

Instituto Politécnico Nacional

**CENTRO INTERDISCIPLINARIO DE INVESTIGACIÓN PARA EL
DESARROLLO INTEGRAL REGIONAL
UNIDAD OAXACA**

**MAESTRÍA EN CIENCIAS EN CONSERVACIÓN Y
APROVECHAMIENTO DE RECURSOS NATURALES
(INGENIERÍA DE PROCESOS)**

**LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA EN EL SECADO
CONVECTIVO CON CONDICIONES VARIABLES DE
AJO (*Allium sativum* L.)**

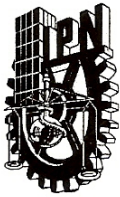
TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRO EN CIENCIAS

PRESENTA:

Anabel López Ortiz



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL SECRETARIA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISION DE TESIS

En la Ciudad de Oaxaca de Juárez, Oaxaca siendo las 13:00 horas del día 24 del mes de noviembre de 2006 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación del Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca (CIIDIR-OAXACA), para examinar la tesis de grado titulada: La temperatura de transición vítrea en el secado convectivo con condiciones variables de ajo (*Allium sativum* L.)

Presentada por el alumno (a):

López	Ortiz	Anabel
Apellido paterno	materno	nombre(s)

Con registro:

B	0	4	0	8	3	9
---	---	---	---	---	---	---

aspirante al grado de: **MAESTRO EN CIENCIAS EN CONSERVACION Y APROVECHAMIENTO DE RECURSOS NATURALES**

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **SU APROBACION DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISION REVISORA

Director de tesis
Dr. Juan Rodríguez Ramírez

Dr. Prisciliano Felipe de Jesús Cano Barrita

Dr. Pedro Montes García

Dr. Salvador Isidro Belmonte Jiménez

Dr. Andrés Pech Pérez

INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL
UNIDAD OAXACA

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

Dra. María del Rosario Arnaud Viñas

E. P. H.



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de Oaxaca de Juárez., Oaxaca, el 24 de noviembre de 2006, la que suscribe **LÓPEZ ORTIZ ANABEL**, alumna del Programa de **MAESTRÍA EN CIENCIAS EN CONSERVACIÓN Y APROVECHAMIENTO DE RECURSOS NATURALES** con número de registro **B040839**, adscrita al Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca, manifiesta que es autora del trabajo de Tesis: "**La temperatura de transición vítrea en el secado convectivo con condiciones variables de ajo (*Allium sativum L.*)**", realizado bajo la dirección del Dr. Juan Rodríguez Ramírez, por lo cual cede los derechos de dicho trabajo, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección: **Calle Hornos No. 1003, Santa Cruz Xoxocotlán, Oaxaca** o e-mail ciidirox@ipn.mx o ana_l_o@hotmail.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.



INSTITUTO POLITÉCNICO
NACIONAL
CIDR-UNIDAD-OAXACA



LÓPEZ ORTIZ ANABEL

RESUMEN

El secado convectivo a temperatura constante frecuentemente tiene una duración larga y costosa, además, la calidad del producto se ve afectada por las condiciones del proceso, principalmente por la temperatura de secado. El deterioro en la calidad del alimento puede ser controlado por medio de la variación de las condiciones durante el proceso de secado, sin embargo, no existe una pauta para modificar dichas condiciones.

En el presente trabajo se evalúa si la temperatura de transición vítrea (Tg) puede emplearse para preestablecer los límites de la variación de temperatura y si ésta puede ser un parámetro de referencia que guíe la variación de las condiciones de operación del proceso de secado, ya que la Tg refleja indirectamente el daño estructural del material causado por el secado. Se realizaron programas de secado para hojuelas de ajo (*Allium sativum*, L.) con perfiles de calentamiento en forma de onda seudo cuadrada, se varió el periodo de onda de los ciclos (60, 80, 120 y 160 min), la temperatura media de todos los ciclos fue 50 °C con un ΔT de 10 °C. Se varió la temperatura de inicio del ciclo, 40 °C (ascendente) y 60 °C (descendente). Para fines comparativos y de referencia se deshidrataron hojuelas de ajo a temperatura constante (40, 50, 60 y 70 °C). La afectación térmica del material se evaluó midiendo la capacidad de rehidratación, la densidad real y la temperatura de transición vítrea; el tiempo de secado también se utilizó como variable respuesta. Se utilizó la ecuación de Gordon y Taylor para obtener las curvas de Tg contra contenido de humedad y evaluar indirectamente el deterioro estructural ocasionado por el efecto de la temperatura sobre el ajo (*Allium sativum*, L.) durante el proceso de secado.

En los resultados obtenidos se observó que no es posible guiar la variación de las condiciones del proceso durante el secado tomando como referencia a la temperatura de transición vítrea, no obstante, si fue posible preestablecer los límites de los ciclos en forma de onda seudo cuadrada. Se observó que en el secado a temperatura constante la densidad real, la rehidratación y la Tg anhidra del ajo deshidratado disminuyen con el aumento de la temperatura de secado. En los ciclos se observó que el periodo no afecta el tiempo de secado, no obstante, el tiempo de secado de cualquiera de los ciclos empleados es menor que el tiempo de secado obtenido con condiciones constantes. Se obtuvo una menor afectación del material con los ciclos en forma de onda seudo cuadrada que con el secado a temperatura constante, así también, se obtuvieron mejores resultados con el ciclo descendente que con el ciclo ascendente. Se obtuvo una menor capacidad de rehidratación, mayor densidad real, mayor Tg y mayor Tg anhidra con respecto a un incremento en el periodo de onda.

Dirigida por: Juan Rodríguez Ramírez

ABSTRACT

The convective drying with constant temperature frequently is long and expensive; in addition, the quality of the product is affected by the process conditions, mainly by the drying temperature. The deterioration of the food quality can be controlled by the variation of the conditions during the drying process; nevertheless, a guideline does not exist to modify these conditions.

In this work, the glass transition temperature (T_g), was evaluated in order to be used to establish the limits of the temperature variation and like a reference parameter that guides the variation of the process conditions of drying, since the T_g indirectly reflects the structural damage of the material caused by the drying. That is why, drying programs of garlic (*Allium sativum*, L.) were applied with profiles of heating in pseudo square waveform with different levels in period (60, 80, 120 and 160 min), the limits of the wave were 60 y 40 ° C. The onset temperature of the cycle was varied, 40 °C (ascending) and 60 °C (descendent). For reference and comparative aims, garlic slices were dehydrated to constant temperature (40, 50, 60 and 70 ° C). The thermal affectation was evaluated measuring the rehydration capacity, the real density, and the glass transition temperature. Also the drying time were used like variable response. The equation of Gordon and Taylor was used to obtain the curves of T_g versus humidity content and to observe if it is possible to control the structural deterioration caused by the temperature effect on garlic (*Allium sativum*, L.) during the drying process.

In the results obtained the glass transition temperature was not a reference parameter to guide the change of the conditions of the process during the drying. In the isothermal drying the real density, the rehydration and the anhydrous T_g of dehydrated garlic diminish with the increase of the temperature of drying. In the cycles could be observed that the period didn't affect the drying time, however, the drying time of any cycle used was shorter that the drying time obtained with isothermal drying. A smaller affectation of the material was obtained with the cycles in pseudo square waveform that with the isothermal drying, also, descendent cycle gave better results that with the ascending cycle. Increasing the wave period, diminish the capacity of rehydration and to increase the real density, the T_g and the T_g anhydrous.

AGRADECIMIENTOS

A CONACYT, Por el apoyo económico otorgado para la realización de los estudios de Maestría y la presente tesis.

Al Instituto Politécnico Nacional, por el apoyo brindado para la realización de la presente tesis, mediante el proyecto SIP-20060155, “Respuesta de los materiales sometidos al secado convectivo con condiciones de operación variables.”

Al CIIDIR-IPN-OAXACA, por el apoyo y las facilidades brindadas para la realización de este trabajo en sus instalaciones.

A la Universidad Laval, por su colaboración y préstamo de instalaciones en la determinación de la temperatura de transición vítrea. En el marco del proyecto de optimización de las condiciones de operación durante el secado convectivo de productos con alto valor nutraceútico, con el proyecto de colaboración del Grupo de Cooperación Técnica y científica México- Québec (J200.274/2004)

Al Dr. Juan Rodríguez Ramírez, por su invaluable e incondicional apoyo, dirección y seguimiento del presente trabajo.

A la M. en C. Lilia Méndez Lagunas, por su paciente ayuda y colaboración en la determinación de la temperatura de transición vítrea..

A la Dra. Cristina Ratti, del depto. De Suelos e Ingeniería de Alimentos de la Universidad Laval por su apoyo y colaboración en la obtención de la temperatura de transición vítrea.

Al comité revisor del presente trabajo, por su paciencia, comprensión y ayuda.

Y a Todos las personas que de alguna forma contribuyeron a la realización de este trabajo.

A mis padres:

Gabriel López Chiñas y Evelia Ortiz Martínez.

Quienes me impulsaron a superarme cada día y a levantarme después de cada tropiezo, también, por su incondicional e invaluable apoyo brindado hasta el día de hoy.

A mis hermanas:

Jessica, Maritza y Paola

Quienes me apoyaron durante mis estudios de posgrado y me ayudaron con sabios consejos durante los momentos más difíciles de mi vida.

A mi esposo:

Cesar Castellanos Castro

Por su incomparable apoyo, comprensión y grande amor hacia mi persona. Quien me animó a seguir adelante y a esforzarme más cada día.

A mi hijo:

Moises Castellanos López

Quien me brinda enorme felicidad, amor y satisfacción cada minuto de mi vida y es el motor que me impulsa a seguir cada día. Quien a pesar de su edad, mostró comprensión en los momentos de trabajo.

A mis abuelitos:

Feliciano y Andrea

Quienes en todo momento me apoyaron a seguir adelante con mi desarrollo profesional y me ayudaron durante mi estancia en la maestría con el cuidado de mi bebe.

A mi abuelita:

Minerva

Por su gran amor hacia mi persona y mi familia. Por sus oraciones para pedir que Dios me diera dirección y sabiduría.

A mis Tíos:

Quienes han sido mi respaldo y me han brindando seguridad, amor y felicidad.

ÍNDICE

	Página
Lista de figuras	iii
Lista de tablas	vi
Lista de anexos	vii
Nomenclatura	viii
CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.	10
1.1 Problemática.	12
1.2 Justificación.	12
1.3 Objetivos.	13
1.4 Hipótesis.	14
CAPÍTULO II. ANTECEDENTES Y MARCO TEÓRICO.	15
2.1 Secado de alimentos.	15
2.1.1 Transferencia de masa y calor.	15
2.2 Variables de operación en el proceso secado.	16
2.2.1 Humedad relativa del aire.	17
2.2.2 Velocidad del aire.	17
2.2.3 Temperatura.	18
2.3 Condiciones variables.	19
2.4 Calidad de alimentos deshidratados.	21
2.4.1 Rehidratación.	22
2.4.2 Densidad en alimentos.	25
2.5 Temperatura de transición vítrea.	26
2.5.1 Factores que afectan la temperatura de transición vítrea	27
2.5.2 Propiedades afectadas por la transición vítrea.	28
2.5.3 Medición de la temperatura de transición vítrea.	29
2.5.4 Métodos DSC y MDSC.	30
2.5.5 Ecuación de Gordon y Taylor.	33
2.5.6 La temperatura de transición vítrea en el secado.	34
CAPÍTULO III. METODOLOGÍA.	40
3.1 Procedimiento general.	40
3.2 Preparación de la muestra de ajo (<i>Allium Sativum</i> , L.).	41
3.3 Experimentación.	41
3.3.1 Diseño de experimentos.	43
3.3.2 Cuidados en experimentación.	44
3.3.3 Contenido de humedad.	45
3.3.4 Envasado de muestras.	46
3.3.5 Sistema de medición y registro de datos.	46
3.4 Parámetros de calidad a evaluar.	49
3.4.1 Tiempo de secado.	50
3.4.2 Rehidratación.	50
3.4.3 Determinación de densidad real del ajo deshidratado.	51

3.4.4 Determinación de la temperatura de transición vítrea de alimentos	52
3.4.5 Elaboración de curva de Tg contra contenido de humedad.	53
CAPÍTULO IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	54
4.1 Resultados de la primera fase de experimentación.	54
4.1.1 Tg anhidra y densidad anhidra.	56
4.1.2 Comparación de temperaturas de secado con las temperaturas de transición vítrea.	59
4.2 Resultados de la segunda fase de experimentación.	60
4.2.1 Perfil de calentamiento.	60
4.3 Rehidratación.	65
4.3.1 Condiciones constantes.	65
4.3.2 Ciclo ascendente (40-60) y descendente (60-40).	67
4.4 Densidad real.	69
4.4.1 Condiciones constantes.	69
4.4.2 Ciclo ascendente (40-60).	71
4.4.3 Ciclo descendente (60-40).	73
4.4.4 Comparación entre los ciclos ascendente, descendente y secado a temperatura constante.	75
4.5 Temperatura de transición vítrea	76
4.5.1 Ciclo constante.	80
4.5.2 Ciclo ascendente (40-60)	84
4.5.3 Ciclo descendente (60-40)	86
4.5.4 Comparación entre los ciclos ascendente y descendente	89
4.5.5 Curvas de Tg para el ajo (<i>Allium sativum</i> , L.) obtenidas con la ecuación de Gordon y Taylor	90
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	92
RECOMENDACIONES	93
BIBLIOGRAFÍA	94
ANEXOS	98

Lista de figuras

	Página
Figura 1. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda cuadrada.	19
Figura 2. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda sinusoidal.	20
Figura 3. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda seudo cuadrada.	20
Figura 4. Cinética de rehidratación de ajo a diferentes temperaturas.	24
Figura 5. Cambio en la capacidad calorífica de un sólido durante el proceso de calorimetría diferencial de barrido.	30
Figura 6. Medición de transición vítrea de alimentos mostrando el punto medio como T_g .	37
Figura 7. Medición de la temperatura de transición vítrea de alimentos considerando $T_{g_{final_2}}$.	37
Figura 8. Derivada del flujo de calor para el cálculo de T_g . Q: flujo de calor.	38
Figura 9. Variables utilizadas en el proceso de secado de ajo.	40
Figura 10. Ejemplo del perfil de calentamiento de aire utilizado en los programas cíclicos de secado.	41
Figura 11. Temperatura de transición vítrea del ajo con relación al contenido de humedad de ajo deshidratado con calentamiento en forma de rampa escalonada ascendente.	55
Figura 12. Temperatura de secado del ajo con relación al contenido de humedad del ajo.	55
Figura 13. Densidad del ajo anhidro con relación a la temperatura de secado.	56
Figura 14. Gráfico de temperatura de transición vítrea anhidra del ajo con relación a la temperatura de secado.	57
Figura 15. Curva de temperatura de transición vítrea de ajo con relación al contenido de humedad, obtenidas con la ecuación de Gordon y Taylor.	58
Figura 16. Comparación de temperaturas de secado y temperatura de transición vítrea del ajo.	59
Figura 17. Coeficiente de rehidratación para el ajo morado tipo poblano.	60
Figura 18. Perfil de calentamiento del aire durante el proceso de secado de ajo a temperatura constante.	61
Figura 19. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda seudo cuadrada empleado en la deshidratación de ajo (ciclo ascendente: 40-60).	61
Figura 20. Perfil de temperatura en forma de onda seudo cuadrada empleado en la deshidratación de ajo (ciclo descendente: 60-40).	62
Figura 21. Cinética de secado a temperatura constante de ajo.	62

Figura 22. Cinética de secado del ajo en el ciclo ascendente (40-60).	63
Figura 23. Cinética de secado del ajo en el ciclo descendente (60-40).	63
Figura 24. Eje (x) primario: Efecto del periodo del periodo de los ciclos ascendente y descendente en el tiempo de secado del ajo a $X_{b,h.} = 0.12$. Eje (x) secundario. Efecto de la temperatura a condiciones constantes (T_{secado}) en el tiempo de secado del ajo a $X_{b,h.} = 0.12$.	64
Figura 25. Coeficiente de rehidratación (CR) e índice de rehidratación (IR) de muestras de ajo con relación a la temperatura de secado.	65
Figura 26. Medias del coeficiente de rehidratación (CR) e índice de rehidratación (IR) de muestras de ajo con relación a la temperatura de secado.	66
Figura 27. Índice de rehidratación (IR) y coeficiente de rehidratación (CR) del ciclo ascendente (A) y descendente (D) con relación al periodo (τ).	67
Figura 28. Comparación entre el ciclo ascendente (A) y el ciclo descendente (D) del coeficiente de rehidratación (CR) e índice de rehidratación (IR).	68
Figura 29. Densidad real del ajo anhidro con relación a la temperatura de secado, repetición uno y dos.	70
Figura 30. Densidad real de ajo anhidro con relación a la temperatura de secado, muestra 1 y 2.	71
Figura 31. Densidad real de ajo anhidro con relación al periodo (τ), repetición uno y dos del ciclo ascendente (40-60)	72
Figura 32. Densidad real con relación al periodo (τ) del ciclo ascendente (40-60).	73
Figura 33. Densidad real de ajo anhidro con relación al periodo (τ) del ciclo descendente (60-40).	74
Figura 34. Densidad real del ajo con relación al periodo (τ) del ciclo descendente (60-40).	74
Figura 35. Densidad real del ajo de ambos ciclos (A) ascendente y (B) descendente con relación a la temperatura de secado y el periodo (τ).	75
Figura 36. Termograma de muestras de ajo deshidratadas a temperatura constante.	77
Figura 37. Termograma de muestras de ajo del ciclo ascendente (40-60).	77
Figura 38. Termograma de muestras de ajo del ciclo descendente (60-40).	78
Figura 39. Valores de T_g calculados mediante los métodos I, V, VI y VII de las muestras deshidratadas a temperatura constante.	79

Figura 40. Medias de Tg calculadas con los métodos I, V, VI.a y VI.b de las muestras deshidratadas a temperatura constante de 40, 50, 60 y 70 ° C.	80
Figura 41. Valores de Tg de ajo con relación a la temperatura constante de secado.	81
Figura 42. Valores de Tg con relación a la temperatura de secado, considerando el contenido de humedad (b.s.) de las muestras. a: nivel alto de humedad, b: nivel bajo de humedad, Ma: mayor tiempo de secado, Me: menor tiempo de secado.	82
Figura 43. Tg anhidra obtenida mediante la ecuación de Gordon y Taylor de muestras de ajo deshidratadas a temperatura constante.	83
Figura 44. Valores de Tg de muestras de ajo deshidratadas con el ciclo ascendente (40-60).	84
Figura 45. Valores de Tg del ciclo ascendente (40-60) con relación al periodo (τ). a: nivel alto de humedad, b: nivel bajo de humedad, Ma: mayor tiempo de secado, Me: menor tiempo de secado.	85
Figura 46. Valores de Tg anhidra obtenidos con la ecuación de Gordon y Taylor para las muestras deshidratadas con el ciclo ascendente (40-60).	86
Figura 47. Valores de Tg obtenidos mediante MDSC de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40).	87
Figura 48. Valores de Tg de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40). a: nivel alto de humedad, b: nivel bajo de humedad, Ma: mayor tiempo de secado, Me: menor tiempo de secado.	88
Figura 49. Valores de Tg anhidra obtenidas con la ecuación de Gordon y Taylor de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40).	89
Figura 50. Valores de Tg anhidra (Tg a) y Tg de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40) y ascendente (40-60).	90
Figura 51. Curvas de Tg contra contenido de humedad ($X_{b,s}$) de las muestras deshidratadas con el ciclo constante. G-T (\triangle , \blacktriangle 40 °C; \circ , \bullet 50 °C; \square , \blacksquare 60 °C; \diamond , \blacklozenge 70 °C). T _{secado} (\triangle , \blacktriangle 40 °C; \circ , \bullet 50 °C; \square , \blacksquare 60 °C; \diamond , \blacklozenge 70 °C)	91

Lista de tablas

Tabla I. Ciclos de temperatura de operación	42
Tabla II. Diseño de experimentos de un solo factor para la deshidratación de ajo con temperatura constante.	43
Tabla III. Diseño de experimentos de un solo factor para la deshidratación del ajo (<i>Allium sativum</i> , L.).	43
Tabla IV. Resultados de la temperatura de transición vítrea y contenido de humedad de las muestras de ajo en polvo. a: media de dos repeticiones.	54
Tabla V. Resultados obtenidos de densidad de ajo anhidro correspondiente a cada programa de secado.	56
Tabla VI. Constantes $K_{(G-T)}$ y Tg_1 (ajo anhidro) para cada muestra.	57

Lista de anexos

Anexo A. Resultados de la experimentación preliminar	98
Anexo B. Programa para el cálculo de K_{G-T} Y Tg_1	100
Anexo C. Calculo de tg, utilizando la ecuación de Gordon y Taylor.	102
Anexo D. Resultados y estadísticos empleados en la evaluación del coeficiente e índice de rehidratación.	103
Anexo E. Resultados y estadísticos empleados en la evaluación de la densidad.	112
Anexo F. Resultados obtenidos en la determinación de temperatura de transición vítrea con MDSC	122

Nomenclatura

Variables		Símbolos Griegos	
a_w	Actividad acuosa	β	velocidad de calentamiento [°C/min]
C_p	Calor específico [J/kg.° K]	ρ	Densidad del componente puro a [g/cm. ³]
CR	Coeficiente de rehidratación	τ	Periodo (min.)
f(T,t)	Proceso cinético de flujo de calentamiento (temperatura absoluta y dependencia del tiempo)		
H	Entalpía [J/g]		Constantes
IR	Índice de rehidratación	K_{Cp}	Constante de calibración de la capacidad calorífica
N	Numero de componentes	K_{G-T}	Constante de Gordon y Taylor
P	Presión [Kg./cm. ²]	R	Constante de los gases ideales [kJ/mol-° K]
Q	Flujo de calor [W/g]		
Q_{amp}	Amplitud del flujo de calentamiento [W/g]		Subíndices
T	Temperatura absoluta [° C]	1	Componente uno: ajo anhidro
T	Tiempo [min.]	2	Componente dos: agua
T_g	Temperatura de transición vítrea [° C]	A	Gas agregado (He)
T_{secado}	Temperatura del aire durante el proceso de secado [° C]	a	Inicial,
V_c	Volumen de celda contenedora de la muestra [cm. ³]	b	Final
V	Volumen de la muestra [cm. ³]	c	Temperatura constante en los ciclos
W	Peso de cada componente [g]	b.h.	Base húmeda
W	Peso total de la muestra [g]	b.h.o.	Base húmeda antes de la

Superíndices
0 Componente puro

deshidratación
b.s. Base seca
D Muestra deshidratada
s Sorción
T Muestra utilizada
w Vapor de agua



Capítulo I. Introducción.

El secado o deshidratación de alimentos, es una opción para disminuir las mermas de productos agrícolas, reducir el volumen, reducir los costo de transporte, entre otros; asimismo, el secado busca que la calidad de los alimentos no se vea deteriorada por el efecto de las condiciones del proceso.

La calidad del producto se ve afectada por el efecto del calentamiento isotérmico, por lo cual, Chua y col. (2002) propusieron controlar las condiciones durante el proceso de secado para obtener una mejor calidad del mismo y un menor tiempo de secado; sin embargo, es necesario profundizar en el estudio de la variación de condiciones de secado para observar los efectos en la calidad del producto.

La temperatura de transición vítrea recientemente se introdujo como variable respuesta de la calidad del producto final del proceso de secado por liofilización (Roos, 1987; Telis y Sobral, 2002), ésta, es una medición indirecta de la afectación estructural de un producto alimento que fue sometido a ciertas condiciones de temperatura. Consiguientemente, la relación entre calidad, estructura y condiciones de proceso, podrían ser controladas para obtener un producto de buena calidad y reducir costos en el proceso.

El ajo (*Allium sativum*, L.) también ha adquirido importancia en el mercado por sus características nutraceuticas, por lo consiguiente, se ha recurrido al proceso de secado para preservarlo, no obstante, es necesario cuidar que sus propiedades no se pierdan durante el proceso.

El objetivo del presente trabajo es evaluar el comportamiento de la temperatura de transición vítrea del ajo (*Allium sativum*, L.), deshidratado con condiciones de operación variables, mediante la comparación de ésta con la rehidratación y la densidad real del ajo; con la finalidad de emplear a Tg como un parámetro de referencia que guíe la variación de las condiciones de operación del proceso de secado. Dentro de este mismo capítulo se menciona la problemática que abordará el trabajo, la justificación del mismo y las hipótesis planteadas.

En el capítulo dos se describen los fundamentos y las bases que soportan el estudio realizado. En el capítulo tres se señalan los materiales y los métodos a seguir.



Dicho capítulo menciona que se realizaron programas de secado de ajo (*Allium sativum*, L.) con perfiles de calentamiento a temperatura constante (40, 50, 60 y 70 °C) y cíclicos en forma de onda pseudo cuadrada con diferentes niveles en el periodo (60, 80, 120 y 160 min), la temperatura máxima y mínima de la onda fueron 40 y 60 °C respectivamente. Se varió la temperatura de inicio del ciclo, 40 °C (ascendente) y 60 °C (descendente). Dicho capítulo también indica que la afectación térmica se evaluó midiendo la capacidad de rehidratación, la densidad real y la temperatura de transición vítrea, el tiempo de secado también se utilizó como variables respuesta. Se empleó la ecuación de Gordon y Taylor para obtener las curvas de Tg contra contenido de humedad y evaluar el deterioro estructural ocasionado por el efecto de la temperatura sobre el ajo (*Allium sativum*, L.) durante el proceso de secado.

En el capítulo cuatro se mencionan los resultados obtenidos de la experimentación. De acuerdo a los resultados obtenidos no es posible guiar la variación de las condiciones del proceso durante el secado tomando como referencia a la temperatura de transición vítrea, no obstante, si fue posible preestablecer los límites de los ciclos en forma de onda pseudo cuadrada. Se observó que en el secado a temperatura constante la densidad real, la rehidratación y la Tg anhidra del ajo deshidratado disminuyen con el aumento de la temperatura de secado. En los ciclos se observó que el periodo no afecta el tiempo de secado, no obstante, el tiempo de secado de cualquiera de los ciclos empleados es menor que el tiempo de secado obtenido con condiciones constantes. Se obtuvo una menor afectación del material con los ciclos en forma de onda pseudo cuadrada que con el secado a temperatura constante, así también, se obtienen mejores resultados con el ciclo descendente que con el ciclo ascendente. Se obtuvo una menor capacidad de rehidratación, mayor densidad real, mayor Tg y mayor Tg anhidra con respecto a un incremento en el periodo de onda.

En el capítulo cinco se presentan las conclusiones y recomendaciones que surgieron del análisis y la discusión de los resultados obtenidos.



1.1 Problemática.

El secado de alimentos busca que la calidad del producto no se vea afectada, sin embargo, la calidad de cualquier alimento se ve influenciada por las condiciones de proceso, preparación de la muestra y composición de las muestras (Okos y col, 1992). Entendiendo por condiciones de proceso, a todas aquellas variables que pueden ser controladas, tales como; temperatura, velocidad de aire, presión, humedad relativa, entre otras.

Para mejorar la calidad del producto, recientemente se ha introducido en el secado convectivo el uso del control de temperatura durante el proceso, de tal forma que el calentamiento del aire, es intermitente durante todo el secado (Chua y col., 2002); no obstante, no se ha implementado un método para preestablecer dichas variaciones de temperatura durante el proceso y en muchos casos no se conoce el efecto de la variación de los perfiles de calentamiento en la calidad del producto.

La temperatura de transición vítrea, la cual es una medición que refleja el daño estructural, puede ofrecer una alternativa para preestablecer la variación de la temperatura de secado durante el proceso; pero, en el secado convectivo no se ha explorado ampliamente el comportamiento de la temperatura de transición vítrea (T_g) y tampoco el efecto de la temperatura de secado en T_g .

1.2 Justificación.

La necesidad de conservar las propiedades del ajo (*Allium sativum*, L.), ha adquirido gran importancia debido a que el ajo tiene propiedades terapéuticas, antibacteriales, antifúngicas, antitrombóticas, antioxidantes y anticancerígenas (Bordia y col., 1975), las cuales se busca preservar aún después del proceso de secado.

La calidad de cualquier producto se ve influenciada por las condiciones de proceso, preparación de la muestra y composición de las muestras, y en gran parte por la estructura celular y la ruptura de enlaces químicos inducidos por el secado (Okos y col, 1992). De acuerdo con Chua y col. (2002), la prescripción adecuada de las condiciones cíclicas de temperatura beneficia a la cinética de secado y a la calidad del producto.



Si las condiciones de temperatura no son apropiadas el deterioro de la calidad del producto puede ser muy severo; por lo tanto, la variable que puede ofrecer una opción para controlar el deterioro de las propiedades de los alimentos es la temperatura. Recientemente, se ha tomado como referencia la temperatura de transición vítrea, ya que se relaciona con la estabilidad, el deterioro estructural y la calidad del producto.

La posibilidad de controlar las condiciones de operación, permiten controlar la calidad del ajo (*Allium sativum*, L.) a lo largo del proceso de secado, y una variable que refleja el daño estructural, o bien, el deterioro de la calidad del alimento, es la temperatura de transición vítrea, la cual puede ayudar a preestablecer el perfil de calentamiento del secado. Es necesario evaluar el comportamiento de Tg del ajo (*Allium sativum*, L.), a diferentes niveles de temperatura y diferentes perfiles de calentamiento cíclicos, así como, la relación entre Tg, rehidratación y densidad real del ajo.

1.3 Objetivos.

Objetivo General:

- Evaluar el comportamiento de la temperatura de transición vítrea del ajo (*Allium sativum*, L.) deshidratado con condiciones de operación variables, mediante la comparación de ésta con la rehidratación y la densidad real del ajo; con la finalidad de emplear a Tg como un parámetro de referencia que guíe la variación de las condiciones de operación del proceso de secado.

Objetivos específicos:

- Preestablecer un intervalo de temperaturas de acuerdo a los resultados de la primera fase de experimentación, que de cómo resultado un tiempo de secado adecuado y una capacidad de rehidratación aceptable.
- Evaluar el tiempo de secado, la rehidratación, la densidad real, la Tg y la Tg anhidra del producto deshidratado con los perfiles intermitentes de calentamiento preestablecidos, en comparación con los resultados obtenidos con pruebas a temperatura constante.



- Examinar el efecto del periodo de onda seudo cuadrada y del ciclo (ascendente y descendente) en el tiempo de secado, la rehidratación, la densidad real, la Tg y la Tg anhidra.

1.4 Hipótesis.

- La temperatura de transición vítrea es un parámetro de referencia que guía la variación de las condiciones de operación del proceso de secado.
- La temperatura de transición vítrea es influenciada por las condiciones del proceso, lo cual, permite evaluar indirectamente la afectación estructural del ajo deshidratado y contribuye a preestablecer los límites de los perfiles de calentamiento.
- Con el perfil de calentamiento en forma de onda seudo cuadrada, preestablecido considerando los resultados de la primera fase de experimentación, se obtienen mejores resultados en rehidratación, densidad real, tiempo de secado, Tg y Tg anhidra en comparación con los resultados obtenidos con el secado a temperatura constante.
- El periodo de los perfiles de calentamiento en forma de onda seudo cuadrada y el ciclo (ascendente o descendente) afectan el tiempo de secado, la densidad, la rehidratación y la temperatura de transición vítrea.



Capítulo II. Antecedentes y Marco Teórico.

La deshidratación de alimentos ha sido de gran importancia, ya que ésta se utiliza para conservación de los mismos. Uno de los métodos de conservación de alimentos por deshidratación es el secado con aire caliente o también llamado secado convectivo.

2.1 Secado de alimentos.

El objetivo de cualquier proceso de secado es obtener un producto seco con la calidad deseada, a un costo mínimo, con un máximo rendimiento del proceso y continuar con la optimización de estos factores consistentemente (Chou y Chua, 2001), así también, el secado ofrece una reducción en el costo de transporte y volumen de los productos.

Cuando se requiere secar un alimento existen algunos elementos a considerar, tales como: actividad acuosa, mecanismo de deshidratación, cambios físicos y químicos durante el secado o el almacenaje, temperatura de transición vítrea.

El proceso de secado es un sistema de deshidratación donde se presentan dos fenómenos fisicoquímicos, transferencia de masa y calor. La transferencia de masa generalmente es representada por la ley de difusión de Fick y la transferencia de calor es representada por la ley de Fourier. Los dos procesos fisicoquímicos se presentan simultáneamente como sigue:

1. Transferencia del calor desde los alrededores hacia el alimento y evaporación de la humedad en la superficie.
2. Conducción de calor dentro del alimento y transferencia de masa desde el interior hacia la superficie del material seguido del transporte de la humedad desde allí hacia los alrededores (Rahman, 1995).

2.1.1 Transferencia de masa y calor.

La **transferencia de masa** dentro del material durante el proceso de secado, principalmente agua, se origina por una combinación de distintos mecanismos de transporte como son:



- Flujo capilar debido a gradientes presión de succión capilar
- Difusión líquida por gradientes de concentración
- Difusión de vapor causada por gradientes de presiones de vapor
- Flujo viscoso consecuencia de gradientes totales de presión externos o altas temperaturas

La remoción de la humedad interna contenida en el alimento se considera una función de la naturaleza física del sólido, temperatura y contenido de humedad.

La **transferencia de calor** se presenta por conducción, convección, radiación o como la combinación de estos efectos. El remover la humedad del agua como vapor de la superficie del material depende de la condiciones externas de temperatura, humedad del aire y su flujo, áreas de superficies expuestas, presión, entre otros.

En el secado de alimentos la cinética del proceso de secado generalmente es presentada como el cambio del valor medio de temperatura o el contenido de humedad en un material como una función del tiempo o la velocidad de secado como una función del contenido de humedad (Mujumdar y Meon, 1995).

Éste proceso se puede realizar con secadores comerciales los cuales manejan los principios básicos de transferencia de calor;

- Secadores convectivos, o bien, secadores con aire caliente
- Secadores por aspersion
- Secadores por congelamiento, o bien, liofilizado

El presente trabajo se enfocará únicamente en el secado convectivo, el cual consiste en la deshidratación de alimentos mediante un calentamiento con aire caliente que es introducido como un flujo controlado.

2.2 Variables de operación en el proceso secado.

De acuerdo con Lee y Pyun (1993), los cambios que experimenta un producto sometido al proceso de secado, son afectados, por las variables de operación. Los parámetros que generalmente influyen la cinética de secado frecuentemente son, la temperatura, la velocidad del flujo de aire, área de exposición y tipo de muestra, los



cuales tienen un efecto significativo en la cinética de secado y la calidad de producto del proceso de secado convectivo o secado con aire caliente.

Dichas variables de operación pueden ser controladas y con ello mejorar la calidad del secado de productos (Chua y col, 2002). La mayoría de los autores citados en el presente trabajo mencionan que la calidad del producto seco está íntimamente relacionada con las condiciones de operación durante el proceso de secado.

De acuerdo a la composición del alimento, el material es propenso a una menor o mayor degradación nutricional, esto debido al uso de diferentes tecnologías y condiciones de proceso (Chou y Chua, 2001; Okos y col., 1992).

2.2.1 Humedad relativa del aire.

Como se mencionó anteriormente, el aire es un parámetro de mucha importancia, ya que cuando el aire contiene su máxima capacidad de humedad se dice que se trata de un aire completamente saturado y por lo tanto incapaz de absorber más humedad, por el contrario, un aire no saturado contiene aun la posibilidad de absorber todavía una cantidad determinada de humedad (Fuentes y col., 1996). Lo anterior nos indica que durante el proceso de secado el aire absorberá la humedad de la muestra que se está deshidratando, hasta que éste ya no pueda absorber mas humedad debido a que se encuentra completamente saturada.

2.2.2 Velocidad del aire.

Dentro de la primera etapa del proceso de secado se observa una influencia significativa de la velocidad del aire, ésta, representa un parámetro tal que intensifica la transferencia de calor y masa (Piotrowski y Lenart, 1998). En la primera etapa del secado, la humedad de alimento es mayor, por lo tanto, la cantidad de agua que es extraída del sólido es mucho mayor, así mismo, el flujo de aire al ser superior, la humedad que puede extraerse del sólido es mayor.

En la segunda etapa del secado la humedad del sólido se ve disminuida considerablemente y la rapidez con que la humedad pueda migrar del interior del alimento hacia la superficie es muy pequeña, por lo tanto, aunque la velocidad del aire sea grande no se puede eliminar más agua que la que se encuentre en la superficie; consecuentemente, se recomienda una mayor velocidad del aire al inicio del secado y una menor velocidad en la segunda parte del secado.



2.2.3 Temperatura.

No hay que olvidar que la temperatura juega un papel portante en el secado. algunos autores recomiendan subir la temperatura del medio durante la primera parte del secado experimental en los procesos de secado de frutas para puré; sin embargo, no en todos los casos es así, por ejemplo, en alimentos donde existe oscurecimiento por reacciones enzimáticas, la temperatura a la que se recomienda iniciar el proceso de secado deben ser bajas. Por ejemplo, el plátano inicialmente puede secarse con temperaturas alrededor de 10° C.

La temperatura de operación en el proceso de secado está regida por la temperatura del aire, la cual se puede medir como temperatura de bulbo húmedo o bien como temperatura de bulbo seco.

Temperatura de bulbo húmedo: Es la temperatura en equilibrio dinámico que se determina cuando la superficie húmeda de un objeto o pequeña masa (bulbo de termómetro), se expone a una corriente de aire. La evaporación de H₂O ocasiona un enfriamiento que es contrarrestado por el calor absorbido por el aire.

Temperatura de bulbo seco: Es la temperatura obtenida de un termómetro común.

La temperatura máxima a la cual una sustancia o alimento puede ser expuesto en el tiempo de secado está determinada por la sensibilidad térmica del mismo (Mujumdar, 2000), lo cual indica el cuidado que se debe tener en la selección de la temperatura de secado del alimento.

Cabe destacar que el deterioro de alimentos debido a efectos térmicos generalmente se relaciona con el cambio de estructura y retención de aroma. El cambio de estructura es importante, ya que implica un cambio de fase en el alimento. Existen dos tipos de cambio de fase, de primer orden y de segundo orden.

El cambio de fase de primer orden es aquel que se presenta cuando existe un calor latente (fusión o vaporización). En el cambio de fase de segundo orden el incremento de temperatura no se detiene, únicamente varía la velocidad de dicho incremento (no existe calor latente).



La temperatura de transición vítrea (T_g) es un cambio de fase de segundo orden, en el cual se presenta un cambio de estado amorfo (plástico y elástico) a estado vítreo (duro y quebradizo).

2.3 Condiciones variables.

Como se mencionó anteriormente, el secado con condiciones isotérmicas provoca un deterioro mayor en la calidad del producto y un costo más elevado que el secado con condiciones variables. Gracias al avance tecnológico en controladores y en las técnicas de control de procesos es posible incorporar estrategias de control de calidad (Chua y col., 2002).

El control de la temperatura de secado permite establecer perfiles de calentamiento en forma de onda sinusoidal, onda cuadrada o función caja, rampa escalonada ascendente y descendente, onda diente de sierra, entre otros (Chua y col., 2002; Sosa, 2004). Cada una de las anteriores con diferentes niveles de temperatura.

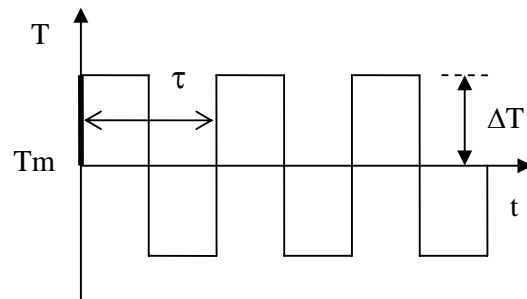


Figura 1. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda cuadrada.

En el perfil de calentamiento en forma de onda cuadrada y sinusoidal se fijan los límites de temperatura, siendo T_m , la temperatura media de éstos y ΔT , el incremento o decremento de la temperatura con respecto a T_m . El periodo (τ) también puede variarse de acuerdo al material a deshidratar.

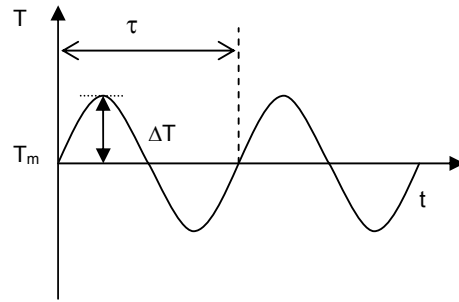


Figura 2. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda sinusoidal.

En el presente trabajo se abordará únicamente un perfil de calentamiento en forma de onda cuadrada, el cual considera un valor único de T_m pero diferentes periodos (τ).

Es importante mencionar que un sistema de calentamiento no puede reproducir una onda cuadrada a la perfección; sin embargo, si se ajusta a una onda seudo cuadrada, o bien, función periódica $T(t)$ expresada en componentes armónicos. Donde los límites de $T(t)$, están definidos por la temperatura inicial (T_a) y final (T_b).

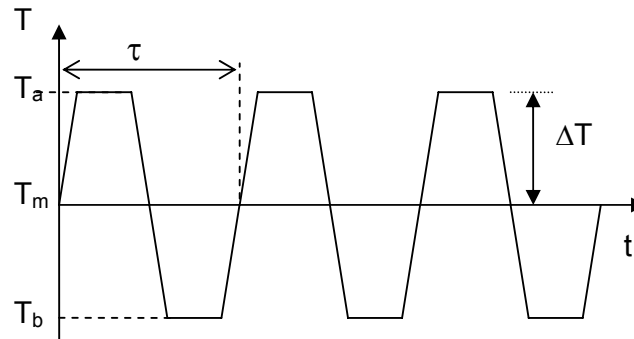


Figura 3. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda seudo cuadrada.

En los estudios de Chua y col. (2002) se muestra que la calidad del producto deshidratado con condiciones variables, considerando la temperatura media del ciclo, es mejor que los deshidratados con condiciones constantes con temperatura igual a T_m ; asimismo, menciona que se obtuvieron menores tiempos de secado, con lo cual, se redujeron los costos de producción.



Sosa (2004) obtuvo mejores resultados de calidad con los ciclos de temperatura en forma de rampa ascendente, que con los ciclos a temperatura constante. Por lo tanto, se asume que los ciclos con condiciones variables, ofrecen una alternativa para reducir costos energéticos y mejorar la calidad del producto deshidratado, en comparación con los resultados obtenidos con condiciones constantes.

2.4 Calidad de alimentos deshidratados.

Cuando los alimentos son sometidos a un proceso de secado la calidad de estos y sus propiedades se ven afectadas por diversos factores, entre los más importantes se encuentran; temperatura, velocidad de flujo de aire, presión y tamaño la de muestra.

Se entiende por *calidad*, el conjunto de propiedades y características de un producto que le confiere la aptitud de satisfacer necesidades expresas sin afectar negativamente el ambiente. Los agroalimentos deben cumplir con los valores nutrimentales, de higiene y características propias del producto. De acuerdo con Chou y Chua (2001), la calidad de un producto agrícola puede ser definida como un producto tal que es científica y tecnológicamente calificado, bajo en contenido de contaminantes, características excelentes, además con la capacidad de brindar un alto valor nutrimental al cuerpo.

Las características del alimento pueden ser varias dependiendo del elemento de estudio; sin embargo, se consideran algunas variables generales como el color, textura, porosidad, sabor, densidad y contenido de humedad del producto (Krokida y Maroulis, 1997), las cuales pueden deteriorarse durante el proceso de secado.

Es necesario evaluar lo anterior antes de someter un alimento a una deshidratación, asimismo, es fundamental mencionar que el deterioro de la calidad, puede ser calificado como nutricional, físico o químico (Mc Minn y Magee, 1997), implicando el encogimiento de células, pérdida de habilidad de rehidratación y endurecimiento (Karel, 1991) y por ende, el rechazo del producto deshidratado por los consumidores.



La calidad y las características de un alimento (agrícola) pueden verse afectadas por las variables de operación. Se ha mencionado que la calidad del producto es influenciada por las condiciones de proceso, la preparación de la muestra, la composición de la muestras, la estructura celular y la ruptura de enlaces químicos inducidos por el secado (Okos y col., 1992), por lo que, comúnmente se recomienda cuidar ampliamente la selección de las condiciones de operación durante el proceso de secado.

Una buena calidad del producto implica que la muestra no experimente muchos cambios, ya sean físicos, químicos o biológicos durante el proceso de deshidratación (Chou y Chua, 2001). En procesos como el liofilizado (secado por congelamiento) la calidad del producto es mejor que la calidad obtenida por el proceso convectivo. La pérdida de propiedades del alimento durante la deshidratación es muy baja; sin embargo, el costo es muy alto, el consumo energético es elevado y por lo tanto el costo del producto deshidratado aumenta considerablemente.

2.4.1 Rehidratación.

Actualmente, muchos alimentos deshidratados están disponibles en el mercado (frutas, pastas, jugos, botanas, cereales, etc.), y de acuerdo con Krokida y Marinos-Kouris (2003) es importante conocer las especificaciones de calidad alimenticia. Muchos productos deshidratados son rehidratados para su uso, ya sea con agua u otro solvente, de ahí la importancia de conocer la capacidad de rehidratación de los productos secos.

La rehidratación puede ser considerada como una medida del daño que es causado al material por el secado y por el tratamiento previo a la deshidratación (Mc Min y Magee, 1997), por lo que, la relación calidad del alimento deshidratado y rehidratación están íntimamente ligados, a mayor afectación estructural, menor calidad.

La capacidad de absorber agua, se considera como un cambio de volumen del alimento antes y después de absorber agua; sin embargo, no existe un método estándar para evaluar dicho parámetro. Steffe y Singh (1980) demostraron que el cambio de volumen de materiales biológicos es proporcional a la cantidad de agua absorbida, lo que concuerda con lo descrito por Fan y col. (1962), quienes encontraron que el incremento de volumen a causa de la sorción de agua es igual al volumen de agua absorbido.



Estudios del incremento de volumen en sémola y soya muestran que la temperatura de rehidratación afecta claramente al incremento de volumen, modificado al mismo tiempo la capacidad de rehidratación del producto (Bhattacharya, 1955). En el presente trabajo la selección de la temperatura de rehidratación será muy importante.

Durante el proceso de secado existe una ruptura celular y dislocación irreversible, causando un colapso en la estructura densa del material, contracción significativa de capilares y reducción en propiedades hidrofílicas, afectando la capacidad de absorber suficiente agua para rehidratarse completamente (Jayaraman y col., 1990). La literatura muestra que el proceso de secado puede afectar la calidad del producto y consecuentemente la capacidad de rehidratación del mismo, además, dicho deterioro estructural también podría variar de acuerdo a las condiciones de secado a que fue sometido el material alimenticio.

Krokida y Marinos-Kouris (2003) evaluaron la de rehidratación de alimentos mediante el cambio de volumen (por absorción) de una muestra deshidratada previamente a 70° C con aire caliente. Se variaron los periodos de inmersión en agua, a 40, 60 y 80° C. Utilizaron agitación constante a 100 rpm y el exceso de agua fue removido con papel.

De acuerdo con sus resultados a mayor temperatura de rehidratación mayor volumen de agua absorbido. La temperatura con mejores resultados, en cuanto a volumen de agua absorbido, fue la de 80 ° C a los 10 min de inmersión (Figura 4). El contenido de humedad (b.s) observado fue de 0.6, lo cual equivale al contenido de humedad (b.s) aproximado del ajo fresco; así mismo, menciona que el daño estructural y el encogimiento de las células ocurrido durante el secado, produce una reducción en la habilidad de rehidratación.

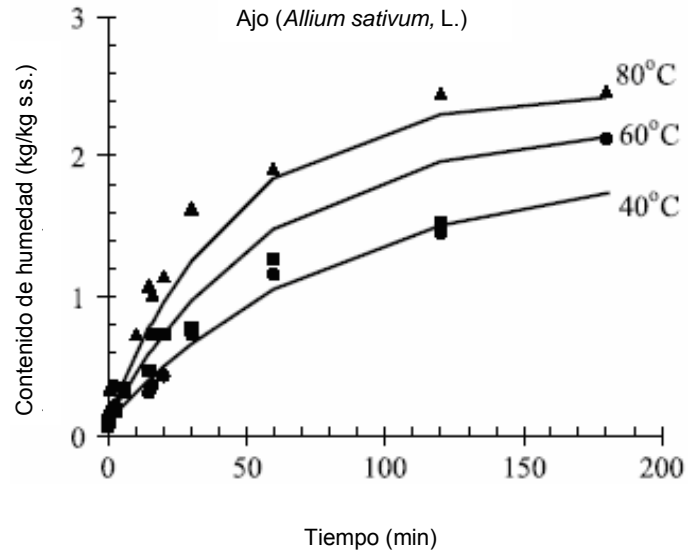


Figura 4. Cinética de rehidratación de ajo a diferentes temperaturas.

Fuente: Krokida y Marinos-Kouris 2003.

La duración y severidad del proceso de secado fue correlacionada con la velocidad y el grado de rehidratación del producto por Haas y col. (1974). Encontraron que se alcanzaba una mayor rehidratación en aquellos productos sometidos al proceso de secados durante tiempos cortos.

La capacidad de rehidratación puede ser evaluada mediante el coeficiente de rehidratación (CR) y el índice de rehidratación (IR). Estos dos conceptos se basan en el principio de cambio de masa (Prabhanajan y col., 1995).

$$CR = \frac{W_R (1 - X_{bh^0})}{W_D (1 - X_{bh^f})}, \quad (1)$$

$$IR = \frac{W_R}{W_D}. \quad (2)$$

Donde:

W_R Peso de la muestra rehidratada drenada [kg].

W_D Peso de la muestra deshidratada usada para las pruebas [kg].

X_{bh^0} Contenido de humedad del material original antes de la deshidratación [kg/kg s.h.].

X_{bh^f} Contenido de humedad de la muestra deshidratada [kg/kg s.h.].



El índice y coeficiente de rehidratación para el ajo (deshidratado bajo ciertas condiciones) fue evaluado por Sosa (2004). Trabajó con perfiles de calentamiento en forma de rampa escalonada para el proceso de deshidratación, también, utilizó una temperatura de ebullición de 94° C en el proceso de rehidratación. El tiempo de inmersión utilizado fue de 3 minutos, el exceso de agua fue removido mediante vacío durante un minuto. Encontró que para el ajo a mayor temperatura de secado menor capacidad de rehidratación.

La tendencia de los resultados de Sosa (2004) contrastan con los propuestos por Cháves y Avanza (2005) quienes trabajaron con berenjenas. El perfil de calentamiento que utilizaron en el proceso de deshidratación fue a temperatura constante. Trabajaron niveles de 50, 60, 70, 80 y 90 ° C, utilizaron dos temperatura de rehidratación, 25 y 100 ° C obteniendo una tendencia ascendente del coeficiente de rehidratación con respecto al incremento de la temperatura de secado y una mayor rehidratación en todas las muestras con la temperatura de rehidratación de 100° C.

Probablemente el contraste en los resultados de ambos autores pudo ser ocasionado por el proceso de remoción de excedente de agua en las muestras rehidratadas, al utilizar vacío las muestras pueden perder más agua de la necesaria. Otro factor que puede ocasionar diferencias en los resultados de rehidratación es el espesor de la muestra, ya que afecta directamente la cantidad de agua absorbida (Cháves y Avanza, 2005).

2.4.2 Densidad en alimentos.

Varias características del material dependen de la densidad, por lo que, el conocimiento de la variación de la densidad con relación al contenido de humedad puede ser útil para caracterizar el comportamiento del material alimenticio (Talla y col., 2004).

La determinación de densidad en sólidos generalmente se basa en el principio de desplazamiento de Arquímedes, Talla y col. (2004) aplicaron dicho principio para calcular la densidad aparente durante el proceso de secado de muestras de plátano, utilizaron condiciones de temperatura constante (40, 50 y 60° C). El líquido de desplazamiento utilizado en la determinación de densidad fue mercurio. De acuerdo con sus resultados la densidad aparente aumenta cuando el contenido de humedad disminuye.



Independientemente de los resultados mostrados en los estudios de Talla y col. (2004) se pudo observar que las muestras que fueron deshidratadas a 40° C tuvieron una mayor densidad durante todo el proceso de secado en comparación con las muestras que fueron deshidratadas a 50° C y por ende, también mayor que la densidad de la muestra de 60° C.

2.5 Temperatura de transición vítrea.

La temperatura de transición vítrea se define como aquella temperatura que corresponde a un cambio de fase de segundo orden de un estado plasmático-amorfo a un estado vítreo o viceversa. Otros autores, mencionan que el estado físico de materiales amorfos puede cambiar a estado vítreo o estado plasmático cuanto se alcanza la temperatura de transición vítrea (T_g), (Chiralt y col., 2004). En la definición anterior existen dos términos que necesitan ser descritos:

1. El estado plasmático-amorfo, el cual presenta una estructura plástica-elástica (parecida a la goma), debido a que es una mezcla de sólido-líquido.
2. El estado vítreo, el cual presenta una estructura quebradiza parecida a la de un vidrio (de ahí la definición).

En términos físicos un vidrio se define como un sólido meta-estable que ha retenido el desorden del estado líquido, con viscosidad entre 10^{10} y 10^{14} Pa.s. La temperatura vítrea (T_g), en términos cinéticos, se define como aquella en la que un material alcanza éste rango de viscosidades y una velocidad de difusión extremadamente baja (Slade y Levine, 1991).

La mayoría de los alimentos y materiales biológicos en estado sólido pueden estar en estado meta estable-amorfo, el cual es muy sensible a cambios de temperatura y contenido de humedad (Telis y Sobral, 2002); asimismo, la calidad de productos deshidratados generalmente se ve afectada por el proceso y/o por los cambios inducidos por almacenamiento, dichos cambios están fuertemente relacionados con la estructura y movilidad molecular de los alimentos, de tal forma que la transición vítrea refleja los cambios en la estructura de un material ocasionados por efectos térmicos o efectos de almacenamiento.



Un cambio de estado plasmático a estado vítreo también puede ocurrir como una consecuencia del decremento del contenido de agua durante el proceso de almacenaje (Chiralt y col., 2004), esto es por que la Tg es fuertemente dependiente del contenido de humedad. Éste mismo efecto se puede presentar en el proceso de secado convectivo, ya que el contenido de humedad de las muestras disminuye constantemente por el efecto de la temperatura.

La Tg de alimentos en estado natural generalmente se encuentra en un rango de -100° C a -40° C. Es importante recordar que los alimentos son sistemas multicomponentes, no obstante, en la actualidad, los alimentos son considerados como sistemas binarios de agua-polímeros naturales plastificados (Slade y Levine, 1991). Ésta simplificación se debe a que la mayoría de los alimentos contienen por lo menos un 50% de agua. En el presente trabajo se considera al ajo (*Allium sativum*, L.) como un sistema binario agua-polímero.

2.5.1 Factores que afectan la temperatura de transición vítrea

La temperatura de transición vítrea no solo se ve afectada por el contenido de humedad. Tg varía por diversos factores, uno de ellos es el efecto del peso molecular de polímeros en la temperatura de transición vítrea (Jenckel y Ueberreiter, 1938), la temperatura de transición vítrea se incrementa con el aumento del peso molecular. Roos y Karel (1991) mostraron la misma relación explicando el efecto del peso molecular en Tg de polímeros alimenticios de alto peso molecular tal como las maltodextrinas.

Cuando un polímero tiene una Tg más alta de lo deseado sólo se le añade un plastificante. Un plastificante es una pequeña molécula que penetra entre las cadenas poliméricas y las separa. Esto se conoce como aumentar el volumen libre, cuando ocurre lo anterior las cadenas pueden deslizarse entre sí con mayor facilidad y al deslizarse con mayor facilidad podrán moverse a temperaturas más bajas de lo que lo harían sin el plastificante. De esta forma, la Tg de un polímero puede ser disminuida con el objeto de hacerlo más flexible y más fácil de manipular.

Una cadena polimérica que pueda moverse fácilmente tendrá una Tg muy baja, mientras que una cadena que no se mueve tanto tendrá una Tg alta. Cuanto más fácilmente pueda moverse un polímero menor calor habrá que suministrarle para que



las cadenas empiecen a contornerse para salir de un estado vítreo rígido y pasar a otro blando y flexible (Rahman, 1999).

En el caso de los alimentos, la movilidad de las moléculas se debe al agua existente en los alimentos. El agua es considerada como un plastificante (Topp y col., 1999) y al haber mayor cantidad de agua en la muestra alimenticia las moléculas se pueden mover más fácilmente, es decir, está en estado amorfo.

El agua disminuye las fuerzas moleculares entre las cadenas poliméricas causando un incremento en la movilidad de las cadenas y una reducción en la temperatura de transición vítrea (Levine y Slade, 1988). De acuerdo a la literatura mencionada en este punto, muchas variables están relacionadas entre sí, agua, peso molecular, volumen libre y al mismo tiempo éstas afectan a la temperatura de transición vítrea.

2.5.2 Propiedades afectadas por la transición vítrea.

La transición vítrea frecuentemente es propuesta como una aceleración en la difusión controlada de reacciones, tal como la oxidación, reacciones enzimáticas, y oscurecimiento no enzimático (Slade y Levine, 1991). La velocidad de estas reacciones en los sistemas alimenticios están relacionadas a un número de cambios simultáneos, tales como cambios en la actividad acuosa, contenido de humedad, pH, temperatura, concentración de reactantes y estructura (Bell, 1996).

Algunas propiedades físicas del producto se ven afectadas por la transición vítrea (Chiralt y col., 2004). Durante la transición vítrea se puede observar rápidos cambios en propiedades física, mecánicas, eléctricas, térmicas y otras propiedades de un material (Rahman, 1999). De acuerdo con Chiralt y col. (2004) la remoción de agua durante el procesamiento de muchos productos a menudo presenta la formación de un estado amorfo el cual no está en equilibrio y sus propiedades dependen del tiempo. Es por ello que en el secado convectivo se debe cuidar muy bien la pérdida de peso de las muestras, ya que de ello depende determinar cuando se ha llegado a un contenido de humedad deseado, sin afectar drásticamente las propiedades del alimento.

Los cambios ocasionados por una transición vítrea se dividen en dos grupos, cambio de propiedades reológicas (densidad y modulo de elasticidad) y propiedades termodinámicas (entalpía, volumen, capacidad calorífica y coeficiente de expansión).



Dentro de los cambios en las propiedades termodinámicas de los alimentos se encuentra el cambio en la capacidad calorífica (C_p) del mismo. Cuando se agrega una cierta cantidad de calor a un material primero se calienta y la temperatura se eleva a una velocidad determinada por la capacidad calorífica del polímero, pero cuando se alcanza la T_g la temperatura sigue aumentando sin detenerse (no hay calor latente); por encima de la T_g ya no lo hace a la misma velocidad que por debajo. De acuerdo con Rahman (1999), el polímero experimenta un incremento en su capacidad calorífica luego de alcanzar la transición vítrea.

El cambio en la capacidad calorífica del alimento no solo se ve afectada por la transición vítrea, también se ve afectada por la cantidad de agua contenida en el alimento. Niesteruk (1996) menciona que el cambio de la capacidad calorífica de un alimento también depende del contenido de humedad. Mientras exista mayor agua contenida en el material biológico la capacidad calorífica del mismo material será mayor. Para frutas y vegetales un incremento en el contenido de humedad causa un incremento en la conductividad de calor. En consecuencia, la temperatura de transición vítrea también se verá afectada. Gracias a la percepción del cambio en la capacidad calorífica de una muestra es posible determinar la temperatura de transición vítrea.

2.5.3 Medición de la temperatura de transición vítrea.

Los métodos térmicos más utilizados para la medición de T_g son los siguientes: calorimetría diferencial de barrido (DSC), basado en el cambio de entalpía; técnicas espectroscópicas, las cuales miden la movilidad molecular; métodos mecánicos, tal como el análisis dinámico mecánico (DMA), utilizado generalmente en polímeros; resonancia magnética nuclear (NMR); análisis dieléctrico (DEA), el cual es más sensible que el DSC (Kalichevsky y col 1992). De los métodos anteriores, el más común para determinar la temperatura de transición vítrea es el DSC; sin embargo, recientemente se ha utilizado el método de calorimetría diferencial de barrido modulada (MDSC), también basado en el cambio de entalpías, la diferencia estriba en el calentamiento de la muestra, el régimen de calentamiento es una modulación sinusoidal (de ahí el nombre).



2.5.4 Métodos DSC y MDSC.

2.5.4.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).

El método DSC consiste en medir el calor específico (C_p) o capacidad calorífica dos sustancias (una de ellas de referencia) cuando se someten a un mismo programa de temperatura controlada (Rahman, 1995). El resultado de la medición puede ser expresado en unidades de flujo de energía [W/g].

El cambio de la capacidad calorífica entre el estado vítreo y el estado plasmático (amorfo) está indicado por un cambio en línea base del termograma DSC. Dicho cambio se puede determinar gracias a que ésta transición es de segundo orden, donde existe un cambio de fase en el que no hay liberación o absorción de calor (las de primer orden son isotérmicas y en ellas hay flujo de calor); por lo tanto gráficamente se puede mostrar de la siguiente manera.

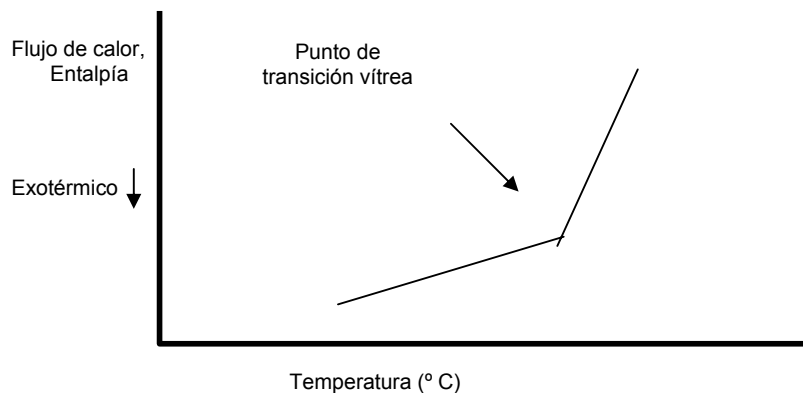


Figura 5. Cambio en la capacidad calorífica de un sólido durante el proceso de calorimetría diferencial de barrido.

El punto de referencia más común es la temperatura de transición vítrea del agua pura (T_{g_w}) que es -135°C (Rahman, 1995) o 138°K , esto significa que nunca se debe sobrepasar esta temperatura cuando cualquier alimento es sometido a una deshidratación por congelamiento.

La determinación de la temperatura de transición vítrea es muy subjetiva, ya que muchos factores afectan el valor de T_g , tal como el equipo de medición usado, la preparación de la muestra, la cantidad de muestra usada, la velocidad de escaneo y el ruido en línea base (Vanchy y Labuza, 2002). Labuza (1994) reporta que los valores



de Tg son altos si la velocidad de escaneo es alta. Es por eso que se debe adoptar un proceso normalizado.

Algunos investigadores reportan el punto medio de Tg y otros la Tg inicial, por lo tanto hay cierta incertidumbre en el valor real de la temperatura de transición vítrea de un alimento que se reporta en bibliografía. Otro factor que afecta los valores de Tg es el método usado para equilibrar el contenido de humedad final (Vanchy, P., 2002), ya que no es lo mismo eliminar agua ligada y el agua libre de la muestra durante cualquier proceso de equilibración del contenido de humedad. El agua ligada y libre representan el contenido de humedad de la muestra y una variación muy pequeña en ella puede reflejarse en un incremento o disminución considerable del valor de Tg.

2.5.4.2 Calorimetría diferencial de barrido modulada (MDSC).

En el método MDSC, se aplica un perfil de calentamiento diferente a la muestra y a la referencia. El calentamiento lineal o rampa de enfriamiento convencional, en el cual, el promedio de la temperatura de la muestra cambia continuamente con el tiempo pero no en forma lineal, es sustituido por una modulación sinusoidal (oscilación) (Manual TA instruments).

La ecuación que describe el flujo de calor en cualquier punto de un termograma es la siguiente:

$$\frac{dQ}{dt} = C_p \beta + f(T, t). \quad (3)$$

Donde:

- $\frac{dQ}{dt}$ Flujo total de calor [W/g.min]
Cp Capacidad calorífica [J/kg.° K]
 β Velocidad de calentamiento [° C/min]
f(T,t) Proceso cinético de flujo de calentamiento (temperatura absoluta y dependencia del tiempo)

El MDSC puede trabajar dos velocidades de calentamiento a la vez, lo cual, permite arrojar dos mediciones individuales de flujo de calor de una muestra, con el objetivo de proporcionar una mayor comprensión de las transiciones complejas en los



materiales. Las mediciones individuales de flujo son: calor reversible ($C_p \cdot \beta$) y calor no reversible ($f(T,t)$).

El promedio de la velocidad de calentamiento proporciona la información del flujo total del calor. La velocidad de calentamiento sinusoidal proporciona la información de la capacidad calorífica que responde a la velocidad de cambio de la temperatura.

Todas las señales de flujo de calor del MDSC son calculadas a partir de tres señales; tiempo, flujo modulado de calor y velocidad modulada de calentamiento (la derivada de la temperatura modulada). Las señales de flujo de calor más comunes en MDSC son: capacidad calorífica, flujo de calor total, flujo de calor reversible y flujo de calor no reversible.

La *capacidad calorífica* de una muestra es determinada continuamente, mediante la división de la amplitud del flujo modulado de calor y la amplitud de la velocidad modulada de calentamiento. En el MDSC la señal de la capacidad calorífica actualmente se calcula basándose en la transformada discreta de Fourier. La amplitud en las mediciones de temperatura de las muestras y la modulación del flujo de calor es comparado con una onda seno como referencia de la misma frecuencia (Manual TA). La ecuación utilizada se muestra a continuación:

$$C_p = K_{C_p} (Q_{amp}/T_{amp}) \text{ (Modulación de Periodo } /2\pi). \quad (4)$$

Donde:

- C_p Capacidad calorífica [J/kg °K]
- K_{C_p} Constante de calibración de la capacidad calorífica
- Q_{amp} Amplitud del flujo de calentamiento [W/g]
- T_{amp} Amplitud de temperatura [° C]

Flujo de calor reversible: la capacidad calorífica (reversible) es un componente del flujo total de calor y es calculado mediante la conversión de la capacidad calorífica en flujo de calor usando la ecuación (1), donde β es el promedio de la velocidad de calentamiento usada en el experimento.

$$Q_{reversible} = -C_p \cdot \beta. \quad (5)$$



Otra de las señales mencionadas anteriormente es el *flujo total de calor*. Se considera como el movimiento promedio de la señal del flujo modulado de calor y es la suma del flujo de calor reversible y el flujo de calor no reversible. Por último el *Flujo de calor no reversible*, llamada también cinética no reversible, es un componente del flujo total de calor. Es determinada mediante la diferencia aritmética entre el flujo total de calor y el componente capacidad calorífica (reversible), también llamado flujo de calor no reversible (Descrito en el manual TA instruments, 2004).

En el método MDSC, el fenómeno de la transición vítrea es observado en el componente reversible; mientras que la cristalización se observa en el componente no reversible. La separación del flujo total de calor en componentes, reversible y no reversible, permite observar diferentes comportamientos térmicos.

La relajación entálpica de una molécula original es acompañada de cambios en propiedades macroscópicas tales como densidad, propiedades mecánicas y de transporte (Takai y col., 2003). La relajación entálpica es importante para materiales alimenticios almacenados por debajo de la temperatura de transición vítrea, ya que esta relacionada con la estabilidad de las propiedades fisicoquímicas del material y muestra el efecto del tiempo de almacenamiento en las muestras.

2.5.5 Ecuación de Gordon y Taylor.

La ecuación de Gordon y Taylor (1952) permite predecir la T_g , sin embargo, el inconveniente de utilizar esta ecuación es el conocimiento de la temperatura de transición vítrea de (n-1) componentes y sus densidades, lo cual se complica para un sistema multicomponente como los alimentos. En estudios recientes se ha considerado a los alimentos como mezcla binaria, por lo que, se deben conocer las T_g de cada componente (agua y polímero natural). Generalmente se desconoce la T_g del componente considerado como polímero. La ecuación de Gordón y Taylor es la siguiente:

$$T_g = \frac{(W_1 \times T_{g1} + k_{G-T} \times W_2 \times T_{g2})}{W_1 + k_{G-T} \times W_2} \quad (6)$$

Donde:

W_1, W_2	Fracción peso de cada componente [kg/kg s.h.]
T_{g1}, T_{g2}	Temperatura de transición vítrea de los componentes respectivos [° C]
K_{G-T}	Coefficiente de Gordon Y Taylor



Originalmente, el cálculo de K_{G-T} fue propuesto para mezclas de polímeros o mezclas diluidas de polímeros-plastificados y se basó en la teoría del volumen libre (Gordon y Taylor, 1952). Algunos autores sugieren que K_{G-T} puede ser calculada a partir del radio del volumen libre de dos componentes (Topp y col., 1999). Otros autores declaran que puede ser calculada a partir de las densidades reales del polímero y del plastificante y los cambios en la expansión térmica ($\Delta\alpha$) a la temperatura de transición vítrea (Steendam y col., 2001).

La ecuación para calcular el coeficiente k_{G-T} a partir de las densidades y las temperaturas de transición vítrea de cada componente, de un sistema binario, se muestra a continuación.

$$k_{G-T} = \frac{(\rho_1 \times Tg_1)}{(\rho_2 \times Tg_2)} \quad (7)$$

Donde:

Tg_1, Tg_2 Temperatura de transición vítrea de los componentes respectivos [$^{\circ}$ C]

ρ_1 y ρ_2 Densidades verdaderas de los componentes [g/cm^3]

El coeficiente k_{G-T} también puede ser obtenido empíricamente a partir de los datos experimentales. La desventaja de este método es que se debe conocer la temperatura de transición vítrea a diferentes contenidos de humedad.

2.5.6 La temperatura de transición vítrea en el secado.

2.5.6.1 Temperatura de transición vítrea y contenido de humedad.

La determinación del punto de transición vítrea, ha tenido mayor aplicación en el secado por congelamiento (Liofilización) y el secado por aspersion. En el secado convectivo también se ha aplicado el concepto de transición vítrea. De acuerdo con Roos (1987), la temperatura de transición vítrea decrece con el incremento de la humedad. En sus estudios realizados con fresas de la variedad Senga Sengana, deshidrató fresas mediante liofilización con temperaturas de plato igual a 20, 40 y 60 $^{\circ}$ C, encontró que la Tg , la cual fue determinada en DSC con una velocidad de calentamiento de 5 $^{\circ}$ C/min, decrece con el incremento del contenido de humedad y que ésta es una función de la actividad acuosa. Ahmed y col. (2005) también observaron que un aumento en la actividad de agua corresponde a una disminución en



la temperatura de transición vítrea de pastas khalas deshidratadas. El mismo comportamiento para tomate (*Lycopersicon esculentum Mill*) fue observado por Telis y Sobral (2002).

Los estudios de Roos (1987) mencionan que ΔH_f (entalpía) aumenta cuando se incrementa el contenido de humedad. Pese a que en la discusión de resultados no menciona un efecto significativo de la temperatura de secado del material sobre la temperatura de transición vítrea, se observa un desplazamiento de las curvas del termograma, siendo la de mayor flujo de calor la muestra deshidratada a 20 ° C, seguida por la de 40 y por último la de 60° C. Dentro de este punto, concluye que el pico del flujo de calor en el termograma aumenta cuando se incrementa la temperatura del liofilizado. Un estudio similar fue desarrollado por Telis y Sobral (2002), quienes trabajaron con tomates frescos (*Lycopersicon esculentum Mill*) los cuales fueron deshidratados con aire caliente con flujo perpendicular a la muestra a diferentes temperaturas (40, 50, 60 y 70 ° C) con o sin tratamiento osmótico para equilibrar humedades y también deshidrataron tomates con liofilización. Observaron que una mayor actividad acuosa provoca la formación de un pico más grande en las curvas de flujo de calor del termograma.

Las curvas del termograma observadas por Telis y Sobral (2002) presentaron un incremento en el flujo de calor correspondiente a un aumento en el contenido de humedad. No observaron una clara diferencia de Tg entre las muestras deshidratadas a diferentes temperaturas, únicamente la variación causada por el contenido de humedad. Las muestras sin tratamiento osmótico presentaron una temperatura de transición vítrea un poco más baja que las de liofilización pero más alta que las tratadas osmóticamente. Esto podría indicar una diferencia estructural entre las muestras deshidratadas con aire y liofilización. Dentro del mismo estudio se menciona que las muestras con una actividad acuosa muy baja tienen un efecto inverso al mencionado anteriormente. Las muestras tratadas osmóticamente mostraron una temperatura de transición vítrea más alta, seguida por las muestras secadas con aire sin el tratamiento osmótico y finalmente las muestras liofilizadas.

Por otro lado, Roos (1987) menciona que los resultados de la determinación de Tg inicial podrían ser usados como un método indirecto para determinar la actividad acuosa en el secado por congelamiento de alimentos, no obstante, Tg podría calcularse a partir de los contenidos de humedad, tal como se da con la ecuación de Gordon y Taylor. La ecuación de Gordon y Taylor es el modelo matemático semi-



empírico que mejor se ajusta a los datos experimentales (Telis y Sobral, 2002; Chiralt y col., 2004); por lo tanto, en el presente trabajo se utilizara la ecuación de Gordon y Taylor para obtener las curvas de T_g contra contenido de humedad.

En diferentes trabajos se ha concluido que la temperatura de transición vítrea de muestras deshidratadas a diferentes temperaturas depende del historial térmico del material durante el liofilizado (Roos, 1987), pese a que dicho resultado se obtuvo en muestras deshidratadas por liofilización y no por secado convectivo, un resultado similar podría ser encontrado en el secado convectivo a diferentes temperaturas.

En los estudios de Roos (1987) también se menciona que las muestras que fueron deshidratadas a 20° C mediante liofilización, mostraron una mejor calidad y las muestras deshidratadas a 60° C mostraron una calidad inferior al resto de las muestras; igualmente, obtiene una mayor temperatura de transición vítrea con las muestras deshidratadas a 60° C y una menor transición vítrea con muestras deshidratadas a 40° C.

2.5.6.2 Inconsistencias en el cálculo de T_g .

El cálculo de T_g en DSC y MDSC frecuentemente causa problemas. De acuerdo con Vanchy (2002), la determinación de T_g es muy subjetiva y no existe un método estándar para determinarla. Los sistemas más comunes para determinar la temperatura de transición vítrea se muestran a continuación.

- I. El punto medio entre las dos inflexiones del termograma donde se presenta la transición vítrea, T_{g_1} y T_{g_2} , como el valor de T_g (figura 6); sin embargo, este sistema depende del criterio para establecer los límites en el cálculo de T_g .
- II. El valor de la primera inflexión ($T_{g_{inicial}}$, $T_{g_{final_2}}$ o T_{g_1}) del termograma de DSC y MDSC (figura 6).
- III. La cuarta inflexión ($T_{g_{final}}$, $T_{g_{final_2}}$ o T_{g_2}) también ha representado a T_g .
- IV. El valor de la intersección de la pendiente de T_{g_1} - T_{g_2} y la pendiente de T_{g_2} . (figura 7).

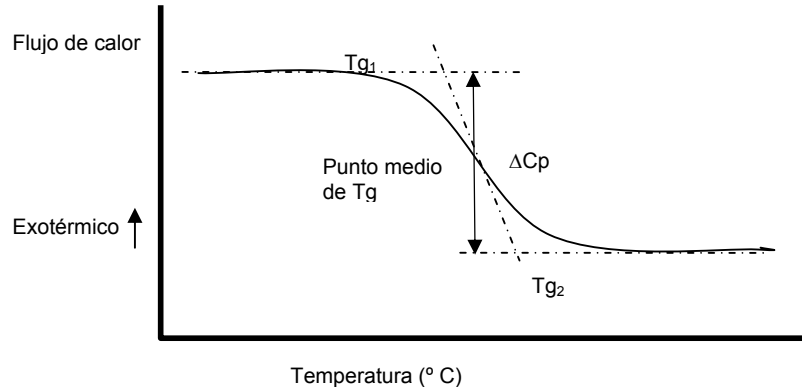


Figura 6. Medición de transición vítrea de alimentos mostrando el punto medio como T_g .

V. Se considera la pendiente de $T_{g_{final_2}} - T_{g_2}$ y la pendiente de $T_{g_{final_2}}$ o T_{g_3} para el cálculo de T_g cuando la curva de flujo de calor presenta una disminución del flujo de calor en el termograma, (figura 7).

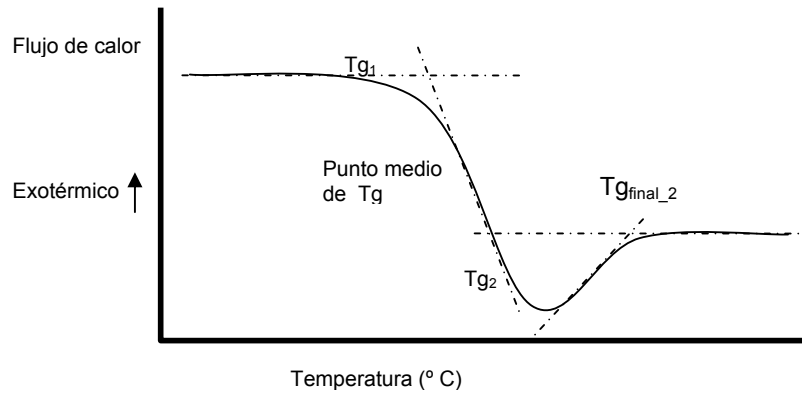


Figura 7. Medición de la temperatura de transición vítrea de alimentos considerando $T_{g_{final_2}}$.

- VI. El sistema propuesto en el presente trabajo se basó en la derivada del flujo de calor. Dado que en una parte del termograma los datos de flujo de calor se ajustan a una ecuación de una ecuación de tercer orden, la derivada de los mismos se ajusta a una ecuación de segundo orden y es más fácil determinar el punto de inflexión en una ecuación de segundo orden (figura 8). En este caso, la primera opción consiste en obtener el valor de T_g gráficamente, mediante la selección del punto medio del vórtice.
- VII. La derivada de los datos del flujo de calor calculada a partir de la intersección de las pendientes de la parábola formada.

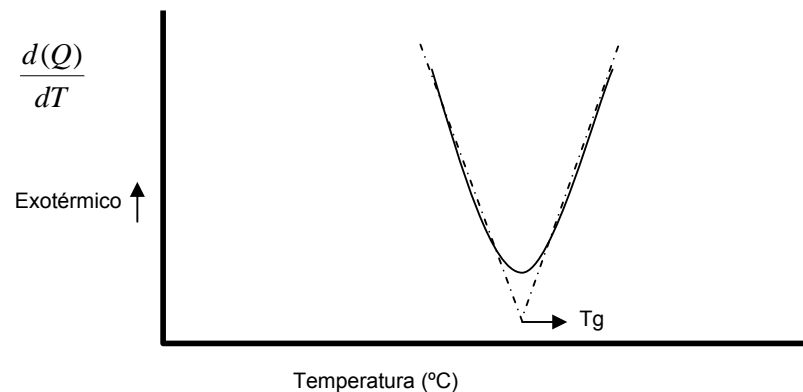


Figura 8. Derivada del flujo de calor para el cálculo de Tg. Q: flujo de calor.

Es importante tomar en cuenta que no todos los alimentos se ajustan a la curva descrita anteriormente.

En conclusión, para evaluar el efecto de las condiciones de secado en el calor de la temperatura de transición vítrea una pequeña variación en la medición de Tg puede dificultar la identificación de la existencia de una diferencia significativa o tendencia entre los tratamientos empleados. Por lo tanto, en el presente trabajo se establecerá un mismo criterio para todas las determinaciones de Tg y se valorarán los resultados obtenidos mediante los diferentes sistemas.

2.5.6.3 Efecto del tiempo de almacenamiento sobre Tg.

De acuerdo con Bhandari y col. (2004), el tiempo de almacenamiento afecta directamente al valor de la temperatura de transición vítrea, de acuerdo a sus resultados Tg aumenta con respecto al incremento de horas de almacenamiento transcurridas. Pese a que no se menciona en su estudio, los resultados de Tg se ajustan a una ecuación exponencial de la forma $Tg = (A + B \cdot (t_a)) \cdot \exp. (-C \cdot (t_a)) + D$, donde t_a es el tiempo de almacenamiento y A, B, C y D son coeficientes empíricos para ajustar la ecuación a los datos experimentales.

Dado que el incremento de Tg con respecto al tiempo de almacenamiento se comporta de acuerdo a una ecuación exponencial, se podría asumir que después de un largo tiempo de almacenamiento la Tg no cambiará significativamente, Tg tiende a ser constante cuando el tiempo de almacenamiento tiende al infinito. De acuerdo con los resultados de Bhandari y col. (2004), después de nueve días de almacenamiento la temperatura de transición vítrea tiene a ser constante.



Se recomienda que para comparar Tg debe tomarse un mismo criterio en cuanto el tiempo de almacenamiento, es decir, determinar la Tg de todas las muestras inmediatamente después del secado o bien, después de un tiempo estándar de almacenamiento.

Capítulo III. Metodología.

3.1 Procedimiento general.

Antes de someter un alimento a un proceso de secado es necesario considerar las características del material, la calidad deseada del producto, el consumo de energía del proceso, y el capital de la investigación. Concretamente, la metodología que se siguió en el presente trabajo se dividió en dos fases.

Primera fase: se realizó un análisis de los datos de la temperatura de transición vítrea de muestras de ajo. Las muestras de ajo fueron obtenidas por Sosa (2004), éstas fueron deshidratadas con diferentes niveles de temperatura (20-40, 30-50, 40-60, 50-70). Se incrementó la temperatura 5° C cada 20 minutos, hasta llegar a la temperatura máxima del ciclo, a partir de ello, la temperatura se mantuvo constante hasta obtener un producto seco con un contenido de humedad menor al 10%. El análisis de los datos de T_g permitió valorar indirectamente el comportamiento del daño estructural con los diferentes niveles de temperatura y establecer los límites a trabajar con el ciclo en forma onda seudo cuadrada.

Segunda fase: Una vez establecidos los límites de los ciclos se procedió a establecer los periodos de onda a trabajar. Posteriormente se realizó la experimentación deshidratando hojuelas de ajo con los diferentes perfiles de calentamiento y se evaluó la calidad del producto considerando cuatro variables respuesta, tiempo de secado, rehidratación, densidad real y temperatura de transición vítrea (Figura 9). Con los resultados de dicha experimentación, se obtuvieron algunas conclusiones y recomendaciones para trabajos posteriores.

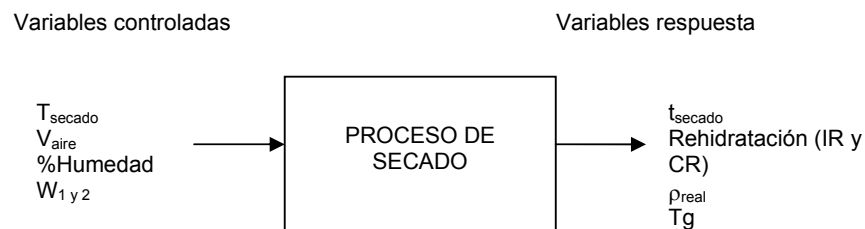


Figura 9. Variables utilizadas en el proceso de secado de ajo.



3.2 Preparación de la muestra de ajo (*Allium Sativum*, L.).

Se trabajó con dos tipos de ajo (*Allium sativum*, L), morado tipo poblano y blanco. La muestra de ajo morado tipo poblano fue tomada de la población Santa Cruz Papalutla, ubicada en la región de Valles Centrales, perteneciente al distrito de Tlacolula, Oaxaca. La muestra de ajo blanco se adquirió en un centro comercial de Québec, Canadá.

La característica principal del ajo seleccionado fue el tamaño. Se seleccionaron cabezas de ajo de 5 a 6 cm de diámetro, las cuales se pelaron y desgajaron. Se consideraron dientes de ajo con un ancho de 1.5 a 2 cm., y largo de 2 a 2.5 cm.

3.3 Experimentación.

Como resultados de la primera fase de la experimentación, se determinó que los límites del intervalo de temperaturas adecuado para el secado de ajo son de 40° y 60° C, puesto que en este rango de temperaturas el material no muestra un severo daño en la calidad del producto, además de ser no muy prolongado el tiempo de secado. Por lo anterior, se propuso trabajar en este intervalo de temperaturas mediante la aplicación de ciclos con forma de onda seudo cuadrada con variación en el periodo de tiempo (τ), los periodos probados fueron 60, 80, 120 y 160 min (figura 10).

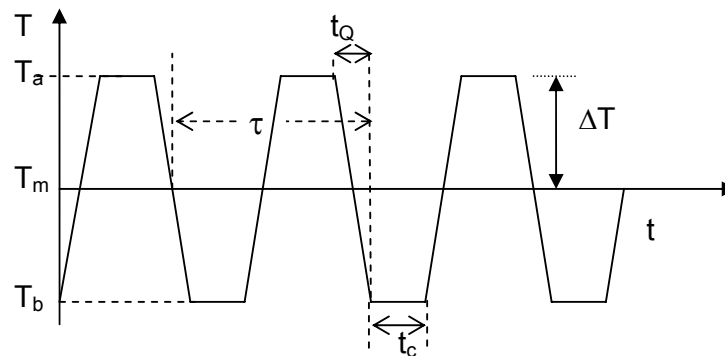


Figura 10. Ejemplo del perfil de calentamiento de aire utilizado en los programas cíclicos de secado.

La programación del ciclo se realizó de dos formas, la primera (ciclo ascendente), iniciando el calentamiento con 60° C (T_a) y la segunda (ciclo descendente), iniciando el calentamiento con 40° C (T_b), o bien, una onda seudo



cuadrada y una onda pseudo cuadrada inversa. El tiempo de calentamiento y enfriamiento (t_Q) en ambos casos fue de 20 min (figura 10).

Para el ciclo ascendente (40-60), el secado se comenzó a una temperatura de 40° C (T_b) y se aumentó la misma a 60° C (T_a), de tal manera que el tiempo transcurrido para llegar a 60° C fueron 20 minutos (t_Q). Posteriormente la temperatura se mantuvo constante durante 10, 20, 40 ó 60 minutos (t_c) dependiendo del periodo a trabajar (60, 80, 120 y 160 min respectivamente). Una vez terminado el lapso a temperatura constante (t_c) se inicia el descenso de la temperatura a 40° C en un periodo de 20 minutos (t_Q). Donde el periodo (τ) es función de t_c .

$$\tau = (t_Q + t_c) \times 2. \quad (8)$$

El ciclo descendente (60-40) comienza el secado con una temperatura de operación de 60° C (T_a), disminuyendo la temperatura a 40° C (T_b), de tal manera que el tiempo transcurrido para llegar a 40° C sean 20 minutos (t_Q). Posteriormente la temperatura se mantiene constante durante 10, 20, 40 y 60 minutos (t_c) dependiendo del periodo a trabajar (60, 80, 120 y 160 min respectivamente). Una vez terminado el lapso a temperatura constante (t_c), nuevamente aumenta la temperatura a 60° C en un periodo de 20 minutos (t_Q).

Se realizaron pruebas de secado a temperatura constante, puesto que, es necesario tener siempre una referencia de comparación. En dichas pruebas se evaluaron cuatro niveles de temperatura (40, 50, 60 y 70 ° C); por lo tanto, las pruebas de secado a trabajar se muestran en la tabla I.

Tabla I. Ciclos de temperatura de operación

	t_c (min.)	Periodo (τ) (min.)	T_{secado}
Ascendente (40-60 ° C)	10	60	
	20	80	
	40	120	
	60	160	
Descendente (60-40 ° C)	10	60	
	20	80	
	40	120	
	60	160	
Temperatura constante	--	--	40
	--	--	50
	--	--	60
	--	--	70



3.3.1 Diseño de experimentos.

Para la evaluación del efecto de la temperatura de secado en las variables respuesta se realizó una serie de experimentos de acuerdo a los diseños mostrados en las tablas II y III. El diseño de experimentos fue unifactorial. Por cada nivel se realizaron dos repeticiones. Se consideraron todas las pruebas para obtener el orden aleatorio en ambos diseños de experimentos.

Tabla II. Diseño de experimentos de un solo factor para la deshidratación de ajo con temperatura constante.

	No de Prueba	Orden aleatorio	Factor: Temperatura			
			40	50	60	70
Temperatura constante	1	1	■			
	2	2		■		
	3	5			■	
	4	10				■
	1	17	■			
	2	18		■		
	3	23			■	
	4	24				■

La experimentación solo tiene un factor el cual es el periodo de la onda pseudo cuadrada. Consta de dos bloques principales, bloque ascendente y bloque descendente. La experimentación se realizó con dos repeticiones.

Tabla III. Diseño de experimentos de un solo factor para la deshidratación del ajo (*Allium sativum*, L.).

	No de Prueba	Orden aleatorio	Factor: Periodo			
			60	80	120	160
Ascendente (40-60 ° C)	5	3	■			
	6	4		■		
	7	6			■	
	8	9				■
	5	11	■			
	6	16		■		
	7	19			■	
	8	20				■
Descendente (60-40 ° C)	9	7	■			
	10	8		■		
	11	12			■	
	12	13				■
	9	14	■			
	10	15		■		
	11	21			■	
	12	22				■



Para evitar confusión en el análisis de resultados del efecto de periodo sobre las variables respuesta se utilizará t_c en lugar de periodo en las páginas siguientes, ya que τ es función de t_c .

3.3.2 Cuidados en experimentación.

Dentro de todo el proceso de experimentación fue necesario cuidar diversos aspectos tales como: espesor de corte y tipo de corte del ajo, colocación de las hojuelas de ajo en las charolas de secado, contenido de humedad inicial y final de las muestras de ajo, colocación de sensores de temperatura interna y temperatura externa de la hojuela de ajo, sincronización de mediciones de temperatura y pérdida de peso del ajo durante el proceso de secado.

3.3.2.1 Tipo de corte de ajo y espesor de hojuela.

Los dientes de ajo seleccionados se pelaron y se cortaron en forma longitudinal con respecto a la parte angosta del diente de ajo, el espesor requerido fue de 2.2 ± 0.20 mm., usando un cortador de acero inoxidable.

Los dientes de ajo se hacían pasar en un mismo punto de la rebanadora de acero inoxidable para obtener hojuelas uniformes, también, se procuró que una misma persona cortara las hojuelas en todas las corridas para evitar problemas en la forma y el espesor de las rebanadas de ajo.

3.3.2.2 Colocación de las hojuelas de ajo en las charolas de secado.

Una vez cortadas las hojuelas de ajo, éstas fueron colocadas cuidadosamente en charolas evitando que los huecos entre cada hojuela de ajo sea muy grande. Lo anterior se realizó con la finalidad de poder utilizar el área de la charola, como área total de transferencia de masa y calor. Las hojuelas se tomaron con pinzas para evitar la transferencia de grasa de las manos hacia las hojuelas, ya que la grasa puede formar una capa que impida la transferencia de agua del ajo hacia el exterior.

Ya finalizada la distribución de las hojuelas en las charolas, se colocaron de 10 a 14 hojuelas de ajo en una charola pequeña de 8 x 6 cm, la cual se sobrepuso en el centro de la charola grande. Las hojuelas de la charola pequeña remplazaron a las hojuelas que fueron utilizadas en el proceso de la determinación del contenido de humedad inicial. Por último, cada charola fue colocada en bandejas de aluminio, éstas



fueron cubiertas con franelas saturadas de agua para evitar la pérdida de humedad antes de iniciar el secado en el túnel.

3.3.3 Contenido de humedad.

Para determinar el contenido de humedad inicial se utilizó el método de la estufa (AOAC 972.20, 1990). Se realizaron tres repeticiones colocando las muestras recolectadas en pesa-filtros con tapa, se utilizaron guantes de látex para evitar transferencia de humedad y grasa de las manos hacia los pesa-filtros.

El peso inicial de cada muestra (w_a) fue determinado en una balanza analítica marca sartorius modelo BP 211 D con sensibilidad de 0.01 mg. Posteriormente, los pesa filtros fueron colocados en una estufa (1) a 55 ° C durante 24 h en presencia de sílica gel y vacío de 1.41 kg/cm², después, se sacaron las muestras de la estufa (1) y se colocaron en otra estufa (2) a 55° C durante 24 h en presencia de P₂O₅ y vacío de 1.41 kg/cm². Al finalizar las 24 h, los pesa filtros fueron colocados en un desecador en presencia de P₂O₅ para acondicionar las muestras a temperatura ambiente. Por último, se determinó el peso final de las muestras (w_b).

Las formulas utilizadas para obtener el contenido de humedad base seca (X_{bs}) y el contenido de humedad base húmeda (X_{bh}) se muestran a continuación:

$$X_{bh} = \frac{w_a - w_b}{w_a}, \quad (9)$$

$$X_{bs} = \frac{w_a - w_b}{w_b}. \quad (10)$$

Donde

w_a Peso inicial de la muestra [kg]

w_b Peso de la muestra seca [kg]

Humedad al inicio del secado

La determinación del contenido de humedad del ajo al inicio del secado se realizó por triplicado (AOAC 972.20, 1990). Para cada pesa filtros se tomaron en forma aleatoria 2 hojuelas de cada charola con pinzas de disección, se colocaron dentro del mismo y se tapó inmediatamente. Una vez tapados los pesa-filtros se siguió el procedimiento del punto 3.3.3.



Posteriormente se colocaron las hojuelas de la charola pequeña en los huecos que se dejaron al retirar las muestras para los pesa filtros. Después de haber reemplazado las hojuelas de ajo se pesaron las charolas en una balanza Navigator marca OHAUS con sensibilidad de 0.5 g. para obtener el peso inicial de las mismas, independientemente de la determinación de contenido de humedad del ajo (AOAC 972.20, 1990)

Es importante mencionar que las charolas fueron cubiertas nuevamente con las franelas saturadas de agua después de la extracción de las hojuelas. Posteriormente se siguió el procedimiento para determinar el contenido de humedad.

Humedad al final del secado.

Una vez concluido el proceso de secado se procedió a determinar el contenido de humedad final, la determinación se realizó por triplicado. Se inició sacando la primera charola del túnel de secado, se pesó en una balanza Navigator marca OHAUS con sensibilidad de 0.5 g. Después, se tomaron 2 hojuelas de la charola con pinzas de disección y se colocaron en un pesa-filtros, el cual, se tapó inmediatamente. El proceso se repitió para cada pasa-filtro y para cada charola.

Una vez tomadas las 8 hojuelas para cada pesa-filtro y haberlo tapado perfectamente se procedió a pesar cada uno de ellos para obtener el peso inicial de la muestra y proceder a determinar el contenido de humedad final de acuerdo al procedimiento del punto 3.3.3.

3.3.4 Envasado de muestras.

Es necesario identificar las muestras de ajo para análisis posteriores, consecuentemente, las hojuelas de ajo deshidratado se envasaron a vacío en bolsas de plástico marcadas con el nombre de la prueba, la fecha y el número de charola.

Una vez envasadas las muestras se recomienda que se coloquen bajo una atmósfera controlada, en este trabajo todas las muestras envasadas se colocaron en bolsas grandes (selladas a vacío) y para controlar la humedad del medio se introdujeron bolsas (8 x 6 cm) de sílica.

3.3.5 Sistema de medición y registro de datos.

Las mediciones y registro de datos se llevaron a cabo en dos computadoras diferentes, las cuales se denominaron 1 y 2. Antes de iniciar con las mediciones del



experimento en sí, deben sincronizarse ambas computadoras iniciando con el encendiendo las mismas.

En la computadora (1) se utilizó un sistema de adquisición de datos con el software MAC-14 (Cole Parmer), el cual registra cada cinco minutos en la computadora los datos de temperatura interna y externa de la hojuela, temperatura del aire, humedad relativa del aire y temperatura ambiente. El registro y almacenamiento de las temperaturas comenzó hasta que se le indicó al programa con el submenú iniciar mediciones. Para lo anterior, se tecléo uno para guardar los datos, en ese momento el programa comenzó a registrar las temperaturas cada cinco minutos

En la computadora (2) se almacenaron los datos de peso, estos reflejan la velocidad con la cual se deshidrata el alimento. El registro del peso se realizó mediante el software Winwedge ® 3.0, el cual envía los datos a una hoja de cálculo en excel cada 5 minutos. La medición del peso se inició antes que la medición de temperaturas, lo anterior para poder verificar y eliminar los datos registrados antes del inicio del secado. Se recomienda comenzar la medición de peso al arrancar todo el equipo.

Las mediciones que se activaron primero fueron las de peso, en el momento cuando la computadora (2) arrojó la tercera o cuarta determinación de peso se comenzó a tomar el tiempo con un cronómetro para verificar que la medición se realice cada cinco minutos, antes de llegar a los siguientes cinco minutos se preparó la computadora (1). Al llegar a los cinco minutos siguientes, con respecto a cronómetro utilizado, se oprimió el submenú iniciar mediciones y la tecla entrar de la computadora (1) al mismo tiempo que se registró el siguiente peso. Con lo anterior, las computadoras 1 y 2 registraron al mismo tiempo las respectivas mediciones cada cinco minutos.

3.3.5.1 Detalles en mediciones de peso.

En la medición de peso se utilizó una balanza Navigator marca OHAUS con sensibilidad de 0.5 g, la cual se conectó a la computadora mediante un puerto serial RS232.

Para evitar un error en las mediciones se empleó la mayor cantidad de muestra posible. Este error puede llegar a ser muy importante, pues en un principio la pérdida de peso es grande, dicho peso puede reducirse en un 20% con respecto al peso inicial en un lapso de 30 minutos, y en los últimos 30 minutos del secado se pierde menos



del 1% del peso, por lo tanto un error en la medición del peso al inicio del secado no es significativo pero al final del proceso de secado puede llevar a más de una hora de secado extra, lo cual se refleja en la calidad del producto final y en los costos de producción.

Las charolas con las muestras fueron introducidas una por una en el soporte de carga, se cuidó que la posición y la orientación de las charolas en cada corrida fuera la misma. Se verificó que las charolas no rozara con las paredes del secador, también, se observó que la posición con respecto a las paredes de la celda fuera la misma. Esto, con la finalidad de evitar el error mencionado en el párrafo anterior.

3.3.5.2 Cuidados en la medición de temperatura.

Es importante tener el seguimiento de los datos de temperatura, ya que éstos reflejan el comportamiento de la transferencia de calor en las hojuelas de ajo y pueden ser utilizados para modelación del fenómeno. En la presente investigación se utilizaron termopares tipo T para mediciones de temperatura interna y externa de la muestra. Los termopares fueron colocados en diferentes hojuelas como se muestran a continuación:

Sensor de temperatura externa: Se colocó en la superficie de la hojuela, fue necesario adherirle al sensor una lámina delgada de aluminio de 6 mm. de diámetro para promediar un área mayor (no se observó variación en la medición de temperatura). El aumento de área permitió que la colocación del sensor fuera más sencilla y no fue necesario utilizar pegamento especial puesto que se adhirió con las sustancias del ajo.

Sensor de temperatura interna: Como su nombre lo indica, el sensor debe ser colocado en la parte interna de la hojuela, para lo anterior, se perforó la hojuela con una aguja en la parte lateral de la misma para posteriormente introducir el sensor en el orificio creado (se cuidó que la aguja no tocara la superficie de la hojuela, puesto que de ser así, la lectura no sería interna si no una mezcla de la temperatura interna y la temperatura externa). Fue necesario determinar el espesor de la hojuela, con el fin de utilizar este dato como referencia en un modelado posterior.

Se verificó que las lecturas de los sensores fueran lógicas, es decir, que la temperatura externa sea mayor que la temperatura interna y ambas deben estar por debajo de la temperatura de secado. Para evitar que las hojuelas se calentaran antes



de iniciar el secado, la hojuela con el sensor de temperatura interna se colocó en un recipiente con agua y la hojuela con el sensor de temperatura externa se colocó fuera del túnel sin introducirlo en agua. Al iniciar las mediciones del secado, las hojuelas se pusieron en una de las charolas de secado.

3.3.5.3 Medición y registro de humedad relativa y temperatura del aire.

La medición de humedad se realizó en un rango de 0 a 100% \pm 1% con un sensor HUMICAP® K y la medición de temperatura de bulbo seco se monitoreó con un sensor Pt 100 RTD 1/3 clase B IEC 751, con un rango de -40 a 180° C \pm 0.02°. Ambas señales fueron procesadas por un transmisor HMP235LD marca VAISALA, el cual tiene dos salidas análogas para conectarse al sistema de adquisición de datos

3.3.5.1 Control de temperatura, humedad y flujos de aire.

Para el control de temperatura se utilizó un controlador electrónico proporcional diferencial integral (PID) modelo 16A3030 marca LOVE CONTROLS, el cual, reguló la temperatura de calentamiento de las resistencias eléctricas ubicadas en la parte inferior del túnel y el enfriamiento del sistema. El enfriamiento del sistema se realizó con una bomba de calor constituida por un condensador, una válvula de expansión y un evaporador conectado en serie.

El control adecuado de la temperatura, calentamiento y enfriamiento, permitió aplicar los perfiles en forma de onda pseudo cuadrada.

La regulación de la velocidad de aire se realizó por medio de un convertidor de frecuencia marca SAMI o 18 MD2 044MD2, con voltaje de 220/230/240 V1 en fase principal, la frecuencia se modificó hasta obtener una velocidad de aire de 2 m/s.

3.4 Parámetros de calidad a evaluar.

Se compararon los resultados obtenidos en la experimentación realizada en este trabajo, con los resultados obtenidos con el secado con condiciones de temperatura constante para probar la hipótesis establecida en el capítulo uno. Los parámetros que se emplearon para evaluar la calidad fueron el índice de rehidratación, el coeficiente de rehidratación, la densidad real, el tiempo de secado y temperatura de transición vítrea.



3.4.1 Tiempo de secado.

Para evaluar el tiempo de secado se consideró el tiempo cuando las muestras alcanzaron un contenido de humedad ($X_{b,h.}$) de 0.12. El tiempo de secado se obtuvo a partir de la interpolación de los datos cercanos a 0.12.

3.4.2 Rehidratación.

La rehidratación es una medida del daño estructural, por lo tanto, en el presente trabajo se consideró tanto el índice como el coeficiente de rehidratación.

Las determinaciones de rehidratación se realizaron por duplicado calculando el índice de rehidratación y el coeficiente de rehidratación. La temperatura utilizada fue de 80° C, la cual fue controlada mediante un baño marca HAAKE. Para controlar el volumen de agua destilada utilizado en cada repetición se introdujo un vaso (1) de precipitados de mayor capacidad con un litro de agua, cuando se alcanzó el equilibrio de temperatura con el baño se comenzó con la experimentación.

La cantidad de muestra utilizada en cada repetición fue de 5 g, la cual se colocó en pesa-filtros para evitar rehidratación por efecto de la humedad del ambiente y se pesaron en una balanza analítica Sartorius modelo BP 211 D con sensibilidad de 0.01 mg. Se tomaron 50 ml de agua destilada del vaso (1) con una pipeta volumétrica, los cuales fueron depositados en un vaso de precipitados de 100 ml.

Para evitar pérdida de agua, el vaso se tapó con un vidrio de reloj, posteriormente se agregó la muestra de ajo al vaso con agua, el tiempo de contacto fue de 3 minutos. Es importante mencionar que los vasos pequeños utilizados también se encontraban dentro del baño para controlar la temperatura durante el tiempo de contacto.

Concluidos los tres minutos en la rehidratación, el agua se drenó vertiendo el contenido del vaso en un embudo Büchner con papel filtro. El exceso de agua en la hojuelas se removió con papel filtro, para lo cual, las hojuelas se distribuyeron en un papel filtro cuidando que no estuvieran encimadas, posteriormente se colocó otro papel filtro encima de las hojuelas y se oprimieron con la palma de la mano. El procedimiento con papel filtro se repitió tres veces para cada determinación.

La muestra fue colocada en una caja de petri para evitar deshidratación de la misma, y finalmente se pesó la muestra hidratada. El peso obtenido se utilizó para



calcular el coeficiente de rehidratación (CR) y el índice de rehidratación (IR) mediante las ecuaciones (1) y (2), respectivamente.

3.4.3 Determinación de densidad real del ajo deshidratado.

Se utilizó un stereopícnómetro modelo SPY – 5DC marca Quantachrome, la calibración del equipo se realizó con una esfera de acero con diámetro nominal igual a 4.7625 cm y volumen de $56.5592 \pm 0.0023 \text{ cm}^3$.

Este equipo está diseñado para medir el volumen de sólidos. Se basa en el principio de desplazamiento de fluidos de Arquímedes. El stereopícnómetro consta de dos celdas cilíndricas de volumen conocido. La celda de la muestra (1) tiene un volumen (V_c) de 161.6942 cm^3 y la celda (2) tiene un volumen (V_a) de 73.2478 cm^3 .

La presión de gas de entrada en la calibración fue de $0.050 \text{ Kg/cm}^2 \pm 0.00014$, el tiempo considerado para saturar la celda de V_a fue de 20 minutos en la primera lectura y 5 minutos en las lecturas posteriores se consideraron 2 minutos para purgar la celda de la muestra. Se utilizaron 30 a 32 g de ajo deshidratado, la presión utilizada fue de $1.1951 \text{ Kg./cm}^2 \pm 0.003$, en este punto el gas para presurizar V_a también entro con una presión de $0.050 \text{ Kg/cm}^2 \pm 0.00014$ y se consideraron los tiempos del punto anterior. Fue necesario esperar a que se estabilizara el sistema, esto debido a que existe calor de disipación de la muestra que afecta la lectura de presión; sin embargo, las lecturas de presión se tomaron después de 13 minutos para evitar errores, la variación de presión después de este tiempo fue de 0.001 kg/cm^2 cada 40 segundos.

La primera lectura de presión (P_a) se tomó antes de abrir la válvula que une a las celdas 1 y 2, la segunda lectura de presión (P_b) se tomó después de abrir la válvula. La fórmula que fue utilizada es la siguiente:

$$V_p = V_c + \frac{V_A}{1 - P_a / P_b} \quad (11)$$

Donde:

- V_p Volumen de la muestra [m^3]
- V_c Volumen de celda contenedora de la muestra [m^3]
- V_A Volumen agregado de gas (He, $P = 0.050 \text{ kg/cm}^2$) [m^3]
- P_a Presión antes de presurizar la celda [kg/cm^2]
- P_b Presión después de de añadir V_A [kg/cm^2]



Una vez determinado el volumen de la muestra (V_p), se obtuvo la densidad del mismo haciendo un ajuste por el agua contenida en el ajo de la siguiente manera.

Considerando que la masa del ajo completamente seco (w_1) esta dada por:

$$w_1 = W - w_2, \quad (12)$$

Y el volumen de la muestra esta dada por:

$$V_1 + V_2 = V_p, \quad (13)$$

La densidad del ajo anhidro (ρ_1) se determinó como sigue.

$$\rho_1 = \frac{w_1}{V_1} = \frac{W - w_2}{V_p - \frac{w_2}{\rho_2}}. \quad (14)$$

Donde:

ρ_1, ρ_2	Densidad del ajo anhidro y la densidad del agua respectivamente [kg/m ³].
w_1, w_2	Masa del ajo anhidro y masa de agua contenida en el ajo [kg].
V_1, V_p	Volumen del ajo anhidro y volumen total del ajo (agua mas ajo anhidro) [m ³].

El contenido de humedad de la muestra, considerada como la masa de agua en la muestra (w_2), es determinada siguiendo el procedimiento mostrado en el punto 3.3.3. La densidad del agua (ρ_1) es conocida.

3.4.4 Determinación de la temperatura de transición vítrea de alimentos

Con los datos de Tg de las muestras deshidratadas de acuerdo con los perfiles de calentamiento empleados se determinó la temperatura de transición vítrea del ajo anhidro (Tg anhidra), la cual se introducirá en la ecuación de Gordón y Taylor (Ecuación 6) para poder determinar la curva de Tg contra contenido de humedad de la muestra.



3.4.4.1 Preparación de la muestra y envasado

De cada corrida de secado a diferentes temperaturas se trituró 1 g de ajo en un mortero, posteriormente se envasó en tubos capilares para su almacenamiento y para evitar rehidratación del polvo.

3.4.4.2 Determinación de Tg

Durante la primera fase de la experimentación, la temperatura de transición vítrea (Tg) se obtuvo realizando las pruebas en un DSC (modelo Pyris 1, Perkin Elmer, Estados Unidos). El equipo se calibró usando un metal de alta pureza (Indio) cuya temperatura y entalpía de fusión son conocidas (156.6° C y $\Delta H = 28.45$ J/g). La cantidad de muestra utilizada fue de 20-25 mg de ajo seco, las muestras se colocaron en capsulas de aluminio y se sellaron herméticamente. Como referencia se utilizó una capsula vacía. Las muestras se calentaron a una velocidad de calentamiento de 5° C/min. en un rango de temperatura de -10° C a 100° C.

La temperatura de transición vítrea se determinó con la ayuda del software de análisis de datos del equipo.

Durante la segunda fase de la experimentación se utilizó un MDSC (marca TA Instruments, modelo Q100), la temperatura de transición vítrea se obtuvo con el software Universal Analysis 2000 versión 4.1.D. Se realizó un análisis por muestra de secado. La velocidad de calentamiento utilizada fue de 3° C/min. en un rango de -50 a 150 °C. El tamaño de muestra utilizado fue de 25.56 ± 2.91 mg. Las muestras se colocaron en capsulas de aluminio y se sellaron herméticamente, como referencia se utilizó una capsula vacía.

3.4.5 Elaboración de curva de Tg contra contenido de humedad.

Los cálculos para obtener la curva de contenido de humedad contra temperatura de transición vítrea del ajo (*Allium sativum* L.), se realizaron con la programación de la ecuación de Gordon y Taylor en Mathcad profesional (Anexo C).

Es importante mencionar que el ajo es un sistema multicomponente; sin embargo, no se conoce la temperatura de transición vítrea de cada componente, por lo que se consideró la Tg del ajo seco como Tg del componente 1 y la Tg del agua como la del componente 2. Fue necesario determinar la temperatura de transición vítrea del ajo anhidro (Tg₁) por medio de la ecuación de Gordon y Taylor (Ecuación 5) con el mismo programa de Mathcad profesional (Anexo C).



Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados.

4.1 Resultados de la primera fase de experimentación.

Las muestras deshidratadas con los diferentes perfiles de calentamiento se sometieron a un barrido en DSC para obtener los datos de la temperatura de transición vítrea (T_g). Los valores obtenidos de T_g se muestran en la tabla IV.

Tabla IV. Resultados de la temperatura de transición vítrea y contenido de humedad de las muestras de ajo en polvo. a: media de dos repeticiones.

Muestras	$T_g(^{\circ} \text{C})^a$	$X_{b,h}$
30° C	60.225 \pm 1.517	6.444
20-40° C	62.447 \pm 0.027	5.771
30-50° C	55.638 \pm 1.428	6.678
50° C	58.583 \pm 0.683	6.090
40-60° C	59.178 \pm 0.153	4.858
50-70° C	62.275 \pm 0.911	4.831

Gráficamente es posible tener una mejor idea del comportamiento de T_g con respecto a la temperatura de secado del alimento. En la figura 11 no se muestra claramente que la temperatura de transición vítrea tiende a incrementarse con la disminución del contenido de humedad, sin embargo, estos puntos son solamente parte de toda la tendencia que tendría el ajo a diferentes contenidos de humedad.

T_g no muestra una tendencia lógica y tampoco una clara relación con la temperatura de secado, no obstante, es necesario aislar los efectos para poder apreciar mejor la influencia de la temperatura de secado en la temperatura de transición vítrea.

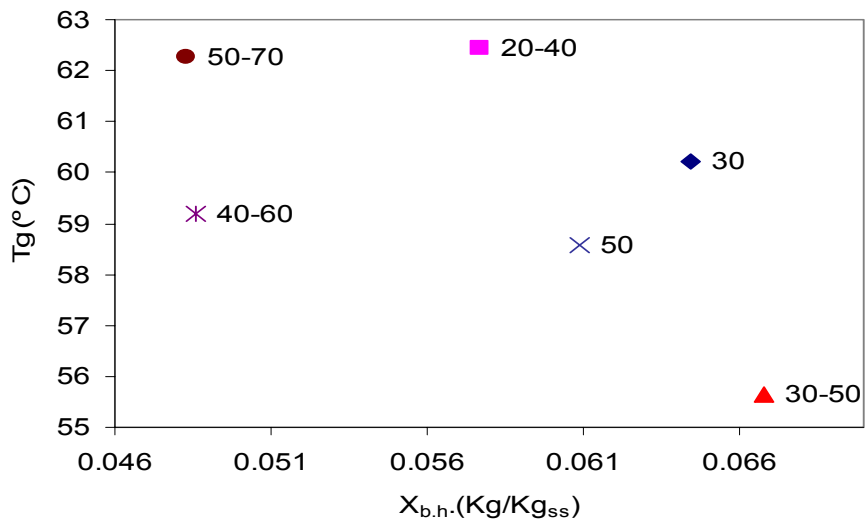


Figura 11. Temperatura de transición vítrea del ajo con relación al contenido de humedad de ajo deshidratado con calentamiento en forma de rampa escalonada ascendente.

El contenido de humedad de las muestras no es el mismo. Este puede ser un factor que influyó en la variación de la temperatura de transición vítrea obtenida. En la figura 12 se puede observar el contenido de humedad de las muestras con respecto a la temperatura de secado.

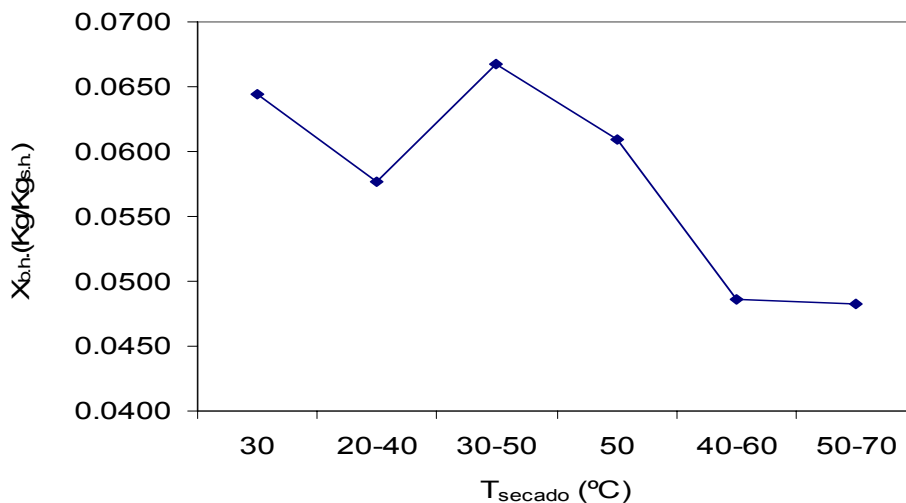


Figura 12. Temperatura de secado del ajo con relación al contenido de humedad del ajo.

Como se puede observar, la variación en el contenido de humedad es de 0.79 unidades, sin embargo, este puede ser el factor que afectó a T_g .



4.1.1 Tg anhidra y densidad anhidra.

La tabla 5 mostrada en la parte inferior hace referencia a los resultados obtenidos de densidad del ajo anhidro correspondiente a cada secuela de secado.

Tabla V. Resultados obtenidos de densidad de ajo anhidro correspondiente a cada programa de secado.

T_{secado} (° C)	ρ (kg/m ³)
30	---
20-40	1.5344 ± 0.045
30-50	1.4506 ± 0.003
50	1.2306 ± 0.046
40-60	1.3617 ± 0.014
50-70	1.3389 ± 0.002

Las densidades obtenidas mediante experimentación no son iguales como se esperaba, es decir, el valor de densidad no es constante para cada muestra (figura 13). Dicha variación pudo ser ocasionada por un cambio de estructura de las muestras. Gráficamente se puede observar cómo se comporta la densidad con respecto a la temperatura de secado, se puede ver cierta tendencia de la densidad a disminuir con el incremento de la temperatura de operación durante el proceso de secado.

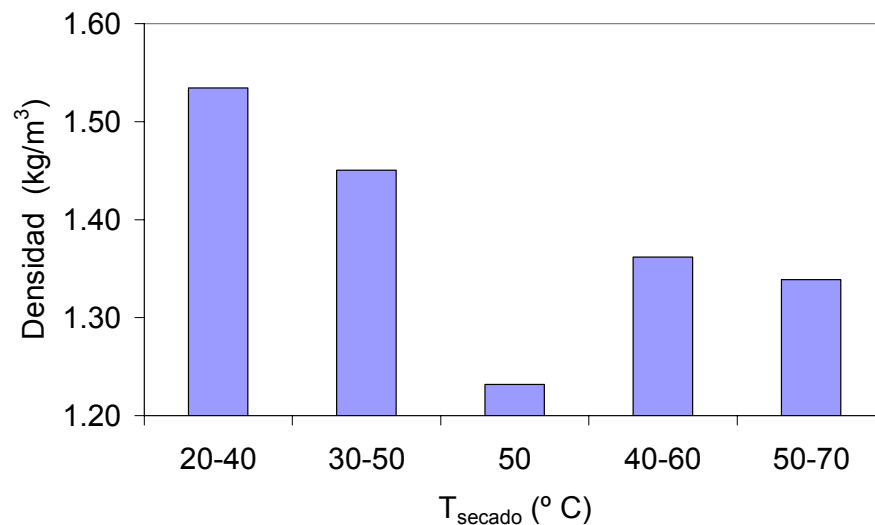


Figura 13. Densidad del ajo anhidro con relación a la temperatura de secado.

Las densidades calculadas, se introdujeron en la ecuación de Gordon y Taylor para poder determinar los valores de K_{G-T} y Tg_2 (ajo anhidro) de cada muestra de ajo



obtenida de los diferentes procesos de secado. Los resultados se muestran en la tabla VI.

Tabla VI. Constantes $K_{(G-T)}$ y Tg_1 (ajo anhidro) para cada muestra.

T_{secado} (° C)	Tg_1 ajo anhidro (° C)	$K_{(G-T)}$
30	---	---
20-40	114.5555	4.3092
30-50	110.6522	4.0328
50	100.4314	3.3336
40-60	95.2003	3.6332
50-70	98.3555	3.6030

Gráficamente se pueden observar las temperaturas de transición vítrea sin que estas sean enmascaradas por el efecto del agua. La grafica se elaboró tomando en cuenta la temperatura máxima de secado (figura 14).

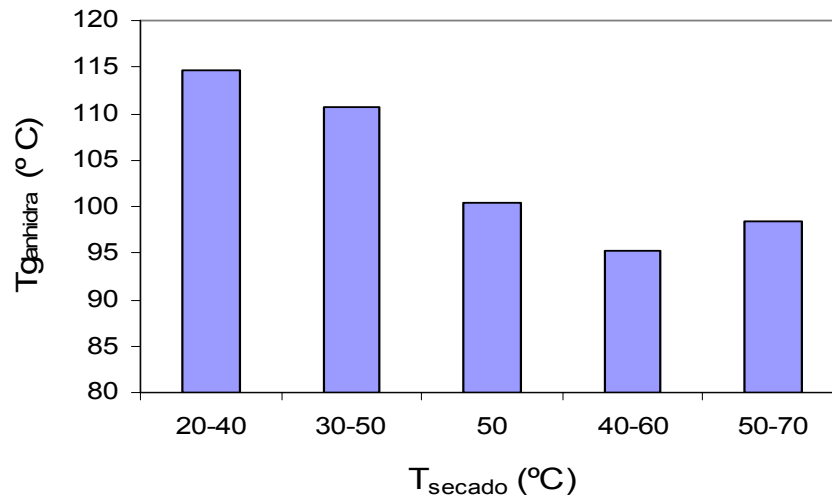


Figura 14. Gráfico de temperatura de transición vítrea anhidra del ajo con relación a la temperatura de secado.

Se observa cierta tendencia de la temperatura de transición vítrea con respecto a la temperatura de secado, al igual que en la densidad del ajo anhidro. Independientemente de la tendencia de Tg a aumentar con la disminución de contenido de humedad, es posible que a mayor temperatura de secado y exposición a efectos térmicos mayor sea el deterioro del ajo, lo que indicaría un efecto de la temperatura de secado sobre la temperatura de transición vítrea. En este caso Tg disminuye con el aumento de la temperatura de secado, (figura 14).



Nótese que la muestra con una T_g más baja es la de 40-60, y la de mayor T_g 20-40. El secado a temperaturas bajas se recomienda a menudo, pero es muy prolongado y el tiempo de secado también pondría afectar a la calidad del producto. Las temperaturas altas para la deshidratación no son muy recomendables ya que se observa un deterioro mayor por efectos térmicos.

Probablemente sea posible encontrar un punto donde el daño causado al alimento sea aceptable y el tiempo de secado también sea menor. Con los resultados obtenidos de la tabla 6 obtenemos las curvas de temperatura de transición vítrea contra contenido de humedad del ajo para cada muestra, dichas curvas se muestran en la figura 15.

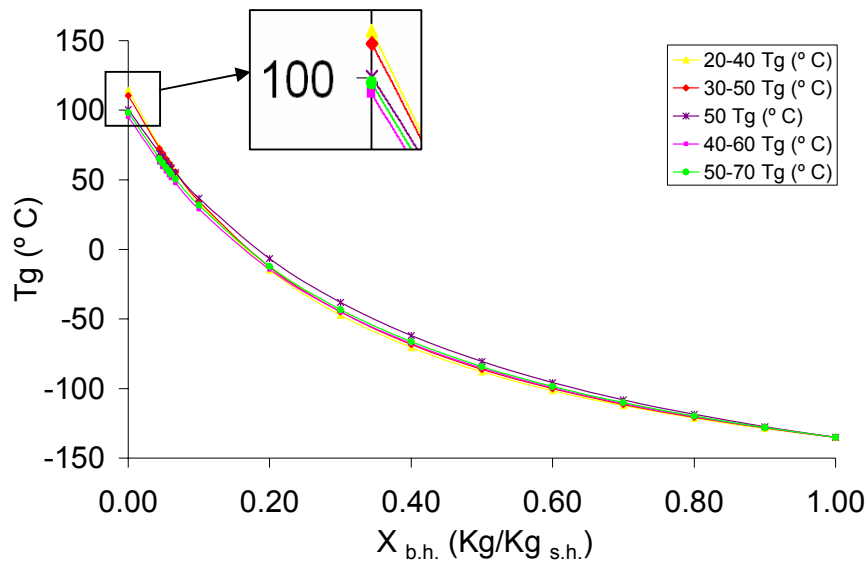


Figura 15. Curva de temperatura de transición vítrea de ajo con relación al contenido de humedad, obtenidas con la ecuación de Gordon y Taylor.

Como se puede observar en la figura 15 la temperatura de transición vítrea tiende a disminuir con el incremento del contenido de humedad, lo cual ha sido ratificado por diversos autores. Las curvas de contenido de humedad con relación a la temperatura de transición vítrea no son idénticas, esta diferencia es ocasionada por las diferentes temperaturas de transición vítrea de las muestras de ajo anhidro que fueron secadas a diferentes temperaturas.



4.1.2 Comparación de temperaturas de secado con las temperaturas de transición vítrea.

En la figura 16 se muestran las curvas de las temperaturas de secado durante el proceso de secado de ajo y las curvas de temperatura de transición vítrea.

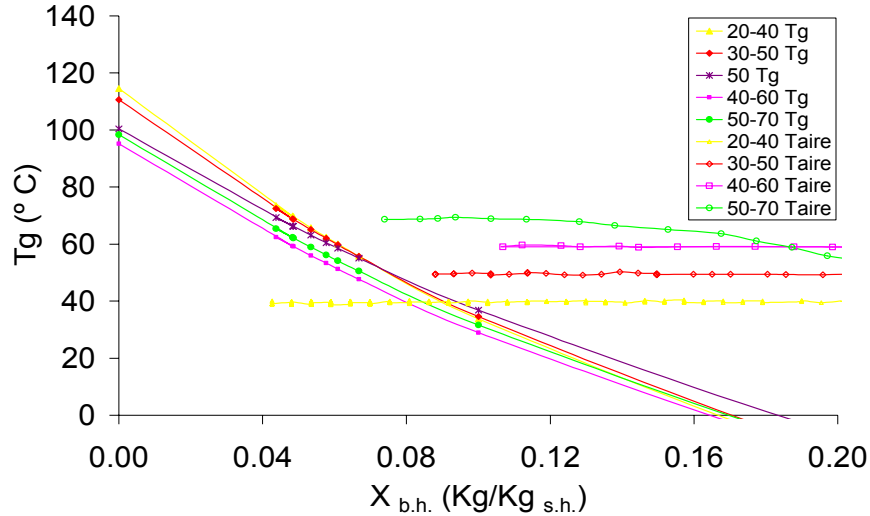


Figura 16. Comparación de temperaturas de secado y temperatura de transición vítrea del ajo.

Como se puede observar, las curvas de la muestra deshidratada con la temperatura de secado 20-40 se cruzan, esto podría indicar un cambio de fase de la muestra del estado meta-amorfo al estado vítreo. Por lo tanto, se infiere que es importante no cruzar las curvas de Tg con relación al contenido de humedad para evitar el deterioro que esto podría causar.

A continuación se muestra el gráfico del coeficiente de rehidratación para el ajo (figura 17). El coeficiente de rehidratación también es una medición indirecta del grado de afectación estructural. El tiempo de secado también es otro factor que afecta la calidad del producto, de acuerdo con los resultados de Sosa (2004), la muestra 20-40 tiene un mayor tiempo de secado que la muestra de 30-50 y la muestra de 20-50 tiene un mayor tiempo de secado que la muestra de 40-60.

Como se puede observar en la figura 17, la muestra deshidratada con temperatura de secado 20-40 tiene una mayor rehidratación, pero un mayor tiempo de secado; las muestras 40-60 y 30-50 tienen una rehidratación y un tiempo un poco menor que las de 20-40. La Tg de la muestra de 40-60 es la más baja, además de tener un tiempo de secado menor y una rehidratación igual que la muestra de 30-50. De acuerdo con Roos (1987), a mayor Tg menor calidad, por lo tanto los límites de



temperatura que podrían ser utilizados para deshidratar ajo sin tener un tiempo de secado tan largo y una calidad aceptable son 40 y 60 °C. En la segunda parte de la experimentación se trabajará con dichos límites de temperatura.

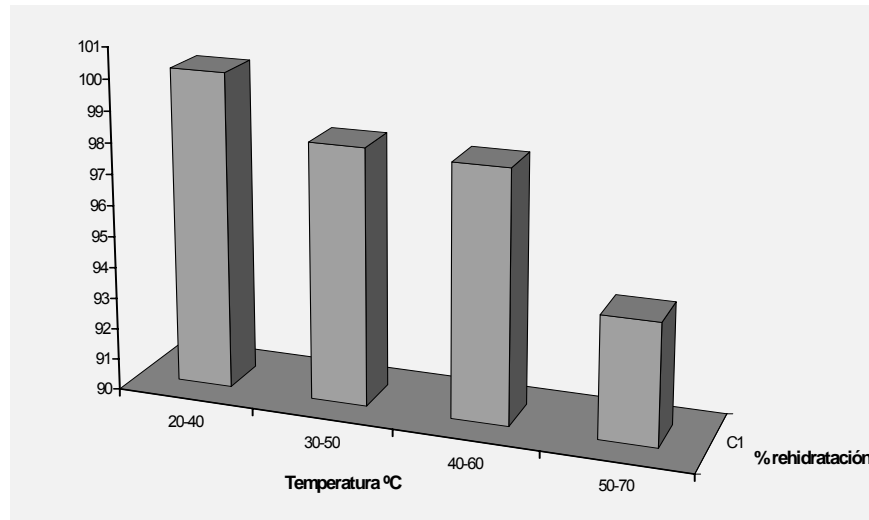


Figura 17. Coeficiente de rehidratación para el ajo morado tipo poblano.

Fuente Sosa (2004).

4.2 Resultados de la segunda fase de experimentación.

Dentro de la segunda fase de experimentación, se muestran los resultados encontrados en cuanto a tiempo de secado, control de los perfiles de calentamiento, rehidratación de las muestras, densidad real y temperatura de transición vítrea.

4.2.1 Perfil de calentamiento.

De acuerdo al diseño de experimentos se probaron dos temperaturas como límites superior e inferior (40 y 60 °C). Para comparar el efecto de las condiciones variables se realizaron pruebas de se secado a temperatura constante, los perfiles de calentamiento se muestran en la figura 18, como se puede observar, el control de la temperatura se llevo adecuadamente.

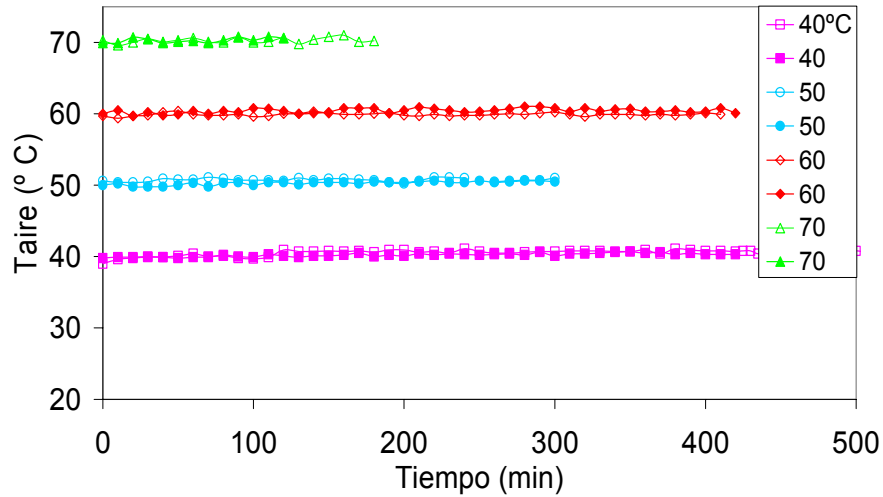


Figura 18. Perfil de calentamiento del aire durante el proceso de secado de ajo a temperatura constante.

Los perfiles de temperatura de los ciclos que se requieren evaluar fueron ascendente (40-60) y descendente (60-40). Se puede observar que los perfiles de calentamiento del aire en forma de onda seudo cuadrada empleados en la deshidratación del ajo fueron monitoreados correctamente (figura 19 y 20).

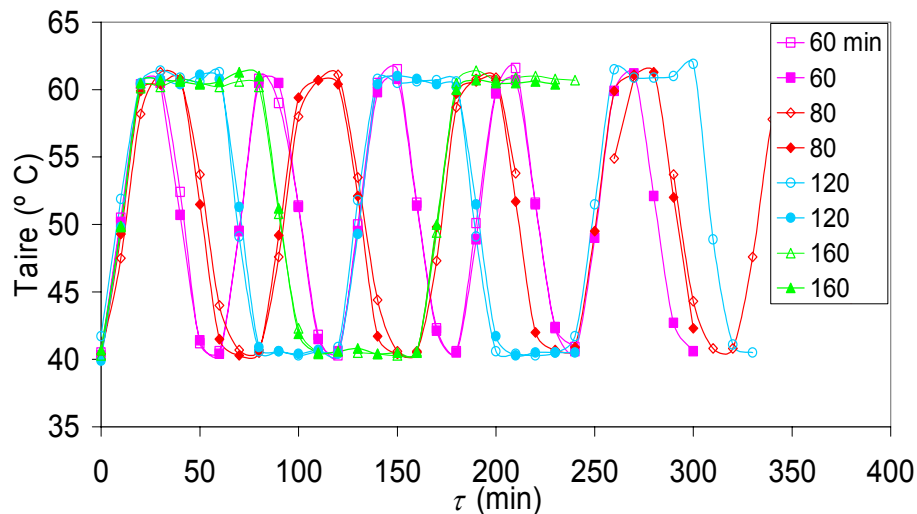


Figura 19. Perfil de calentamiento del aire en forma de onda seudo cuadrada empleado en la deshidratación de ajo (ciclo ascendente: 40-60).

Se puede apreciar también que el control de temperatura sigue adecuadamente el ciclo seudo cuadrado ascendente (40-60) y descendente (60-40) (figura 19 y 20).

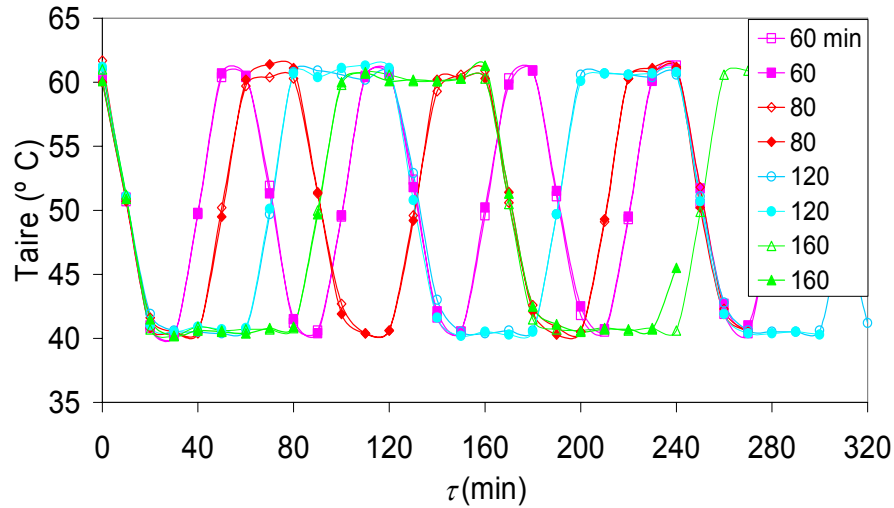


Figura 20. Perfil de temperatura en forma de onda pseudo cuadrada empleado en la deshidratación de ajo (ciclo descendente: 60-40).

4.2.2 Tiempo de secado.

Los resultados de la evaluación del tiempo de secado permite observar que temperatura puede ser apropiada para el deshidratado de ajo; sin embargo, éstos resultados también fueron utilizados para comparación con los tiempos de secado obtenidos de los ciclos ascendente y descendente.

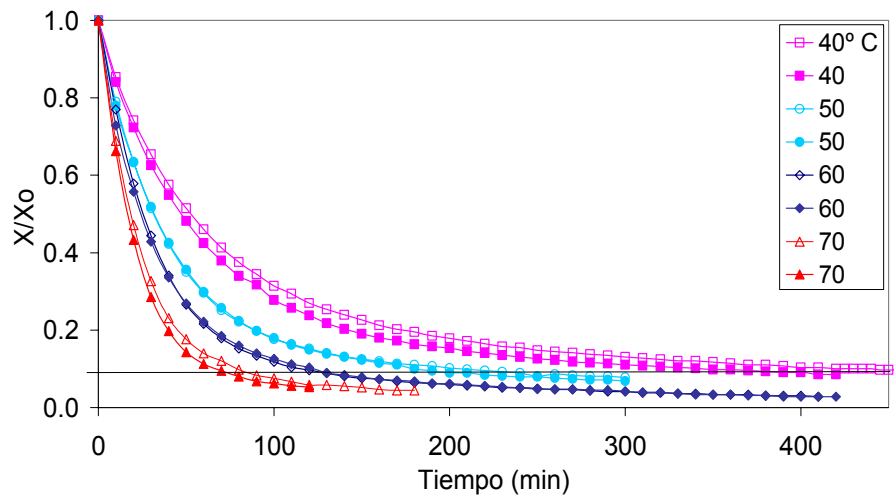


Figura 21. Cinética de secado a temperatura constante de ajo.

La tendencia del contenido de humedad a disminuir con respecto al tiempo es lógica, así como, la tendencia a disminuir el tiempo de secado con respecto a un incremento en la temperatura de operación (figura 21).



El comportamiento de la pérdida de peso con respecto al tiempo de secado del ciclo ascendente (40-60) y descendente (60-40) se puede observar en las figuras 22 y 23 respectivamente. A diferencia de las pruebas de secado a temperatura constante, en las pruebas con calentamiento en forma de onda seudo cuadrada no se puede percibir una diferencia clara en los tiempos de secado. El periodo de la onda seudo cuadrada no es un factor que afecte al tiempo de secado de ajo.

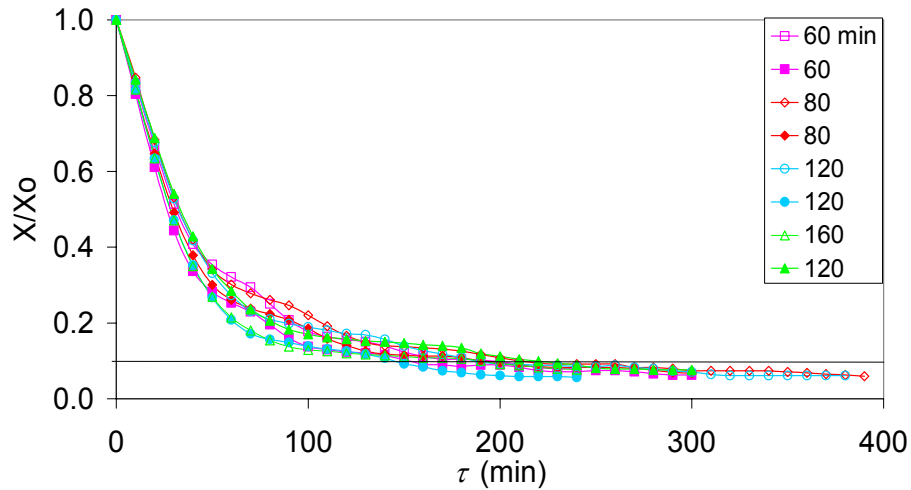


Figura 22. Cinética de secado del ajo en el ciclo ascendente (40-60).

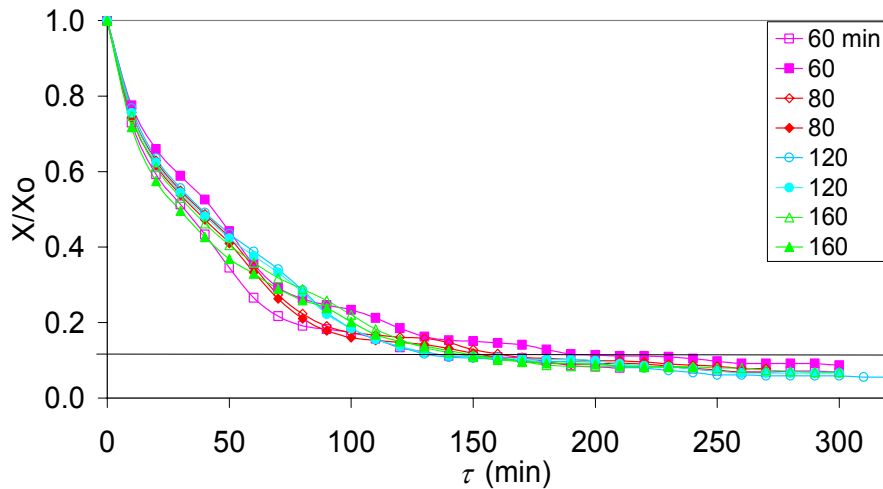


Figura 23. Cinética de secado del ajo en el ciclo descendente (60-40).

Ahora bien, en la figura 24 se presenta el tiempo de secado de cada una de las muestras que fueron deshidratadas (temperatura constante y ciclos). El criterio para evaluar el tiempo de secado fue el cuando las muestras alcanzaron un contenido de



humedad ($X_{b,h}$) de 0.12. El tiempo de secado se obtuvo a partir de la interpolación de los datos cercanos a 0.12.

La tendencia del tiempo de secado con respecto a la temperatura, en el caso de las muestras deshidratadas a temperatura constante, es descendente; a mayor temperatura, menor es el tiempo de secado. Lo anterior puede darnos idea del costo energético utilizado en cada prueba con temperatura constante.

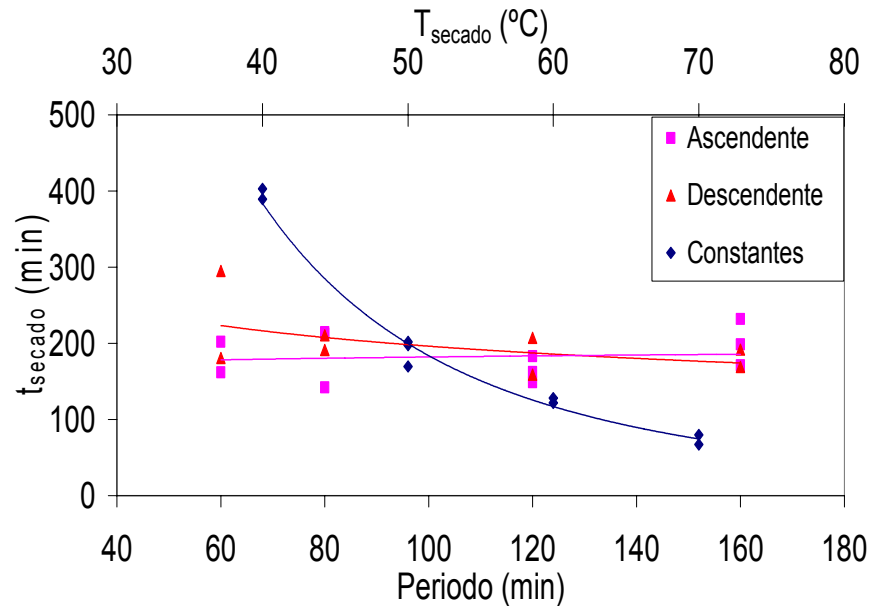


Figura 24. Eje (x) primario: Efecto del periodo del periodo de los ciclos ascendente y descendente en el tiempo de secado del ajo a $X_{b,h} = 0.12$. Eje (x) secundario. Efecto de la temperatura a condiciones constantes (T_{secado}) en el tiempo de secado del ajo a $X_{b,h} = 0.12$.

En el caso de los ciclos ascendente y descendente se tiene una dispersión en los datos de tal forma que no es posible observar una tendencia definida, sin embargo, se puede apreciar que el tiempo de secado es muy similar en todos los casos, incluso, similar al tiempo de secado obtenido con la prueba a temperatura constante de 50°C . Nótese que la temperatura media (T_m) de ambos ciclos es 50°C . Por lo tanto, con relación a la duración del secado cualquier tipo de ciclo puede emplearse sin haber diferencia entre ellos, siendo también importante mencionar que la elección del ciclo se basará únicamente en los resultados de rehidratación, densidad y temperatura de transición vítrea del producto deshidratado.



4.3 Rehidratación.

La capacidad de rehidratación de cada una de las muestras obtenidas del proceso de secado se evaluó en términos de capacidad e índice de rehidratación. A continuación se muestran los resultados obtenidos de la determinación de rehidratación.

4.3.1 Condiciones constantes.

Se realizaron dos repeticiones de la experimentación completa para la determinación de la capacidad de rehidratación, la primera serie se realizó tres meses después de la última experimentación de secado y la segunda serie se realizó una semana después de la primera determinación. De acuerdo con los resultados del análisis de datos experimentales no hay datos extraños, de igual forma, la distribución de los datos sigue una tendencia normal; sin embargo, en las barras de error se pudo observar una variación de los datos principalmente en 40° C y 60° C (Anexo D).

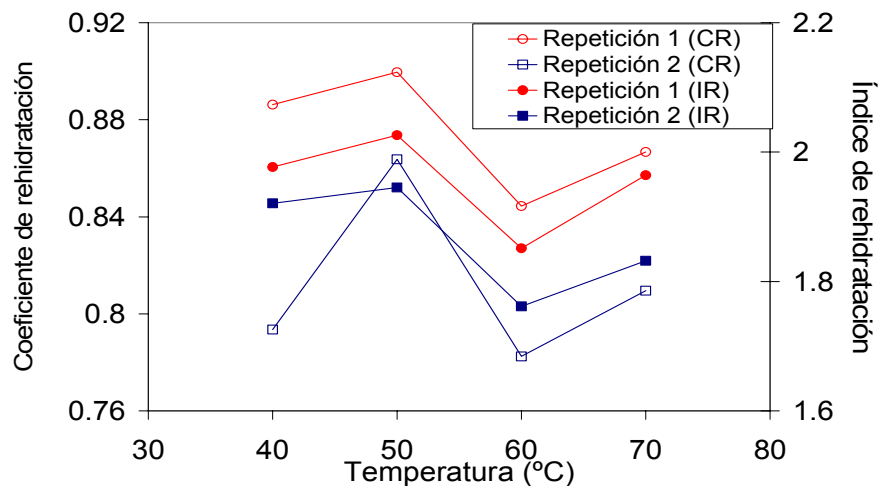


Figura 25. Coeficiente de rehidratación (CR) e índice de rehidratación (IR) de muestras de ajo con relación a la temperatura de secado.

Se observa un desplazamiento de los datos, los resultados de la segunda repetición están por debajo de los resultados de la primera determinación de rehidratación, lo cual pudo ser causado por el efecto de almacenamiento (figura 25); sin embargo, los resultados de la segunda determinación no serán considerados en análisis de varianza posteriores.

Realizada la depuración de los datos se observa que la tendencia del coeficiente e índice de rehidratación, es decreciente con respecto a la temperatura de



secado, sin embargo, estadísticamente, el efecto de la temperatura solo es significativo en el caso del coeficiente de rehidratación.

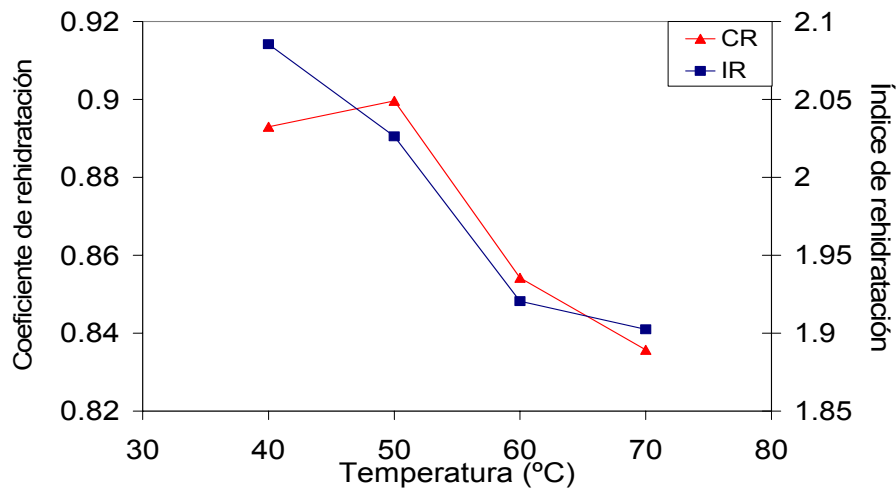


Figura 26. Medias del coeficiente de rehidratación (CR) e índice de rehidratación (IR) de muestras de ajo con relación a la temperatura de secado.

Los resultados mostrados en la figura 26 concuerdan con la tendencia de los resultados para el ajo obtenidos por Sosa (2004), quién evaluó la rehidratación del producto con respecto a la temperatura máxima de secado; no obstante, los niveles de temperatura en ambos casos son diferentes. Estadísticamente se puede mencionar que a mayor temperatura de secado menor capacidad de rehidratación.

De acuerdo a la literatura y con los resultados obtenidos se puede señalar que el mayor daño estructural de las muestras de ajo ocurre cuando éste se somete a altas temperaturas, en este caso 70° C, además, la ruptura celular, el encogimiento de capilares y la pérdida de propiedades hidrofílicas se puede presentar en mayor grado en las muestras de ajo que fueron deshidratadas a 70° C.

De acuerdo al índice de rehidratación el menor daño en las de ajo se presenta en las muestras deshidratadas a 40° C. En el caso del coeficiente de rehidratación la mejor rehidratación obtenida fue de las muestras deshidratadas a 50 ° C, sin embargo, los valores de las muestras secadas a 40° C son muy similares a los resultados de las muestras secadas a 50 ° C. Consecuentemente, puede considerarse la temperatura de 40 ° C como mejor opción para deshidratar ajo a condiciones constantes.



4.3.2 Ciclo ascendente (40-60) y descendente (60-40).

El índice de rehidratación (IR) de las muestras del ciclo ascendente (40-60) tienen una tendencia a disminuir con respecto a un incremento en el periodo de onda (figura 27), pero no es estadísticamente significativo (Anexo D). Es posible que la técnica empleada no permita apreciar claramente la influencia del tratamiento en la rehidratación, ya que el efecto más importante en el secado de alimentos esta dado por la temperatura y no por el periodo (τ); sin embargo, se puede ver una tendencia.

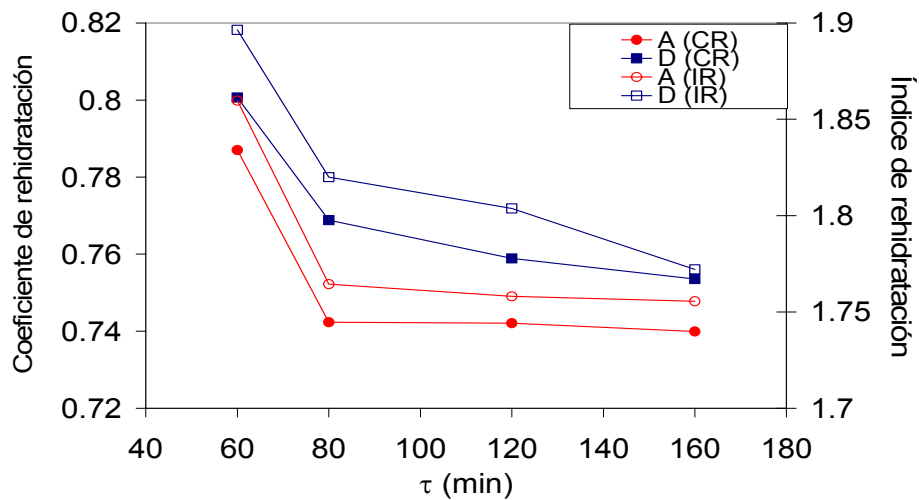


Figura 27. Índice de rehidratación (IR) y coeficiente de rehidratación (CR) del ciclo ascendente (A) y descendente (D) con relación al periodo (τ).

El índice de rehidratación de las muestras del ciclo descendente (60-40) tienen una tendencia a disminuir con el incremento en el periodo de onda, lo cual, en esta ocasión estadísticamente si es significativo (Anexo D). Consecuentemente, se puede ratificar que se obtiene un mayor índice de rehidratación con un menor periodo de onda. La afectación estructural del material deshidratado en este ciclo es menor con el periodo (τ) de 60 min.

Ahora bien, el coeficiente de rehidratación de las muestras del ciclo ascendente (40-60) tiene una tendencia a disminuir con respecto a un incremento en el periodo de onda y al igual que en la determinación anterior estadísticamente este cambio no es significativo. En el ciclo descendente (60-40) el coeficiente de rehidratación también tiende a disminuir con el incremento del periodo de onda, por lo tanto, se puede afirmar que nuevamente el periodo 60 min es el que muestra un mejor resultado en cuanto a rehidratación se refiere.



En general podemos concluir en cuanto a rehidratación que un menor periodo de onda, en cualquiera de los dos ciclos, el índice y coeficiente de rehidratación es mayor. Es importante recordar que la rehidratación es una medida de la afectación estructural que el material sufre a causa del secado, por lo tanto, se puede tomar como una medición de calidad. Comparando ambos ciclos, ascendente y descendente, podemos observar que el ciclo descendente muestra una mejor rehidratación en todos los periodos (figura 27).

En la figura 28 se observa que existe una diferencia entre el ciclo ascendente y el ciclo descendente, estadísticamente existe una probabilidad del 98.12% de que el ciclo tenga un efecto significativo en el índice de rehidratación del material deshidratado. Aunado a lo anterior, el coeficiente de rehidratación muestra diferencia significativa con respecto al ciclo empleado, el ciclo ascendente en general tiene una menor rehidratación que el ciclo descendente (figura 28).

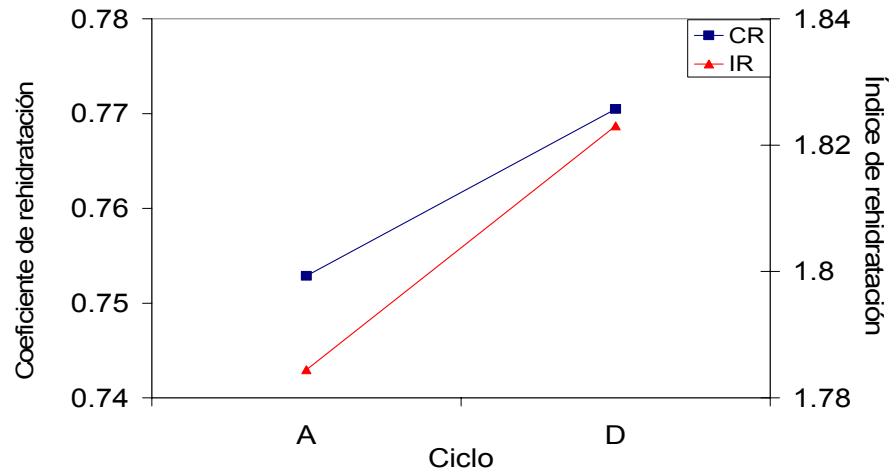


Figura 28. Comparación entre el ciclo ascendente (A) y el ciclo descendente (D) del coeficiente de rehidratación (CR) e índice de rehidratación (IR).

La calidad obtenida del ciclo descendente es mejor que la calidad obtenida con el ciclo ascendente. Se puede obtener un material deshidratado con una mejor calidad en cuanto a rehidratación con el ciclo descendente con periodo de 60 minutos.



4.4 Densidad real.

Por cada determinación se realizaron seis lecturas de densidad real, la primera determinación se realizó el 29/06/06 y la segunda repetición se realizó a partir del 12/07/06. En este punto se muestran los resultados del efecto del secado a temperatura constante y del secado con los ciclos en forma de onda pseudo cuadrada en la densidad real del ajo.

4.4.1 Condiciones constantes.

Los 78 datos resultantes de la determinación de densidad de las muestras de ajo que fueron secadas a temperatura constante, mostrados en la tabla E.1. (Anexo E), fueron analizados mediante el método data screening del software NCSS 2003. Se eliminaron los datos marcados con asterisco, esto debido a que dichos datos salieron de la tendencia normal. Al contrastar con los registros en bitácora se encontró que las muestras que arrojan dichos resultados pertenecen a un lote de almacenamiento diferente (almacenamiento sin sílica). Pese a que el contenido de humedad en todas las muestras era muy similar los valores de densidad real de la primera muestra de 40° C (primera repetición) y la densidad de la segunda muestra de 60° C (segunda repetición) eran mayores con respecto a los demás, por lo que probablemente las muestras se oxidaron, o bien, ocurrió una reacción química en dichas muestras que causo el cambio de densidad.

Una razón más para pensar que la variación de la densidad real es causa de oxidación, es por que en las muestras almacenadas sin sílica, no se tuvo el cuidado adecuado para mantener a vacío las muestras envasadas, de esta forma, estuvieron en contacto con el aire del ambiente. Como consecuencia de lo anterior, se recomienda cuidar el tipo de almacenamiento de las muestras para evitar la presencia de factores no cuantificables en los resultados. Por lo tanto, se recalcularon los resultados de dichas muestras con el software antes mencionado.

En la figura 29 se muestra la tendencia de las medias de densidad con respecto a la repetición de la determinación, se puede observar, a pesar de la distribución normal de los datos, que los resultados de la segunda repetición no tienen una tendencia lógica y la variación con respecto a la primera repetición es muy amplia. Por lo tanto los resultados de la segunda repetición fueron desechados a excepción de los datos de la muestra dos que fue secada a 40° C.

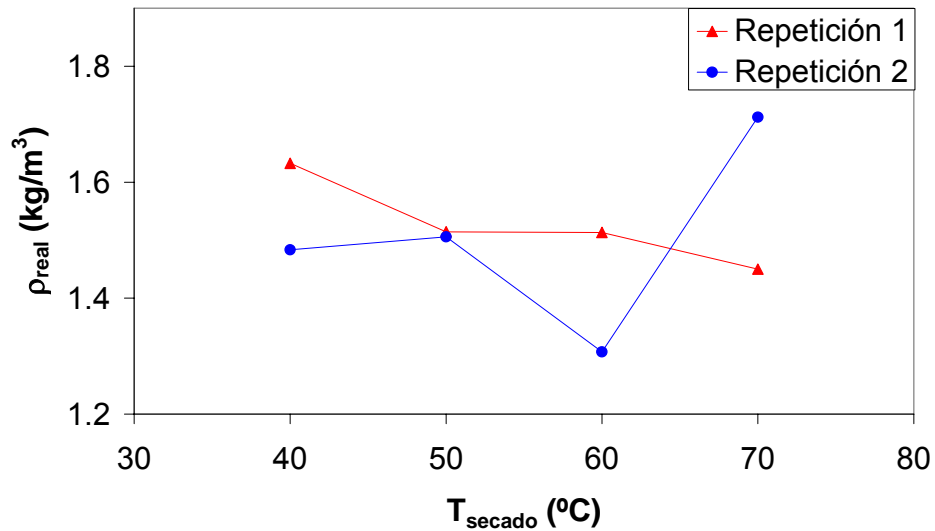


Figura 29. Densidad real del ajo anhidro con relación a la temperatura de secado, repetición uno y dos.

Los resultados de la segunda muestra de 40° C no fueron eliminados debido a que estos no causaban la desviación de los datos, asimismo, se recalcularon los valores de la segunda muestra de 60° C. La variación entre las cifras de la primera y segunda repetición pudo ser ocasionada por diversos factores no cuantificables los cuales podrían ser climatológicos, tiempo de almacenamiento, manejo y preparación de la muestra, entre otros.

Una vez depurados los datos la densidad real sigue una tendencia descendente (figura 30). Acorde al análisis de varianza, el cual indica un efecto significativo de la temperatura de secado sobre la densidad real de la muestra, a mayor temperatura de secado menor densidad.

La tendencia de la densidad real del ajo, concuerda con la tendencia de la densidad aparente del plátano mostrada en el estudio de Talla y col (2004), pese a que el concepto de densidad en ambos casos es distinto y el fenómeno es el mismo; sin embargo, la causa de la disminución de densidad, real o aparente, es el efecto de la temperatura en las muestras alimenticias.

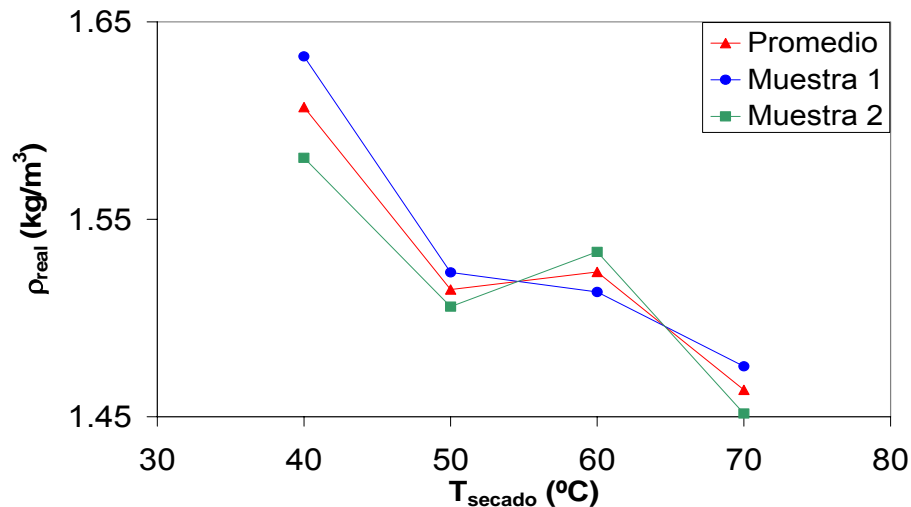


Figura 30. Densidad real de ajo anhidro con relación a la temperatura de secado, muestra 1 y 2.

La variación de la densidad aparente en alimentos deshidratados generalmente se manifiesta originando tensiones dentro de la muestra como resultado de la variación de concentraciones de agua. Cuando el interior de una muestra se seca y se contrae las tensiones internas provocarán numerosas grietas y poros (Van-Arsdel y col, 1973). De acuerdo Rahman y Hussain (2002), a mayor densidad aparente mayor aglomeración y menor porosidad.

La variación en la densidad real se presenta cuando, además de los cambios mencionados, hay una modificación del arreglo estructural de las muestras alimenticias. La estructura de un alimento puede ser modificada cuando este es sometido a cierta temperatura, cambiando así también todas sus propiedades tales como, densidad real, conductividad eléctrica (en su caso), conductividad térmica, capacidad calorífica, entre otras, en otras palabras, el material es distinto, un nuevo material por cada muestra deshidratada.

4.4.2 Ciclo ascendente (40-60).

Los 78 datos de densidad para el ciclo ascendente se muestran en la tabla E.2. (Anexo E), nuevamente los resultados marcados con asterisco fueron eliminados puesto que salían de la tendencia normal. En la figura 31 se muestra que las tendencias de las medias de densidad son similares, a excepción de los datos de las muestras 20-60. Con lo anterior se percibió que las cifras de la primera repetición de la muestra 20-60, por algún fenómeno no cuantificable, eran erróneos. Por lo tanto, dichos resultados fueron desechados y recalculados.

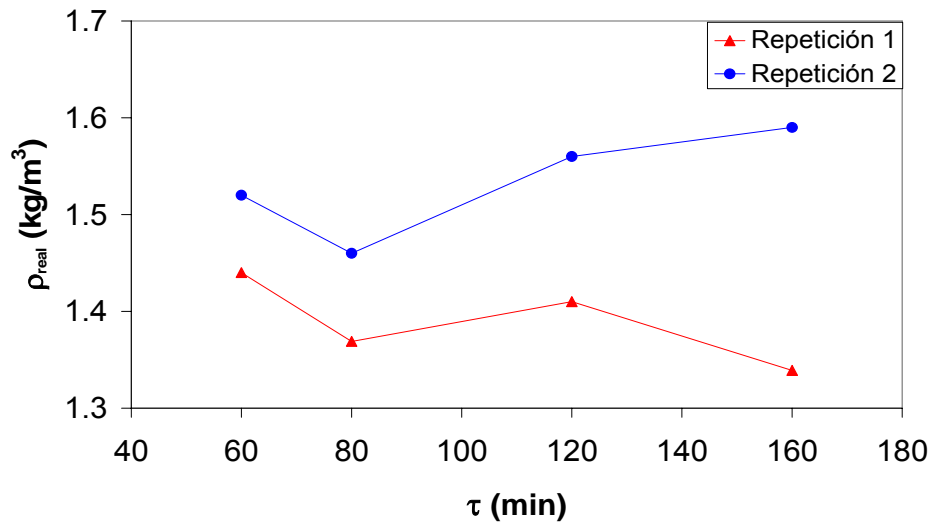


Figura 31. Densidad real de ajo anhidro con relación al periodo (τ), repetición uno y dos del ciclo ascendente (40-60)

Independientemente de los datos fuera de la tendencia normal se puede observar que existe un desplazamiento hacia arriba de la densidad real en la repetición dos con respecto a la repetición uno, el cual pudo ser causado por el tiempo de almacenamiento, factores climatológicos, oxidación de las muestras, entre otros. Por ende se recomienda realizar la determinación de densidad real en un tiempo no mayor de un mes después de la fecha de secado de la muestra.

Para efectos comparativos se realizó el análisis de varianza de los datos de la primera repetición. Una vez realizados los ajustes antes mencionados los resultados se dieron como sigue.

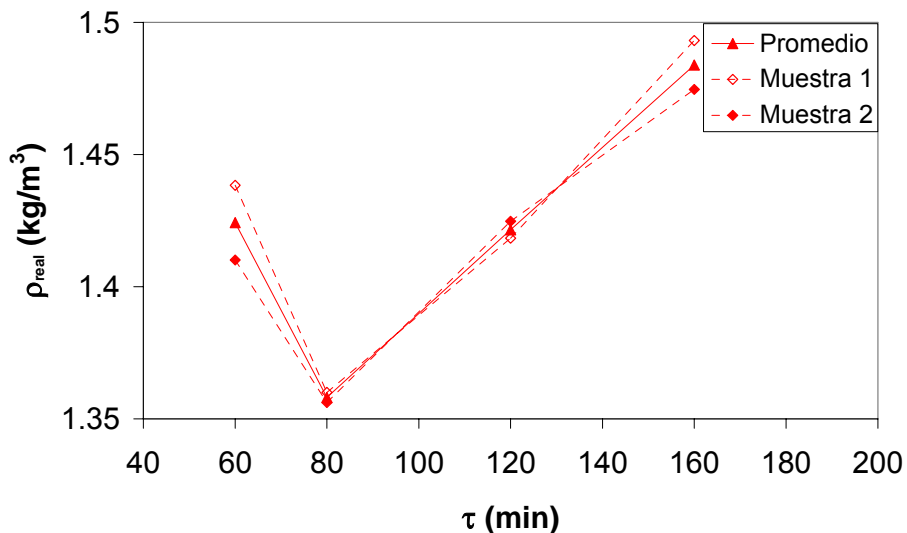


Figura 32. Densidad real con relación al periodo (τ) del ciclo ascendente (40-60).

En este caso se puede observar que la tendencia de la densidad real es aumentar con respecto al incremento del periodo (τ) del ciclo de secado ascendente (40-60), contraria a la tendencia de las muestras secadas a temperatura constante. De acuerdo al estadístico, mostrado en el Anexo E, el periodo (τ) tiene un efecto altamente significativo sobre la densidad real de las hojuelas de ajo (figura 32).

4.4.3 Ciclo descendente (60-40).

Los 70 datos de densidad real obtenidos se muestran en la tabla E.3., al igual que en los casos anteriores, la segunda repetición se realizó para verificar la tendencia de los datos obtenidos. En la figura 33 se puede observar la tendencia de la primera y segunda determinación. Los datos de la amplitud 20 y 40 fueron calculados.

Nuevamente se muestra un desplazamiento de los datos, de igual manera que el ciclo 40-60, los resultados de la segunda determinación son mayores que la primera determinación. Con este segundo resultado se puede generalizar que a mayor tiempo de almacenamiento mayor densidad real, el por que, aun no es posible responderlo; sin embargo, se puede intuir que es causa de una reacción química o reestructuración molecular (figura 33).

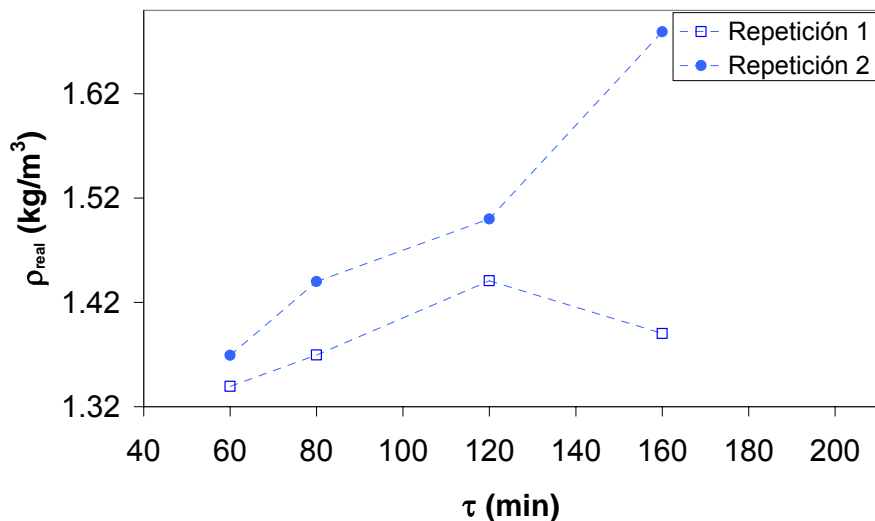


Figura 33. Densidad real de ajo anhidro con relación al periodo (τ) del ciclo descendente (60-40).

Para efectos comparativos se procedió a eliminar los datos marcados con asterisco (datos de la segunda determinación), así mismo, se recalcaron los datos correspondientes al tiempo a temperatura constante de 60, puesto que se deduce que los resultados podrían ser erróneos. Lo anterior, es derivación del análisis comparativo entre la primera y segunda repetición, consecuentemente, los resultados se muestran en la parte inferior.

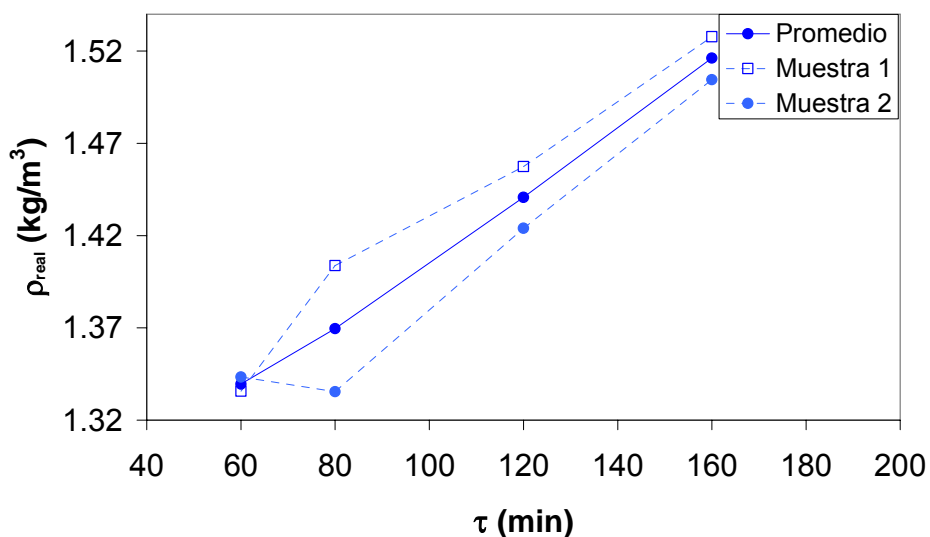


Figura 34. Densidad real del ajo con relación al periodo (τ) del ciclo descendente (60-40).



Como se puede observar en la figura 34, la densidad real del ajo aumenta con respecto a un incremento en el periodo (τ) de acuerdo al programa de secado, estadísticamente el periodo (τ) tiene un efecto significativo en la densidad real del ajo. Al igual que en el caso anterior, dicho incremento pudo ser causado por un cambio en el arreglo estructural de la muestra, el cual fue causado por la temperatura de secado. Cuanto mayor es el periodo (τ) el material esta sometido un mayor tiempo a dicha temperatura en este caso 40° y 60° C, podríamos deducir entonces que la muestra es afectada estructuralmente.

4.4.4 Comparación entre los ciclos ascendente, descendente y secado a temperatura constante.

Comparando los dos ciclos, ascendente y descendente, se puede observar que no hay una diferencia muy clara entre la densidad real de ambos ciclos. Estadísticamente, el ciclo no tiene un efecto significativo en la densidad real de la muestra (figura 35).

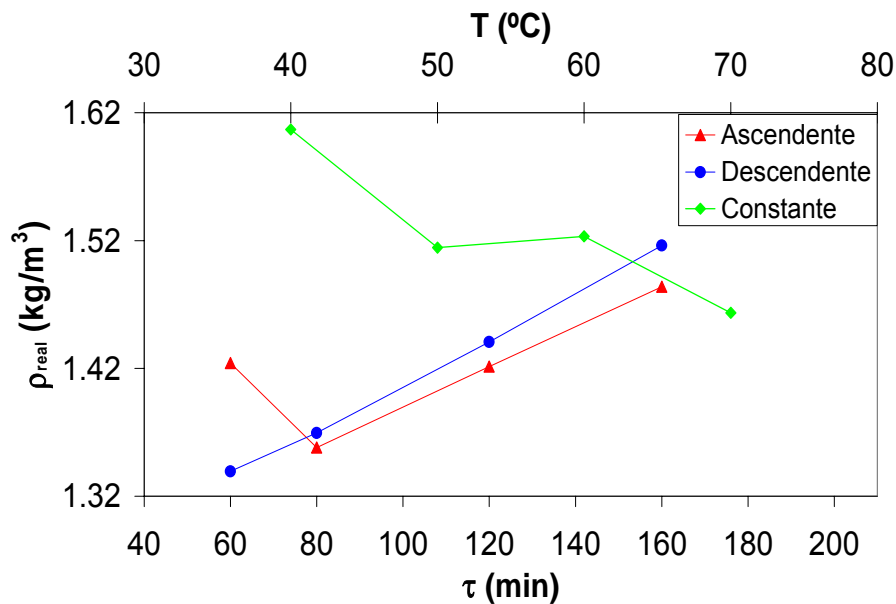


Figura 35. Densidad real del ajo de ambos ciclos (A) ascendente y (B) descendente con relación a la temperatura de secado y el periodo (τ).

Ambos ciclos (ascendente y descendente) muestran un incremento en la densidad real de las muestras. El ciclo no tiene efecto en dicho incremento, pero el periodo (τ) es el causante de dicho incremento, tal como se muestra en el estadístico (Anexo E). Como ya se mencionó anteriormente, a mayor periodo (τ) mayor cambio en



el arreglo estructural la muestra. Se puede observar también que la densidad real de las muestras que fueron deshidratadas a temperatura constante, es mayor que la densidad real de las muestras deshidratadas de acuerdo a cada ciclo de temperatura.

La densidad real se ve afectada en diferente forma cuando la muestra es deshidratada a temperaturas constantes que cuando es deshidratada con ciclos. De alguna forma, mientras más amplio es el periodo (τ) mayor es la densidad real. La menor densidad real se presentó en el ciclo descendente con periodo 60 min y la mayor densidad real se presentó en la muestra deshidratada a temperatura constante de 40° C.

4.5 Temperatura de transición vítrea

En este punto la temperatura de transición vítrea fue determinada con un MDSC mediante el procedimiento mostrado en la sección 3.4.4.2.

En un MDSC se pueden observar dos señales, RHF (flujo de calor reversible) y NRHF (flujo de calor no reversible). Las transiciones asociadas al RHF son la capacidad calorífica, T_g y la mayoría de las fusiones. Para la señal NRHF (se observan eventos tales como; relajación entálpica, cristalización, curado o cocido, evaporación, desnaturalización de proteínas, gelatinización de almidón y descomposición. En la figura 36 se puede observar el termograma obtenido por MDSC del flujo de calor reversible contra temperatura.

Todas las curvas de calor reversible son muy semejantes y claramente se puede ver una depresión en cada una de ellas la cual está indicando una transición vítrea, sin embargo, una variación en los límites para determinar T_g puede ocasionar un error que podría enmascarar una tendencia en los resultados de T_g .

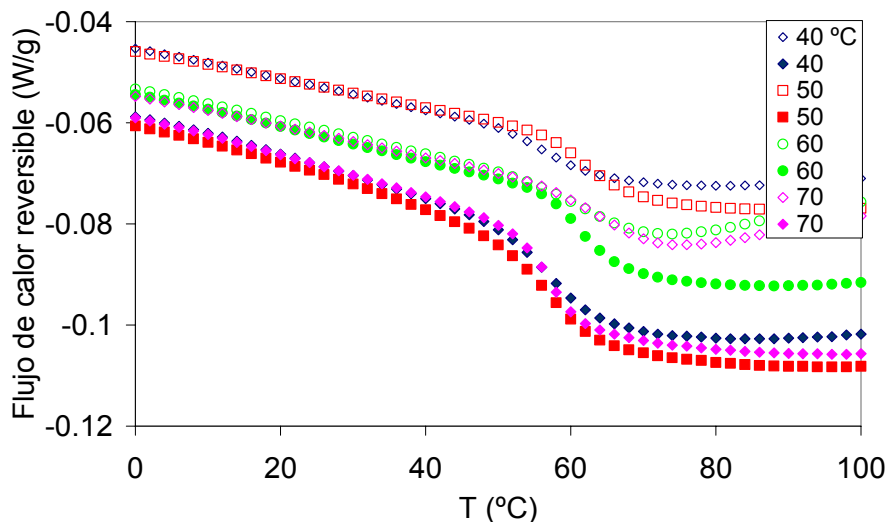


Figura 36. Termograma de muestras de ajo deshidratadas a temperatura constante.

Para el ciclo ascendente y descendente, el termograma (figura 37 y 38) muestra el calor reversible de cada una de las muestras que pertenecen a cada ciclo. Al igual que en el caso anterior, se puede apreciar una depresión de las curvas de calor reversible, lo cual indica que existe una transición vítrea en éste intervalo de temperatura.

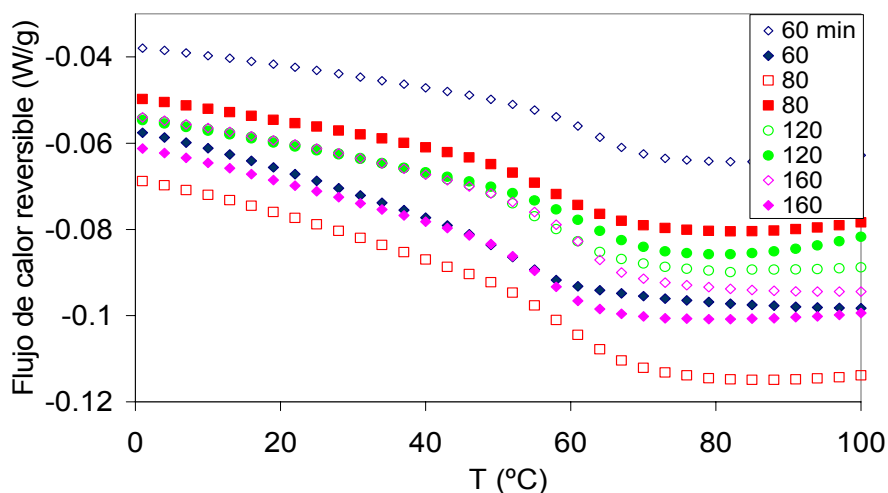


Figura 37. Termograma de muestras de ajo del ciclo ascendente (40-60).

Se observa un desplazamiento de las curvas de flujo de calor reversible de las muestras original y réplica de cada nivel de tiempo (τ).

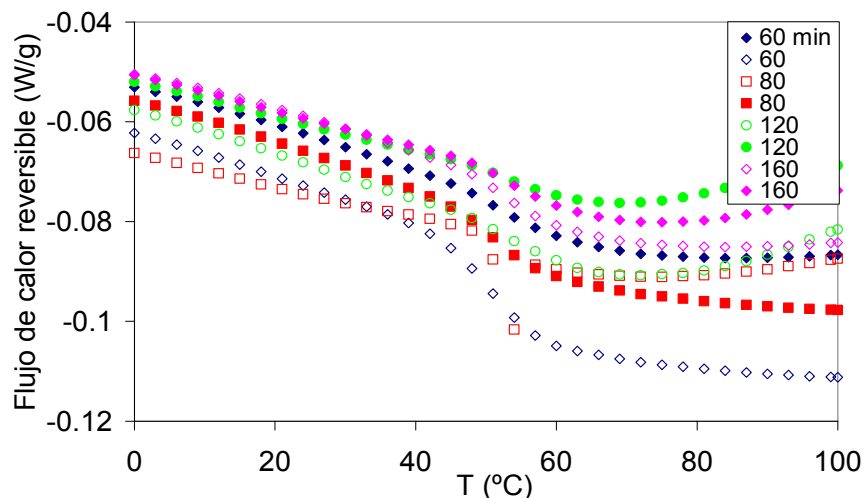


Figura 38. Termograma de muestras de ajo del ciclo descendente (60-40).

De acuerdo con literatura, el desplazamiento de las curvas de flujo de calor de un DSC normal es ocasionado por el contenido de humedad, a menor contenido de humedad mayor flujo de calor (Roos, 1987) y por su historial térmico, menor temperatura de secado mayor flujo de calor (Telis y Sobral, 2002). En las curvas de los termogramas no es posible observar las tendencias presentadas por Roos (1987) y por Telis y Sobral (2002). Consecuentemente, fue necesario esperar a los resultados de T_g y T_g anhídrico para poder dar una conclusión concreta.

Para determinar la T_g de cada una de las muestras es necesario tomar el mismo criterio para seleccionar los límites, por lo cual, se obtuvo la temperatura de transición vítrea mediante cuatro métodos (I, V, VI y VII) mencionados en el apartado de antecedentes (2.5.6.2). Como simplificación, se denominará a cada valor de temperatura de transición vítrea calculado, como T_g subíndice I, V, VI y VII según el método correspondiente.

La temperatura de transición vítrea de las muestras deshidratadas a temperatura constante se muestra a continuación (figura 39).

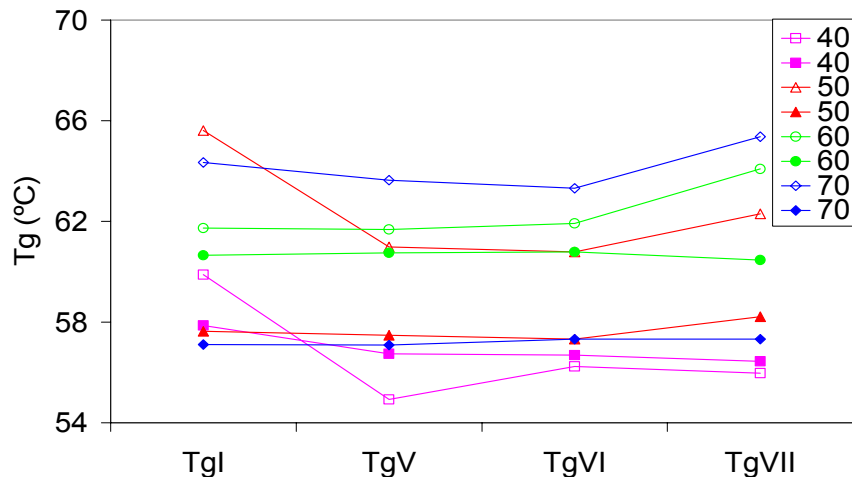


Figura 39. Valores de Tg calculados mediante los métodos I, V, VI y VII de las muestras deshidratadas a temperatura constante.

El valor de la temperatura de transición vítrea depende del criterio del autor, aún eligiendo cualquiera de los métodos la selección de los límites para determinar Tg es subjetiva; sin embargo, el método VII presenta una menor dispersión de los datos, lo cual, indica una mayor consistencia en los mismos y consecuentemente una mayor confiabilidad.

El análisis de varianza (Anexo F) indica que el método seleccionado para el cálculo de Tg no tiene un efecto significativo sobre la temperatura de transición vítrea. Así también, se puede observar en la figura 40 que independientemente del método seleccionado la tendencia de los datos es la misma.

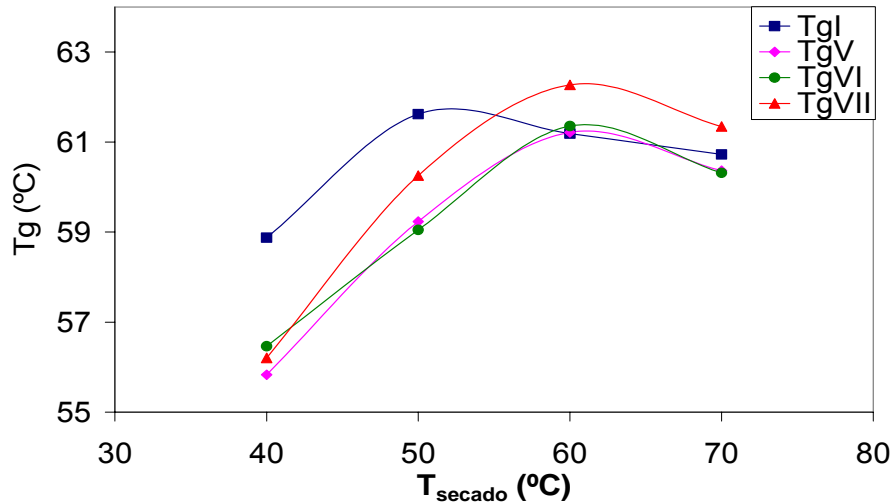


Figura 40. Medias de Tg calculadas con los métodos I, V, VI.a y VI.b de las muestras deshidratadas a temperatura constante de 40, 50, 60 y 70 ° C.

En cuanto a los valores de Tg calculados con el método I se puede observar que en promedio son mayores en comparación de los demás. Esto se debe a que existen dos valores de Tg que se disparan. Las medias de los valores de Tg obtenidos con los métodos V y VI son muy similares (figura 40), por lo anterior, se seleccionó el método VI para calcular el valor de Tg en el presente trabajo.

4.5.1 Ciclo constante.

Una vez definido el método para el cálculo de Tg el análisis de las temperaturas de transición vítrea para cada muestra se presenta a continuación. De acuerdo a la figura 41 se observa cierta tendencia de la temperatura de transición vítrea a aumentar con el incremento de la temperatura de secado, sin embargo, el análisis de varianza muestra que esta tendencia no es significativa.

Cabe mencionar que las muestras que arrojan dichas temperaturas tienen cierto contenido de humedad, el cuál puede enmascarar el efecto de la temperatura de secado en la temperatura de transición vítrea; no obstante, los resultados para muestras de ajo deshidratadas a temperatura constante con aire caliente (Figura 41), concuerdan con lo descrito por Roos (1987) en su estudio con fresas (liofilización), a mayor temperatura de secado mayor temperatura de transición vítrea.



Lo descrito en el párrafo anterior trata diferentes procesos de secado, sin embargo, el fenómeno es similar y en ambos casos existe un efecto térmico sobre las muestras.

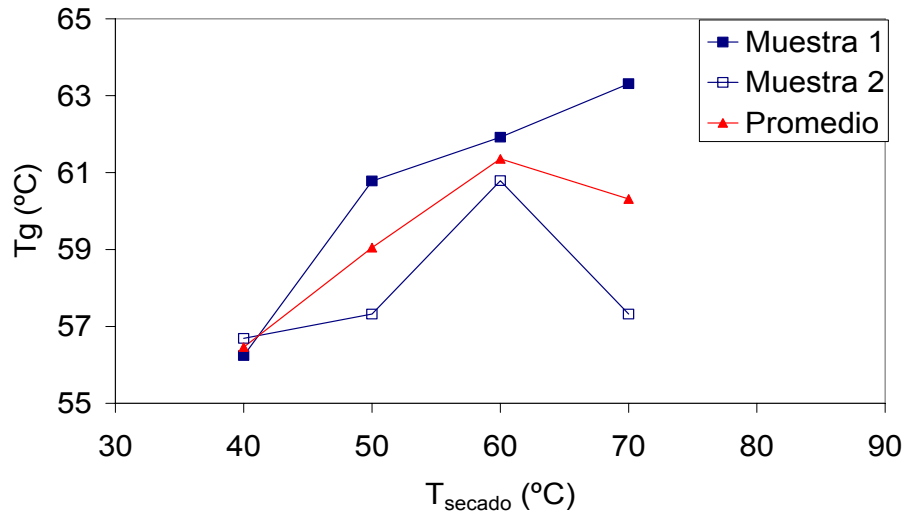


Figura 41. Valores de Tg de ajo con relación a la temperatura constante de secado.

En la literatura se menciona que las muestras deshidratadas a menor temperatura tienen una mejor calidad que las muestras deshidratadas a una mayor temperatura (Roos, 1987), por lo tanto, se asume que las muestras deshidratadas a mayor temperatura tienen una mayor Tg y una menor calidad. Consecuentemente, las muestras de ajo deshidratadas a mayor temperatura constante podrían tener una menor calidad, lo cual concuerda con los resultados de rehidratación mostrados anteriormente. A mayor temperatura de secado menor rehidratación consecuentemente mayor daño estructural y menor calidad.

Una muestra con mayor Tg tiene una estructura más rígida (Levine y Slade, 1988), una menor movilidad molecular (Rahman, 1999) y menor volumen libre, lo cual es lógico, puesto que a mayor temperatura de secado menor contenido de humedad alcanzado en el secado. De acuerdo a la literatura, una menor cantidad de humedad en la muestra provoca una menor movilidad molecular.

La segunda muestra deshidratada a 70 ° C presenta una desviación de la tendencia que siguen los datos. Esto podría indicar un error en las pruebas de MDSC para determinar Tg.

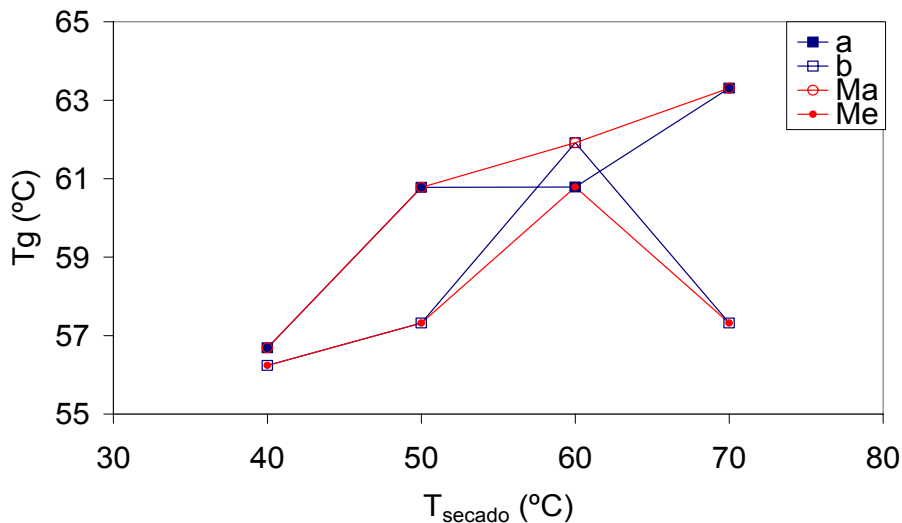


Figura 42. Valores de Tg con relación a la temperatura de secado, considerando el contenido de humedad (b.s.) de las muestras. a: nivel alto de humedad, b: nivel bajo de humedad, Ma: mayor tiempo de secado, Me: menor tiempo de secado.

Se realizó un análisis de los datos de Tg por cada variable (tiempo de secado y contenido de humedad). El tiempo de secado que se consideró en el análisis de datos, fue el tiempo en el cual la muestra alcanzó un contenido de humedad (b.s.) de 0.12. Se asignó las letras Ma, para el mayor tiempo de secado y Me, para el menor tiempo de secado de las dos muestras obtenidas para cada nivel de temperatura de secado (figura 42).

Se consideró un nivel alto (a) y bajo (b) en el contenido de humedad de las muestras. Esta clasificación se realizó entre las dos muestras obtenidas de cada nivel de temperatura de secado (figura 42).

En la figura 42 se puede observar que las muestras con un nivel alto de contenido de humedad tienen una menor Tg, en comparación con las muestras con un nivel bajo de contenido de humedad. Esto es independiente a la tendencia con respecto a la temperatura de secado. Con todo lo anterior, la muestra deshidratada a 60 ° C con X_{b.s.} "a" es el único valor extraño; sin embargo, es importante mencionar que puede haber efectos cruzados, los cuales, no pueden cuantificarse.

Al analizar Tg con base al tiempo de secado se observa que las muestras con menor tiempo de secado tienen una menor Tg. Al haber mayor tiempo de secado el



contenido de humedad alcanzado al final del proceso es menor, consecuentemente, la T_g es menor.

Los dos puntos anteriores refuerzan lo dicho anteriormente, existen factores que no se estandarizaron, que además, afectan la temperatura de transición vítrea. No obstante es posible aislar el efecto de contenido de humedad con la ecuación de Gordon y Taylor.

Al realizar el ajuste del contenido de humedad y densidad real con la ecuación de Gordon y Taylor la temperatura de transición vítrea anhidra muestra una clara tendencia a disminuir con el aumento de temperatura de secado y estadísticamente dicho efecto es significativo (Anexo F), así mismo, se puede observar el contraste que existe entre la tendencia de T_g (figura 41) y el comportamiento del componente puro (ajo) sin agua (figura 43).

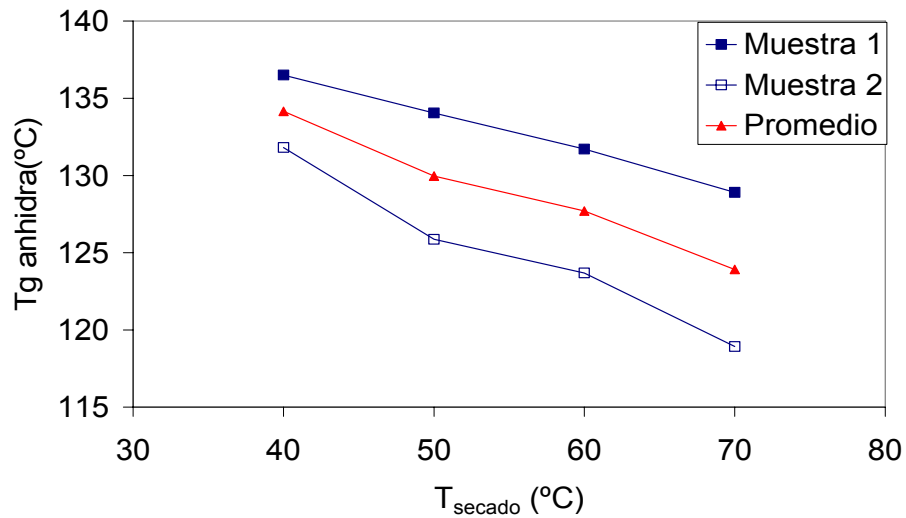


Figura 43. T_g anhidra obtenida mediante la ecuación de Gordon y Taylor de muestras de ajo deshidratadas a temperatura constante.

La mayoría de los autores reporta la tendencia de la temperatura de transición vítrea a cierto contenido de humedad, sin embargo, la tendencia de la temperatura de transición vítrea anhidra de muestras de ajo deshidratadas a diferentes temperaturas puede relacionarse con la tendencia de la rehidratación obtenida para las mismas condiciones de secado.



De acuerdo a los resultados de rehidratación obtenidos en el presente trabajo, a mayor temperatura de secado menor rehidratación y también menor temperatura de transición vítrea del ajo anhidro. Ahora bien, en relación con la densidad real del ajo anhidro la tendencia también es la misma, a mayor temperatura de secado menor densidad real.

4.5.2 Ciclo ascendente (40-60)

Estadísticamente no existen datos extraños y que los datos obtenidos se ajustan a una tendencia normal, las muestras del ciclo ascendente que fueron analizadas mediante MDSC no muestran una tendencia bien definida (figura 44).

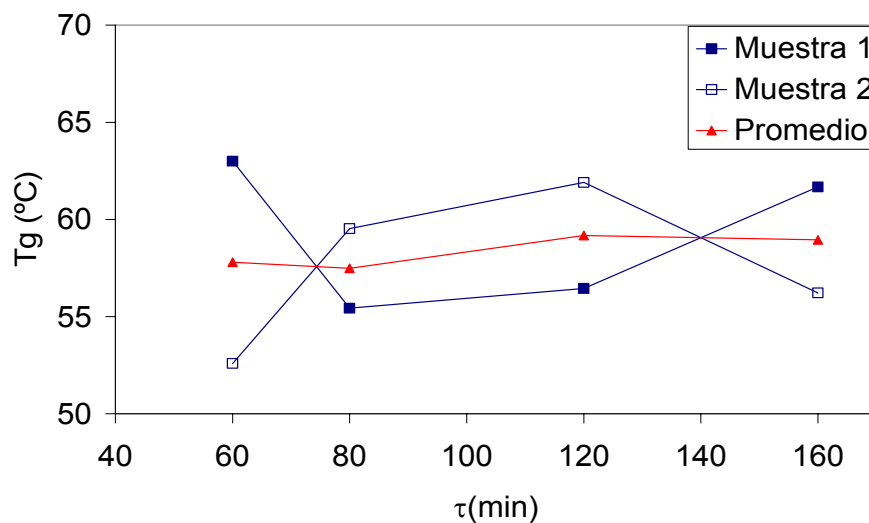


Figura 44. Valores de Tg de muestras de ajo deshidratadas con el ciclo ascendente (40-60).

En este caso podría pensarse que los resultados de la muestra número uno deshidratada con el ciclo ascendente (40-60) con el periodo de 60 min y la muestra dos con el periodo de 120 min podrían ser erróneos; sin embargo, pueden existir efectos cruzados de variables que no se controlaron adecuadamente, tal como tiempo de almacenamiento, contenido de humedad de la muestra, tiempo de secado, envejecimiento de la muestra antes del secado, entre otros.

Es importante reiterar que la determinación de Tg debe realizarse de acuerdo a un mismo criterio ya sea inmediatamente después del secado, o bien, después de un tiempo estándar de almacenamiento, así como establecer un método para equilibrar el contenido de humedad de las muestras. El tiempo de almacenamiento tal vez no influya tanto en la variación de Tg, puesto que el comportamiento de ésta es en forma



exponencial y después de un tiempo largo periodo de almacenamiento T_g tiende a ser constante (Bhandari y col., 2004).

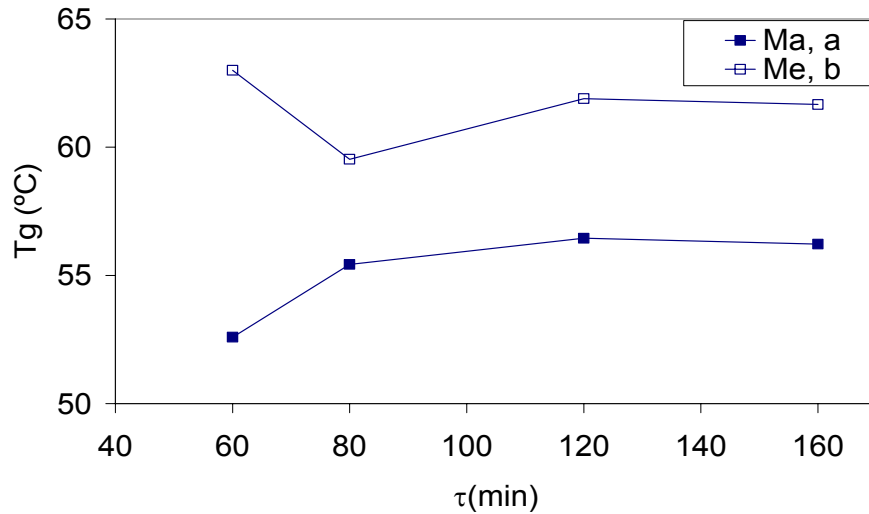


Figura 45. Valores de T_g del ciclo ascendente (40-60) con relación al periodo (τ): a: nivel alto de humedad, b: nivel bajo de humedad, Ma: mayor tiempo de secado, Me: menor tiempo de secado.

Al evaluar la T_g considerando el contenido de humedad ($X_{b.s.}$) y el tiempo de secado se observa claramente que las muestras con mayor contenido de humedad tienen una T_g menor (figura 45). La comparación anterior se realizó entre las muestras original y réplica de cada nivel de periodo del ciclo ascendente (40-60).

Las muestras con un mayor tiempo de secado tienen una temperatura de transición vítrea más baja (figura 45) y un contenido de humedad alto. Nuevamente se puede observar que tanto el tiempo de secado como el contenido de humedad afectan a la temperatura de transición vítrea, no obstante, al realizar el cálculo de la temperatura de transición vítrea anhidra los datos se ajustan a una tendencia bien definida (figura 46).

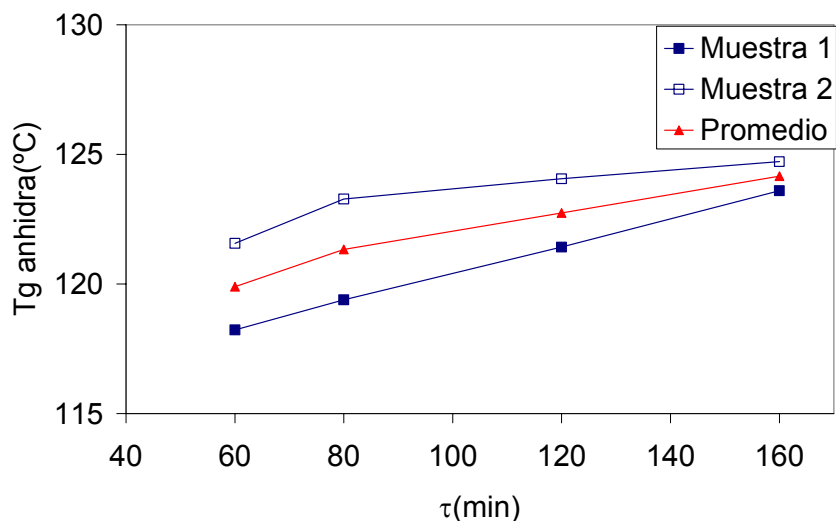


Figura 46. Valores de Tg anhidra obtenidos con la ecuación de Gordon y Taylor para las muestras deshidratadas con el ciclo ascendente (40-60).

De acuerdo a la figura 46 la temperatura de transición vítrea anhidra del ajo aumenta cuando el periodo (τ) del ciclo ascendente se incrementa. Estadísticamente, el periodo (τ) tiene un efecto significativo en la temperatura de transición vítrea anhidra.

En este caso también se obtuvo una mejor perspectiva del efecto del tiempo de secado a temperatura constante del ciclo (40-60) en la temperatura de transición vítrea, con el ajuste de contenido de humedad y densidad realizado con la ecuación de Gordon y Taylor.

La densidad real anhidra tiene la misma tendencia que la temperatura de transición vítrea, pero una tendencia contraria a la rehidratación de las muestras de este ciclo de secado.

4.5.3 Ciclo descendente (60-40)

La temperatura de transición vítrea de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40) tiene una tendencia bien definida. En éste caso, el efecto del periodo (τ) durante el secado en la temperatura de transición vítrea es significativo (figura 47).

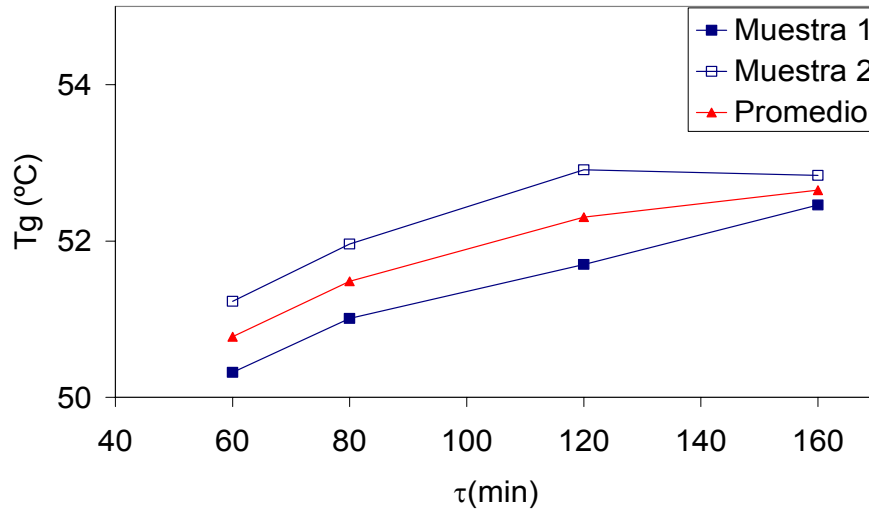


Figura 47. Valores de Tg obtenidos mediante MDSC de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40).

Se puede apreciar que a mayor periodo (τ) la temperatura de transición vítrea es mayor. Mientras más amplio sea el periodo (τ) la estructura se volverá más rígida y mayor será el daño estructural que se ocasionará a la muestra.

Se considera que la movilidad de las moléculas y el volumen libre en las muestras son menores cuando el periodo (τ) es mayor, por lo tanto, se recomienda trabajar con ciclos en forma de onda seudo cuadrada con periodos (τ) cortos.

Se puede concluir que al existir una diferencia entre los valores de Tg de las muestras la estructura de cada una de ellas es diferente, existiendo un re-arreglo estructural diferente para cada muestra. El menor daño a la estructura se encontró en las muestras deshidratadas con un ciclo en forma de onda seudo cuadrada con un periodo más pequeño.

El análisis con respecto al tiempo de secado y al contenido de humedad, la tendencia de Tg no es muy diferente (figura 48).

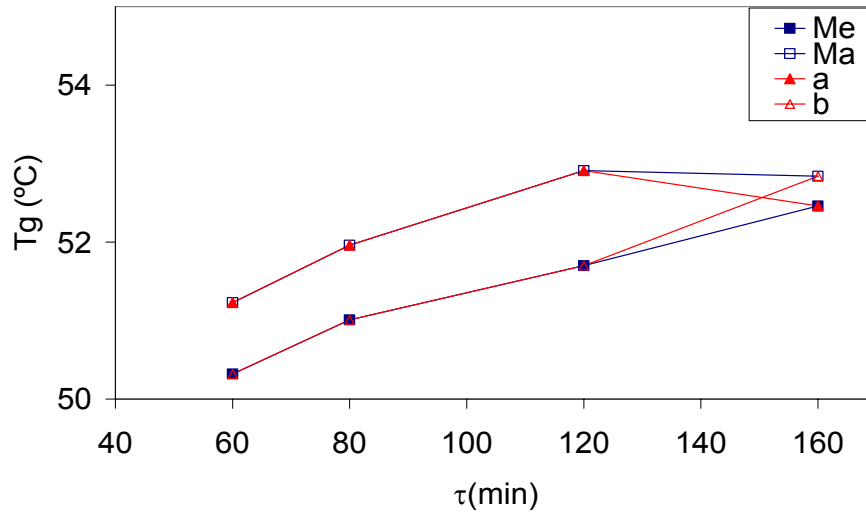


Figura 48. Valores de Tg de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40). a: nivel alto de humedad, b: nivel bajo de humedad, Ma: mayor tiempo de secado, Me: menor tiempo de secado.

Como se puede observar, la tendencia de Tg con respecto al tiempo de secado no cambia. Al igual que en el caso de condiciones constantes, las muestras “uno” tienen un mayor tiempo de secado y una Tg más alta (figura 47 y 48), lo cual nos indica que probablemente la estructura de las muestras se ve más afectada cuando dentro del ciclo y del periodo (τ) el tiempo de secado es mayor.

La comparación de Tg con respecto al contenido de humedad ($X_{b,s}$) muestra una tendencia ascendente, sin embargo, existe un cruce en los valores de las muestras que pertenecen al nivel de periodo “160 min”. Éste cruce de datos ocasionado por el contenido de humedad puede dar idea de un error, no obstante, es necesario recordar que existen diversos factores que afectan a la temperatura de transición vítrea (figura 48).

Al aislar el efecto del contenido de humedad (figura 49) la tendencia en los datos de Tg anhidra es muy similar a la tendencia de Tg. Estadísticamente, el periodo del ciclo descendente (60-40) afecta significativamente a la temperatura de transición vítrea anhidra.

A mayor periodo (τ) dentro del ciclo mayor será la temperatura de transición vítrea, también, es posible observar que la tendencia de Tg anhidra es la misma para ambos ciclos, ascendente y descendente.

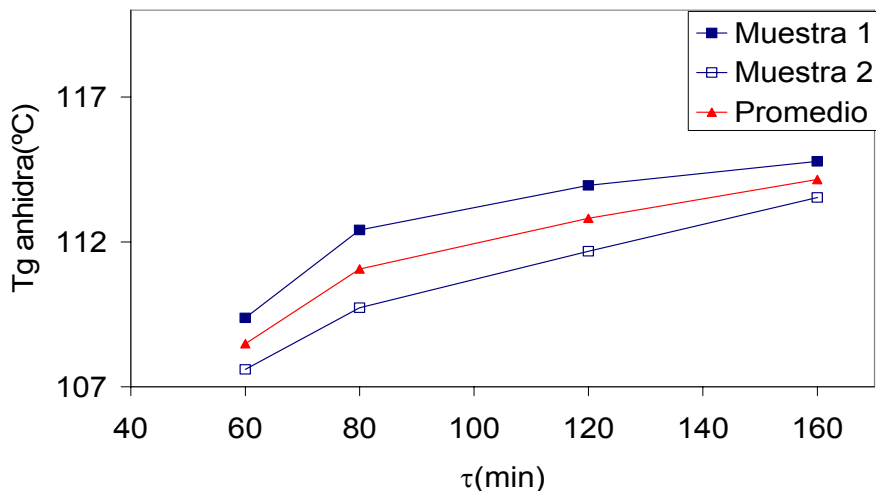


Figura 49. Valores de Tg anhidra obtenidas con la ecuación de Gordon y Taylor de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40).

La tendencia de Tg anhidra del ciclo descendente es igual a la tendencia de densidad real, pero contraria a la tendencia de rehidratación, lo anterior coincide con lo mencionado para el ciclo ascendente.

4.5.4 Comparación entre los ciclos ascendente y descendente

La comparación entre los ciclos descendente y ascendente permite apreciar una gran diferencia en los rangos que alcanzan Tg y Tg anhidra de cada ciclo, además, se puede observar que en ambos casos los valores alcanzados por el ciclo ascendente son mayores que los del ciclo descendente. Lo anterior nos indica que con el ciclo ascendente se obtiene una menor calidad estructural (figura 50).

Los resultados de rehidratación obtenidos muestran que se obtienen mejores resultados con el ciclo descendente, ya que se obtiene una mayor rehidratación con este ciclo; asimismo, se obtiene una mayor densidad con el ciclo descendente.

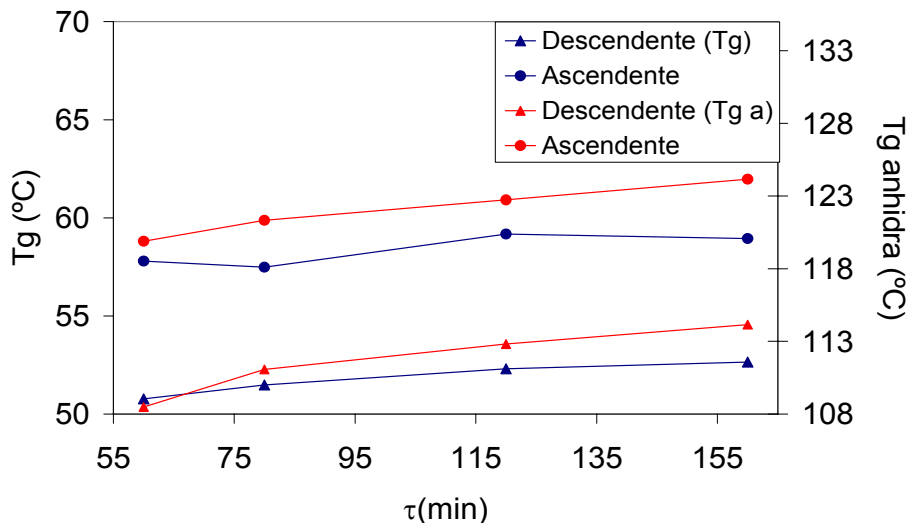


Figura 50. Valores de Tg anhidra (Tg a) y Tg de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40) y ascendente (40-60).

En forma general se puede mencionar que se obtienen mejores resultados con el ciclo descendente y aún más con el periodo (τ) de 60 minutos. Puesto que el menor valor de Tg obtenido corresponde al ciclo descendente con un periodo (τ) de 60 minutos.

4.5.5 Curvas de Tg para el ajo (*Allium sativum*, L.) obtenidas con la ecuación de Gordon y Taylor

Con los datos de Tg anhidra y densidad real del ajo, es posible obtener las curvas de Tg a diferentes contenidos de humedad. Se puede observar que el comportamiento de Tg corresponde a una tendencia conocida (figura 51).

De acuerdo a la figura 52, las curvas de Tg tienen un desplazamiento entre ellas, el cual es ocasionado las condiciones del proceso, tiempo de secado y contenido de humedad. Debido a que el contenido de humedad (b.s) que comúnmente se encuentran en el ajo es de 60 % y al final del proceso de secado convectivo se obtiene un contenido de humedad (b.s) de 0.03-0.1 solo se graficó este último intervalo de contenido de humedad. Se consideró únicamente el rango superior a 30 ° C para graficar, ya que durante en el proceso de secado generalmente se trabaja con temperaturas superiores ésta (figura 51).

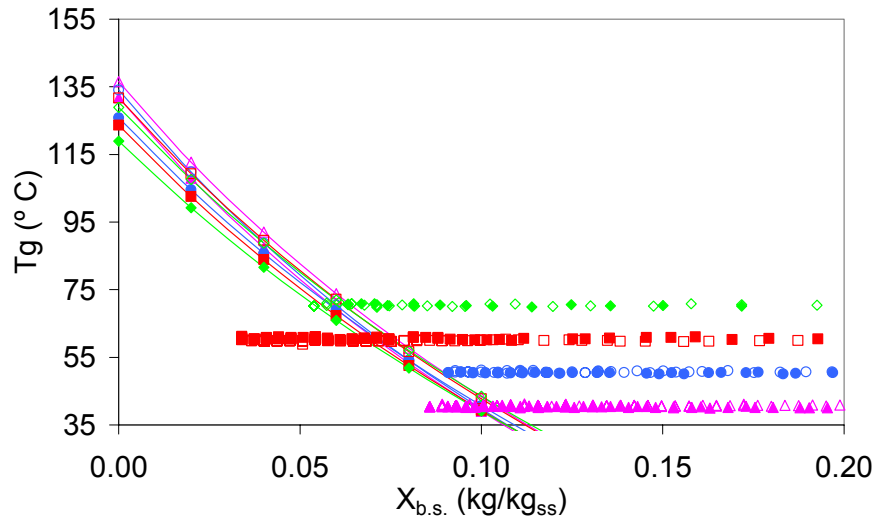


Figura 51. Curvas de Tg contra contenido de humedad ($X_{b.s.}$) de las muestras deshidratadas con el ciclo constante. G-T (\triangle , \blacktriangle 40 °C; \circ , \bullet 50 °C; \square , \blacksquare 60 °C; \diamond , \blacklozenge 70 °C). T_{secado} (\triangle , \blacktriangle 40 °C; \circ , \bullet 50 °C; \square , \blacksquare 60 °C; \diamond , \blacklozenge 70 °C)

De acuerdo a la figura 51, no es posible determinar que el cruce de las curvas de Tg con las líneas de contenido de humedad ocasione una mayor o menor calidad, sin embargo, podría realizarse un estudio del efecto de la temperatura en el comportamiento de Tg durante el proceso de secado, para observar donde se obtiene una mejor calidad.



Capítulo V. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos se concluye que la temperatura de transición vítrea anhidra y la temperatura de transición vítrea (T_g) se ven afectadas por la temperatura de secado y el historial térmico de las muestras, sin embargo, no es posible guiar la variación de las condiciones del proceso durante el secado tomando como referencia a T_g . Con la temperatura de transición vítrea fue posible establecer los límites del intervalo de temperaturas adecuado para el proceso de secado de ajo.

En el secado a temperatura constante se observó que la densidad real, la rehidratación y la T_g anhidra del ajo deshidratado disminuyen con el aumento de la temperatura de secado, contrariamente, la T_g aumenta con el incremento de la temperatura de secado.

En los ciclos ascendente y descendente se obtuvo menor densidad real, menor T_g y menor T_g anhidra que con el secado a temperatura constante; también, se obtuvo menor T_g , menor T_g anhidra y mayor rehidratación con el ciclo descendente que con el ciclo ascendente. No existe diferencia significativa en la densidad real obtenida con los ciclos de secado.

En el ciclo ascendente y descendente se encontró que a mayor periodo (t) menor índice y coeficiente de rehidratación, mayor densidad real, mayor T_g anhidra y mayor T_g , además, se observó que el periodo no afecta el tiempo de secado.

En general se obtiene un menor daño estructural con el ciclo descendente y aún más con el periodo de 60 minutos y para afectar menos la estructura de un material durante el periodo de deshidratación se pueden emplear ciclos en forma de onda cuadrada de con variación en el periodo pequeña.



Recomendaciones

Se recomienda evaluar el efecto de la densidad y T_g durante el periodo de secado para observar si es posible guiar la variación de las condiciones de operación durante el proceso de secado.

Para determinar la T_g de cada una de las muestras es necesario tomar el mismo criterio para seleccionar los límites.



BIBLIOGRAFÍA

- Ahmed, J., Ramaswamy, H.S., Khan, A.R., (2005) "Effect Of Water Activity On Glass Transitions Of Date Pastes", *Journal Of Food Engineering*, Vol. 66, pp. 253–258
- Bhattacharya, S. (1995) "Kinetics of hydration of raw and roasted corn semolina", *Journal of Food Engineering*, Vol. 25, Pp. 21–30.
- Bell L.N. (1996) "Kinetics Of Non-Enzymatic Browning In Amorphous Solid Systems Distinguishing The Effects Of Water Activity And The Glass Transition", *Food Res Int*, Vol. 28, No. 6, pp. 591 – 597
- Bhandari, B.R., Truong, V., Howes, T. y Adhikari, B. (2004) "Glass Transition Behavior Of Fructose", *International Journal Of Food Science And Technology*, Vol. 39, pp. 569–578
- Bordia, A., Bansal, H. C., Arora, S. K. y Singh, S. V. (1975) "Effect of essential oils of garlic and onion on alimentary hyperlipidemia", *Atherosclerosis*, Vol. 21, pp.15–19.
- Cháves, M.G. y Avanza, J.R. (2005) "Rehidratación de berenjenas deshidratadas", *Comunicaciones Científicas y Tecnológicas UNNE*, Argentina, p. 4
- Chiralt A., Moraga G. Y Martínez-Navarrete N., (2004) "Water Sorption Isotherms And Glass Transition In Strawberries: Influence Of Pretreatment", *Journal Of Food Engineering*, Vol. 62, pp. 315–321
- Chou, S.K., y Chua, K.J.(2001) "New Hybrid Heat Pump Drying Technologies – Status And Potential For Drying Food And Heat Sensitive Materials" In the Proceedings of the Second Interamerican Drying Conference, Boca del Río, Veracruz, México.
- Chua, K.J., Ho, J.C., Chou, S.K., Mujumdar, A.S., Hawlader, M.N.A. (2002) "Analytical Study Of Cyclic Temperature Drying: Effect On Drying Kinetics And Product Quality", *Journal Of Food Engineering*, Vol. 51, pp. 65-75
- Fan, L. T., Chun, P. S., y Schellenberg, I. A., (1962) "Volume increase of kernels of corn and sorghum accompanying absorption of liquid water", *Biotechnology and Bioengineering*, Vol. 4, pp. 311–322.
- Fuentes, T.F.J., Silva G.J.A. y Montes R. (1996) "Manual Del Secado Técnico Convencional De La Madera", *Libro Uag*, pp.7-57
- Gordon, M., y Taylor, J.S., (1952) "Ideal Copolymers and the Second order Transitions of Synthetic Rubbers. I. Non crystalline Copolymers", *J. Appl. Chem.* Vol. 2, pp. 493–500.
- Haas, G.J., Prescott, H.E. y Cante, C.J., (1974) "On the rehydration and respiration of



- dried and partially dried vegetables", *Journal Food Science*, Vol. 39, P.P.681-684.
- Jayaraman, K. S., Das Gupta, D. K., y Babu Rao, N., (1990) "Effect of pretreatment with salt and sucrose on the quality and stability of dehydrated cauliflower", *International Journal of Food Science and Technology*, Vol. 25, pp. 47–60.
- Jenckel, E. y Ueberreiter, K. (1938) "Polystyrene Glasses Of Different Chain Length And The Water Permeability Of Milled Polystyrene", *Physik. Chemie. A*, pp. 182-361
- Kalichevsky, M.T., Jaroskiewicz, E.M., Albett, S., Blanshard, J.M.V. y Lillford, P.J. (1992) "The Glass Transition of Amyl pectin Measured by DSC, DMTA and NMR", *Carbohydrate. Polymer*. Vol. 18 p.77
- Karel, M., (1991) "Physical Structure And Quality Of Dehydrated Foods", *Food Drying*, Vol. 91. pp. 26 – 35
- Krokida, M.K. Y Maroulis, Z.B. (1997) "Effect Of Drying Method On Shrinkage And Porosity", *Drying Technology*, Vol. 15, No. 10, pp. 2421 -2440
- Krokida, M.K. , Marinos-Kouris, D., (2003) "Rehydration kinetics of dehydrated products" *Journal of Food Engineering*, Vol. 57, pp. 1–7
- Labuza, T. (1994) "Caking And Stickiness Of Dairy-Based Food Powders As Related To Glass Transition" *J. Food Sci.*, Vol. 59, No. 1, p.43
- Lee, D.S. y Pyun, Y.R. (1993) "Optimization of Operating Conditions in Tunnel Drying Of Food", *Drying Technology*, Vol. 11, No. 5, pp. 1025 – 1052.
- Levine, H., Slade, L. (1988) "Water as a Plasticizer: Physic-Chemical Aspects of Low-Moisture Polymeric Systems", Franks, F. (Ed.).*Water. Science Reviews 3, Water Dynamics*. Cambridge University Press, Cambridge, pp. 79–185.
- Manual Ta Instruments, "Modulated DSCTM Compendium Basic Theory & Experimental Considerations"
- Mc Minn, W. A. M., y Magee, T. R. A. (1997). "Physical characteristics of dehydrated potatoes-Part II", *Journal of Food Engineering*, Vol. 33, pp. 49–55.
- Mcminn, W.A.M. Y Magee, T.R.A. (1997) "Quality and Physical Structure of A Dehydrated Starch – Based System", *Drying Technology*, Vol. 15, No. 6-8, pp. 1961 – 1971.
- Mujumdar, A.S. Y Meon, A.S., (1995) "Drying Of Solids, *Handbook Of Industrial Drying*", New York, Basel, Hong Kong, Vol. 1., Ed. Mujumdar A.S., Marcel Dekker, Inc., pp. 1- 39.
- Niesteruk, R. (1996) "Changes Of Thermal Properties of Fruits and Vegetables during Drying", *Drying Technology*, Vol. 14, No. 2, pp. 415 -422.
- Okos, M.R., Narismhan, G., Singh, R.K. Y Weitnauer, A.C. (1992) "Food Dehydration" *Handbook of Food Engineering*, pp. 437 – 562.
- Piotrowski, D., Lenart, A. (1998) "The Influence Of Constant And Variable Conditions On



- The Drying Kinetics Of Apples”, *Drying Technology*, Vol. 16, No 5, pp. 761 -778
- Prabhanajan, D. G., Ramaswamay, H.S. y Raghavan, G.S.V., (1995) "Microwave-assisted air drying of thin layer carrots", *Journal of Food engineering*, Vol. 25, p.p. 283-293
- Rahman, M.S. (1995) "Food Properties Handbook", *CRC Press*, Boca Raton, FL. p. 796
- Rahman, M. S. (1999) "Glass Transition and Other Structural Changes in Foods." *Handbook of Food Preservation*, New York, Ed. Dekker, pp 75-93.
- Rahman, M.S. y Hussain, M.A., (2002) "Prediction Of Pores Formation (Porosity) In Foods During Drying: Generic Model By The Use Of Hybrid Neural Network", *J. Food Engineering*, Vol. 51, pp. 239-248.
- Roos, Y. H., Y Karel, M. (1991) "Plasticizing Effect Of Water on Thermal Behavior and Crystallization of Amorphous Food Models" *Journal of Food Science*, Vol. 56, pp. 38–43.
- Roos, Y.H. (1987) "Effect Of Moisture On The Thermal Behavior Of Strawberries Studied Using DSC", *J. Food Sci.* Vol. 52, pp. 146
- Slade, L., Levine, H. (1991) "Beyond Water Activity; Recent Advances Based On An Alternative Approach To The Assessment Of Food Quality And Safety", Boston, Ed. Critical Reviews In Food Science And Nutrition, Vol. 30, P. 115-360
- Sosa, B (2004) "Efecto En El Incremento Escalonado De Temperatura En El Secado Y Calidad Del Ajo (*Allium Sativum*)", Tesis de licenciatura, Instituto Tecnológico de Oaxaca, México. 162
- Steendam, R., Frijlink, H.W., Lerk, C.F., (2001) "Plasticization of Amyl dextrin By Moisture. Consequences for Compaction Behavior and Tablet Properties", *Eur. J. Pharm. Sci.* Vol. 14, Pp. 245–254.
- Steffe, J. R., y Singh, R. P., (1980). "Note of volumetric reduction of short grain rice during drying", *Cereal Chemistry*, Vol. 57, p.p 148–150.
- Takai, R., Kim, Y. J., Hagiwara, T., Kawi, K., Suzuki, T., (2003) "Kinetic Process of Enthalpy Relaxation of Glassy Starch and Effect of Physical Aging upon Its Water Permeability Property", *Carbohydrate. Polymer.* Vol. 53, Pp. 289-296.
- Talla, A., Puiggali, J.R., Jomaa, W., Janno, Y., (2004) "Shrinkage and density evolution during drying of tropical fruits: application to banana", *Journal of Food Engineering*, Vol. 64, Pp. 103–109
- Telis V.R.N., Sobral, P.J.A, (2002) "Glass Transitions For Freeze-Dried and Air-Dried Tomato" *Food Research International*, Vol. 35 Pp. 435–443
- Topp, E.M., Lai, M.C., Hageman, M.J., Schowen, R.L., Borchardt, R.T., (1999) "Chemical Stability of Peptides in Polymers. 1. Effect Of Water On Peptide Dimidiation In



Poly(Vinyl Alcohol) And Poly(Vinyl Pyrrolidone) Matrixes”, *J. Pharm. Sci.* Vol. 88, Pp. 1073–1080

Vanchy, P. Labuza, T. P. (2002) "Improving the stability of spray-dried whole milk powder", M.S. Thesis, University of Minnesota, St. Paul, MN.



ANEXOS

Anexo A. Resultados de la experimentación preliminar

Calibración de equipo stereopícnometro, modelo SPY – 5DC.

La presión utilizada para inyección de He, fue de 0.050 kg/cm.².

Tabla A.1. Datos de calibración de stereopícnometro.

No de repetición	ESFERA		VACÍA		Vc cm. ³	Va cm. ³
	P2 (kg/cm. ²)	P3 (kg/cm. ²)	P2 (kg/cm. ²)	P3 (kg/cm. ²)		
1	1.196	0.699	1.195	0.819		
	1.196	0.698	1.195	0.819		
			1.195	0.818		
	1.196	0.6985	1.195	0.81866667	161.754559	73.3243472
	0	0.00070711	0	0.00057735		
2	1.195	0.702	1.195	0.819		
	1.196	0.702	1.195	0.818		
	1.196	0.699	1.195	0.818		
	1.19566667	0.701	1.195	0.81833333	162.735755	74.8681778
	0.00057735	0.00173205	0	0.00057735		
3	1.196	0.701	1.195	0.819		
	1.196	0.698	1.195	0.818		
	1.196	0.696	1.195	0.819		
	1.196	0.69833333	1.195	0.81866667	161.694238	73.2478953
	0	0.00251661	0	0.00057735		
MEDIA					161.694238	73.2478953
DESV. ESTÁNDAR					0.58468498	0.91420031

El tercer dato de la primera repetición se despreció puesto que el valor obtenido está fuera de la tendencia del conjunto de datos.

Determinación de densidad de ajo

Tabla A.2. Características de las muestras utilizadas para determinación de densidad de ajo (40-60 °C)

CICLO	No repetición	w _{muestra} (g)	X (b.h.) (g _{agua} /g _{s. húmedo})	ρ (g/cm. ³)	ρ (g/cm. ³)
40-60	1	31.3065	0.0399 ± 0.003	1.3714	1.3617 ± 0.014
	2	31.1170		1.3521	
50-70	1	31.2001	0.0220 ± 0.009	1.3373	1.3389 ± 0.0023
	2	31.2001		1.3405	
20-40	1	34.8686	0.0404 ± 0.002	1.5663	1.5344 ± 0.045
	2	34.8686		1.5026	
30-50	1	31.8893	0.0461 ± 0.001	1.4718	1.4506 ± 0.03
	2	32.2324		1.4294	
50		15.4171	0.0419 ± 0.003	1.2628	1.2306 ± 0.0455
		15.4171		1.1984	



Las lecturas fueron por triplicado y se hicieron dos repeticiones del experimento. También se tomaron las medias para determinar los volúmenes de la muestra total, volúmenes de la muestra de ajo anhidro y la densidad del ajo.

**Anexo B. Programa para el cálculo de K_{G-T} Y Tg_1**

Calculo de la constante K de Gordon y Taylor y la temperatura de transición vítrea anhidra (Tg_1) empleando la ecuación de Gordon y Taylor y los datos experimentales de la densidad real anhidra del material (ρ_1) y la temperatura de transición vítrea de la muestra (Tg) para un contenido de humedad dado (w_2)

Variables conocidas

w_1	Fracción masa del ajo anhidro en la muestra (Kg sol./Kg. sol húmedo)
ρ_1	Densidad real del ajo anhidro (g/cm ³)
w_2	Fracción masa de agua en la muestra (Kg agua/Kg sólido húmedo)
ρ_2	Densidad real del agua pura (1g/cm ³)
Tg_2	Temperatura de transición vítrea del agua pura (138° K)
Tg_1	Temperatura de transición vítrea de ajo con un contenido de humedad dado w_2 medido con MDSC

Variables desconocidas

Tg_1	Temperatura de transición vítrea del ajo (no anhidro) ° C
K	Constante de Gordon y Taylor

Datos

$w_1 := 0.9391$	$w_2 := 1 - w_1$
$\rho_1 := 1.2319$	$\rho_2 := 1$
$Tg := 58.583$	$Tg_2 := 138$

Nota: Conversión de temperatura de °C a °K para emplearse en la ecuación

$$Tg := Tg + 274$$

Nota: Valores iniciales para la iteración

$$Tg_1 := 350$$

$$K := 1$$

Nota: Entrada de las dos ecuaciones con dos incógnitas.

Given

$$\frac{w_1 \cdot Tg_1 + K \cdot w_2 \cdot Tg_2}{w_1 + K \cdot w_2} = Tg$$

$$\frac{\rho_1 \cdot Tg_1}{\rho_2 \cdot Tg_2} = K$$

Nota : Solución

$$S := \text{Find}(Tg_1, K)$$

$$Tg_1 := S_0 - 274$$

$$K := S_1$$

$$Tg_1 = \blacksquare \quad ^\circ \text{C}$$

$$K = \blacksquare$$

Con el dato obtenido de densidad, se procede a determinar la constante K para cada muestra de ajo. Tg_1 son los valores determinados de temperatura de transición vítrea de cada muestra.



Tabla B.1 Valores de K y Tg de cada muestra de ajo secada a diferentes condiciones de operación.

T _{secado} (° C)	Tg ₁ (° C)	X _(b.h.) (g _{agua} /g _{sol. Hum})	Tg _{anhidra} (° C)	K _(G-T)
20-40	62.447	0.05771	114.5558	4.3092
30-50	55.638	0.06678	110.6527	4.0328
50	58.583	0.0609	100.4315	3.3336
40-60	59.178	0.04858	95.2003	3.6332
50-70	62.275	0.04831	98.3555	3.6030

**Anexo C. Calculo de tg, utilizando la ecuación de Gordon y Taylor.****Tabla C.1.** Temperaturas de transición vítrea a un contenido de humedad dado.

T _{ope} (° C)		30	20-40	30-50	50	40-60	50-70
W ₁	W ₂	Tg (° C)	Tg (° C)	Tg (° C)	Tg (° C)	Tg (° C)	Tg (° C)
1.0000	0.0000		114.5555	110.6522	100.4314	95.2003	98.3555
0.9517	0.0483		69.7643	68.9091	66.3574	59.3554	62.2746
0.9514	0.0486		69.5487	68.7058	66.1864	59.1778	62.0956
0.9423	0.0577		62.4465	61.9967	60.5143	53.3009	56.1710
0.9391	0.0609		60.0492	59.7265	58.5824	51.3049	54.1583
0.9332	0.0668		55.7391	55.6376	55.0866	47.7005	50.5229
0.9000	0.1000		33.7554	34.6389	36.7976	28.9967	31.6428
0.8000	0.2000		-14.8655	-12.6754	-6.5875	-14.3689	-12.2298
0.7000	0.3000		-47.3382	-44.9629	-38.0622	-44.9755	-43.2774
0.6000	0.4000		-70.5620	-68.4011	-61.9391	-67.7319	-66.4064
0.5000	0.5000		-87.9956	-86.1898	-80.6730	-85.3151	-84.3036
0.4000	0.6000		-101.5646	-100.1518	-95.7640	-99.3089	-98.5638
0.3000	0.7000		-112.4256	-111.4020	-108.1806	-110.7108	-110.1934
0.2000	0.8000		-121.3158	-120.6605	-118.5758	-120.1797	-119.8588
0.1000	0.9000		-128.7271	-128.4133	-127.4060	-128.1689	-128.0190
0.0000	1.0000		-135.0000	-135.0000	-135.0000	-135.0000	-135.0000



Anexo D. Resultados y estadísticos empleados en la evaluación del coeficiente e índice de rehidratación.

Tabla D.2. Coeficiente e índices de rehidratación obtenidos de la experimentación por duplicado.

CICLO	t	REPETICIÓN	IR	CR
A	10	1	1.8378245	0.77986571
A	10	1	1.79227168	0.76053574
A	10	2	1.88461355	0.79552732
A	10	2	1.92409911	0.81219484
A	20	1	1.73040036	0.7275833
A	20	1	1.72883673	0.72692584
A	20	2	1.81585567	0.76440236
A	20	2	1.78273226	0.75045873
A	40	1	1.68712608	0.71309119
A	40	1	1.69553162	0.71664392
A	40	2	1.81545344	0.76540624
A	40	2	1.83420423	0.77331169
A	60	1	1.83852509	0.77435609
A	60	1	1.83045248	0.77095604
A	60	2	1.6994969	0.7168354
A	60	2	1.65390836	0.69760648
D	10	1	1.91800693	0.81415378
D	10	1	1.91297736	0.81201884
D	10	2	1.8584318	0.78030041
D	10	2	1.89610928	0.79612007
D	20	1	1.87560257	0.75780029
D	20	1	1.85382801	0.77949968
D	20	2	1.7850901	0.75821317
D	20	2	1.76529312	0.77984892
D	40	1	1.79553477	0.75593837
D	40	1	1.80100318	0.75824062
D	40	2	1.80342986	0.75826764
D	40	2	1.81499477	0.76313021
D	60	1	1.80273522	0.76826116
D	60	1	1.788251	0.76208851
D	60	2	1.80500956	0.75919625
D	60	2	1.69229328	0.72472604
C	40	1	0.87931964	1.96155179
C	40	1	0.89309954	1.99229146
C	50	1	0.91237158	2.05407012
C	50	1	0.90459023	2.03655157
C	50	2	0.88105531	1.98545545
C	50	2	0.9004273	2.02911016
C	60	1	0.8600277	1.937142
C	60	2	0.8484154	1.904
C	70	1	0.81198467	1.85641103
C	70	1	0.83625765	1.91190547
C	70	2	0.85849254	1.92993401



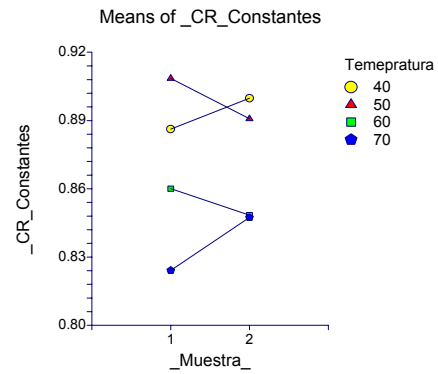
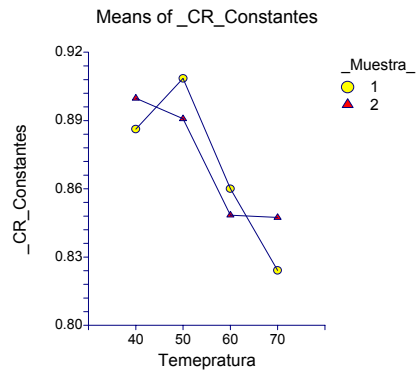
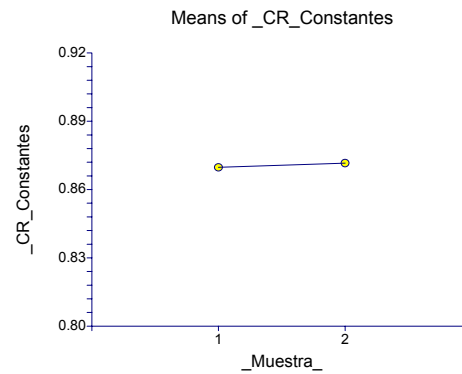
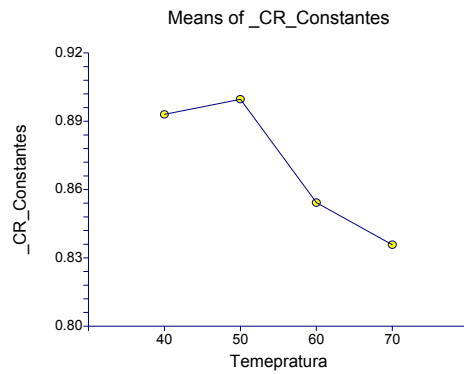
CICLO CONSTANTE

Reporte del Análisis de Varianza

Respuesta: _CR_Constantes

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P	Poder
A: Tempepratura	3	1.091165E-02	3.637218E-03	25.47	0.000386*	0.999905
B: _Muestra_	1	1.239484E-05	1.239484E-05	0.09	0.776844	0.057576
AB	3	1.094315E-03	3.647716E-04	2.55	0.138490	0.399060
S	7	9.997046E-04	1.428149E-04			
Total (Adjusted)	14	1.295092E-02				
Total	15					

* Alpha = 0.05





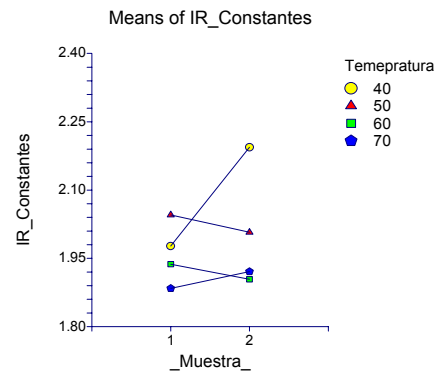
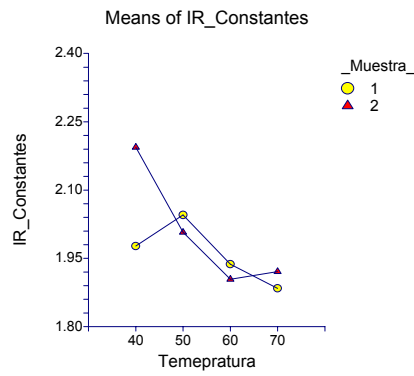
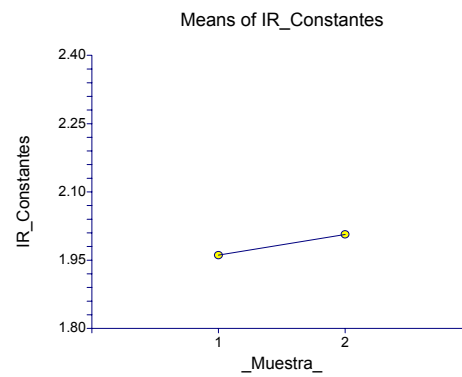
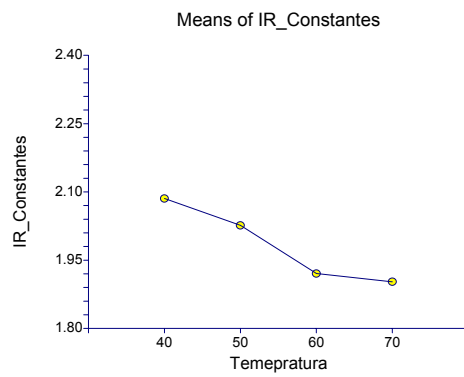
ÍNDICE DE REHIDRATACIÓN

Reporte del Análisis de Varianza

Respuesta: IR_Constantes

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P	Poder
A: Temperatura	3	8.513446E-02	2.837816E-02	2.34	0.159539	0.369160
B: _Muestra_	1	7.407937E-03	7.407937E-03	0.61	0.459910	0.104406
AB	3	4.038914E-02	1.346305E-02	1.11	0.406702	0.191912
S	7	8.482344E-02	1.211763E-02			
Total (Adjusted)	14	0.2199595				
Total	15					

* Alpha = 0.05





ANÁLISIS Y SELECCIÓN DE DATOS

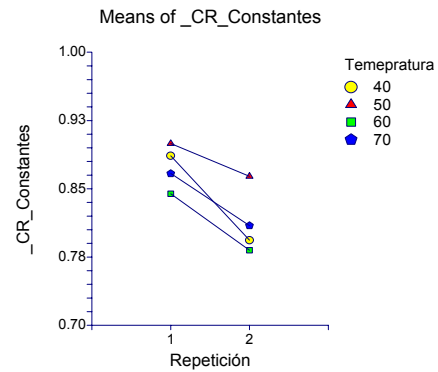
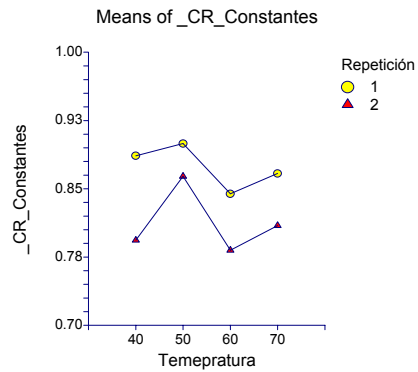
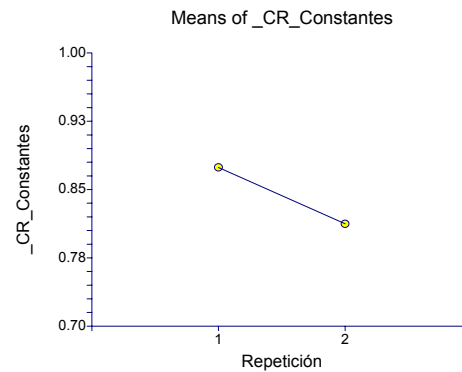
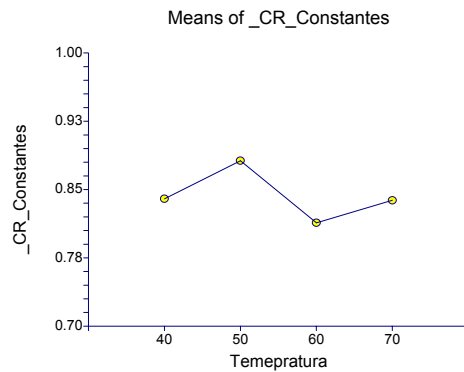
Coeficiente de rehidratación

Reporte del Análisis de Varianza

Respuesta: _CR_Constantes

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P	Poder
A: Temperatura	3	1.198657E-02	3.995522E-03	2.10	0.137697	0.443184
B: Repetición	1	2.032315E-02	2.032315E-02	10.70	0.004506*	0.868908
AB	3	2.58139E-03	8.604633E-04	0.45	0.718602	0.122263
S	17	3.229701E-02	1.899824E-03			
Total (Adjusted)	24	7.553779E-02				
Total	25					

* Alpha = 0.05





Índice de rehidratación

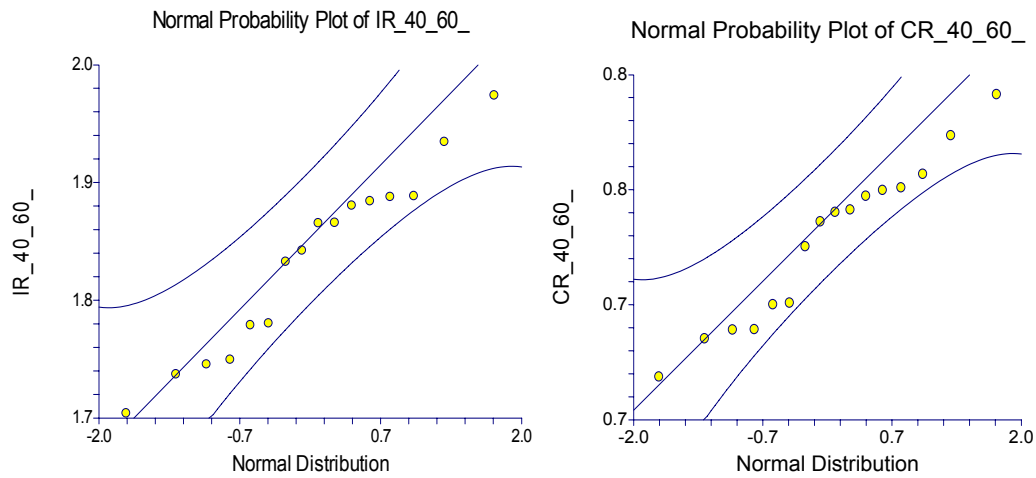
Reporte del Análisis de Varianza

Respuesta IR_Constantes

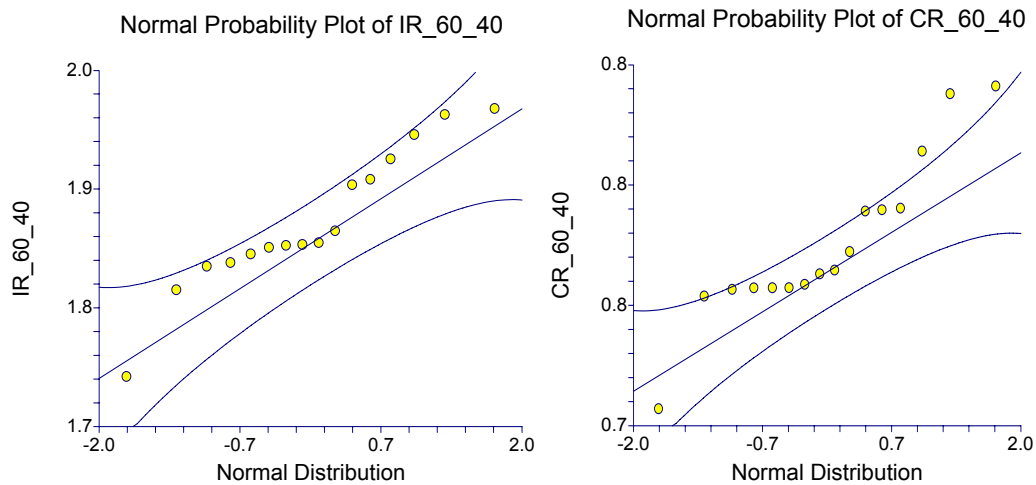
Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P	Poder
A: Temepratura	3	6.399618E-02	2.133206E-02	4.87	0.012660*	0.825732
B: Repetición	1	4.263202E-02	4.263202E-02	9.74	0.006229*	0.836441
AB	3	5.461709E-03	1.82057E-03	0.42	0.743914	0.115786
S	17	7.444309E-02	4.379005E-03			
Total (Adjusted)	24	0.2250705				
Total	25					

* Alpha = 0.05

Para la serie de datos de 40-60, la distribución de datos se muestra a continuación:



Para la serie de datos de 60-40, la distribución de datos se muestra a continuación:

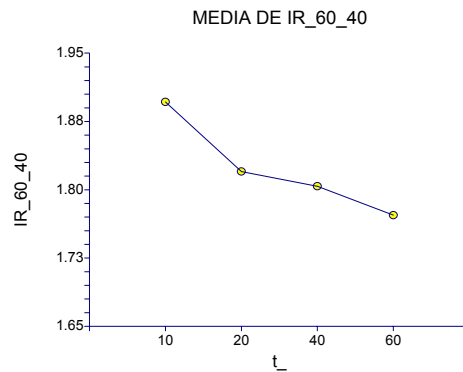




Análisis de varianza para Índice de Rehidratación del ciclo descendente (60-40)

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t ₋	3	3.343461E-02	1.114487E-02	6.86	0.006041*
S	12	1.948395E-02	1.623663E-03		
Total (Adjusted)	15	5.291857E-02			
Total	16				

* Alpha = 0.05

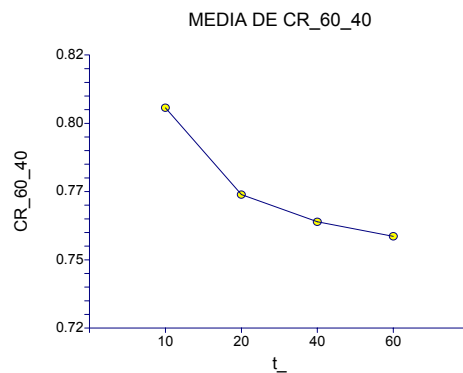


Análisis de varianza para Coeficiente de Rehidratación del ciclo descendente (60-40)

Respuesta: CR_60_40

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t ₋	3	5.332237E-03	1.777412E-03	8.90	0.002229*
S	12	2.395383E-03	1.996152E-04		
Total (Adjusted)	15	7.72762E-03			
Total	16				

* Alpha = 0.05



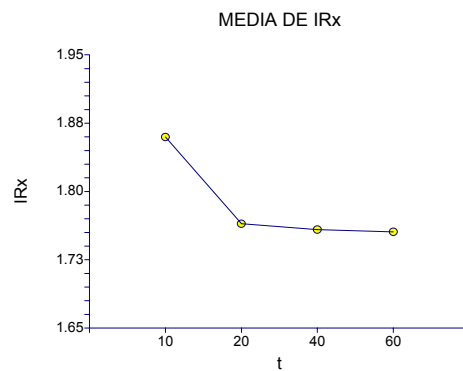


Análisis de varianza para Índice de Rehidratación del ciclo ascendente (40-60)

Respuesta: IR_40_60_

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t	3	3.036261E-02	1.012087E-02	2.05	0.160362
S	12	5.919909E-02	4.933258E-03		
Total (Adjusted)	15	8.956171E-02			
Total	16				

* Alpha = 0.05

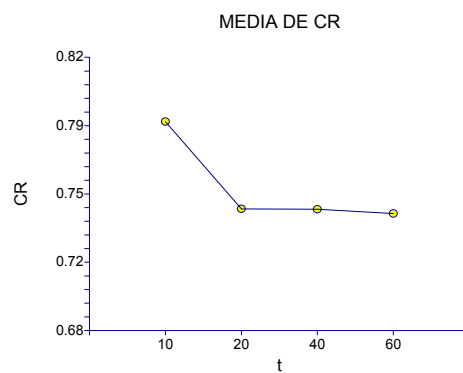


Análisis de varianza para Coeficiente de Rehidratación del ciclo ascendente (40-60)

Respuesta: CR_40_60_

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t	3	6.242898E-03	2.080966E-03	2.51	0.108184
S	12	9.946048E-03	8.288373E-04		
Total (Adjusted)	15	1.618895E-02			
Total	16				

* Alpha = 0.05



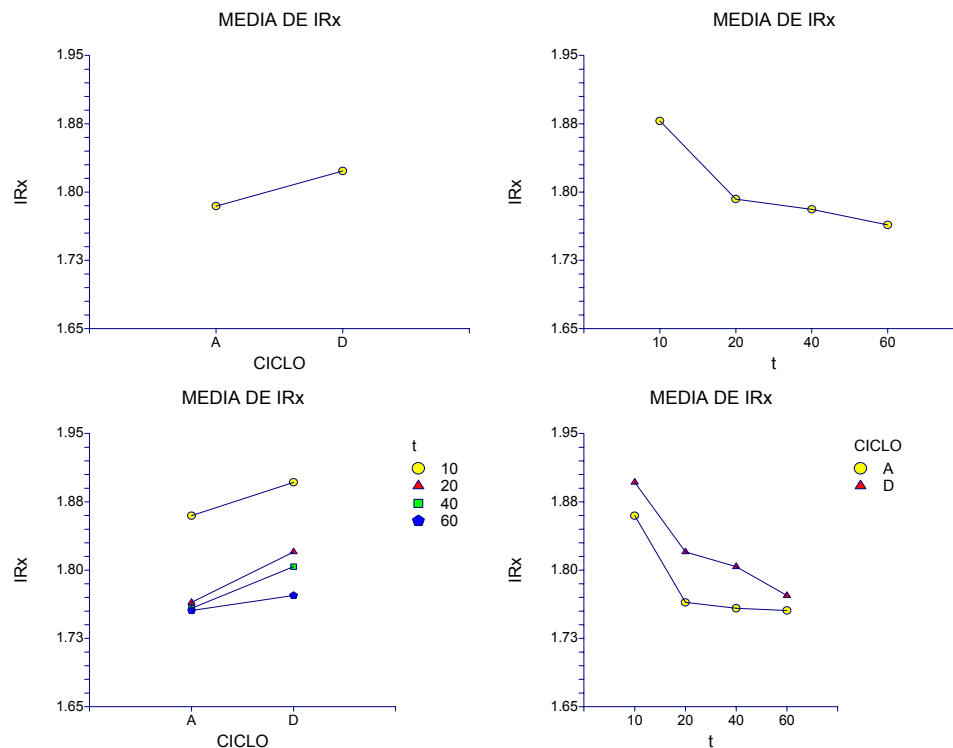


Análisis de varianza para Índice de Rehidratación de ambos ciclos ascendente (40-60) y descendente (60-40)

Respuesta IR ambos ciclos

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: CICLO	1	1.190651E-02	1.190651E-02	21.56	0.018834*
B: t	3	6.214019E-02	0.0207134	37.50	0.007051*
AB	3	1.657038E-03	5.52346E-04	0.17	0.916599
S	24	7.868305E-02	3.27846E-03		
Total (Adjusted)	31	0.1543868			
Total	32				

* Alpha = 0.05

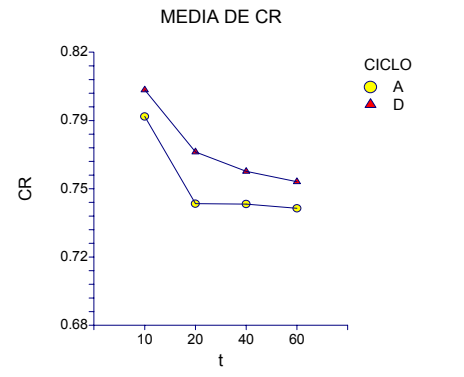
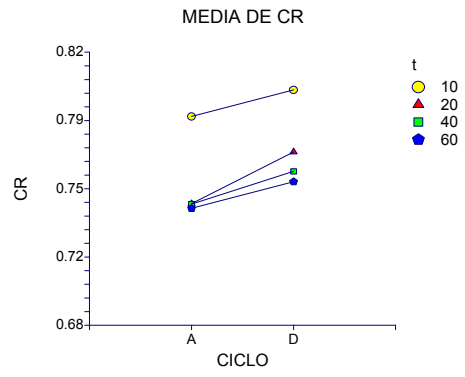
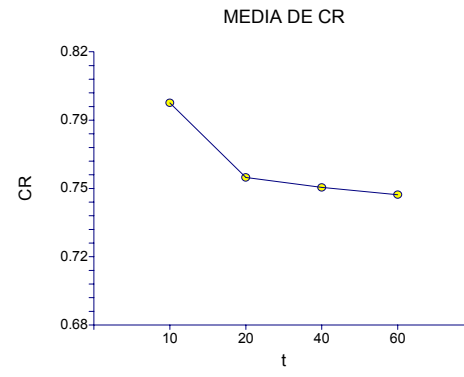
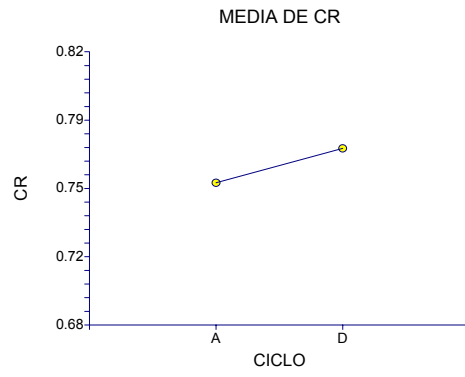


Análisis de varianza para Coeficiente de Rehidratación de ambos ciclos ascendente (40-60) y descendente (60-40)

Respuesta: CR

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: CICLO	1	2.486942E-03	2.486942E-03	33.47	0.010273*
B: t	3	0.0113522	3.784067E-03	50.92	0.004511*
AB	3	2.229336E-04	7.431119E-05	0.14	0.932190
S	24	1.234143E-02	5.142263E-04		
Total (Adjusted)	31	2.640351E-02			
Total	32				

* Alpha = 0.05





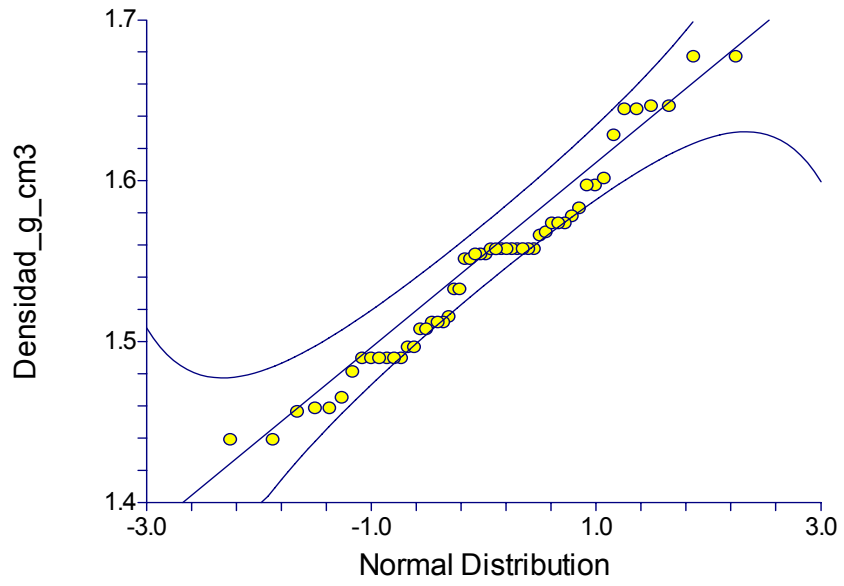
Anexo E. Resultados y estadísticos empleados en la evaluación de la densidad.

Tabla E.1. Densidad de muestras de ajo (*Allium sativum*, L.) deshidratadas a temperatura constante.

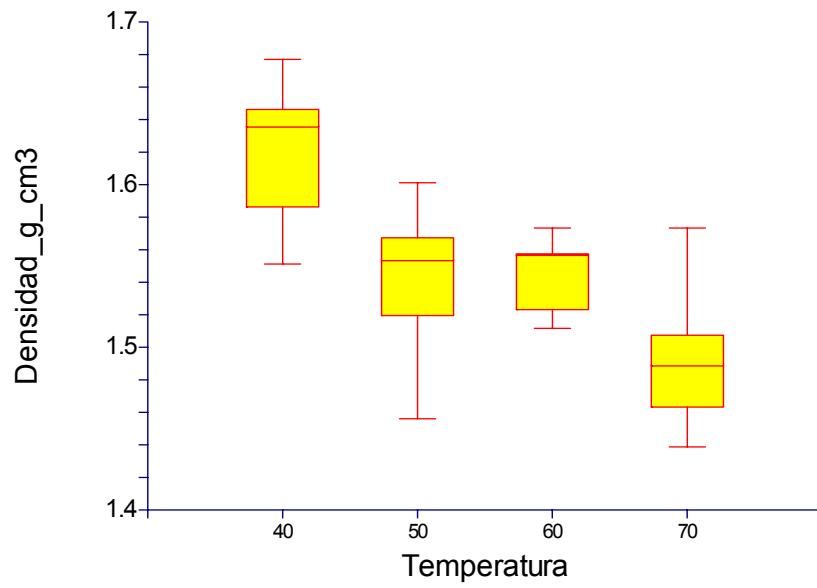
T _{secado}	Fecha de elaboración	δ (g/cm ³)	T _{secado}	Fecha de elaboración	δ (g/cm ³)		
40°C	14/02/2006	1 0.0685	60° C	02/01/2006	1 0.0446	1.6349	*1.8204
						1.6349	*1.9076
						1.6731	*1.7666
						1.6731	*1.9076
						1.6161	*2.1115
						1.5631	*1.9076
40°C	14/02/2006	2 0.0353	60° C	08/01/2006	2 0.0387	1.3652	*1.2748
						1.4211	*1.3311
						1.3867	*1.2748
						1.4211	*1.2399
						1.3652	*1.3311
						1.3542	*1.3930
40°C	03/01/2006	1 0.0438	70°C	27/02/2006	1 0.0381	*2.4744	1.5334
						*2.5689	1.3952
						*2.4744	1.4543
						*2.4744	1.4180
						*2.4744	1.4543
						*2.7972	1.4543
40°C	03/01/2006	2 0.0442	70°C	25/02/2006	1 0.0397	1.6372	1.3910
						1.5263	1.4623
						1.5797	1.4753
						1.5263	1.4623
						1.5797	1.4257
						1.6372	1.4753
50°C	31/01/2006	1 0.0433	70°C	27/02/2006	2 0.0351	1.5847	*1.6924
						1.5434	*1.6314
						1.4445	*1.6924
						1.5044	*1.6924
						1.5573	*1.6314
						1.5044	*1.6314
50°C	28/02/2006	1 0.0488	70°C	15/02/2006	2 0.0379	1.5457	*1.8189
						1.4154	*1.7055
						1.5297	*1.7055
						1.5297	*1.8189
						1.4844	*1.8189
						1.5297	*1.7055
60° C	08/01/2006	1 0.0387					
			1.4803				
			1.5522				
			1.5335				
			1.5522				
			1.4803				
						1.4803	



Normal Probability Plot of Densidad_g_cm3



Box Plot





Reporte del Análisis de Varianza

Respuesta: Densidad

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: T_	3	0.1267826	4.226087E-02	16.08	0.023616*
B: Muestra_	1	3.92951E-03	3.92951E-03	1.50	0.308673
AB	3	7.882827E-03	2.627609E-03	1.47	0.236229
S	40	7.132316E-02	1.783079E-03		
Total (Adjusted)	47	0.2099181			
Total	48				

* Alpha = 0.05

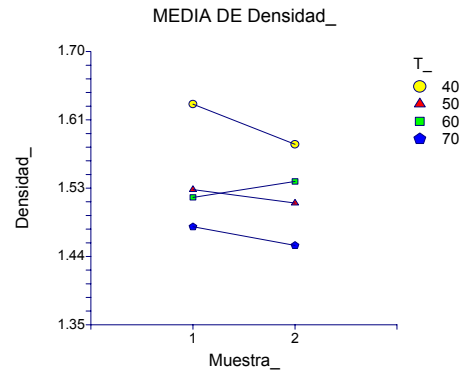
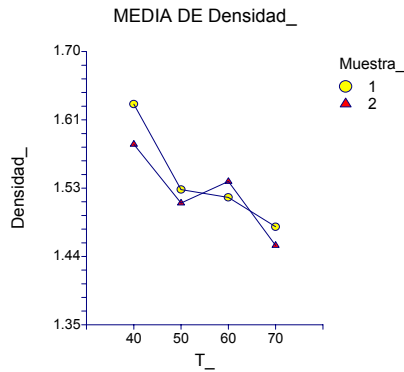
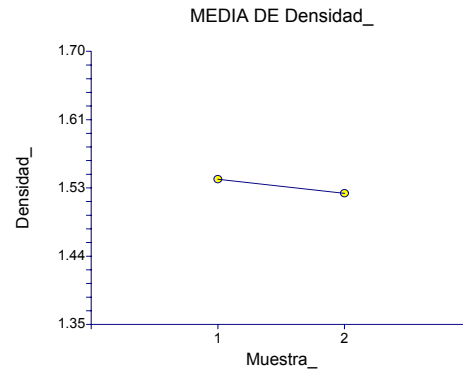
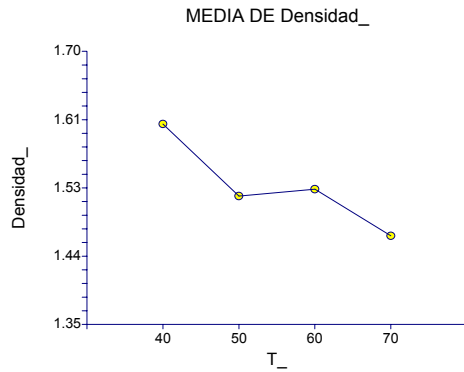
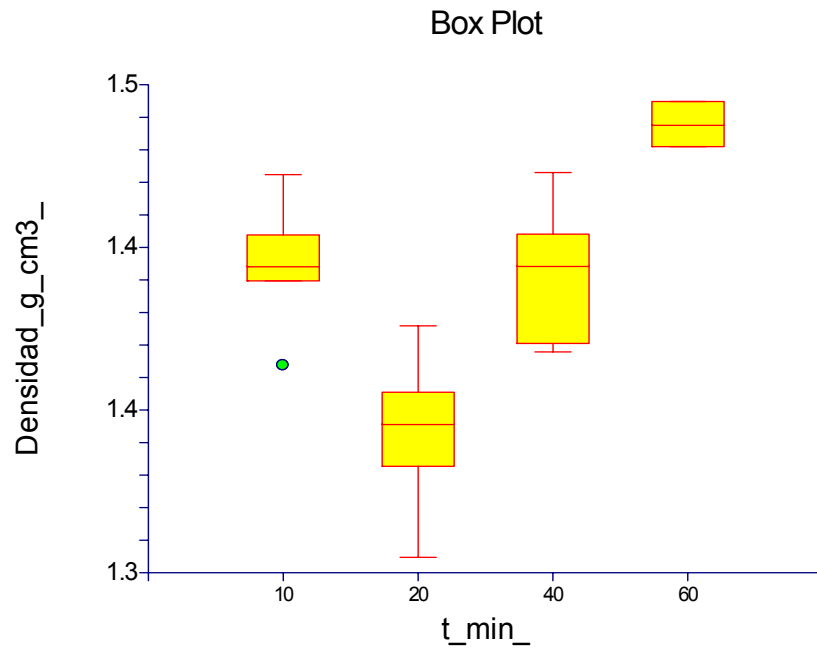
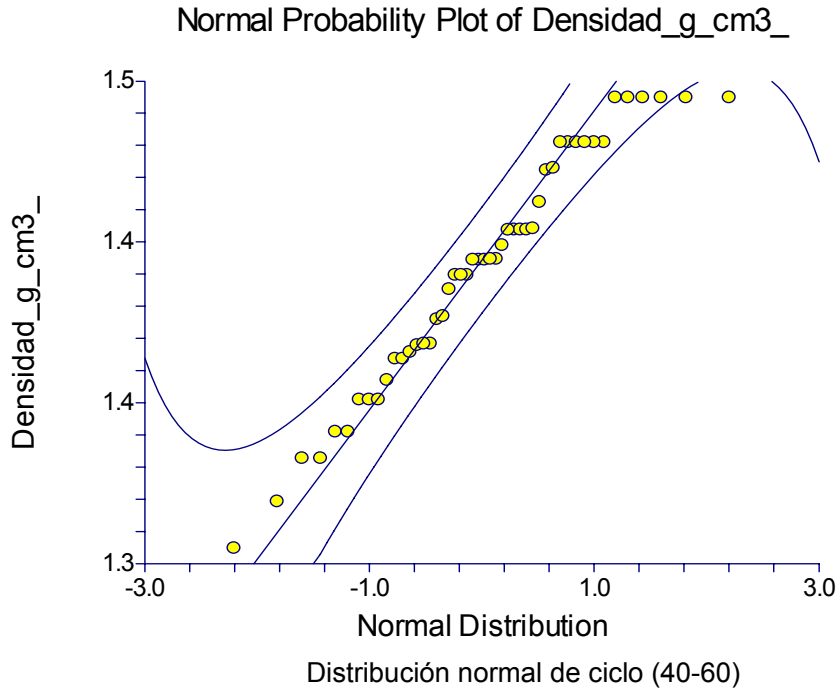




Tabla E.2. Densidad de muestras de ajo (*Allium sativum*, L.) deshidratadas con ciclo ascendente.

T _{secado}	Fecha de secado	Repetición	δ (g/cm ³)	X _{bs}	T _{secado}	Fecha de secado	Repetición	δ (g/cm ³)	X _{bs}
20-10 min	01/02/2006	1	*1.5026 1.4259 1.4384 1.4631 1.4259 *1.5026	0.0321	20-40 min	10/02/2006	2	1.4443 1.4826 1.4443 1.4443 1.4826 1.4826	0.0406
20-10 min	23/01/2006	1	*1.4951 *1.4951 1.4319 1.4196 1.3849 1.3849	0.0439	20-40 min	06/01/2006	2	1.6946 1.6432 *1.7128 *1.7128 1.6432 1.6551	0.0389
20-10 min	23/01/2006	2	1.5486 1.5057 1.5057 1.5057 1.5200 1.5200	0.0458	20-60	26/01/2006	1	*1.3757 *1.3123 *1.3432 *1.3757 *1.3123 *1.3432	0.0403
20-20 min	04/01/2006	1	1.3679 1.4012 1.3679 1.3063 1.3257 1.3679	0.0434	20-60	17/02/2006	1	*1.2853 *1.3449 *1.3342 *1.3342 *1.3658 *1.3342	0.0449
20-20 min	16/02/2006	1	1.3876 1.3436 1.3436 1.3546 1.3546 1.3760	0.0386	20-60	26/01/2006	2	*1.7537 1.5531 1.5682 *1.7167 1.6468 1.6468	0.0403
20-40 min	10/02/2006	1	1.4259 1.4137 1.3911 1.3911 1.4498 1.4383	0.0424	20-60	17/02/2006	2	1.5812 1.5364 1.6979 1.6979 1.6289 1.6289	0.0466
20-40	06/01/2006	1	1.4025 1.4389 1.4640 1.4262 1.4262 1.3905	0.0405					





Reporte del Análisis de Varianza

Respuesta: Densidad_g_cm3_

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t_min_	3	9.504382E-02	3.168128E-02	44.70	0.005459*
B: _Muestra	1	1.468473E-03	1.468473E-03	2.07	0.245637
AB	3	2.126218E-03	7.087392E-04	1.69	0.184473
S	40	1.677251E-02	4.193129E-04		
Total (Adjusted)	47	0.115411			
Total	48				

* Alpha = 0.05

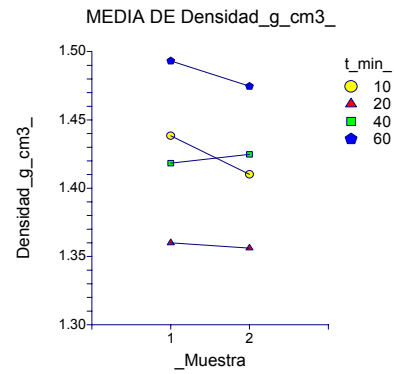
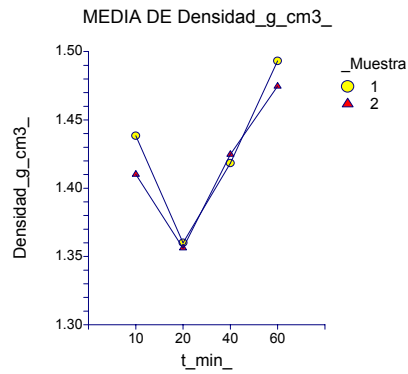
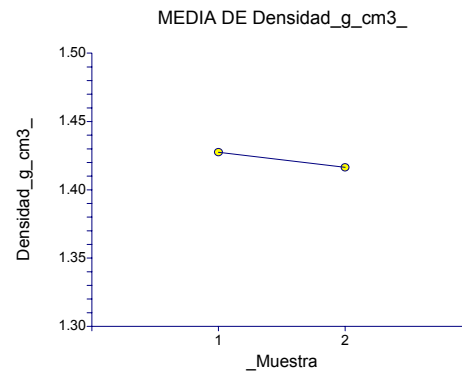
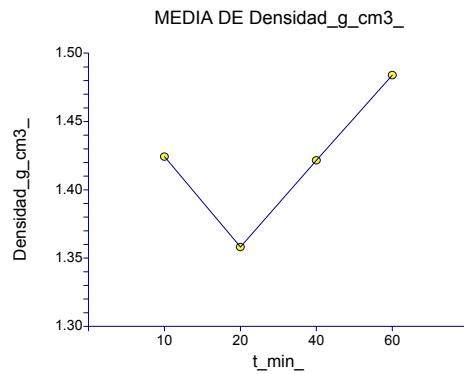


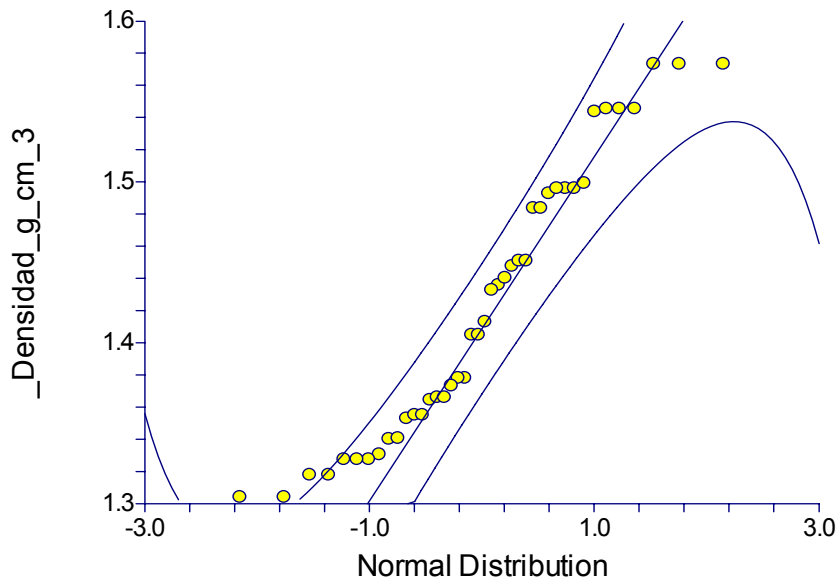


Tabla E.3. Datos de Densidad de muestras de ajo (*Allium sativum*, L.) deshidratadas con ciclo descendente (60-40)

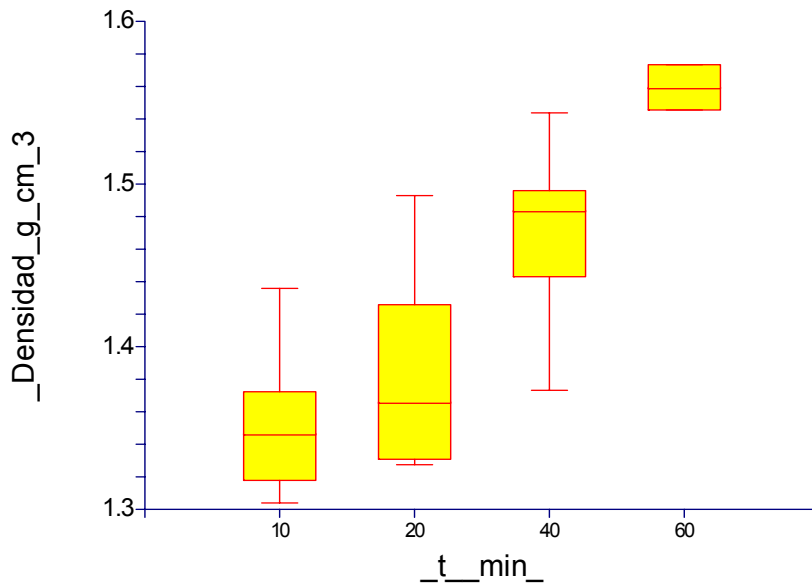
T _{secado}	Fecha de secado	Repetición	δ (g/cm ³)	X _{bs}	T _{secado}	Fecha de secado	Repetición	δ (g/cm ³)	X _{bs}
20-10 min	03/02/2006	1	1.3650 1.3033 1.3650 1.3441 1.3033 1.3334	.0455	20-40 min	08/02/2006	1	1.4531 1.4531 1.4169 1.3941 1.4660 1.3610	.0380
20-10 min	23/02/2006	1	1.3459 1.3254 1.3148 1.4132 1.3459 1.3148	.0442	20-60	24/02/2006	1	1.3691 1.3914 1.3914 1.3914 1.3914 1.4271	.0395
20-10 min	03/02/2006	2	*1.3348 *1.3559 *1.3896 *1.3560 *1.3896 *1.3896	.0404	20-60	07/02/2006	1	1.4271 1.3916 1.3579 1.3579 1.4271 1.3579	.0367
20-20 min	25/01/2006	1	1.3874 1.3874 1.4230 1.3537 1.4106 1.4607	.0404	20-60	24/02/2006	2	*1.7099 *1.7653 *1.7653 *1.7653 *1.7099 *1.7099	.0373
20-20 min	09/02/2006	1	1.3550 1.3550 1.3229 1.3229 1.3229 1.3338	.0440	20-60	07/02/2006	2	*1.6175 *1.7342 *1.6018 *1.5864 *1.6018 *1.5864	.0367
20-40	24/01/2006	1	1.4633 1.4258 1.4633 1.5031 1.4633 1.4258	.0361					



Normal Probability Plot of _Densidad_g_cm_3



Box Plot

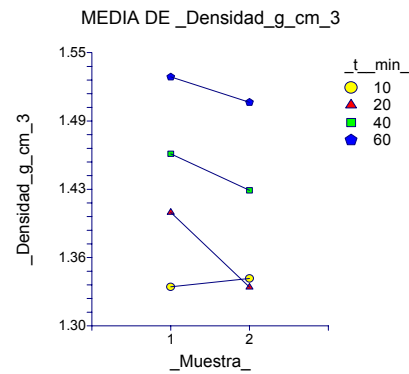
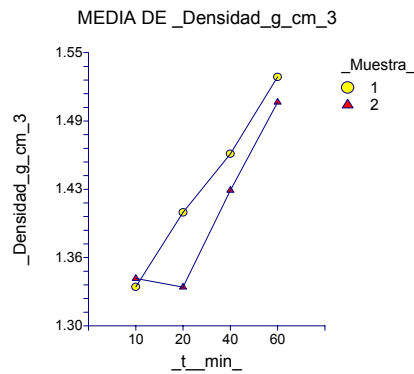
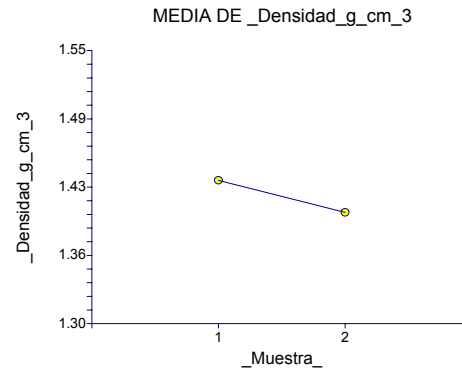
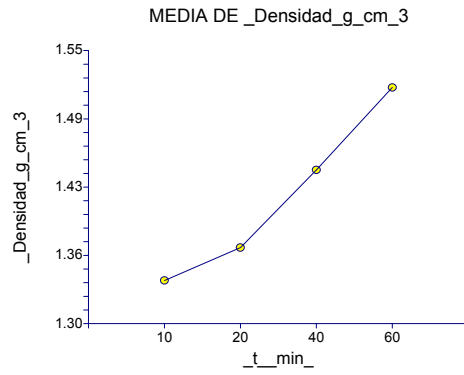


Reporte del Análisis de Varianza

Respuesta: _Densidad_g_cm_3

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: _t_min_	3	0.1556863	5.189544E-02	17.74	0.020588*
B: _Muestra_	1	8.260826E-03	8.260826E-03	2.82	0.191461
AB	3	8.775904E-03	2.925301E-03	3.18	0.036110*
S	34	0.0312379	9.187617E-04		
Total (Adjusted)	41	0.2052829			
Total	42				

*Alpha = 0.05

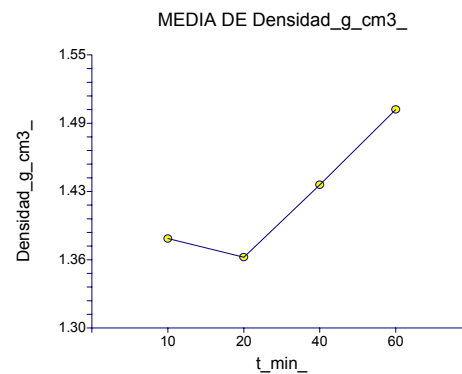
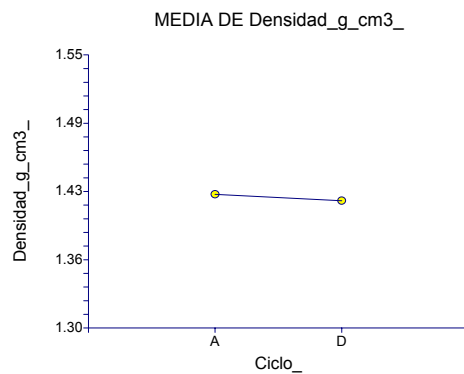


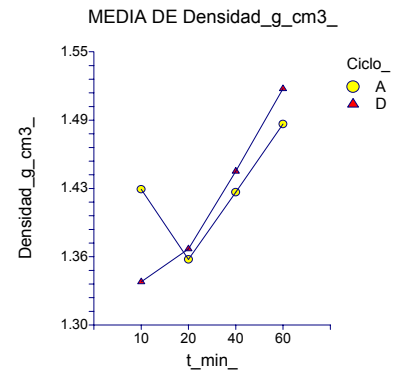
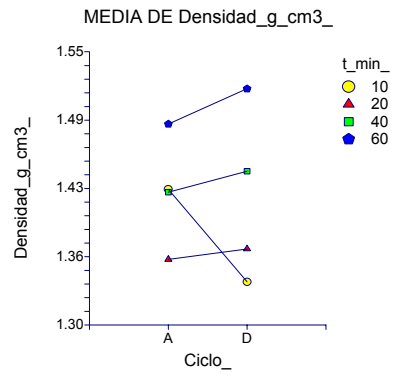
Análisis de varianza para el Ciclo ascendente y descendente

Respuesta: Densidad_g_cm3_

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: Ciclo_	1	6.668155E-04	6.668155E-04	0.04	0.850190
B: t_min_	3	0.1883191	6.277302E-02	3.98	0.143059
AB	3	0.0472764	0.0157588	18.70	0.000000*
S	76	6.406344E-02	8.429401E-04		
Total (Adjusted)	83	0.302894			
Total	84				

*Alpha = 0.05







Anexo F. Resultados obtenidos en la determinación de temperatura de transición vítrea con mdsc

Tabla F.1. Resultados del barrido en MDSC de las muestras de ajo (*Allium sativum*, L.) secadas a temperatura constante, calculada mediante los métodos I, V, VIa y VIb.

No de Muestra	T _{secado} (°C)	W (mg)	X _{b.s.}	T _{gI}	T _{gV}	T _{gVIa}	T _{gVIb}
20	40	32.7	0.0815	59.88	54.92	56.24	55.97
21	40	20.5	0.0651	57.87	56.74	56.69	56.44
23	50	31.2	0.0712	65.61	60.99	60.78	62.3
24	50	22.9	0.0752	57.63	57.48	57.32	58.21
25	60	22.3	0.0725	61.73	61.68	61.92	64.08
26	60	27.1	0.0683	60.65	60.75	60.79	60.46
28	70	25.5	0.0710	64.34	63.64	63.31	65.37
29	70	22.5	0.0716	57.11	57.09	57.32	57.32

Tabla F.2. Temperatura de transición vítrea del ciclo Ascendente (40-60) calculada mediante los métodos I, V, VIa y VIb

No de Muestra	τ (min)	W (mg)	X _{b.s.}	T _{gI}	T _{gV}	T _{gVIa}	T _{gVIb}
1	10	25.6	0.0647	63.43	63.43	63	63.66
2	10	25.4	0.0875	52.66	53.03	52.59	51.23
4	20	25.4	0.0795	58.36	56.51	55.43	56.14
5	20	26.9	0.0683	60.31	60.41	59.53	59.53
7	40	28.8	0.0764	58.63	56.58	56.45	57.72
8	40	25.3	0.0713	62.27	60.75	61.9	63
10	60	22.8	0.0687	61.77	61.79	61.67	62.19
11	60	23.8	0.0763			56.22	

Tabla F.3. Temperatura de transición vítrea del ciclo Descendente (60-40) calculada mediante los métodos I, V, VIa y VIb

No de Muestra	τ (min)	W (mg)	X _{b.s.}	T _{gI}	T _{gV}	T _{gVIa}	T _{gVIb}
12	10	24.9	0.0750	51.02	51.19	51.23	51.98
13	10		0.07870	50.18	49.73	50.32	50.22
14	20	25.4	0.0771	54.59	51.26	51.01	51.23
15	20	22	0.0742	51.96	52.04	51.96	51.91
16	40	25.1	0.0775	54.54	52.14	51.7	49.68
17	40	25.6	0.0674	53.24	53.24	52.91	52.87
18	60	28.3	0.0724	56.67	51.38	52.46	52.14
19	60	27.8	0.0817	58.12	53.29	52.84	52.89

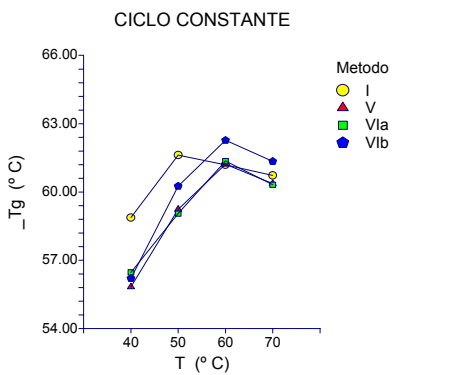
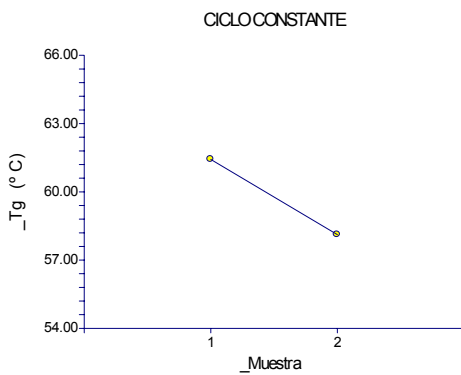
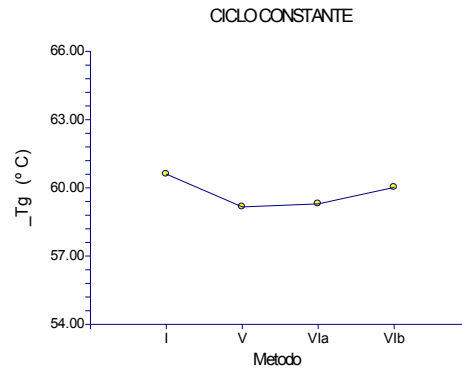
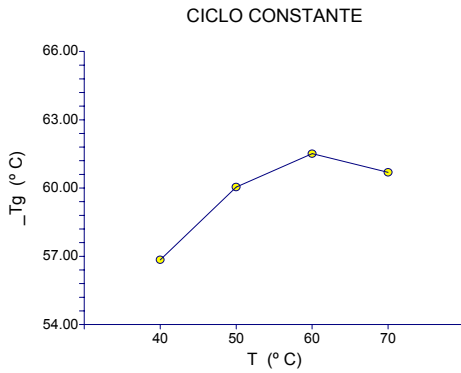


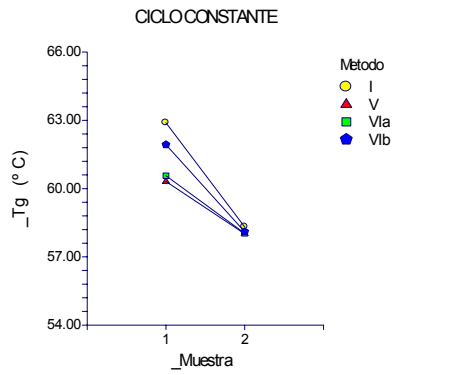
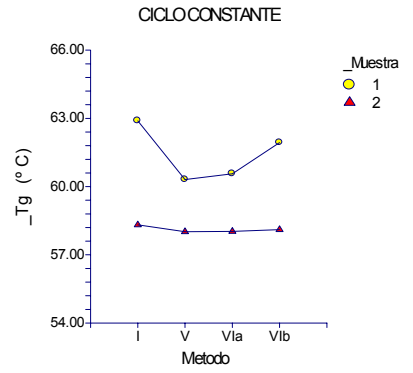
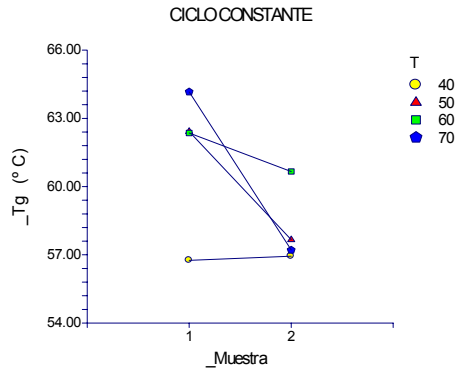
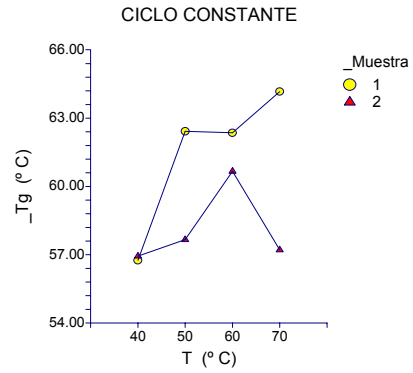
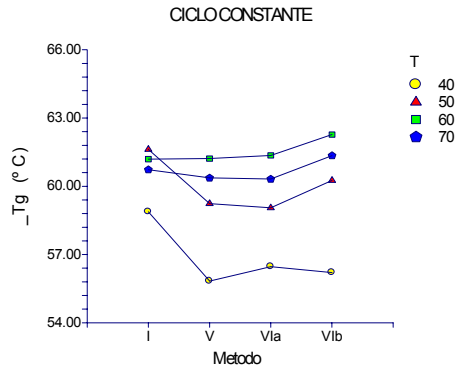
Análisis de Varianza de los valores de Tg Calculados con los métodos I, V, VI y VII

Respuesta: _Tg

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: T	3	99.97241	33.32413	25.23	0.000103*
B: Metodo	3	10.79958	3.599861	2.73	0.106439
AB	9	11.88715	1.320795		
C: _Muestra	1	87.41725	87.41725		
AC	3	60.42081	20.14027	24.07	0.000124*
BC	3	7.005234	2.335078	2.79	0.101573
ABC	9	7.530053	0.8366725		
S	0	-9.086797E-14			
Total (Adjusted)	31	285.0325			
Total	32				

* Alpha = 0.05







CONSTANTES

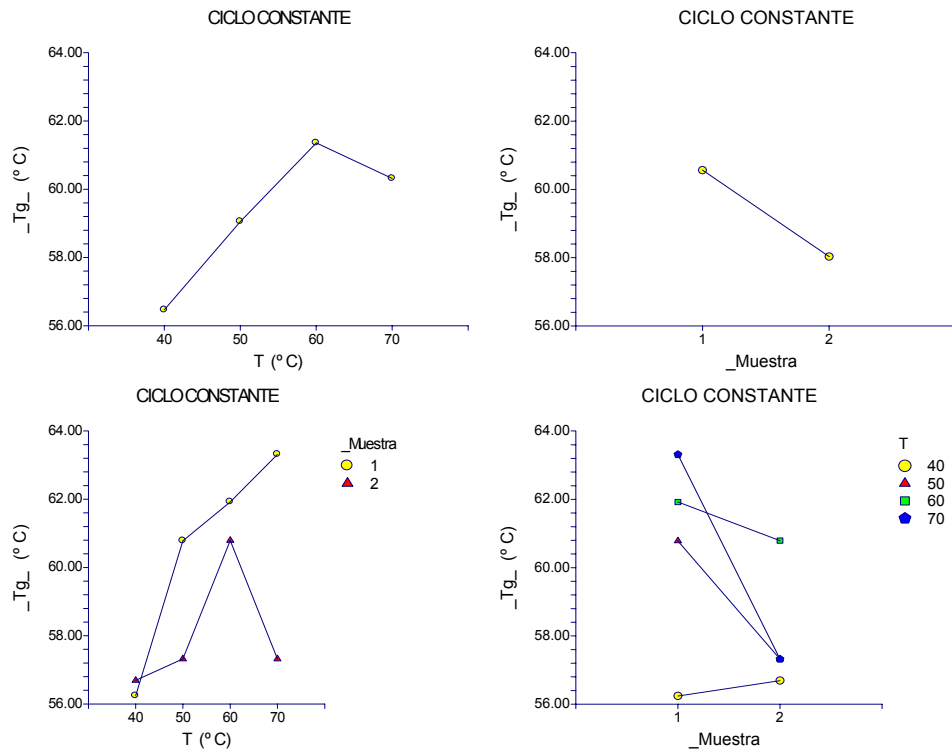
Tabla F.4. Datos para el cálculo de la temperatura de transición vítrea anhidra del ciclo constante

T _{secado} (° C)	Muestra	Almacena- miento	DENSIDAD DE AJO			T. DE TRANSICIÓN VITREA					t total de secado	t de secado a 0.12
			ρ anhidra (g/cm ³)	Desv Est.	X _{b.s.}	W (mg)	X _{b.s.}	Tg	Tg anhidra	K _{G-T}		
40	20	210	1.58107	0.05	0.06853	32.7	0.08153	56.24	136.50	4.703	620	389.248
40	21	167	1.63253	0.04	0.04420	20.5	0.07511	56.69	131.81	4.801	420	402.732
50	23	183	1.52312	0.05	0.04331	31.2	0.07117	60.78	134.05	4.859	300	202.04
50	24	153	1.50577	0.05	0.04876	22.9	0.07516	57.32	125.87	4.363	300	197.448
60	25	212	1.53350	0.04	0.03866	22.3	0.07254	61.92	131.71	4.508	415	128.1
60	26	204	1.51313	0.00	0.03866	27.1	0.06829	60.79	123.69	4.361	420	121.934
70	28	168	1.47552	0.04	0.03974	25.5	0.07098	63.31	128.91	4.308	180	79.8746
70	29	154	1.45158	0.05	0.03806	22.5	0.07159	57.32	118.93	4.133	120	67.2

Análisis de varianza de Tg de las muestras del ciclo constante

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: T	3	26.70584	8.901946	2.26	0.260674
B: _Muestra	1	12.82711	12.82711	3.25	0.169184
AB	3	11.83844	3.946146		
S	0	-1.047339E-16			
Total (Adjusted)	7	51.37139			
Total	8				

* Alpha = 0.05

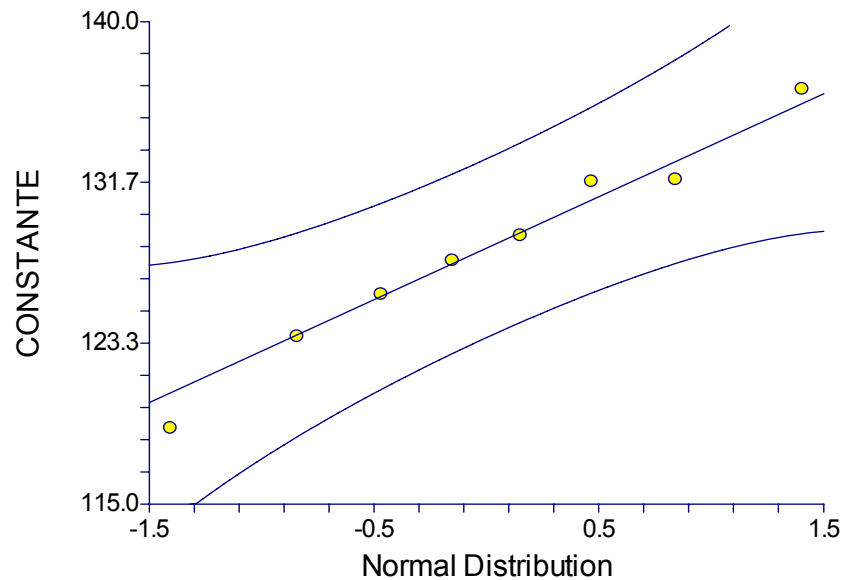




TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA ANHIDRA

De acuerdo al data screening, no hay valores extraños, asimismo, la distribución de los datos es normal. Sin embargo, la muestra 22, se sale de la tendencia de los datos.

Normal Probability Plot of CONSTANTE



Nota: Se obtuvo la Tg anhidra de la muestra 22 mediante el data screening multivariable normal considerando el bloque "Muestra (1,2)"

Análisis de varianza de la Tg anhidra de las muestras deshidratadas con el ciclo constante

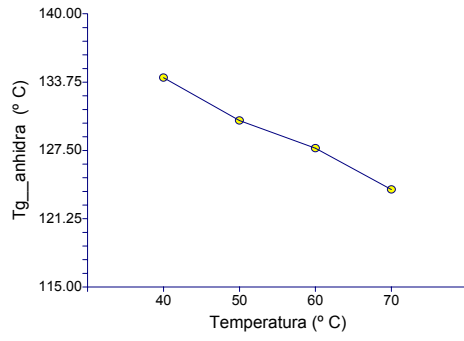
Respuesta: Tg__anhidra

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: Temperatura	3	111.1081	37.03605	14.48	0.027335*
B: Muestra	1	123.2981	123.2981	48.20	0.006130*
AB	3	7.674812	2.558271		
S	0	9.777034E-14			
Total (Adjusted)	7	242.081			
Total	8				

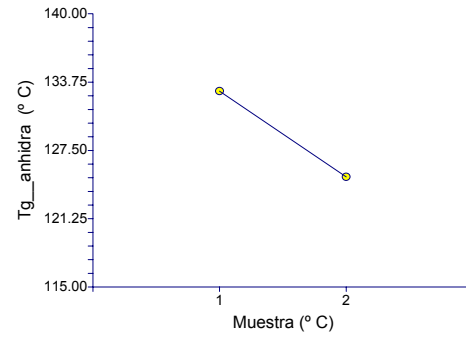
* Alpha = 0.05



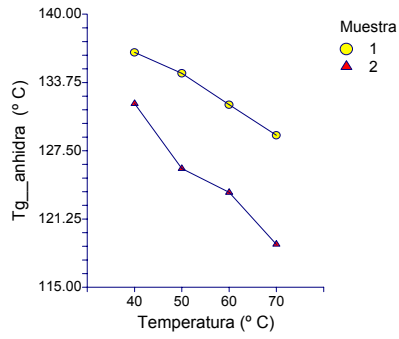
CICLO CONSTANTE



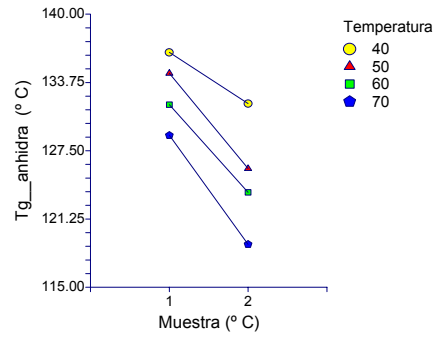
CICLO CONSTANTE



CICLO CONSTANTE



CICLO CONSTANTE





CICLO ASCENDENTE (40-60)

Tabla F.5. Datos para el cálculo de la temperatura de transición vítrea anhidra del ciclo ascendente (40-60)

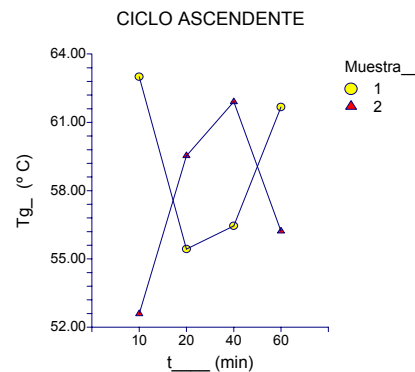
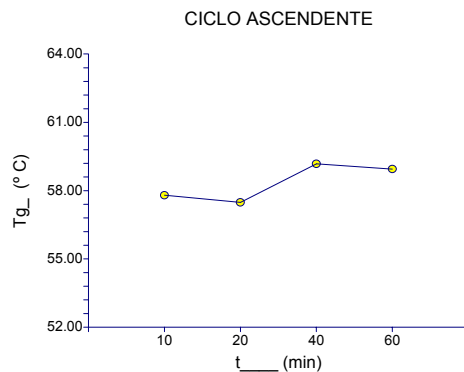
τ (min)	Muestra	Almacenamiento	DENSIDAD DE AJO			T. DE TRANSICIÓN VITREA					t total de secado	t de secado a 0.12
			δ anhidra (g/cm ³)	Desv Est.	X _{b.s.}	W (mg)	X _{b.s.}	Tg	Tg anhidra	K _{G-T}		
10	1	171	1.41008	0.02	0.03210	25.6	0.06473	63	118.226	4.01	245	162.0
10	2	162	1.43835	0.01	0.04390	25.4	0.08747	52.59	121.564	3.815	300	201.9
20	4	194	1.35615	0.03	0.04341	25.4	0.07955	55.43	119.389	3.866	390	214.5
20	5	153	1.36000	0.02	0.03860	26.9	0.07687	59.53	123.277	3.915	300	212.7
40	7	194	1.42472	0.03	0.04050	28.8	0.07638	56.45	121.42	4.082	370	162.4
40	8	159	1.41832	0.02	0.04240	25.3	0.07130	61.9	124.059	4.091	240	148.6
60	10	174	1.47461	0	0.04030	22.8	0.06868	61.67	123.603	4.249	240	198.6
60	11	157	1.49314	0	0.04490	23.8	0.07630	56.22	124.718	4.314	300	231.9

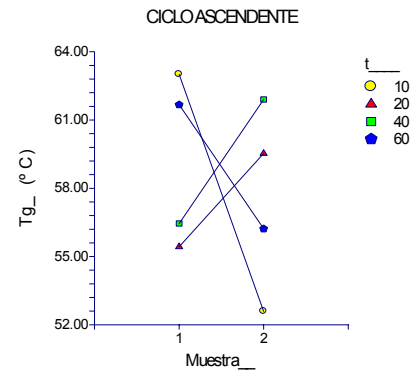
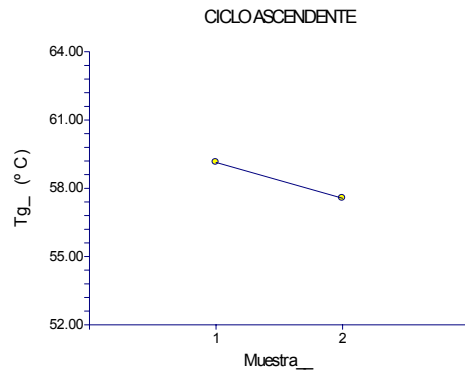
Análisis de varianza de Tg de las muestras del ciclo descendente (40- 60)

Respuesta: Tg_

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t_	3	4.199138	1.399712	0.05	0.983545
B: Muestra_	1	4.977013	4.977013	0.17	0.707005
AB	3	87.31454	29.10485		
S	0	-2.355408E-14			
Total (Adjusted)	7	96.49068			
Total	8				

* Alpha = 0.05



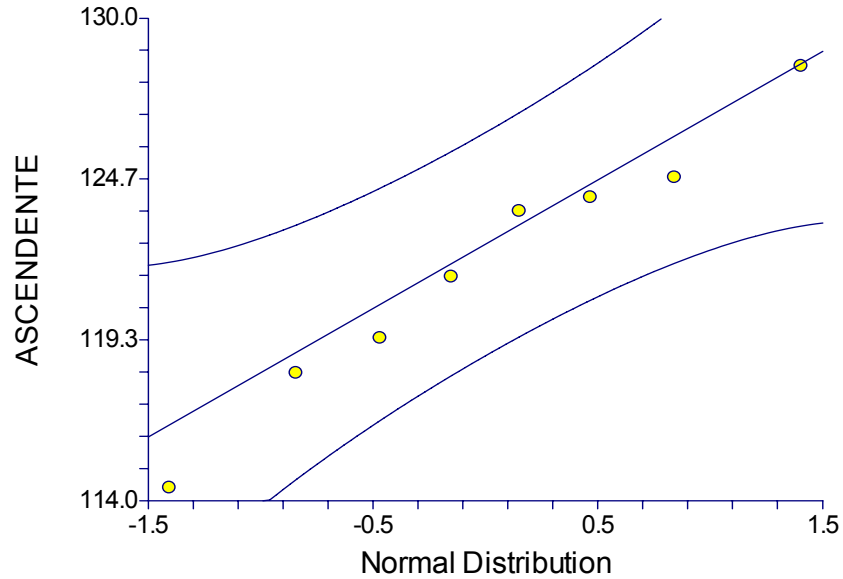




TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA ANHIDRA

De Acuerdo al data screening, no hay datos extraños. Y la distribución de los datos es normal.

Normal Probability Plot of ASCENDENTE



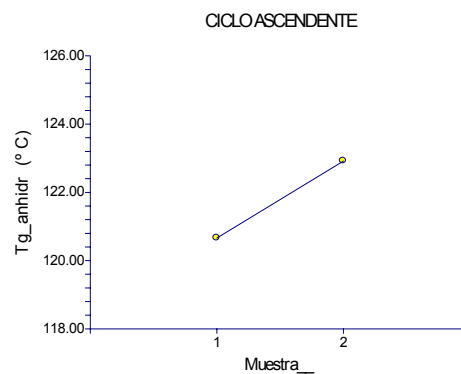
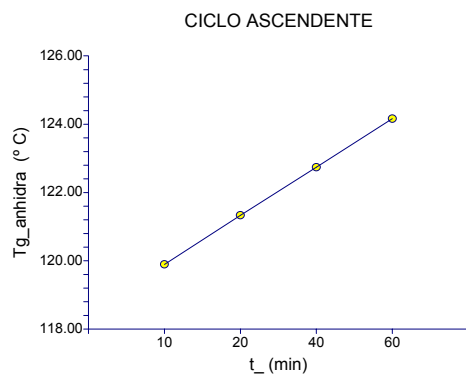
Se recalculo el valor de la Tg anhidra de la muestra 2 mediante el data screening multivariable normal considerando el bloque "Muestra (1,2)"

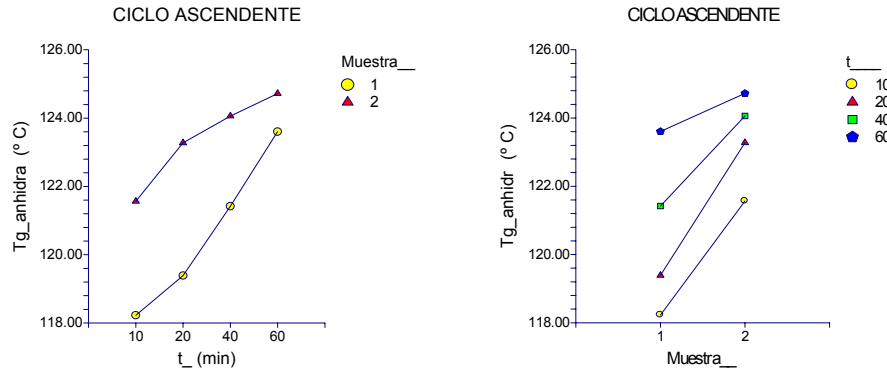
Análisis de varianza de la Tg anhidra de las muestras deshidratadas con el ciclo ascendente (40-60)

Respuesta: Tg_anhidra

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t_	3	20.17344	6.72448	9.33	0.049646*
B: Muestra__	1	15.06969	15.06969	20.90	0.019636*
AB	3	2.163039	0.7210129		
S	0	6.391579E-15			
Total (Adjusted)	7	37.40617			
Total	8				

* Alpha = 0.05





CICLO DESCENDENTE (60-40)

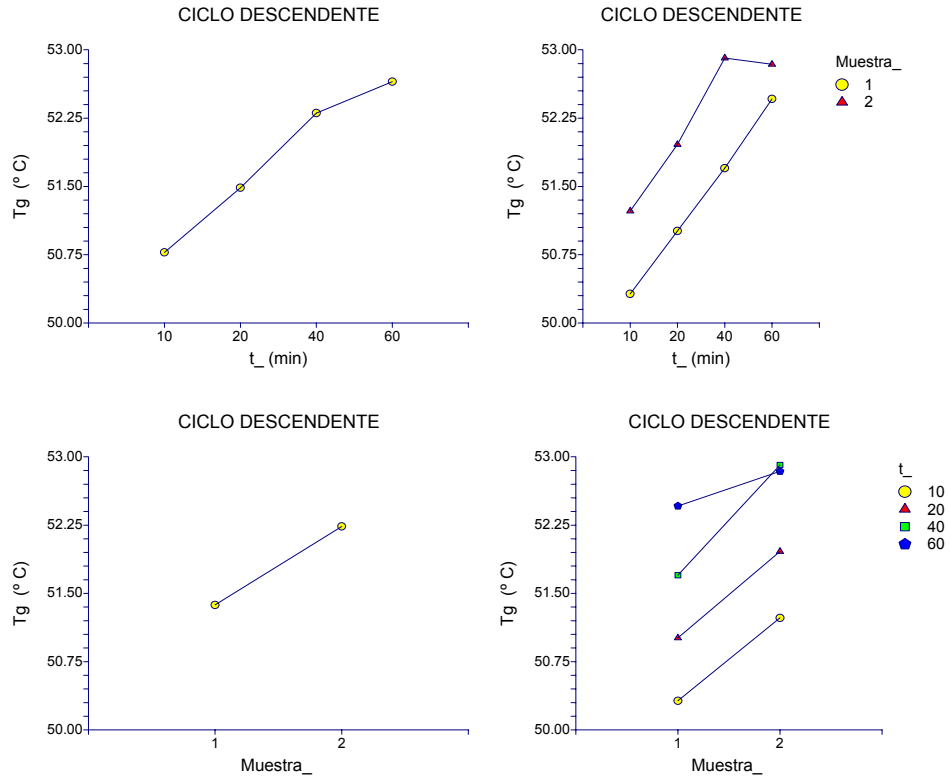
Tabla F.6. Datos para el cálculo de la temperatura de transición vítrea anhidra del ciclo descendente (60-40)

			DENSIDAD DE AJO			T. DE TRANSICIÓN VITREA						
τ (min)	muestra	Almacenamiento	δ anhidra (g/cm ³)	Desv Est.	X _{b.s.}	W (mg)	X _{b.s.}	Tg	Tg anhidra	K _{G-T}	t total de secado	t de secado a 0.12
10	13	171	1.33568	0.03	0.04424		0.07870	50.32	109.38	3.711	300	180.73
10	12	151	1.34333	0.04	0.04549	24.9	0.07497	51.23	107.60	3.715	300	295.36
20	14	182	1.40380	0.04	0.04042	25.4	0.07712	51.01	112.41	3.929	275	191.35
20	15	167	1.38000	0.02	0.04397	22	0.07416	51.96	109.73	3.837	270	210.43
40	16	189	1.45743	0.03	0.03613	25.1	0.07501	51.7	113.95	4.09	320	159.09
40	17	168	1.42403	0.04	0.03803	25.6	0.06738	52.91	111.68	4.306	300	207.36
60	18	175	1.50459	0.00	0.03947	28.3	0.07237	52.46	114.78	4.239	300	168.86
60	19	158	1.52779	0.00	0.03668	27.8	0.08172	52.84	113.53	3.611	240	191.75

Análisis de varianza de Tg de las muestras del ciclo descendente (60-40)

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: txx	3	4.254638	1.418213	23.41	0.013902*
B: Muestra_	1	1.487813	1.487813	24.56	0.015772*
AB	3	0.1817375	6.057917E-02		
S	0	5.701142E-16			
Total (Adjusted)	7	5.924188			
Total	8				

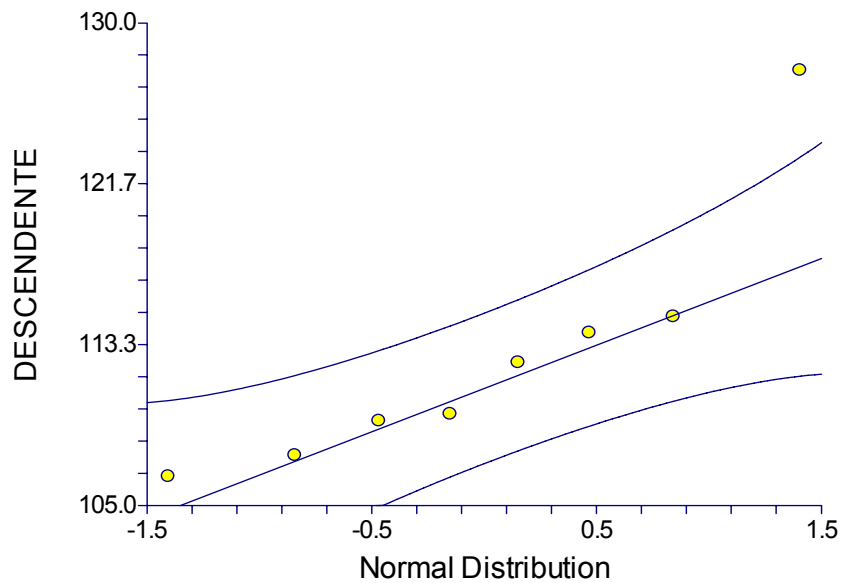
*Alpha = 0.05



TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VITREA ANHIDRA

De acuerdo al data screening realizado, no hay datos extraños, sin embargo existe un dato fuera de la distribución normal. El dato fuera de la distribución normal es el de la muestra 19.

Normal Probability Plot of DESCENDENTE





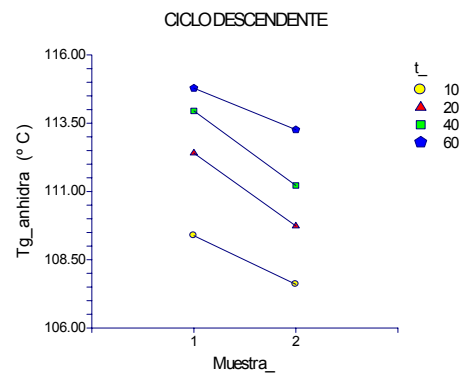
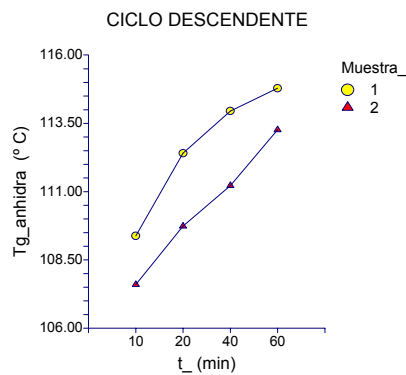
NOTA: Se recalcularon los valores de Tg anhidra de las muestras 17 y 19 mediante el data screening multivariable normal considerando el bloque "Muestra (1,2)"

Análisis de varianza de la Tg anhidra de las muestras deshidratadas con el ciclo descendente (60-40)

Respuesta: Tg_anhidra

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t_	3	33.57333	11.19111	59.24	0.003613*
B: Muestra_	1	9.474662	9.474662	50.15	0.005790*
AB	3	0.5667571	0.1889191		
S	0	-4.908237E-15			
Total (Adjusted)	7	43.61475			
Total	8				

*Alpha = 0.05

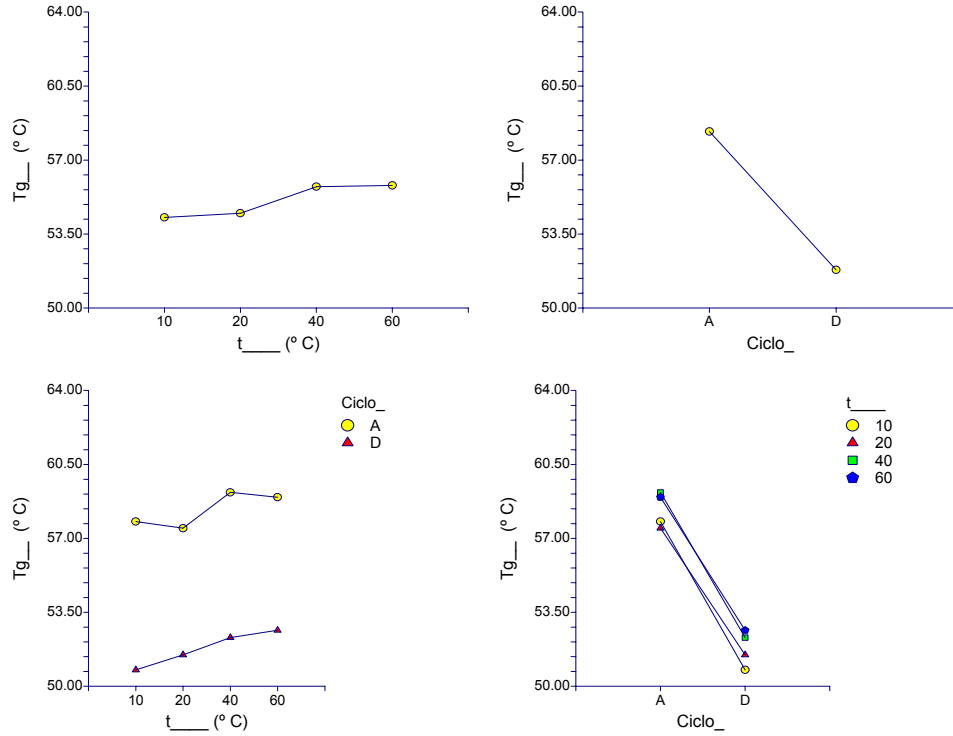


Análisis de varianza de la Temperatura de Transición vítrea del Ciclo ascendente y descendente

Respuesta: Tg__

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t_	3	7.757525	2.585842	11.14	0.039119*
B: Ciclo_	1	171.3481	171.3481	738.30	0.000109*
AB	3	0.69625	0.2320833	0.02	0.995915
S	8	93.9611	11.74514		
Total (Adjusted)	15	273.763			
Total	16				

*Alpha = 0.05



Reporte de análisis de varianza.

Respuesta: Tg_anhida

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F ₀	Valor de P
A: t_____	3	52.6196	17.53987	46.65	0.005128*
B: Ciclo_	1	440.2863	440.2863	1171.10	0.000055*
AB	3	1.127874	0.375958	0.11	0.951677
S	8	27.27452	3.409316		
Total (Adjusted)	15	521.3083			
Total	16				

*Alpha = 0.05

