclave, la cual decae a lo largo del proceso. Uno de los problemas es que esta solución fue planteada para dos casos extremos: a) mezcla perfecta de un líquido (convección forzada) y b) sólidos heterogéneos (conducción pura), cuando en realidad la mayoría de los alimentados son una mezcla de ambos casos. A pesar de esto, el modelo se ajusta bastante bien a los datos experimentales de tiempo-temperatura (Simpson, Almonacid, Nuñez, Urtubia, & Texeira, 2012). Este método consiste en encontrar una relación lineal entre la temperatura del producto ( $T_p$ ) y el tiempo de calentamiento, como se puede apreciar en la Figura 4.

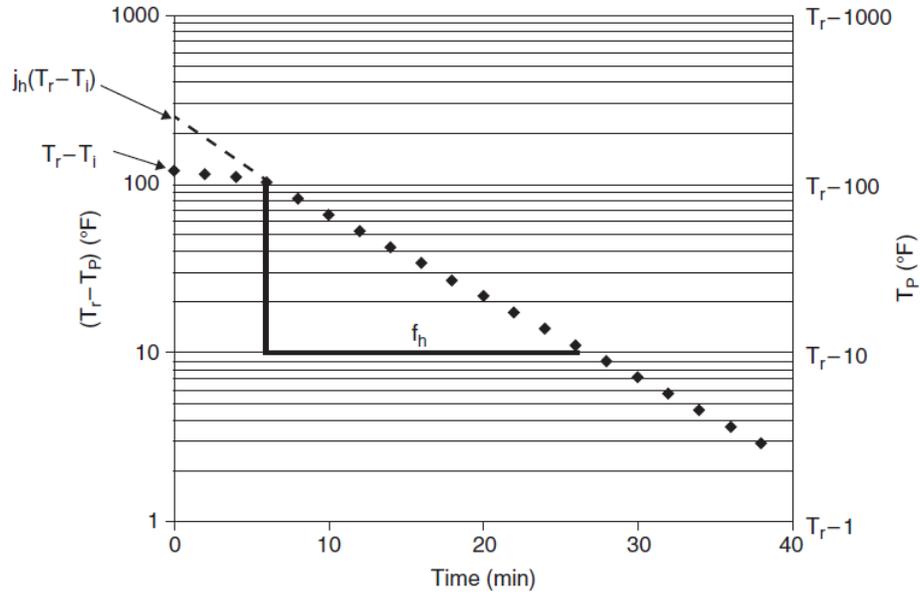


Figura 4. Curva penetración de calor Método de Ball

Se realiza la gráfica conocida como gráfica de déficit de temperatura, en donde se gráfica el  $\log (T_r - T_p)$  versus el tiempo, obteniéndose una gráfica lineal. El inverso negativo de la pendiente de esta figura, se conoce como factor de velocidad de calentamiento ( $f_h$ ), y se define como el tiempo requerido para que la curva de penetración de calor atraviese un ciclo logarítmico (Clark, Jung, & Lamsal, 2014). A su vez, este parámetro puede ser representado con las propiedades del producto y las dimensiones del envase para productos con calentamiento conductivo en envases cilíndricos a través de la siguiente ecuación (Holdsworth & Simpson, 2016):

$$f_h = \frac{2,303}{\alpha \left( \frac{2,4048^2}{a^2} + \frac{\pi^2}{(2b)^2} \right)} \quad (10)$$

En donde  $\alpha$  es la difusividad térmica del producto,  $a$  es el radio y  $2b$  la altura del envase.

Para encontrar la expresión final del cálculo del tiempo de  $F_0$ , se define  $j_h$  como factor de retraso adimensional y se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$j_h = \frac{T_r - T_{ih}}{T_r - T_i} \quad (11)$$

Donde  $T_i$  es la temperatura inicial del producto y  $T_{ih}$  es la pseudo temperatura inicial del producto y es obtenida a través de la linealización de la curva. Finalmente se llega a la solución planteada por Ball:

$$B = f_h \log \left( \frac{[j_h(T_r - T_i)]}{(T_r - T_p)} \right) \quad (12)$$

En donde  $B$  es la solución para calcular el tiempo de proceso;  $f_h$ , corresponde al inverso negativo de la pendiente,  $T_r$  es la temperatura del autoclave, y  $T_i$  es la temperatura inicial del producto (Clark, Jung, & Lamsal, 2014).

#### ***1.4 Penetración de calor en alimentos***

Los factores que influyen en la tasa de penetración de calor son los siguientes (Ghani & Farid, 2006):

1. Especificación del producto: los alimentos líquidos en donde ocurre convección natural se calientan más rápido que aquellos alimentos sólidos, en donde el calor se transfiere por conducción.
2. Tamaño del contenedor: la penetración de calor es más rápida en contenedores pequeños.
3. Temperatura del autoclave: Una diferencia de temperatura más alta entre el medio de calentamiento y los alimentos, provoca una penetración de calor más rápida.
4. Forma del recipiente: los recipientes altos promueven corrientes de convección en el calentamiento convectivo de alimentos y, por lo tanto, una penetración de calor más rápida.

5. Tipo de contenedor: la penetración de calor es más rápida a través de las paredes metálicas que las paredes de vidrio y plástico debido a la alta conductividad térmica del metal.

La tasa de penetración de calor se mide colocando un termopar en el centro térmico de un recipiente, ya que es el lugar que recibe menos calor durante el proceso de esterilización, suponiendo que todos los demás puntos del recipiente reciben más calor, y por ende se procesan correctamente (Fellows, 2000). En contenedores cilíndricos el centro térmico está en el centro geométrico para el calentamiento conductivo de alimentos y un tercio más arriba de la base del contenedor para el calentamiento convectivo de alimentos, como se muestra en la Figura 5.

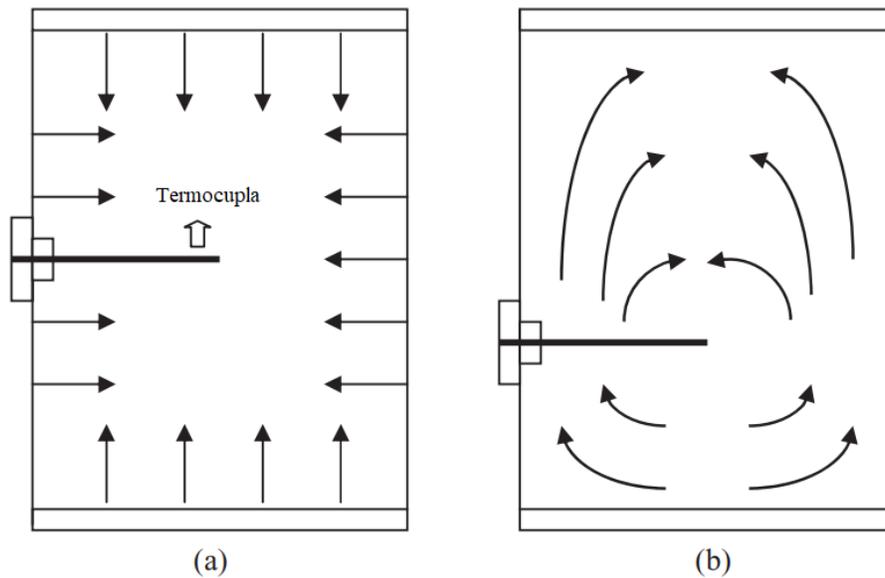


Figura 5. Calentamiento en contenedores cilíndricos por a) conducción y b) convección (Ghani & Farid, 2006).

En el proceso de esterilización de alimentos enlatados, los mecanismos de transferencia de calor a través de alimentos líquidos en latas son a través de mecanismos calentados tanto por convección como conducción.

Al realizar un balance energético transitorio para fluidos perfectamente agitados, con el contenedor como sistema, se obtiene la *Ecuación 13*:

$$UA(TRT - T) = MC_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (13)$$

Y para el caso de transferencia de calor por conducción pura:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \nabla^2 T \quad (14)$$

La solución para ambos casos, puede ser descrita de manera general a través de la siguiente ecuación

$$\frac{TRT - T}{TRT - IT} = k_1 e^{-k_2 t} \quad (15)$$

Donde TRT corresponde a la temperatura de autoclave, IT es la temperatura inicial del producto, y T es la temperatura del producto en cualquier tiempo t.

Cabe mencionar que el Instituto de Especialistas en Procesamiento Térmico (de sus siglas en inglés IFTPS) ha establecido un protocolo importante para realizar estudios de penetración de calor, ya que debido a la naturaleza compleja de los productos alimenticios, la cantidad de paquetes diferentes y la variedad de métodos para procesarlos, la interpretación de datos es difícil (Holdsworth & Simpson, 2016).

### ***1.5 Curvas de penetración de calor***

La curva de penetración de calor para un producto calentado en un autoclave se muestra en la Figura 6.

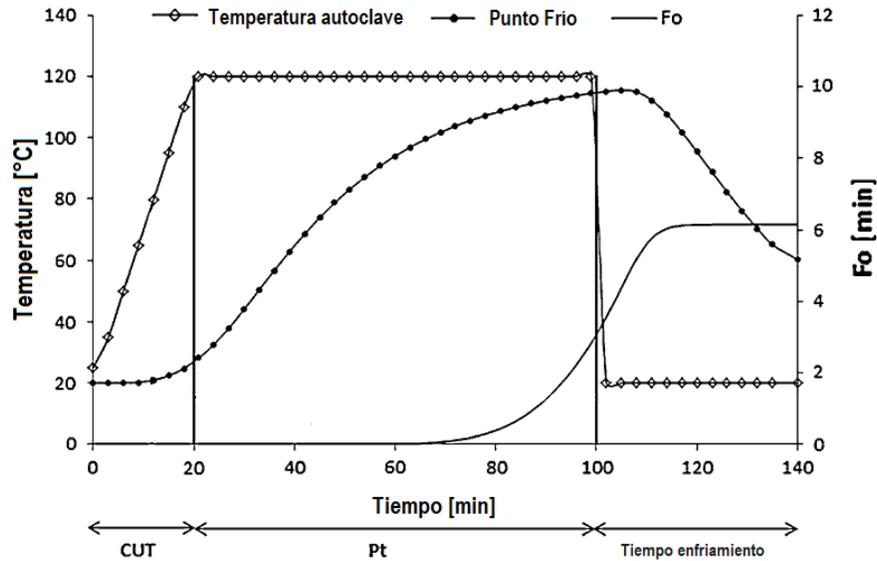


Figura 6. Curva de penetración de calor en autoclave. (Simpson, Almonacid, Nuñez, Urtubia, & Texeira, 2012)

En la Figura 6 se observa que el tiempo total requerido para esterilizar un producto se divide en 3 secciones: CUT (*Come-up time*), que es el tiempo de respuesta del autoclave para alcanzar la temperatura de proceso; Tiempo de procesamiento (Pt), es el tiempo de proceso a temperatura constante; y Tiempo de enfriamiento, que es el tiempo en que se demora el producto en enfriarse, generalmente a una temperatura menor a 50°C (Simpson, Almonacid, Nuñez, Urtubia, & Texeira, 2012).

### 1.6 Esterilización multiproducto

Una de las mejoras existentes en la industria de alimentos para el procesamiento térmico de alimentos envasados es la implementación simultánea de esterilización multiproducto (SMPS). Esto se refiere a la esterilización de diferentes productos al mismo tiempo en el mismo autoclave (Simpson R. , 2005) y generalmente es aplicada en pequeñas fábricas de conservas que requieren procesar pequeños lotes de diferentes productos (Holdsworth & Simpson, 2016). Además, una de las ventajas de este método es que optimizaría el tiempo y reduciría la energía utilizada en procesar distintos alimentos en diferentes lotes, aumentando de esta forma, la productividad de la empresa.

Los criterios para elegir las condiciones óptimas del procesamiento de esterilización con más de un producto son las siguientes (Simpson R. , 2005):

- a) La letalidad alcanzada para cada producto debe ser igual o mayor que el valor  $F_0$  mínimo preestablecido para ese producto específico.
- b) La letalidad de cada producto no debe exceder un máximo preestablecido  $F_0$  máximo, para evitar un procesamiento excesivo.

La variable más importante que se debe analizar para la implementación de SMPS es la calidad de cada producto esterilizado comparándolo con la calidad de su proceso original de forma individual. A modo de ejemplo, se poseen dos productos A y B que poseen las siguientes características mencionadas en la Tabla 2.

*Tabla 2. Caracterización de productos A y B. (Simpson, y otros, 2019)*

| <b>Características</b>   | <b>Producto A</b> | <b>Producto B</b> |
|--|-------------------|-------------------|
| <i>Dimensiones [mm]</i>  | 99x119            | 99x119            |
| <i>Difusividad térmica <math>\times 10^{-7}</math> [m<sup>2</sup>/s]</i> | 1,53              | 1,2               |
| <i>Valor z [°C]</i>  | 30                | 40                |
| <i>Valor <math>D_{121^{\circ}C}</math> [min]</i>                         | 250               | 250               |
| <i><math>f_h</math> mínimo [min]</i>                                     | 103               | 126               |

Si se procesan simultáneamente productos con  $f_h$  distintos, en este caso, el producto A=103 [min] y el producto B=126 [min], se espera que uno de ellos tenga un cierto grado de sobreproceso. Como se puede apreciar en la Figura 7 que muestra las curvas de letalidad equivalente para ambos productos, si se opera a una temperatura de autoclave de 118°C, el tiempo mínimo de procesamiento para el producto A es de 115 minutos y para el producto B es de 135 minutos, por lo que el producto A tendrá 20 minutos de sobreprocesamiento afectando a la calidad de este.

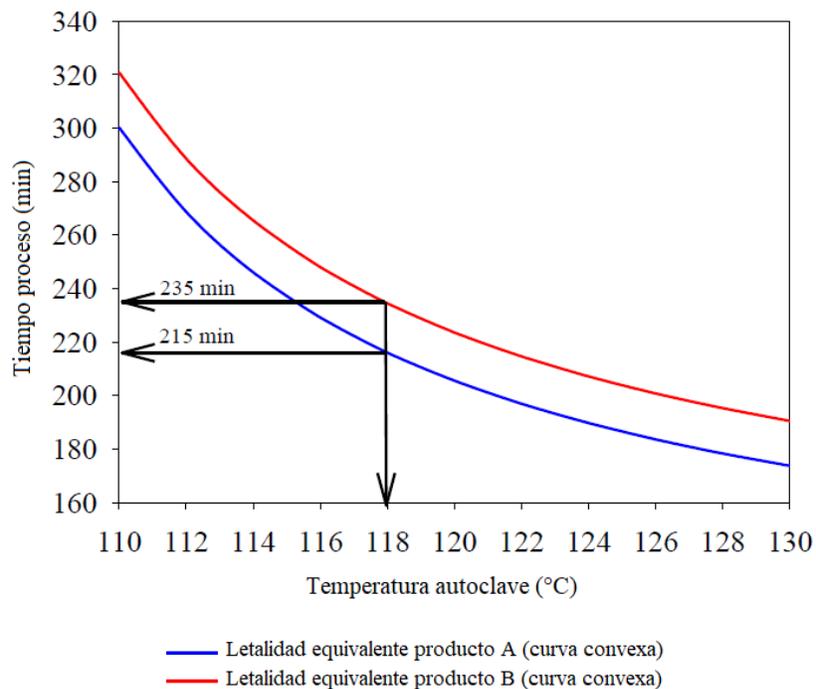


Figura 7. Procesos letales equivalentes para producto A y B para un  $F_0$  de 6 min (Simpson, y otros, 2019)

Para poder determinar la viabilidad de SMPS en cualquier proceso se debe definir el grado de procesamiento máximo permitido para cada producto evaluando el impacto que tendrá sobre la calidad de estos. En algunos estudios se estima la calidad en la superficie de los productos utilizando los valores  $z$  y  $D$ , ya que resulta ser el área más dañada durante la exposición a temperaturas altas. Debido a que la resistencia del embalaje es despreciable y a que el coeficiente de transferencia de calor es alto, se considera que la temperatura de la superficie de los alimentos es igual a la temperatura del autoclave en cualquier momento del proceso térmico; y por ende el impacto en esta sección es una adecuada indicación de la calidad del producto (Simpson, y otros, 2019). Por otro lado, los alimentos empacados que al ser procesados térmicamente poseen un  $f_h$  similar requieren de tiempos de procesamiento similares en el autoclave, por lo que se puede implementar SMPS para procesos a CRT y VRT.

### ***1.7 Procesos de esterilización CRT y VRT***

Con el desarrollo de tecnologías para la esterilización térmica, se ha demostrado que el proceso de esterilización a temperatura variable (VRT) tiene mayor retención de calidad que el proceso CRT (Noronha, J; Hendrickx, M; Tobback, P, 1996), debido a que el proceso VRT tiene un proceso de aumento de temperatura controlado lo que debilita el daño térmico del producto cerca de la superficie (Lei, y otros, 2017). Al comparar los procesos CRT óptimos con los VRT óptimos para el mismo tiempo de proceso se demuestra que se puede mejorar la retención de la calidad en un 20% y que los perfiles VRT para cualquier caso muestran un comportamiento similar, independiente de las propiedades físicas del alimento, la geometría o la cinética de degradación de los factores de calidad (Noronha & Hendrickx, 1993).

Por otro lado, se demuestra que el uso de perfiles de VRT puede disminuir el tiempo de proceso en un 26% pero conservando la retención de calidad del proceso CRT, o aumentando la retención de calidad en un 22%, pero manteniendo el mismo tiempo de operación del proceso CRT (Noronha, J; Hendrickx, M; Tobback, P, 1996). Además, al comparar el proceso de esterilización simultánea VRT con el SMPS CRT, se ha demostrado que los tiempos de procesamiento son más cortos en VRT y que logran una mayor calidad para los productos procesados (Simpson, y otros, 2019).

Para determinar la potencial implementación de SMPS debido a las diferencias en los  $f_h$  de sus productos se analiza la máxima diferencia, comparando los valores  $f_h$  de ambos productos. La Figura 8 muestra los resultados cuando se busca la implementación de SMPS en procesos CRT y VRT, mostrando las regiones factibles de esterilización simultánea VRT o CRT según los  $f_h$  de los productos.

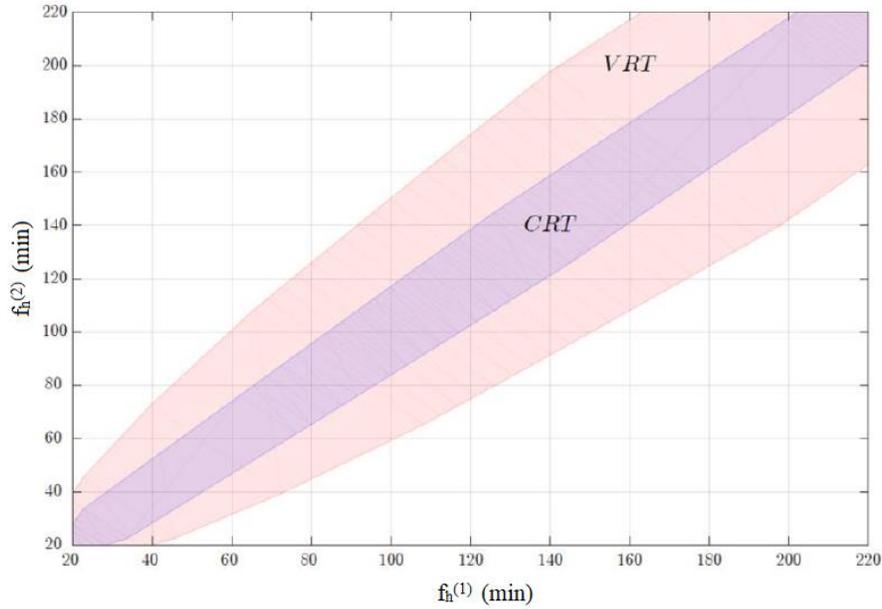


Figura 8. Región factible para diferentes valores de  $f_h$  en función de  $f_h$  para procesos CRT y VRT. (Simpson, y otros, 2019)

Como se puede ver en la Figura 8, se aprecian las ventajas de procesos VRT por sobre CRT en la búsqueda de SMPS factibles debido a que abarca un mayor rango factible para cualquier combinación de  $f_h$  de los productos.

Estimación de retención de calidad de la superficie de los alimentos.

Continuando con el ejemplo de datos mencionados en la Tabla 2, para poder estimar la calidad de la superficie del producto se utiliza un  $F_0$  de 6 min entre 110°C y 130°C (Simpson, Ricardo; Almonacid, Sergio; Texeira, A., 2003). Con esta información y a través del procedimiento spline cúbico se obtienen las curvas de letalidad equivalente y las curvas de retención de calidad de las superficie del producto a cualquier temperatura para los productos A y B como se puede apreciar en la Figura 9 y Figura 10 (Simpson, y otros, 2019).

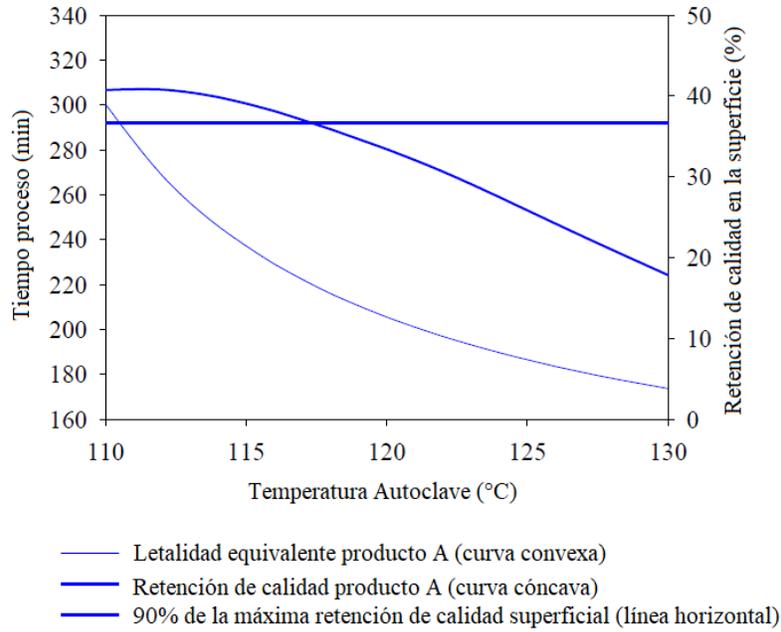


Figura 9. Proceso de letalidad equivalente y retención de calidad en la superficie a cualquier temperatura para producto A. (Simpson, y otros, 2019)

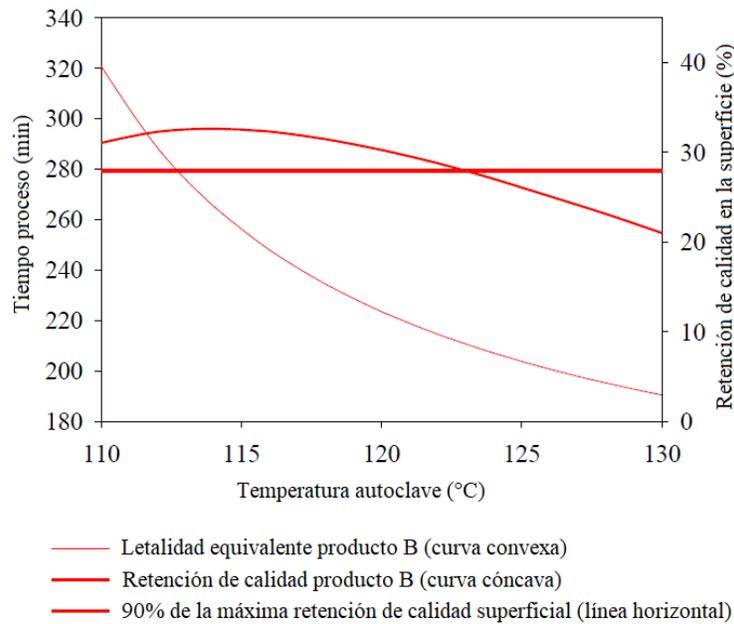


Figura 10. Proceso de letalidad equivalente y retención de calidad en la superficie a cualquier temperatura para producto B. (Simpson, y otros, 2019)

Con estos gráficos obtenidos se pueden establecer los requisitos para que dos o más productos puedan ser tratados por SMPS (Simpson, y otros, 2019):

- a) Cada producto debe alcanzar un valor  $F_0$  mínimo especificado y que no necesariamente deben ser los mismos entre un producto y otro.
- b) La calidad de la superficie de cada producto debe cumplir un requisito mínimo de calidad previamente establecido para cada producto. Por ejemplo, si en el caso anteriormente mencionado en la Figura 9, se desea alcanzar al menos el 90% de su retención de calidad superficial, entonces de acuerdo al gráfico, la temperatura máxima para procesar el producto A es de 117°C. De esta misma forma, para el caso B y con una retención del 90%, la temperatura máxima es de 123°C.

Para cuantificar o estimar la retención de nutrientes en productos alimenticios sometidos a procesamientos térmicos se analizan diversos factores de calidad, siendo las más comunes: el color, textura, sabor y contenido de enzimas o vitaminas (Holdsworth S. , 1985). Por ejemplo, en (Durance, 1997) se utilizó el contenido de tiamina como parámetro de calidad en la esterilización de salmón en conserva y en (Zanoni, Pagliarini, Giovanelli, & Lavelli, 2003) utilizaron el contenido de furosina como parámetro de calidad. Para esta investigación se utilizará la degradación del ácido gálico en las pruebas experimentales, comparando la retención del contenido de polifenoles del proceso de esterilización individual de cada producto con la retención de polifenoles de los procesos de esterilización simultánea a CRT Y VRT.

## Capítulo 2: Materiales y métodos

### 2.1 *Alimento Modelo*

Las dispersiones de agua con bentonita son modelos efectivos de alimentos ya que simula de buena forma el contenido de sólidos de los alimentos, y por otra parte disminuye los costos asociados a la utilización de alimentos en investigación (Niekamp, Unklesbay, Unklesbay, & Eilersieck, 1984). Las soluciones de bentonita poseen una tasa de penetración de calor que se aproxima al comportamiento en productos alimenticios (Alstrand & Benjamin, 1949) y evita la introducción de variaciones inherentes que tienen los productos alimenticios naturales (Darsch, Shaw, & Tuomy, 1979).

Para el desarrollo de los experimentos se preparan soluciones de bentonita al 5%, 10% y 15% calentándose en el baño termoregulado (Hilab, BHP 100) a 65°C por 15 minutos para facilitar la hidratación y evitar la aglomeración y sedimentación de las partículas de bentonita agitándose con el agitador (HSIANGTAI, CP-4, Taiwan) a 200 [rpm]. Se examina para eliminar los grumos restantes y se mantiene por 48 horas para rehidratarse completamente (Robertson & Miller, 1984).

### 2.2 *Materiales y Reactivos*

#### Ácido Gálico

Se le añade ácido gálico a la solución de bentonita para utilizarlo como parámetro de calidad de los experimentos a través de la medición de la concentración de polifenoles antes y después del proceso de esterilización.

#### Reactivo Folin-Ciocalteu

Se utiliza el reactivo de Folin-Ciocalteu al 20% para la medición de polifenoles de las muestras y poder determinar la concentración que poseen los productos antes y después del proceso de esterilización.

### Carbonato de Sodio

Se utiliza Carbonato de Sodio al 10% en la determinación de polifenoles a través del método Folin-Ciocalteu.

### Envases

Se utilizan 3 latas de distintos tamaños y sus dimensiones son detalladas en la Tabla 3.

*Tabla 3. Dimensiones de latas existentes*

|               | <b>Dimensiones</b> | <b>Radio [m]</b> | <b>Altura [m]</b> |
|---------------|--------------------|------------------|-------------------|
| <i>Lata A</i> | 0,084x0,086        | 0,042            | 0,086             |
| <i>Lata B</i> | 0,074x0,108        | 0,037            | 0,108             |
| <i>Lata C</i> | 0,078x0,057        | 0,039            | 0,057             |

Para medir la temperatura del alimento dentro de las latas durante el proceso de esterilización, se les realiza un orificio en la zona centro de la lata para colocar una termocupla tipo T y de esta forma registrar los datos en el punto frío del producto. La termocupla es ajustada a la lata con una tuerca de adaptación, una golilla y una tuerca de ajuste para que no existan filtraciones en el alimento modelo.

Las latas son selladas herméticamente en la máquina selladora (TITUS SCHOCH, DV 5 R, Dettingen, Alemania).

## **2.3 Equipos utilizados**

### Baño Termoregulado con Agitador

Se utiliza el baño termoregulado (Hilab, BHP-100) y se utiliza el agitador (HSIANGTAI, CP-4, Taiwan) para preparar las soluciones de bentonita.

### Baño termoregulado

Se utiliza el baño termoregulado (MEMMERT, ONE 29, Schwabach, Alemania) con aceite para realizar las curvas de degradación del ácido gálico a 100°C, 110°C y 120°C.

### Autoclave

Para realizar el proceso de esterilización se utiliza un autoclave estacionario marca LOVELESS modelo 177, discontinuo, sin agitación que opera con vapor saturado suministrado por una caldera. Puede operar a una máxima presión de 40 [bar] y 140 [°C]. Para realizar la etapa de enfriamiento del proceso, se utiliza un sistema de alimentación de agua a través de una bomba que posee su propio estanque de acumulación de agua.

Para el registro de datos se utiliza el software Xampp y OPC logger conectado a un PLC Fatek Fbs-20MC. Para el control de las válvulas se utiliza el software Panel Sim.

### Espectrofotómetro

Se utiliza el espectrofotómetro (Spectronic Genesys 5, modelo 336001, NY, USA) para medir la absorbancia de las muestras y poder obtener la respectiva concentración de las muestras al inicio y final de cada proceso de esterilización.

### Balanza

La balanza analítica Radwag (modelo AS220/C/2, Radom, Polonia) es usada para medir las masas de bentonita y ácido gálico al momento de preparar los productos a enlatar y posteriormente esterilizar.

### Máquina Selladora

Se utiliza la máquina selladora (TITUS SCHOCH, DV 5 R, Dettingen, Alemania) y soporta envases con un diámetro de 63 a 113 [mm].

## **2.4 Metodología experimental**

### Determinación de concentración de Polifenoles

Los polifenoles se determinan por colorimetría por el método de Folin-Ciocalteu. Este método opera reduciéndolos en una solución alcalina, resultando la formación de un

complejo de color azul, cuya absorbancia a una longitud de onda de 765 [nm], es proporcional a la concentración total de polifenoles de la muestra. Para realizar esta medición se utiliza el método descrito en (Zoecklein, Fugelsang, Gump, & Nury, 1990) con algunas modificaciones realizadas que son descritas a continuación:

- Transferir 10 [ml] de muestra a un matraz aforado de 25 [ml]
- Adicionar 6 [ml] de solución de reactivo de Folin-Ciocalteu al 20%. Se debe agitar manualmente y dejar reaccionar por 3 minutos.
- Luego se debe agregar 6 [ml] de Carbonato de Sodio al 10%, homogeneizar y aforar con agua destilada.
- Se debe dejar en reposo a 25 [°C] por una hora.
- Encender el espectrofotómetro a lo menos 15 minutos antes de usar.
- Al encender el espectrofotómetro se debe ajustar la longitud de onda a 765 [nm].
- Ajustar el 0 de absorbancia con una cubeta con agua destilada.
- Leer la absorbancia de las muestras.

#### Curva de calibración Ácido Gálico

Previo a realizar cualquier experimento, primero se debe realizar la curva de calibración para el ácido gálico, que es el compuesto que posee polifenoles y el parámetro de calidad de los experimentos. Es necesario encontrar la relación de la absorbancia leída por el equipo respecto a la concentración que posee la muestra. Para esto se debe preparar una solución base de 100 mg/L de ácido gálico y realizar diluciones para obtener muestras de 0 mg/L, 5 mg/L, 10 mg/L, 15 mg/L y 20 mg/L. En la Tabla 10 del Anexo 1 se detalla la cantidad de agua y de solución base que se deben agregar para obtener las concentraciones mencionadas.

La curva de calibración del ácido gálico obtenida se muestra en la Figura 11.

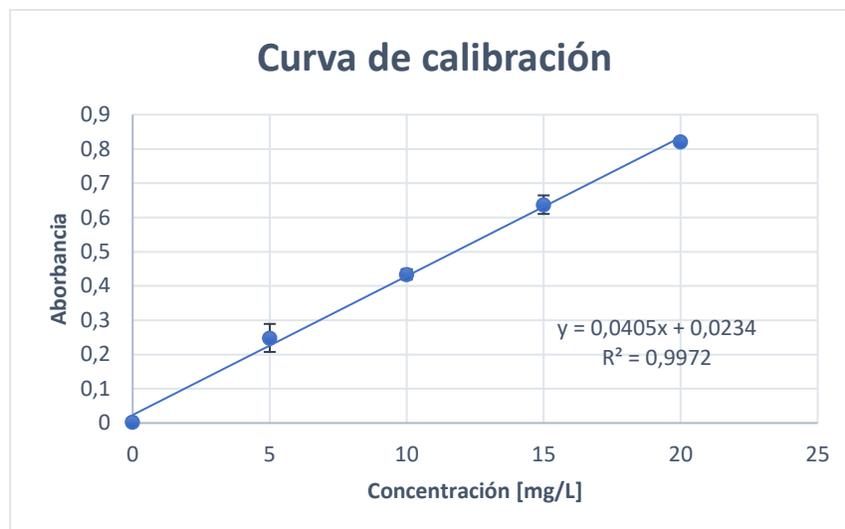


Figura 11. Curva calibración ácido gálico

En el gráfico se muestra el promedio del triplicado de los datos de absorbancia medidos para cada concentración de ácido gálico. El coeficiente de correlación tiene un valor de 0,9972, lo cual nos indica que la tendencia lineal es acertada, por lo que existe una relación directamente lineal entre la Absorbancia medida y la concentración de polifenoles. Para cuantificar la dispersión y variabilidad se calcula la desviación estándar de cada punto del gráfico, que son presentados en la Tabla 11 adjuntados en Anexo 1. De acuerdo a esta información los datos son bastantes cercanos al promedio y no presentan una dispersión alta, siendo el valor de desviación estándar más alto 0,04.

Como ya se encontró la ecuación que caracteriza esta relación, se puede despejar la concentración de polifenoles en función de la absorbancia, de tal forma que cuando se lea la absorbancia de las muestras de los experimentos, se pueda encontrar la concentración correspondiente de forma directa.

$$\text{Concentración de polifenoles} \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] = \frac{\text{Absorbancia} - 0,0234}{0,0405} \quad (16)$$

### Procedimiento para obtener los parámetros cinéticos $D$ y $z$

Para obtener los parámetros cinéticos del ácido gálico, se deben obtener las curvas de degradación térmica de este compuesto, por lo que el producto debe ser expuesto a distintas temperaturas y cuantificar la concentración de polifenoles a distintos tiempos de exposición. Para realizar este experimento, se prepara una muestra de 15 mg/L de ácido gálico y agregar 6 [ml] a 10 tubos de 7 [ml] cada uno con un diámetro de 1,1 [cm] que son sellados herméticamente con tapas de tecnil rodeado con teflón. Se calienta el baño termoregulado (MEMMERT , ONE 29) con aceite a 120°C y se colocan los tubos en él, sacándolos a distintos tiempos (5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 90 y 120 minutos), repitiendo este procedimiento 3 veces. Posteriormente se realiza el mismo procedimiento a 110°C y 100 °C.

Con estos datos obtenidos, se puede graficar la concentración del ácido gálico a través del tiempo para obtener la curva de degradación térmica del compuesto. Al graficar el logaritmo natural de la concentración obtenida en el tiempo, se puede obtener el tiempo de reducción decimal ( $D$ ) para cada temperatura de operación. Posteriormente, cuando se grafica el logaritmo natural de cada parámetro  $D$  versus la temperatura de operación, se pueden obtener la constante de resistencia térmica ( $z$ ) del ácido gálico.

### Evaluación de difusividad a distintas concentraciones

La Bentonita cambia su difusividad térmica de acuerdo a la concentración de sólidos que posee. Para conocer el valor de la difusividad de la mezcla que se utilizará para las pruebas de esterilización, se realizarán pruebas previas en el autoclave con mezclas de bentonita al 5%, 10% y 15% en un mismo tipo de lata.

Se escogen las latas A, mencionadas anteriormente en la Tabla 3 de 0,084x0,086 [m], con bentonita al 5%, 10% y 15% y se les realiza un proceso de esterilización a 120°C, para conocer el valor de la difusividad térmica de las distintas muestras. Para encontrarla, se debe utilizar la herramienta Solver de Excel y encontrar los parámetros  $N_0$  y  $k$  de la ecuación cinética de destrucción microbiana mostrada en la *ecuación 16*:

$$N_t = N_0 e^{-kt} \quad (17)$$

Como se menciona en la *Ecuación 15* presentada anteriormente, el valor adimensional es igual a una expresión de la forma exponencial, por lo que se puede usar esta relación para obtener los parámetros mediante la herramienta Solver de Excel con los datos experimentales del proceso de esterilización.

Con los datos experimentales obtenidos se puede determinar el valor del término adimensional, por lo que quedan como incógnita, los parámetros  $k_1$  y  $k_2$  de la expresión exponencial. De esta forma, a través de la herramienta Solver se pueden obtener los parámetros al minimizar el error entre ambos lados de la *Ecuación 15*.

Con el valor de  $k_2$  obtenido se puede calcular el  $f_h$  de la muestra a través de la siguiente ecuación:

$$f_h = 2,303/k_2 \quad (18)$$

Con el valor del  $f_h$  encontrado se puede obtener finalmente la difusividad térmica para las distintas muestras despejando la ecuación mencionada anteriormente.

$$\alpha = \frac{2,303}{f_h \left( \frac{2,4048^2}{a^2} + \frac{\pi^2}{(2b)^2} \right)} \quad (19)$$

De acuerdo a estos resultados, se puede escoger la combinación adecuada de concentración de bentonita con las dimensiones del recipiente para que sus respectivos valores  $f_h$  se encuentren en la zona de factibilidad de SMPS VRT de acuerdo a la Figura 8 y poder comprobar la hipótesis planteada.

### Obtención de tiempos óptimos de esterilización

Se realizan varios procesos de esterilización a CRT a 110°C, 120°C y 130°C en el autoclave para ambos tipos de latas escogidas con el fin de obtener el tiempo aproximado en que se demoran en alcanzar un  $F_0 = 6$  [min]. Se comienza el proceso CRT a 110°C en donde se colocan 2 latas en duplicado con valores distintos de  $f_h$  y ambas con solución de bentonita con la concentración determinada anteriormente. Se mantiene la operación hasta que la lata de  $f_h$  menor alcance la temperatura del autoclave, ya que es la que se demora más tiempo en calentarse. Posteriormente se repite la operación a 120°C y a 130°C.

Se realizan pruebas posteriores de forma individual para cada tipo de lata, de tal forma de poder determinar con mayor precisión el tiempo en que se demore en alcanzar un valor cercano a  $F_0$  de 6 [min].

### Procedimiento para Esterilización Simultánea Multiproducto usando CRT

Se realiza el proceso de esterilización simultánea a CRT con dos latas de distintos  $f_h$  a una temperatura constante de autoclave de 120°C. Las pruebas son realizadas en triplicado, y se mide la concentración de ácido gálico al inicio y final del proceso de esterilización a través del método Folin-Ciocalteu. Con esto, es posible calcular el porcentaje de retención de calidad en la superficie del producto final y compararlo con los valores obtenidos en los procesos de esterilización de cada lata individual. De esta forma se puede comprobar si el proceso es factible como una mejora al proceso tradicional.

### Procedimiento para Esterilización Simultánea Multiproducto usando VRT

A través del software AMPL como lenguaje de programación matemática con KNITRO como solucionador no lineal según (Simpson, y otros, 2019) se obtiene el perfil VRT óptimo de acuerdo a los parámetros cinéticos del ácido gálico y las dimensiones del envase, con el que se realizará el proceso de esterilización simultánea multiproducto. El perfil obtenido con la modelación se muestra en la Figura 12 y las pruebas experimentales se realizarán en triplicado, para posteriormente comparar el porcentaje de retención de calidad obtenido con los valores de los procesos de esterilización individuales de cada lata. De esta forma, se puede

comprobar si el proceso de esterilización simultánea con perfil variable es una mejora al proceso convencional.

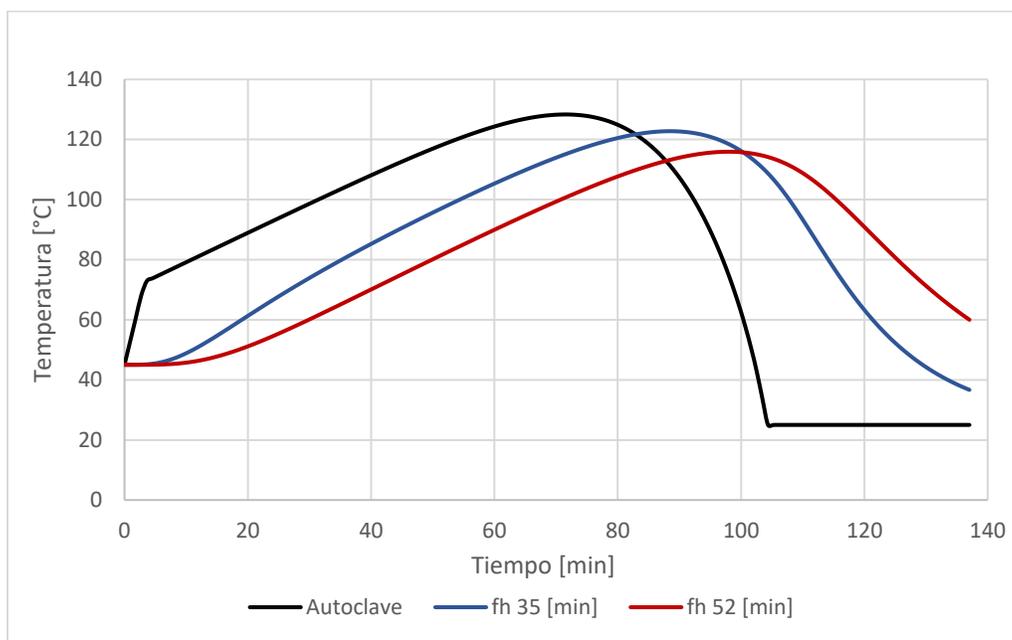


Figura 12. Perfil VRT teórico

### Cálculo letalidad $F_0$

Para cada proceso de esterilización realizado se debe calcular el  $F_0$  de los productos y de esta forma comprobar que se alcanzó el valor de 6 [min] (criterio para considerarse esterilizado) y cuantificar el nivel de sobreprocesamiento. Para obtener este valor se utiliza el método trapezoidal de Bigelow. A modo de ejemplo, en el Anexo 2 se muestra el procedimiento de cálculo que se utiliza para obtener el valor  $F_0$ .

## Capítulo 3: Análisis de Resultados

### 3.1 Curvas de degradación térmica del ácido gálico

En la Figura 13 se muestra el efecto de la temperatura en la degradación del ácido gálico, en donde se grafican los valores promedio del duplicado realizado, demostrando que es una degradación de primer orden (Tanchev, Ioncheva, Genov, & Malchev, 1979). En la Tabla 13, Tabla 14, Tabla 15 del Anexo 3 se adjuntan los datos de los experimentos realizados en duplicado de las 3 temperaturas diferentes, 100 °C, 110 °C y 120 °C.

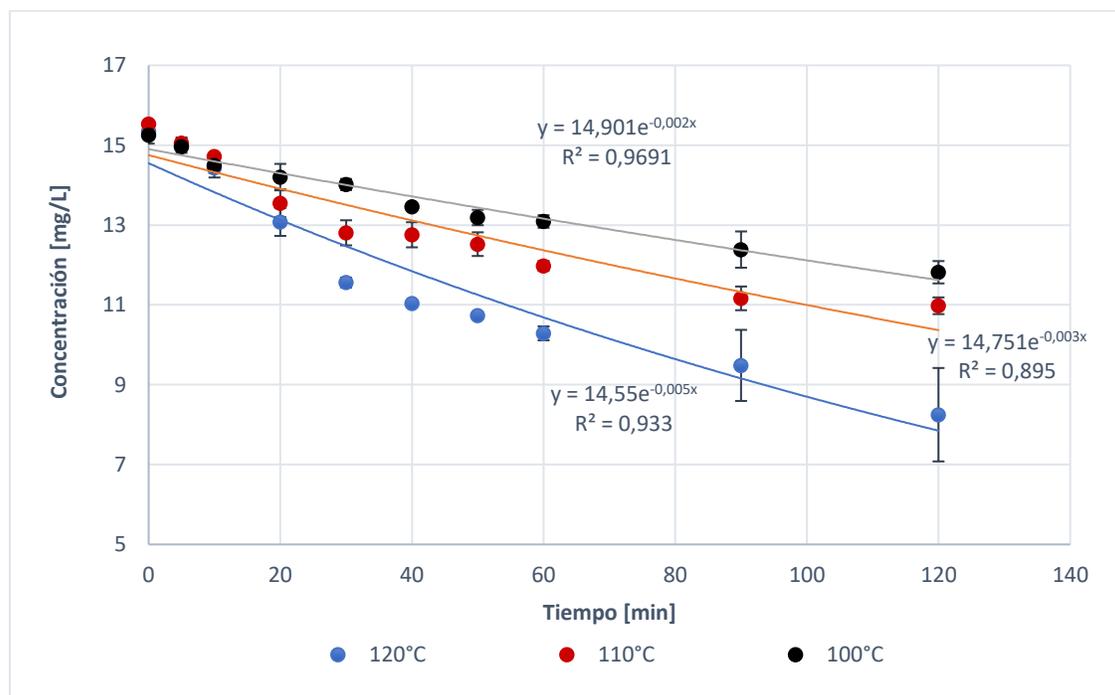


Figura 13. Degradación del ácido gálico con la temperatura

Al realizar las regresiones exponenciales, los 3 procesos tienen un coeficiente de correlación mayor a 0,89, por lo que se considera que se ajustan bien a los datos obtenidos. Respecto a la dispersión de datos, en las curvas a 100 y 110°C no presentan una desviación estándar mayor a 0,4, por lo que los valores son bastante acordes al promedio de datos. En cuanto a la información obtenida a 90 [min] y 120 [min] para la degradación a 120°C, estos presentan una dispersión bastante alta, que se puede deber a errores experimentales debido a la rápida evaporación de agua que ocurre al tener tanto tiempo expuestas las muestras a tan elevadas temperaturas.

### 3.1.1 Determinación de los parámetros cinéticos D y z

Para determinar el tiempo de reducción decimal (D) del ácido gálico a las diferentes temperaturas, se debe graficar el logaritmo natural de cada concentración versus el tiempo, según lo mencionado en la Figura 1 anteriormente.

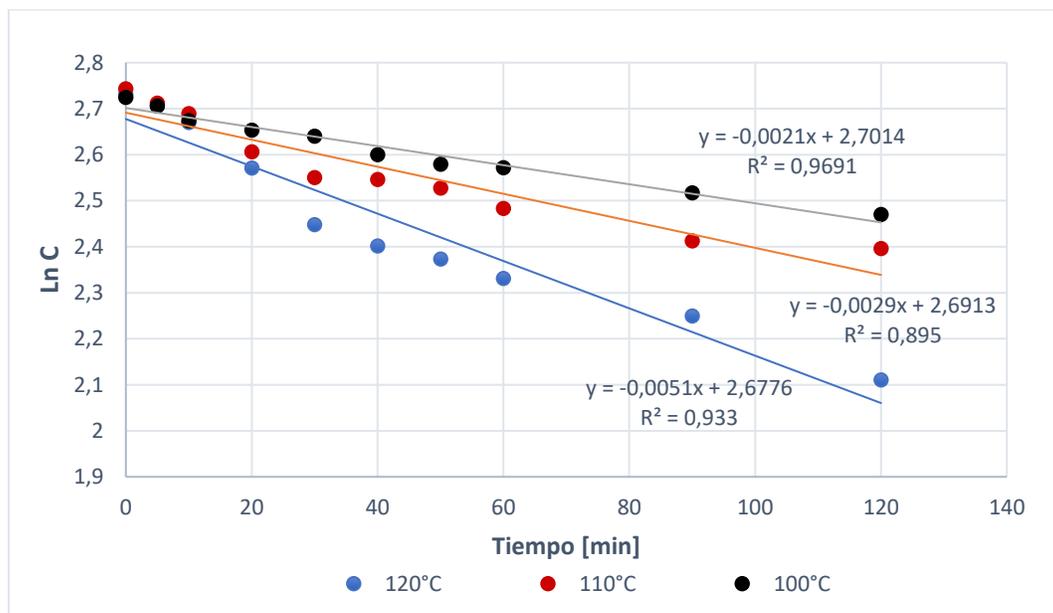


Figura 14. Obtención del parámetro cinético D

La pendiente de cada curva graficada en la Figura 14 corresponde al valor de  $-1/D$ , por lo que se puede obtener el valor del parámetro cinético D para cada temperatura dando como resultado los valores mostrados en la Tabla 4.

Tabla 4. Valores del parámetro cinético D

| Temperatura [°C] | Pendiente | D obtenido [min] |
|------------------|-----------|------------------|
| 100              | -0,0021   | 476,19           |
| 110              | -0,0029   | 344,83           |
| 120              | -0,0051   | 196,08           |

Teniendo ya los valores del parámetro cinético D, se puede graficar el logaritmo natural de los valores D versus el tiempo, como se demuestra en la Figura 15, para encontrar el valor de la constante de resistencia térmica (z).

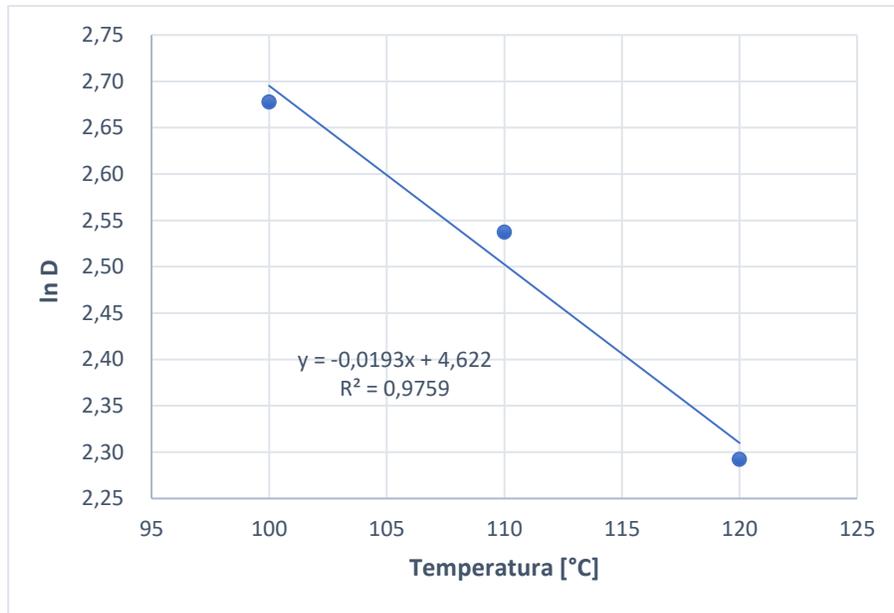


Figura 15. Obtención del parámetro cinético Z

Con la regresión lineal se obtiene la ecuación que representa a los datos de la Figura 15 y al calcular el valor del inverso de la pendiente, se obtiene el parámetro z, con un valor de **52** [°C]. Como se puede observar en la Figura 15, el coeficiente de correlación es de 0,98, por lo que los datos no poseen una gran dispersión ni variabilidad ajustándose adecuadamente a la relación lineal.

### 3.2 Evaluación de difusividad térmica a distintas concentraciones

Se realiza el proceso de esterilización a 120 °C con 3 latas “A” con distintas concentraciones de bentonita cada una (5%, 10%, 15%). Se obtienen experimentalmente los valores de  $f_h$  y difusividad térmica [m<sup>2</sup>/s] correspondiente a cada proceso como se aprecia en la Tabla 5. En el Anexo 4 se explica detalladamente, a modo de ejemplo, como se obtienen los parámetros mediante la herramienta Solver para el caso con bentonita al 5%.

Tabla 5. Resultados esterilización con distintas concentraciones de bentonita

|                                 | 5%       | 10%       | 15%      |
|---------------------------------|----------|-----------|----------|
| $k_2$ [1/min]                   | 0,044    | 0,049     | 0,057    |
| $f_h$ lata A [min]              | 51,72    | 47,23     | 40,51    |
| Difusividad térmica [ $m^2/s$ ] | 1,61E-07 | 1,762E-07 | 2,05E-07 |
| $f_h$ lata B [min]              | 47,054   | 42,96     | 36,85    |
| $f_h$ lata C [min]              | 34,88    | 31,85     | 27,32    |

De acuerdo a los  $f_h$  obtenidos en la Tabla 5 para cada tipo de lata, se escoge aquella combinación que se encuentre en la zona de factibilidad de SMPS a VRT (de color rosado), según lo presentado en la Figura 8 anteriormente. Es así, como se decide utilizar la lata A con  $f_h=51,72$  [min] y lata C con  $f_h=34,88$  [min] con bentonita al 5%, para que se encuentre en la zona de factibilidad de VRT, como se muestra en la Figura 16.

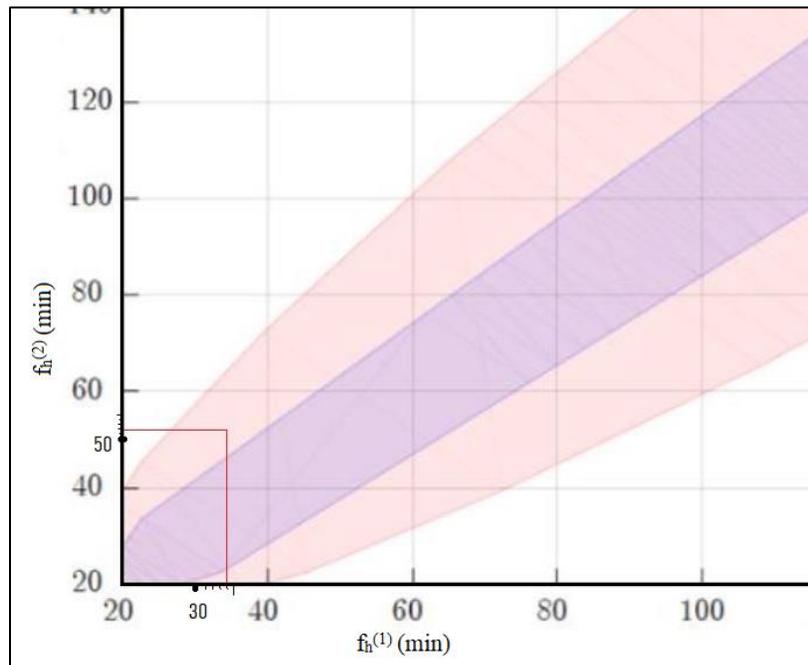


Figura 16. Zoom a la zona factible de acuerdo a los  $f_h$  obtenidos

Todos los experimentos siguientes serán realizados con bentonita al 5% y de esta forma comprobar que dos productos pueden ser procesados al mismo tiempo a temperatura variable de autoclave (VRT).

### 3.3 Obtención de tiempos óptimos de esterilización

Se realizan procesos de esterilización para encontrar el tiempo en que se demora cada tipo de lata en alcanzar un valor cercano de  $F_0 = 6$  minutos. Se detallan los tiempos obtenidos en cada proceso en el Anexo 5 para 110°C, 120°C y 130°C en la Tabla 18, Tabla 19 y Tabla 20, respectivamente. En la Figura 17, se comparan los tiempos de esterilización de cada proceso versus la temperatura de operación, obteniendo la Curva de Letalidad equivalente para cada  $f_h$ . Cabe mencionar que los tiempos de procesamiento graficados, no consideran el tiempo de calentamiento ni enfriamiento del autoclave, es decir, solo se considera el tiempo donde el autoclave se mantiene a una temperatura constante.

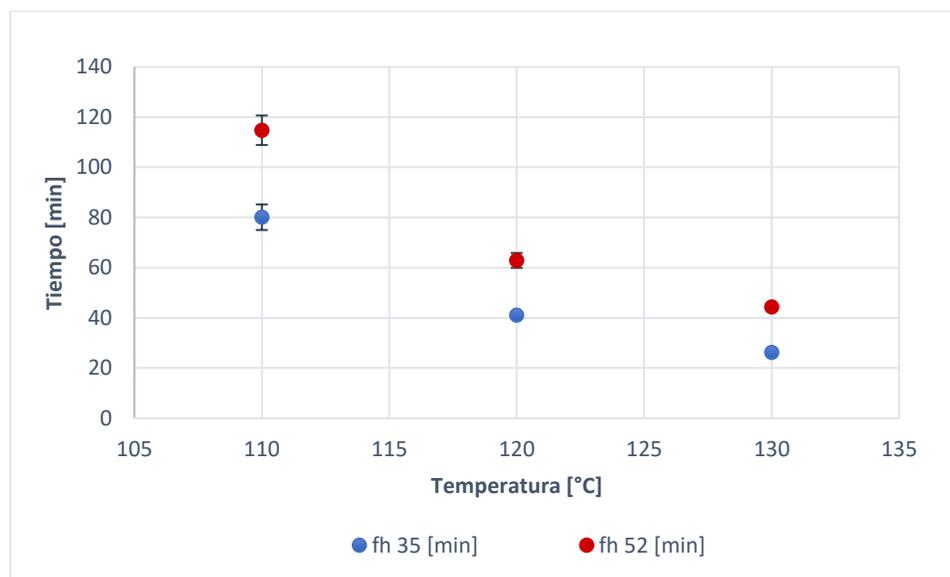


Figura 17. Curva letalidad Equivalente

Lo obtenido en la Figura 17, se condice con lo mostrado en (Simpson, y otros, 2019), en donde a mayor temperatura de autoclave, se demora menos tiempo el proceso de esterilización de forma exponencial. En este gráfico ya se puede ver que si dos latas de distinto tamaño son procesadas simultáneamente a una temperatura constante (CRT), la lata más pequeña quedará sobreprocesada por unos minutos. En el Anexo 5, se detallan los tiempos de procesamiento con y sin considerar el CUT.

A modo de ejemplo, en las Figura 18 y Figura 19 se muestran los perfiles CRT a 120°C obtenidos para la lata de  $f_h$  35 [min] y  $f_h$  52 [min], respectivamente.

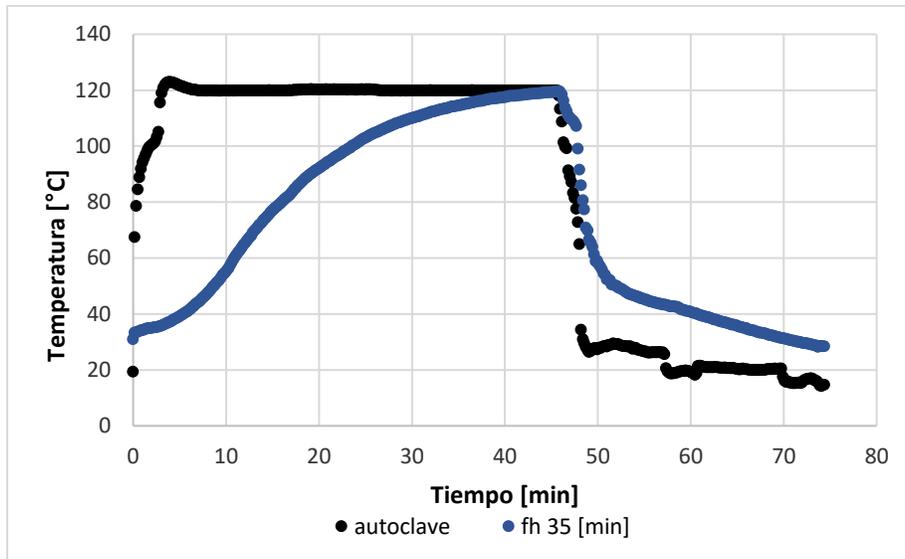


Figura 18. Esterilización CRT lata fh 35 [min] a 120°C

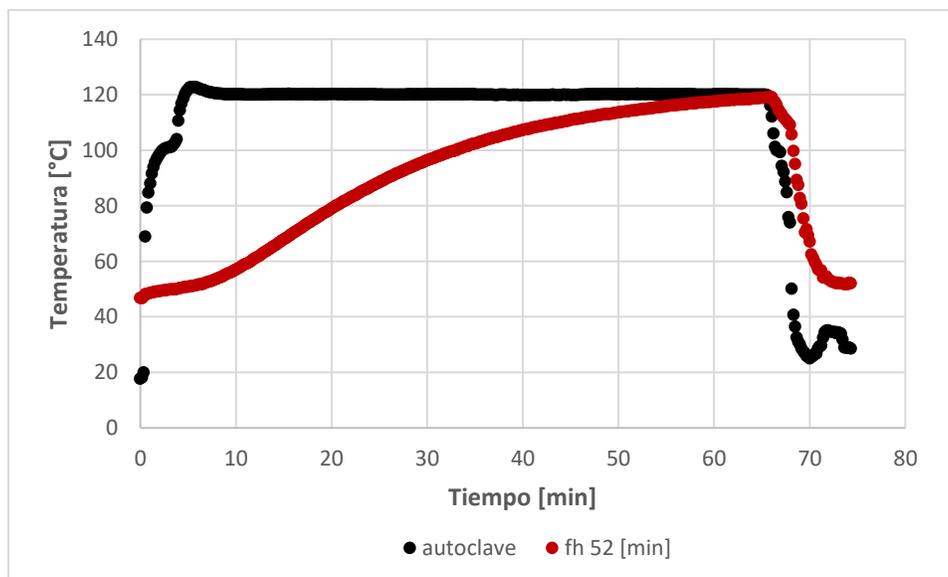


Figura 19. Esterilización lata fh 52 [min] a 120°C

En la Figura 20, se muestra el porcentaje de retención de calidad para los procesos de esterilización realizado en ambas latas, en donde se puede ver que la lata de fh 35 [min] posee un mayor porcentaje de retención en cualquiera de las 3 temperaturas utilizadas. Esto se puede deber principalmente, a que la lata al ser más pequeña, requiere menor tiempo de procesamiento y por ende la superficie del producto se encuentra menor tiempo expuesta a altas temperaturas.

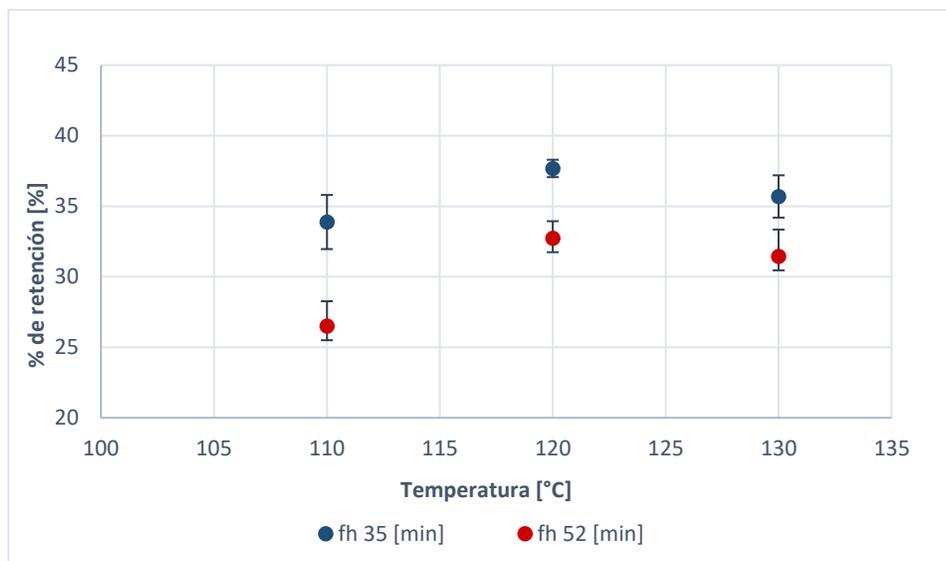


Figura 20. Porcentaje de retención de calidad a 110°C, 120°C y 130°C para latas de distinto tamaño

En el Anexo 6 en las Tabla 21, Tabla 22, Tabla 23, Tabla 24, Tabla 25 y Tabla 26 se detallan los valores de las concentraciones al inicio y final de cada proceso de esterilización con el que se calculó el porcentaje de retención de calidad de cada producto. Además, se muestran los valores  $F_0$  de cada proceso, para comprobar que los productos tengan un valor cercano a 6[ $\text{min}$ ]. En la Figura 20 se puede apreciar que el mayor porcentaje de retención de calidad para ambas latas es a 120°C, que tiene concordancia con los procesos térmicos que se realizan en la actualidad, los cuales en la mayoría son realizados a temperaturas cercanas a 120°C.

### 3.4 Esterilización Simultánea a temperatura constante (CRT)

Para comprobar si la esterilización simultánea multiproducto es factible a temperatura constante, se realiza un proceso de esterilización a CRT con bentonita al 5% a 120°C, debido a que es la temperatura de proceso en donde obtiene el mayor porcentaje de retención de calidad en la superficie de los productos. El proceso termina cuando la lata de  $f_h$  52 [min] alcanza el tiempo de procesamiento necesario para tener un valor  $F_0$  aproximado de 6 [min], que es cuando se considera el producto esterilizado. En la Figura 21 se muestra el proceso de esterilización CRT multiproducto a 120°C.

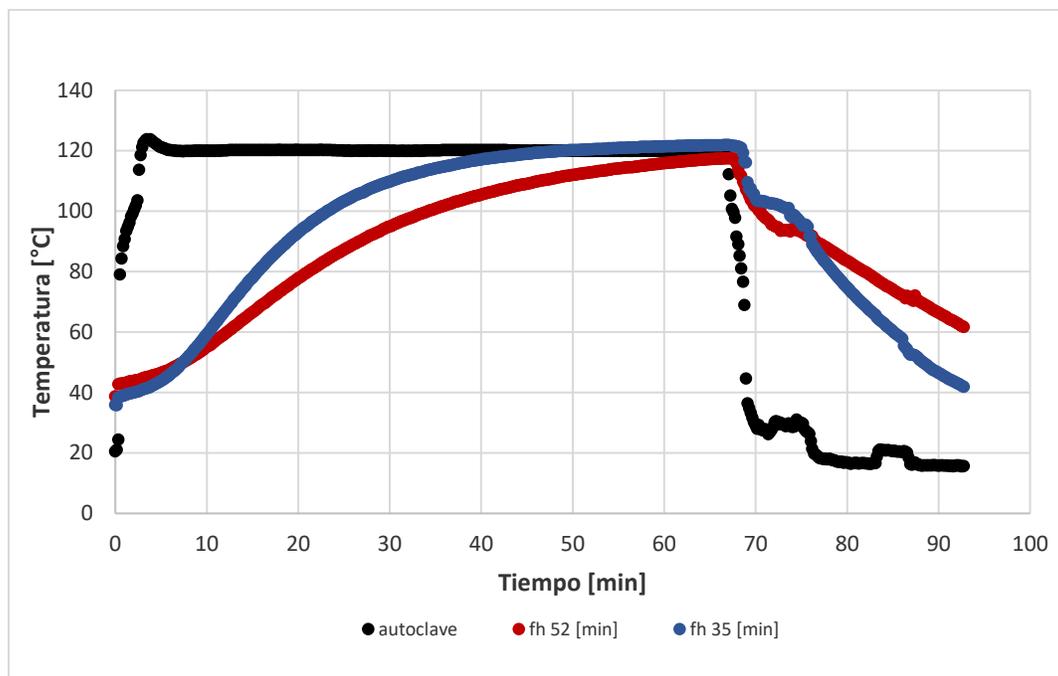


Figura 21. Esterilización CRT multiproducto a 120°C

Como se puede apreciar en la Figura 21, la lata de  $f_h$  35 [min] alcanza más rápido la temperatura de autoclave y a su vez, es la que se demora menos tiempo en enfriarse, debido a su tamaño, favoreciendo la penetración de calor.

En la Tabla 6 se muestra el valor del porcentaje de retención de calidad y el valor  $F_0$  para ambos productos del proceso de esterilización SMPS a CRT y se comparan los valores obtenidos de la lata de  $f_h$  35 [min] con la información del proceso individual de esta lata.

Tabla 6. Resultados esterilización CRT a 120°C y comparación lata  $f_h$  35 [min]

|  | $F_0$ [min] | Retención de calidad [%] |
|--|-------------|--------------------------|
| Lata $f_h$ 52 [min] SMPS CRT                 | 6,02        | 46,3 +5,97               |
| Lata $f_h$ 35 [min] SMPS CRT                 | 28          | 35,38+-1,9               |
| Lata $f_h$ 35 [min] proceso individual a CRT | 6,4         | 37,68+-0,62              |
| % Diferencia                                 |             | 6,1%                     |

La lata de  $f_h$  52 [min] alcanzó un valor de  $F_0= 6,02$  [min], por lo que se considera esterilizada y en su punto óptimo ya que es bastante cercano a 6. Respecto a la lata de  $f_h$  35 [min], como era de esperar, queda sobreprocesada obteniendo un valor  $F_0$  de 28 [min]. Respecto a la lata de  $f_h$  52 [min] esta alcanza un porcentaje de retención de 46,3 % el cual es mayor a lo obtenido

en el proceso de esterilización individual para esta lata. Esto se puede deber a errores experimentales ya que de hecho la variación estándar es alta y a que el proceso de esterilización individual de esta lata alcanzó un valor  $F_0$  de 6,7, lo que puede haber afectado a la calidad de esta.

Como se observa en la Tabla 6, el proceso de esterilización CRT a 120°C de forma individual para la lata  $f_h$  35 [min] obtuvo un porcentaje de retención de calidad de  $37,68\% \pm 0,62$ , en cambio, el proceso de esterilización multiproducto a 120°C alcanzó un porcentaje de retención de calidad del  $35,38\% \pm 1,9$  teniendo una pérdida de calidad 6,1 %, respecto al máximo obtenido de forma individual a CRT. Esto se debe a que esta lata se encuentra mucho más tiempo del necesario expuesta a 120°C, afectando a la calidad del producto final.

Lo resultados obtenidos se condicen con el gráfico de Letalidad Equivalente mostrado en la Figura 17, en el cual lata de  $f_h$  35 [min] queda sobreprocesada. Con este experimento se pudo comprobar que efectivamente la lata de  $f_h$  35 [min] pierde calidad en el producto final al ser procesada a través de SMPS a CRT, con respecto a su proceso de esterilización de forma individual.

En la Tabla 7 se comparan los tiempos de operación, que considera el tiempo de calentamiento del autoclave (CUT) más el tiempo que se mantuvo a temperatura constante al autoclave, entre el proceso SMPS a CRT con los procesos de esterilización de forma individual (CRT) para cada tipo de lata.

*Tabla 7. Comparación Tiempos de proceso a 120°C SMPS CRT v/s tradicional individual*

|                               | <b>Tiempo<br/>operación Lata<br/><math>f_h</math> 35 [min]</b> | <b>Tiempo<br/>operación Lata <math>f_h</math><br/>52 [min]</b> | <b>Tiempo total de<br/>procesamiento<br/>[min]</b> |
|-------------------------------|--|--|--|
| <i>Latas individual a CRT</i> | 45,94  | 69,1   | 115,04   |
| <i>SMPS a CRT</i>             | -  | -  | 66,72  |
| <i>% Diferencia</i>           |  | 42%  |  |

Como se puede apreciar en la información de la Tabla 7, al sumar los tiempos de procesamiento individual de ambas latas, se obtiene un tiempo total de 115,04 [min], el cual es mucho mayor a 66,72 [min] que es el tiempo obtenido a través de SMPS a CRT. A pesar de que el proceso de esterilización simultánea reduce los tiempos de procesamiento en un

42%, el requerimiento para su implementación es que al menos conserve la calidad del producto cuando son procesadas individualmente, ya que se desea mejorar la calidad obtenida de los procesos tradicionales. A través de este experimento se comprueba que la esterilización simultánea multiproducto a CRT no es factible para conservar las propiedades de los alimentos sin generar pérdidas más allá de las obtenidas al procesarlos individualmente.

### 3.5 Obtención del perfil variable

Los valores usados para la obtención del perfil VRT con el programa AMPL y KNITRO fueron  $z = 52$  [°C] y  $D=344,8$  [min]. En la Figura 22 se muestra el proceso de esterilización VRT multiproducto en donde tanto la temperatura del autoclave como las temperaturas del producto suben de forma lenta y gradual.

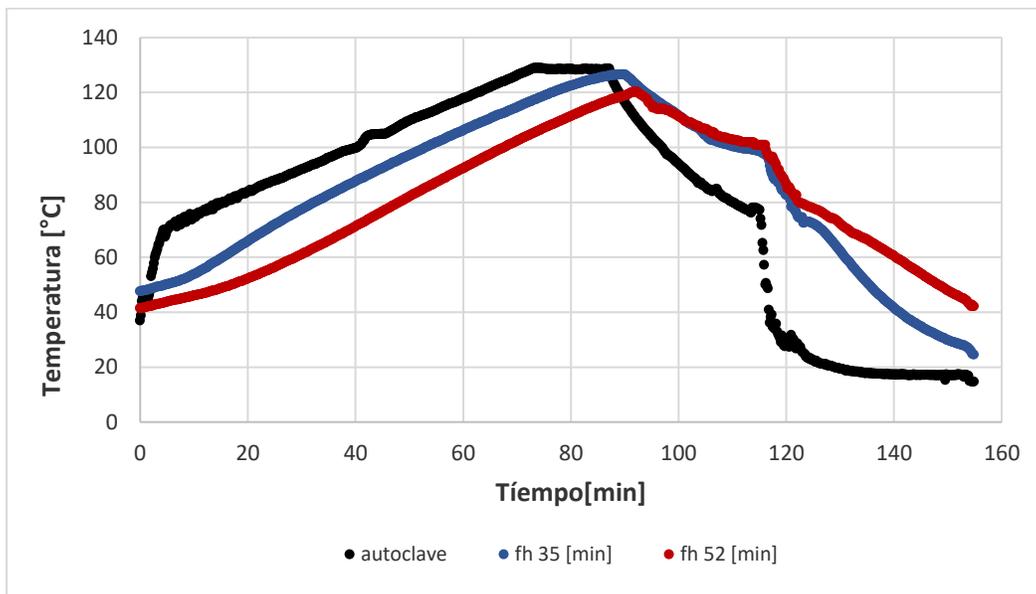


Figura 22. Esterilización VRT multiproducto

La lata de  $f_h 52$  [min] alcanza un valor  $F_0$  de 8,13[min], que es considerado como valor cercano a  $F_0=6$  [min], por lo que se considera esterilizado, pero la lata  $f_h$  de 35 [min] alcanza un valor  $F_0$  de 43,37 [min], quedando por sobre el valor óptimo. Se presenta el valor del porcentaje de retención de calidad de la lata de  $f_h 35$  [min] obtenido en este proceso de

esterilización simultánea a VRT en la Tabla 8, comparándolo con el proceso de esterilización para esta lata de forma individual a CRT.

*Tabla 8. Resultados esterilización VRT y comparación lata  $f_h$  35 [min]*

|  | <b>F<sub>0</sub> [min]</b> | <b>Retención de calidad [%]</b> |
|--|----------------------------|---------------------------------|
| <i>Lata <math>f_h</math> 52 [min] SMPS VRT</i>                 | 8,13                       | 35,28+-5,43                     |
| <i>Lata <math>f_h</math> 35 [min] SMPS VRT</i>                 | 43,37                      | 40,21+-0,21                     |
| <i>Lata <math>f_h</math> 35 [min] proceso individual a CRT</i> | 6,4                        | 37,68+-0,62                     |
| <i>% Diferencia</i>  |                            | 6,7%                            |

Respecto a la lata de  $f_h$  52 [min] se observa una disminución del porcentaje de retención de calidad, que se puede deber a que el proceso alcanzó un valor  $F_0$  de 8,13 [min], por lo que queda levemente sobreprocesado, pero además posee una desviación estándar alta, lo que implica que pueden haber errores experimentales en este valor.

Sin embargo, el análisis de mayor importancia en este experimento es evaluar la información de la lata de  $f_h$  35 [min], ya que esta es la que se encuentra mucho más tiempo del necesario, expuesta a altas temperaturas. Al comparar el porcentaje de retención de calidad del proceso de esterilización individual para la lata de  $f_h$  35 a 120°C con la operación SMPS VRT, se obtiene un valor de 40,21% que es mayor al 37,68 % del proceso de esterilización individual, apreciándose un aumento de alrededor de 6,7% en la calidad del producto final. Con este experimento se logra comprobar que es posible implementar el proceso de esterilización simultánea sin implicar pérdidas en la calidad por debajo de lo obtenido en los procesos de esterilización realizados a la lata individualmente.

Al comparar los tiempos obtenidos en este proceso de esterilización simultánea VRT, con los tiempos de proceso que requieren las latas de forma individual a CRT a 120°C, se obtiene los resultados de la Tabla 9.

Tabla 9. Comparación Tiempos de proceso a 130°C SMPS VRT v/s Proceso tradicional individual CRT

|                               | Tiempo<br>operación Lata<br>$f_h$ 35 [min] | Tiempo<br>operación Lata<br>$f_h$ 52 [min] | Tiempo total de<br>procesamiento<br>[min] |
|-------------------------------|--|--|---|
| <i>Latas individual a CRT</i> | 45,94                                      | 69,1                                       | 115,04                                    |
| <i>SMPS a VRT</i>             | -  | -  | 115,03                                    |
| <i>% Diferencia</i>           |  | 0,01%                                      |   |

Como se puede observar, el tiempo utilizado para realizar SMPS a VRT es prácticamente el mismo tiempo requerido para procesar ambas latas de forma individual a CRT. Esto se condice con lo que se menciona anteriormente en (Noronha, J; Hendrickx, M; Tobback, P, 1996) que los perfiles VRT pueden disminuir el tiempo de procesamiento pero conservar la calidad de los procesos tradicionales o al revés , conservar el tiempo de procesamiento pero logrando aumentar la calidad de los productos finales. Para este caso, se logra conservar el tiempo total utilizado en esterilizar ambas latas de forma separada, pero mejora la calidad de los productos en un 6,71%.

### 3.6 Comparación perfil constante (CRT) vs perfil variable (VRT)

A través de la realización de los diversos experimentos, se pudo comprobar la hipótesis planteada, en donde dos latas de distintos  $f_h$ , pueden ser esterilizadas simultáneamente a través de un perfil variable en el autoclave conservando la calidad del producto como si estuvieran procesadas individualmente. Para este caso, no solo conservó la calidad del proceso individual, sino que mejoró la retención de calidad en un 6,7%, logrando mantener prácticamente el mismo tiempo de procesamiento total respecto a los procesos de esterilización individual de ambas latas. Además, se comprobó que al ser procesadas simultáneamente a temperatura constante (CRT), la lata más pequeña pierde calidad, y disminuye su porcentaje de retención de calidad en un 6,1%, pero logra disminuir el tiempo de esterilización en un 42% respecto al tiempo total que conlleva esterilizar las dos latas de forma individual.

El aumento del porcentaje de retención de calidad del proceso multiproducto a VRT se debe a que el calentamiento es más suave, y tiene un menor impacto en la superficie, logrando

conservar parte importante de su calidad. A diferencia del proceso CRT, la superficie del producto se encuentra expuesta a altas temperaturas durante prácticamente todo el proceso de esterilización, lo que implica que la calidad del producto final se vea afectada y disminuye su porcentaje de retención de calidad, más aún si la lata se expone un mayor tiempo del necesario.

La gran ventaja de utilizar esterilización multiproducto a CRT es que reduce los tiempos de procesamiento total, logrando un ahorro de recursos energéticos, debido a que se realiza un solo proceso en vez de realizar dos de forma individual para cada tipo de lata. El problema es que involucra una pérdida en la calidad de los productos finales. En cambio, el proceso de esterilización multiproducto a VRT, logra aumentar la calidad de los productos finales conservando el tiempo de procesamiento total que requieren esterilizar ambas latas de forma individual.

## Conclusiones

A través de la presente investigación se logra encontrar una mejora en el proceso de esterilización, el cual es uno de los métodos más utilizados en la conservación de alimentos. Al realizar el proceso de esterilización simultánea multiproducto a CRT a  $120^{\circ}\text{C}$  con latas de distintos  $f_h$ , se obtiene que el proceso logra disminuir en un 42% el tiempo de operación respecto a procesar las dos latas de forma separada, pero conlleva en que la lata de  $f_h$  35 [min] quede sobreprocesada, disminuyendo en un 6,1% la retención de calidad en la superficie del producto.

Respecto al proceso de esterilización simultánea multiproducto a VRT, este conserva el tiempo de operación que requiere esterilizar las latas individualmente y logra un aumento del 6,7 % en la retención de calidad para la lata  $f_h$  35 [min], debido a que el calentamiento del autoclave es gradual y lento, por lo que la superficie del alimento no se encuentra expuesta a altas temperaturas inmediatamente.

En base a la comparación realizada se comprueba la hipótesis planteada, ya que el proceso de esterilización simultánea multiproducto a CRT no logra conservar la calidad del producto, debido a que no es un proceso factible para conservar las propiedades de los alimentos sin generar pérdidas más allá de las obtenidas al procesarlos individualmente. En cambio, el proceso de esterilización simultánea a VRT si logra conservar la calidad del producto, logrando incluso aumentar el porcentaje de retención de calidad con respecto al proceso individual, conservando el tiempo que requiere procesar ambas latas de forma separada.

## Referencias

- Ahmed, J., & Rahman, M. S. (2012). *Handbook of Food Process Design*. Blackwell Publishing Ltda.
- Alstrand, D., & Benjamin, H. (1949). Processing of canned foods in tin containers. *Journal of Food Science*. Vol 14., 253-260.
- Clark, S., Jung, S., & Lamsal, B. (2014). *Food Processing. Principles and applications*. Iowa: Wiley Blackwell.
- Darsch, G., Shaw, C., & Tuomy, J. (1979). *Examination of patient tray food service equipment an evaluation of the sweetheart food service cart*. Massachusetts: US Army Natick Research & development laboratories natick.
- Deak, T. (2014). Food Technologies: Sterilization. En T. Deak, *Encyclopedia of food safety* (págs. 245-252). Budapest, Hungary: Corvinus University.
- Durance, T. (1997). Improving canned food quality with variable retort temperature processes. *Trends in Food Science & Technology*. Vol 8, 113-118.
- Fellows, P. (2000). *Food Processing Technology*. Boca Ratón: Woodhead Publishing Limited.
- Ghani, A., & Farid, M. (2006). *Sterilization of food retort pouches*. Washington USA: Springer.
- Holdsworth, D., & Simpson, R. (2016). *Thermal processing of Packaged Foods*. Valparaíso, Chile: Springer.
- Holdsworth, S. (1985). Optimisation of thermal processing- A review. *Journal of Food Engineering*. Vol 4, 89-116.
- Lei, W., Li, D., Huichao, L., Jing, P., He, C., & Jia, X. (2017). Optimization of sterilization process of retort pouch tofu cake based on CFD numerical simulation. *Transactions of Chinese Society of Agricultural Engineering*. Vol 33(21), 298-306.

- Li, X., & Farid, M. (2016). A review on recent development in Non-Conventional Food Sterilization Technologies. *Journal of Food Engineering*. Vol 182, 33-45.
- Nadkarni, M., & Hatton, A. (1985). Optimal Nutrient Retention during the thermal processing of Conduction-Heated Canned Foods: Application of the Distributed Minimum Principle. *Journal of Food Science*. Vol 50, 1312-1321.
- Niekamp, A., Unklesbay, K., Unklesbay, N., & Ellersieck, M. (1984). Thermal of Bentonite-water Dispersions used for modeling foods. *Journal of Food Science*. Vol 49, 28-31.
- Noronha, J., & Hendrickx, M. (1993). Optimization of surface quality retention during the thermal processing of conduction heated foods using variable temperature retort profiles. *Journal of Food Processing and Preservation*. Vol 17., 75-91.
- Noronha, J; Hendrickx, M; Tobback, P. (1996). An empirical equation for the description of optimum variable retort temperature profiles that maximize surface quality retention in thermally processed foods. *Journal of Food Processing and Preservation*. Vol 20(3), 251-264.
- Richardson, P. (2004). *Improving the Thermal Processing of Foods*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.
- Robertson, G., & Miller, S. (1984). Uncertainties associated with the estimation of  $F_0$  values in cans which heat by conduction. *Journal of Food technology*. Vol.19, 623-630.
- Simpson, R. (2005). Generation of isothermal processes and implementation of simultaneous sterilisation utilising the revisited general method. *Journal of food engineering*. Vol 67, 71-79.
- Simpson, R., Almonacid, S., Nuñez, H., Urtubia, A., & Teixeira, A. (2012). Is There a Need for the Come-Up Time Correction Factor. A critical Analysis. *Food Engineering Reviews*. Vol 4, 107-113.

- Simpson, R., Ramirez, C., Jiménez, D., Almonacid, S., Nuñez, H., & Angulo, A. (2019). Simultaneous multi-product sterilization Revised, explored, and optimized. *Journal of food Engineering*, 149-158.
- Simpson, Ricardo; Almonacid, Sergio; Texeira, A. (2003). Bigelow's General Method Revisited: Development of a New Calculation Technique. *Journal of Food Science*. Vol 68, 1324-1333.
- Tanchev, S., Ioncheva, N., Genov, N., & Malchev, E. (1979). Kinetics of thermal degradation of some phenolic acids. *Molecular Nutrition & Food Research*. Vol 23, 863-866.
- Teixeira, A., Zinsmeister, G., & Zaharadnik, J. (1975). Computer simulation of variable retort control and container geometry as a possible means of improving thiamine retention in thermally processed foods. *Journal of Food Science*. Vol 40., 656-659.
- Zanoni, B., Pagliarini, E., Giovanelli, G., & Lavelli, V. (2003). Modeling the effects of thermal sterilization on the quality of tomato puree. *Journal of Food Engineering*. Vol 56, 203-206.
- Zoecklein, B., Fugelsang, K., Gump, B., & Nury, F. (1990). Phenolic Compounds and Wine. En B. Zoecklein, K. Fugelsang, B. Gump, & F. Nury, *Wine Analysis and Production* (págs. 129-168). Springer.

## Anexos

### Anexo 1

Tabla 10. Diluciones para la curva de calibración

|                                      | <b>Tubo 1</b> | <b>Tubo 2</b> | <b>Tubo 3</b> | <b>Tubo 4</b> | <b>Tubo 5</b> |
|--------------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| <i>Volumen de solución base [ml]</i> | 0             | 0,2           | 0,4           | 0,6           | 0,8           |
| <i>Volumen de agua [ml]</i>          | 4             | 3,8           | 3,6           | 3,4           | 3,2           |
| <i>Concentración final [mg/L]</i>    | 0             | 5             | 10            | 15            | 20            |

Tabla 11. Datos de curva de calibración de ácido gálico

| <b>Concentración [mg/L]</b> | <b>Absorbancia 1</b> | <b>Absorbancia 2</b> | <b>Absorbancia 3</b> | <b>Promedio</b> | <b>Desv. estándar</b> |
|-----------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|-----------------|-----------------------|
| <b>0</b>                    | 0                    | 0,001                | 0,007                | 0,003           | 0,004                 |
| <b>5</b>                    | 0,219                | 0,231                | 0,295                | 0,25            | 0,04                  |
| <b>10</b>                   | 0,45                 | 0,42                 | 0,431                | 0,43            | 0,02                  |
| <b>15</b>                   | 0,663                | 0,64                 | 0,609                | 0,64            | 0,03                  |
| <b>20</b>                   | 0,831                | 0,812                | 0,821                | 0,82            | 0,01                  |

### Anexo 2

A modo de ejemplo se utilizan los datos de la Tabla 12 para demostrar la metodología de cálculo del valor  $F_0$ .

Tabla 12. Datos de ejemplo para el cálculo de  $F_0$

|          | <b>t[<math>\text{min}</math>]</b> | <b>T autoclave [<math>^{\circ}\text{C}</math>]</b> | <b>T Producto [<math>^{\circ}\text{C}</math>]</b> |
|----------|-----------------------------------|--|---|
| <b>1</b> | 0,00                              | 45,00  | 45,00   |
| <b>2</b> | 0,91                              | 52,71  | 45,00   |
| <b>3</b> | 1,82                              | 60,43  | 45,02   |

Para calcular la letalidad se utilizan los valores  $Z$  y  $T_{\text{ref}}$  correspondiente a la bacteria *Clostridium Botulinum* que son  $10^{\circ}\text{C}$  y  $121^{\circ}\text{C}$  respectivamente. A modo de ejemplo se calcula el valor  $F_0$  con la regla trapezoidal según el método de Bigelow, utilizando los valores de la Tabla 12.

$$L_1(\text{Valor letalidad fila 1}) = 10^{\frac{T-T_{ref}}{z}} = 10^{\frac{45^\circ\text{C}-121^\circ\text{C}}{10^\circ\text{C}}} = 2,454 * 10^{-8} \quad (20)$$

$$L_2(\text{Valor letalidad fila 2}) = 10^{\frac{T-T_{ref}}{z}} = 10^{\frac{45^\circ\text{C}-121^\circ\text{C}}{10^\circ\text{C}}} = 2,456 * 10^{-8} \quad (21)$$

$$F = \frac{(L_1 + L_2)}{2} * \Delta T = \frac{(2,456 * 10^{-8} - 2,454 * 10^{-8})}{2} * (0,91 - 0)[min] = 2,23 * 10^{-8} \quad (22)$$

Para obtener finalmente el valor  $F_0$  se realiza la suma acumulativa de los valores  $F$  calculado para cada temperatura a lo largo del proceso de esterilización.

### Anexo 3

Tabla 13. Datos de degradación del ácido gálico a 100°C

| 100°C        |               |                        |               |                        |                 |                |
|--------------|---------------|------------------------|---------------|------------------------|-----------------|----------------|
| Tiempo [min] | Absorbancia A | Concentración A [mg/L] | Absorbancia B | Concentración B [mg/L] | Promedio [mg/L] | Desv. Estándar |
| 0            | 0,635         | 15,10                  | 0,647         | 15,40                  | 15,25           | 0,21           |
| 5            | 0,625         | 14,85                  | 0,634         | 15,08                  | 14,96           | 0,16           |
| 10           | 0,616         | 14,63                  | 0,605         | 14,36                  | 14,50           | 0,19           |
| 20           | 0,608         | 14,43                  | 0,589         | 13,96                  | 14,20           | 0,33           |
| 30           | 0,595         | 14,11                  | 0,587         | 13,92                  | 14,01           | 0,14           |
| 40           | 0,567         | 13,42                  | 0,57          | 13,50                  | 13,46           | 0,05           |
| 50           | 0,552         | 13,05                  | 0,563         | 13,32                  | 13,19           | 0,19           |
| 60           | 0,549         | 12,98                  | 0,558         | 13,2                   | 13,09           | 0,16           |
| 90           | 0,512         | 12,06                  | 0,538         | 12,70                  | 12,38           | 0,45           |
| 120          | 0,494         | 11,62                  | 0,51          | 12,01                  | 11,82           | 0,28           |

Tabla 14. Datos de degradación del ácido gálico a 110°C

| 110°C        |               |                        |               |                        |                 |                |
|--------------|---------------|------------------------|---------------|------------------------|-----------------|----------------|
| Tiempo [min] | Absorbancia A | Concentración A [mg/L] | Absorbancia B | Concentración B [mg/L] | Promedio [mg/L] | Desv. Estándar |
| 0            | 0,651         | 15,50                  | 0,654         | 15,57                  | 15,53           | 0,05           |
| 5            | 0,629         | 14,95                  | 0,637         | 15,15                  | 15,05           | 0,14           |
| 10           | 0,618         | 14,68                  | 0,621         | 14,75                  | 14,72           | 0,05           |
| 20           | 0,562         | 13,30                  | 0,582         | 13,80                  | 13,54           | 0,35           |
| 30           | 0,533         | 12,58                  | 0,551         | 13,03                  | 12,80           | 0,31           |
| 40           | 0,531         | 12,53                  | 0,549         | 12,98                  | 12,75           | 0,31           |
| 50           | 0,522         | 12,31                  | 0,539         | 12,73                  | 12,52           | 0,30           |
| 60           | 0,505         | 11,89                  | 0,512         | 12,06                  | 11,98           | 0,12           |
| 90           | 0,484         | 11,37                  | 0,467         | 10,95                  | 11,16           | 0,30           |
| 120          | 0,474         | 11,12                  | 0,462         | 10,83                  | 10,98           | 0,21           |

Tabla 15. Datos de degradación del ácido gálico a 120°C

| 120°C        |               |                        |               |                        |                 |                |
|--------------|---------------|------------------------|---------------|------------------------|-----------------|----------------|
| Tiempo [min] | Absorbancia A | Concentración A [mg/L] | Absorbancia B | Concentración B [mg/L] | Promedio [mg/L] | Desv. Estándar |
| 0            | 0,647         | 15,39                  | 0,643         | 15,30                  | 15,34           | 0,07           |
| 5            | 0,632         | 15,03                  | 0,627         | 14,90                  | 14,96           | 0,09           |
| 10           | 0,601         | 14,26                  | 0,615         | 14,61                  | 14,43           | 0,24           |
| 20           | 0,543         | 12,83                  | 0,563         | 13,32                  | 13,08           | 0,35           |
| 30           | 0,488         | 11,47                  | 0,495         | 11,64                  | 11,56           | 0,12           |
| 40           | 0,469         | 11,00                  | 0,472         | 11,08                  | 11,04           | 0,05           |
| 50           | 0,456         | 10,68                  | 0,46          | 10,78                  | 10,73           | 0,07           |
| 60           | 0,445         | 10,41                  | 0,435         | 10,16                  | 10,29           | 0,17           |
| 90           | 0,433         | 10,11                  | 0,382         | 8,85                   | 9,48            | 0,89           |
| 120          | 0,391         | 9,08                   | 0,324         | 7,42                   | 8,25            | 1,17           |

#### Anexo 4

Con los datos obtenidos experimentalmente en el proceso de esterilización, se grafica la temperatura del autoclave y del producto versus el tiempo. A través de la herramienta Solver de Excel se calcula el valor las constantes de la expresión exponencial  $k_1$  y  $k_2$  al minimizar el error en la *Ecuación 15*. Para el caso del experimento con la lata al 5% de sólidos, se obtienen los parámetros de la Tabla 16:

Tabla 16. Parámetros cinéticos según modelo con lata al 5%

| Parámetros del modelo al 5% |        |
|-----------------------------|--------|
| $k_1 [-]$                   | 1,677  |
| $k_2 [1/min]$               | 0,0445 |
| SSE                         | 0,687  |

Como ya se mencionó anteriormente en la Ecuación 18, el valor  $k_2$  es el inverso del valor  $f_h$ , con el cual se puede calcular la difusividad térmica de la muestra al 5%. Estos valores son mostrados en la Tabla 17.

Tabla 17. Obtención del valor de Difusividad térmica de muestra al 5%

| Parámetro                       | Valor    |
|---------------------------------|----------|
| $f_h [min]$                     | 51,72    |
| Difusividad térmica [ $m^2/s$ ] | 1,61E-07 |

En la Figura 23, se grafica la temperatura a lo largo del tiempo calculada con los parámetros encontrados con la herramienta Solver, junto a los datos obtenidos experimentalmente, visualizándose que el modelo se ajusta bastante bien a los datos reales.

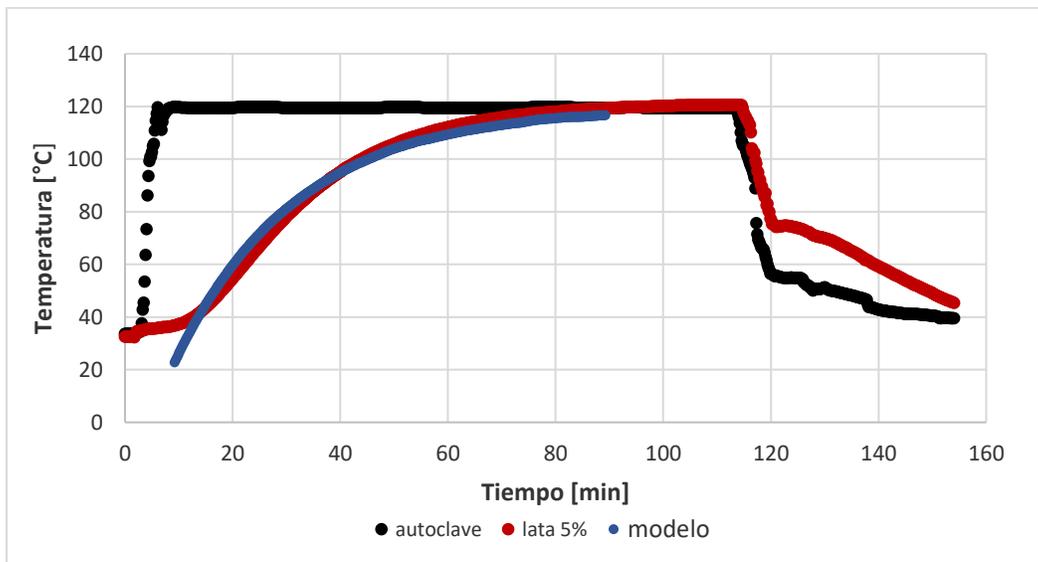


Figura 23. Cálculo de difusividad de bentonita

## Anexo 5

Se adjuntan los datos de esterilización para un  $F_0$  aproximado de 6 minutos, para los procesos a 110°C, 120°C y 130°C en la Tabla 18,

Tabla 19 y Tabla 20 respectivamente.

Tabla 18. Tiempos de esterilización a 110°C

|                      | <b>lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>1</b> | <b>lata f<sub>h</sub><br/>35<br/>2</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>3</b> | <b>Prom</b> | <b>desv.<br/>Est.</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>1</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>2</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>3</b> | <b>Prom</b> | <b>desv.<br/>Est.</b> |
|----------------------|--|--|--|-------------|-----------------------|--|--|--|-------------|-----------------------|
| Tiempo con CUT [min] | 77,15                                  | 85,78                                  | 88,01                                  | 83,65       | 5,74                  | 112,9                                  | 116,3                                  | 125,45                                 | 118,22      | 6,49                  |
| Tiempo t° cte. [min] | 74,36                                  | 81,96                                  | 84,05                                  | 80,12       | 5,10                  | 110,48                                 | 112,33                                 | 121,48                                 | 114,76      | 5,89                  |
| Aporte Enfriamiento  |  |  | 0,13                                   |             |                       |  |  | 0,11                                   |             |                       |

Tabla 19. Tiempos de esterilización a 120°C

|                      | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>1</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>2</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>3</b> | <b>Prom</b> | <b>desv.<br/>Est.</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>1</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>2</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>3</b> | <b>Prom</b> | <b>desv.<br/>Est.</b> |
|----------------------|--|--|--|-------------|-----------------------|--|--|--|-------------|-----------------------|
| Tiempo con CUT [min] | 45,8                                   | 47,06                                  | 44,96                                  | 45,94       | 1,06                  | 65,53                                  | 68,38                                  | 73,38                                  | 69,10       | 3,97                  |
| Tiempo t° cte. [min] | 42,53                                  | 40,01                                  | 40,83                                  | 41,12       | 1,29                  | 61,05                                  | 61,33                                  | 66,33                                  | 62,90       | 2,97                  |
| Aporte Enfriamiento  |  |  | 0,39                                   |             |                       |  |  | 0,61                                   |             |                       |

Tabla 20. Tiempos de esterilización a 130°C

|                      | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>1</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>2</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 35<br/>3</b> | <b>Prom</b> | <b>desv.<br/>Est.</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>1</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>2</b> | <b>Lata<br/>f<sub>h</sub> 52<br/>3</b> | <b>Prom</b> | <b>desv.<br/>Est.</b> |
|----------------------|--|--|--|-------------|-----------------------|--|--|--|-------------|-----------------------|
| Tiempo con CUT [min] | 35,62                                  | 29,33                                  | 30,03                                  | 31,66       | 3,45                  | 47,37                                  | 47,95                                  | 48,28                                  | 47,87       | 0,46                  |
| Tiempo t° cte. [min] | 26,33                                  | 25,88                                  | 26,58                                  | 26,26       | 0,35                  | 43,70                                  | 44,50                                  | 44,83                                  | 44,34       | 0,58                  |
| Aporte Enfriamiento  |  |  | 2,72                                   |             |                       |  |  | 1,12                                   |             |                       |

## Anexo 6

Tabla 21. Detalle información esterilización lata  $f_h 35$  [min] a  $110^\circ\text{C}$

|                   | Concentración [mg/L] | Promedio [mg/L] | % Retención | Promedio retención | valor $F_0$ Proceso | Tiempo operación [min] |                 |      |  |       |  |                 |      |              |       |                 |                 |      |  |       |
|-------------------|----------------------|-----------------|-------------|--------------------|---------------------|------------------------|-----------------|------|--|-------|--|-----------------|------|--------------|-------|-----------------|-----------------|------|--|-------|
| Muestra inicial 1 | 11,30                | 11,17 +- 0,18   | -           | -                  | 5,09                | 83,65                  |                 |      |  |       |  |                 |      |              |       |                 |                 |      |  |       |
| Muestra inicial 2 | 11,04                |                 | -           | -                  |                     |                        | Muestra final 1 | 3,77 |  | 33,74 |  | Muestra final 2 | 4,00 | 3,78 +- 0,21 | 35,86 | 33,88 % +- 1,92 | Muestra final 3 | 3,58 |  | 32,03 |
| Muestra final 1   | 3,77                 |                 | 33,74       |                    |                     |                        |                 |      |  |       |  |                 |      |              |       |                 |                 |      |  |       |
| Muestra final 2   | 4,00                 | 3,78 +- 0,21    | 35,86       | 33,88 % +- 1,92    |                     |                        |                 |      |  |       |  |                 |      |              |       |                 |                 |      |  |       |
| Muestra final 3   | 3,58                 |                 | 32,03       |                    |                     |                        |                 |      |  |       |  |                 |      |              |       |                 |                 |      |  |       |

Tabla 22. Detalle información esterilización lata  $f_h 52$  [min] a  $110^\circ\text{C}$

|                   | Concentración [mg/L] | Promedio [mg/L] | % retención | Promedio retención | valor $F_0$ Proceso | Tiempo operación [min] |
|-------------------|----------------------|-----------------|-------------|--------------------|---------------------|------------------------|
| Muestra inicial 1 | 12,53                | 12,38 +- 0,22   | -           | -                  | 5,8                 | 118,22                 |
| Muestra inicial 2 | 12,22                |                 | -           | -                  |                     |                        |
| Muestra final 1   | 3,43                 |                 | 27,75       |                    |                     |                        |
| Muestra final 2   | 4,24                 | 3,60 +- 0,58    | 34,27       | 29,09 +- 4,66      |                     |                        |
| Muestra final 3   | 3,13                 |                 | 25,25       |                    |                     |                        |

Tabla 23. Detalle información esterilización lata  $f_h 35$  [min] a  $120^\circ\text{C}$

|                          | Concentración<br>[mg/L] | Promedio<br>[mg/L] | %<br>retención | Promedio<br>retención | valor $F_0$<br>Proceso | Tiempo<br>operación<br>[min] |
|--------------------------|-------------------------|--------------------|----------------|-----------------------|------------------------|------------------------------|
| <i>Muestra inicial 1</i> | 10,96                   | 10,88 +-<br>0,12   | -              | -                     | 6,4                    | 45,94                        |
| <i>Muestra inicial 2</i> | 10,8                    |                    | -              |                       |                        |                              |
| <i>Muestra final 1</i>   | 4,05                    |                    | 37,24          |                       |                        |                              |
| <i>Muestra final 2</i>   | 4,15                    | 4,59 +-<br>0,85    | 38,11          | 37,68 +-<br>0,62      |                        |                              |
| <i>Muestra final 3</i>   | 5,57                    |                    | 51,21          |                       |                        |                              |

Tabla 24. Detalle información esterilización lata  $f_h 52$  [min] a  $120^\circ\text{C}$

|                          | Concentración<br>[mg/L] | Promedio<br>[mg/L] | %<br>retención | Promedio<br>retención | valor $F_0$<br>Proceso | Tiempo<br>operación<br>[min] |
|--------------------------|-------------------------|--------------------|----------------|-----------------------|------------------------|------------------------------|
| <i>Muestra inicial 1</i> | 9,04                    | 9,11 +-<br>0,1     | -              | -                     | 7                      | 69,1                         |
| <i>Muestra inicial 2</i> | 9,18                    |                    | -              |                       |                        |                              |
| <i>Muestra final 1</i>   | 2,86                    |                    | 31,44          |                       |                        |                              |
| <i>Muestra final 2</i>   | 3,01                    | 2,98 +-<br>0,11    | 33,00          | 32,74 +-<br>1,19      |                        |                              |
| <i>Muestra final 3</i>   | 3,08                    |                    | 33,79          |                       |                        |                              |

Tabla 25. Detalle información esterilización lata  $f_h$  35 [min] a 130°C

|                   | Concentración [mg/L] | Promedio [mg/L]  | % retención | Promedio retención | valor $F_0$ Proceso | Tiempo operación [min] |
|-------------------|----------------------|------------------|-------------|--------------------|---------------------|------------------------|
| Muestra inicial 1 | 12,22                | 12,32 +-<br>0,13 | -           | -                  | 6,7                 | 31,66                  |
| Muestra inicial 2 | 12,41                |                  | -           |                    |                     |                        |
| Muestra final 1   | 4,53                 |                  | 36,75       |                    |                     |                        |
| Muestra final 2   | 4,27                 | 4,21 +-<br>0,35  | 34,63       | 35,69 +-<br>1,5    |                     |                        |
| Muestra final 3   | 3,84                 |                  | 31,16       |                    |                     |                        |

Tabla 26. Detalle información esterilización lata  $f_h$  52 [min] a 130°C

|                   | Concentración [mg/L] | Promedio [mg/L]  | % retención | Promedio retención | valor $F_0$ Proceso | Tiempo operación [min] |
|-------------------|----------------------|------------------|-------------|--------------------|---------------------|------------------------|
| Muestra inicial 1 | 13,15                | 13,21 +-<br>0,08 | -           | -                  | 5                   | 47,87                  |
| Muestra inicial 2 | 13,27                |                  | -           |                    |                     |                        |
| Muestra final 1   | 4,41                 |                  | 33,38       |                    |                     |                        |
| Muestra final 2   | 3,91                 | 4,16 +-<br>0,25  | 29,60       | 31,46 +-<br>1,89   |                     |                        |
| Muestra final 3   | 4,15                 |                  | 31,4        |                    |                     |                        |