

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA**

**· FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**Y MANUFACTURERA**

**"Preparación de Caramelina para  
uso de Sazonadores"**

**TESIS**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE**

**INGENIERO QUÍMICO**

**PEDRO ALBERTO CALDERON HERNANDEZ**

**DIDI LEODOMIRO CAJAHUARINGA RIVERA**

**LIMA – PERU**

**2001**

# **PREPARACIÓN DE CARMELINA PARA USO DE SAZONADORES**

# INDICE

## CAPITULO 1: Introducción

1.1 Antecedentes

1.2 Problema

## CAPITULO 2: Generalidades de Caramelina

2.1 Objetivo

2.2 Materia Prima

2.3 Caramelina

2.4 Alimento Seguro

2.5 Caramelina como producto multifuncional

2.6 Clases de Caramelina

2.7 Una formula natural para una demanda de mercado

2.8 Propiedades físicas y químicas en general

2.9 Aplicaciones

## CAPITULO 3: Procedimiento de investigación

3.1 Evaluación de materia prima

3.1.1 Determinación de azúcares y sacarosa en materias primas de diferentes procedencias

3.1.2 Caracterización espectrofotométrica

3.1.3 Humedad de azúcares

- 3.1.4 Color de azúcar
- 3.1.5 Resumen de características
- 3.2 Selección del tipo de caramulina compatible para sillao
- 3.3 Selección de variables principales de operación
- 3.4 Tipos de catalizadores

## CAPITULO 4: Procedimiento Experimental

- 4.1 Caracterización de caramulina
  - 4.1.1 Poder tintóreo
  - 4.1.2 Índice de Color
  - 4.1.3 Compatibilidad con el licor
- 4.2 Metodología para obtener el colorante caramulina
- 4.3 Elección del tipo de azúcar
- 4.4 Análisis de variables
- 4.5 Proceso en sistema abierto
- 4.6 Proceso en sistema cerrado
- 4.7 La Química de la caramelización
- 4.8 Evaluación de las propiedades físicas y químicas del colorante caramulina
- 4.9 Formación de productos en función del tiempo y temperatura
- 4.10 Discusión de resultados

## CAPITULO 5: Producto Final

### 5.1 Características

### 5.2 Propiedades

## CAPITULO 6: Pruebas a nivel piloto

## CAPITULO 7: Observaciones y Conclusiones

## CAPITULO 8: Bibliografía

### Apéndice:

- Constituyentes en los vapores de los caramelos.
- Diagrama de flujo del proceso de elaboración del sillao

**CAPITULO 1**  
**INTRODUCCION**

La caramelina es un colorante de composición compleja, químicamente no muy bien definida, la cual se obtiene de carbohidratos tales como la sacarosa, glucosa, azúcar invertida, hidrolizados de alimentos, así como también de la melaza. El proceso de obtención se realiza por medio de un calentamiento térmico controlado.

Cuando se procesa caramelina a altas temperaturas, la intensidad de color depende básicamente de la duración del proceso y del catalizador adicionado, originando cambios estructurales en las moléculas de carbohidrato. Lo más significativo del referido proceso, es la pérdida de peso debido a la eliminación de agua (deshidratación), la cual se encuentra física o químicamente incorporada a la estructura molecular de los carbohidratos.

El color es una característica muy importante de la calidad de un alimento, pues es indispensable para su identificación así como para su aceptación por parte del consumidor moderno. El color en sí, como colorante, forma parte de un importante grupo de aditivos alimenticios debido a su fácil dilución en múltiples usos.

Se considera que el principal uso del colorante es en la industria de las bebidas fuertes y suaves, así como también en la industria farmacéutica y

alimentaria, específicamente en la fabricación de salsas de soya, postres incluyendo también el área de panificación y pastelería.

## **1.1 ANTECEDENTES**

El principal objetivo de la presente investigación ha sido el desarrollo de un método para obtener caramelina, a partir de la materia prima disponible en nuestro país. Se ha seleccionado para ello los parámetros más adecuados, que conduzcan a la obtención de un colorante que cumpla con los estándares de calidad que requiere el mercado en sus diversas aplicaciones. Esto requiere que el nivel de calidad como aditivo para sazonadores sea muy elevado, pues ésta es la principal aplicación de la caramelina en nuestro medio, al preparar el licor suave del "siyau". La producción de caramelina que cumpla los requisitos antes mencionados requiere un proceso por lotes (batch), en razón de la compleja química del proceso para conseguir las propiedades o características más idóneas del producto.

Generalmente el proceso se lleva a cabo por lotes en reactores abiertos a la atmósfera. Sin embargo se ha podido comprobar que las propiedades del producto mejoran, si el proceso se realiza en sistema cerrado a presión.

## **1.2 PROBLEMA**

Cuando se adiciona el colorante al licor, surgen problemas como la generación de sedimentos, lo cual a su vez genera: turbiedad de la mezcla, disminución del poder colorante, así como una mala apariencia. Esto trae como consecuencia un proceso adicional de filtración para eliminar los sólidos producidos, además de la necesidad de mantener la mezcla en reposo absoluto durante un determinado tiempo para lograr la separación y así mantener la homogeneidad, la cual es la característica principal de un producto de calidad para lograr aceptación en el mercado.

La existencia de sólidos en la mezcla final se debe a la presencia de distintas cargas coloidales tanto en el colorante como en el licor, los cuales se forman por la atracción electrostática de las partículas cargadas que tienen ambos componentes y que al unirse (formación del flóculos), sedimentan por acción de la gravedad.

El poder tintóreo en el producto final es de vital de importancia, pues es una de sus características principales que reflejan la calidad del producto. Tomando en cuenta lo expuesto, el problema se solucionará si se realiza un ajuste de las propiedades, así como el control de los parámetros del proceso

que definirán el tipo de colorante más adecuado para la aplicación deseada.

## **CAPITULO 2**

### **GENERALIDADES DE CARMELINA**

Existen diversos tipos de colorantes caramelina cada uno de los cuales tienen diferentes aplicaciones. Estos se comercializan en dos presentaciones que son en forma líquida y en polvo. El presente estudio estará orientado a la obtención del colorante líquido para sazonadores, pues el mayor consumo es en esta presentación.

## **2.1 OBJETIVO**

El objetivo principal de la investigación es obtener el colorante adecuado para la aplicación en sazonadores. Esto se logrará incrementando el poder tintóreo, así como el compatibilizar las cargas coloidales para evitar la floculación y el posterior enturbiamiento del licor. Por otro lado un objetivo complementario es el control adecuado de la viscosidad, pues ésta contribuye a que el producto final tenga una mejor apariencia.

Generalmente los fabricantes europeos producen sus colorantes caramelina a partir de glucosa líquida, obteniéndose un producto de excelentes propiedades. Esto no ocurre cuando la caramelina se fabrica a partir de sacarosa u otro material similar.

La caramelina, actúa como un aditivo de grado alimenticio y contribuye a prevenir la oxidación de los componentes de las

bebidas fuertes y suaves, de manera similar a la acción de un agente emulsificante que retarda la formación de ciertos tipos de flóculos, y puede emplearse en diversos alimentos para proveer color, sabor y aroma. La mezcla final debe tener una apariencia homogénea y brillante. Además, la mínima adición del colorante debe impartir una coloración satisfactoria, como evidencia de la calidad del producto.

## **2.2 MATERIA PRIMA**

Existe una gran variedad de materias primas para la obtención de la caramulina, entre las cuales se pueden citar las siguientes: glucosa, jarabe de malta, sacarosa, azúcares invertidos hidrolizados de maíz y fracciones de éstas. El criterio principal de selección será la disponibilidad local de la materia prima, los estándares de calidad, así como el costo de la misma.

Las materias disponibles mencionadas anteriormente fueron evaluadas de acuerdo al criterio proporcionado por la siguiente información:

Los precios nacionales así como los internacionales para la glucosa son relativamente altos en comparación con las otras materias primas disponibles, razón por la cual se descartó la

posibilidad de trabajar con esta sustancia para la labor de investigación, pues no se podría conseguir un precio de mercado competitivo para el producto final.

La maltosa tiene la desventaja de requerir un mayor tiempo de operación, incrementando de esta manera los costos por mayor consumo de energía, a pesar de obtenerse un buen rendimiento del producto.

Los productos derivados del maíz, no proporcionan un buen poder tintóreo, pues la opacidad que se produce al mezclarse con el licor, no favorece la brillantez y transparencia del producto final, razón por la cual se le descartó como material de partida en el presente estudio.

Los azúcares invertidos no se emplean debido su alto costo y la baja calidad del colorante obtenido.

La melaza al ser procesada genera muchos sólidos e impurezas que son desfavorables en el producto final, pues disminuyen el poder tintóreo debido al arrastre del color por los sólidos y la poca compatibilidad con el licor de la mezcla.

La sacarosa, es la materia prima más abundante en el mercado y tiene el costo más bajo en comparación con las ya mencionadas. La sacarosa previamente tratada durante el proceso, puede generar un excelente poder tintóreo y una adecuada carga coloidal para el producto final.

Considerando la información anterior se concluye que la materia prima más idónea para la presente investigación es la sacarosa.

El estudio realizado implicó diversas pruebas con diferentes tipos de sacarosa (azúcares) de diferentes procedencias, lo cual permitió identificar la sensibilidad en el resultado final.

### **2.3 CAMELINA**

La caramelina es un compuesto de color pardo oscuro obtenido por acción del calor a partir de sacarosa, glucosa, maltosa, etc. y se utiliza como aditivo multifuncional en las industrias de alimentos, cervezas y maltas, gaseosas, licores suaves y fuertes, sazonadores, y otros productos alimenticios que circulan en el mercado.

Este compuesto es el resultado del calentamiento controlado de carbohidratos con o sin la presencia de cantidades específicas de

catalizadores.

Para su aplicación se establece diversas exigencias como el poder tintóreo, carga coloidal, sabor, solubilidad en diferentes medios etc., razón por la cual existen diversos tipos de caramulina.

Todas las variedades disponibles del colorante tienen forma de líquido viscoso, color pardo oscuro, olor picante, así como sabor amargo, todo lo cual es característico del azúcar quemada.

## **2.4 ALIMENTO SEGURO**

Para el año de 1865, ya se producían colores derivados del azúcar quemada, cuya aplicación tuvo gran éxito en la industria cervecera.

En 1919 se prohibió en EE.UU. el uso de este colorante debido a que la Organización Mundial de la Salud (OMS) declaró que este producto no había sido aprobado para consumo humano generando así el cierre de la mayoría de las cervecerías y en consecuencia de otras compañías.

Entre tanto ante el reto impuesto por la prohibición, se comienza a derivar y desarrollar nuevos mercados, principalmente la industria de alimentos y en especial las bebidas gaseosas. La prohibición

fue eliminada en 1933, restaurándose el segmento de mercado de la cervecería, pero ya el mercado de bebidas gaseosas había cobrado pleno auge originando una gran demanda para el uso de este colorante.

En Chicago, por intermedio del Laboratorio de Tecnología de Alimentos se modernizó la tecnología dentro del campo de ingredientes para alimentos, logrando así, la inclusión de este colorante en la línea de productos horneados.

Hoy en día el colorante ha pasado exámenes exhaustivos para ser considerado como un aditivo alimenticio. La Organización Mundial de la Salud (OMS) y las autoridades de la Comunidad Económica Europea (CEE) están de acuerdo con la libre comercialización del producto. Actualmente se ha generalizado su uso a nivel mundial pues se tiene información que se utiliza como colorante en más de 100 países.

## **2.5 CARMELINA COMO PRODUCTO MULTIFUNCIONAL**

Al establecer otras formulaciones y metodologías especiales aparte de su poder tintóreo como colorante, se han encontrado otras aplicaciones de acuerdo a las diversas necesidades del mercado mundial.

**Acción Emulsificante:** Importante cuando los aceites están presentes en un líquido como en las bebidas suaves.

**Estabilidad en Alcohol, Ácidos y Soluciones Salinas:** Esencial en productos que van desde cervezas hasta siyau.

**Solubilidad en Agua:** Requerido en procesos de fabricación de bebidas, salsas, etc.

**Aroma:** Se sabe que los diferentes tipos de caramelina, pueden aportar aroma al producto, aun cuando el primer rol es el de dar color a las soluciones.

## 2.6 CLASES DE CAMELINA

La carga coloidal del colorante está directamente relacionada con los reactantes usados para su fabricación. Este hecho ha originado que existan cuatro clases de colorante caramelina en el mercado, las cuales se detallan a continuación:

**Clase I** (Caramelina sencilla) – En esta clase no pueden emplearse los compuestos amoniacales ni sulfitos en combinación con el carbohidrato. La caramelina tiene carga coloidal ligeramente negativa o poco marcada.

**Clase II** (Caramelina de sulfito cáustico) – Se usan sulfitos en combinación con el carbohidrato. Esta clase de caramelina es de

carga coloidal negativa.

**Clase III** (Caramelina amoniaca) – Se emplean compuestos amoniacaes. Esta clase de caramelina es de carga coloidal positiva.

**Clase IV** (Caramelina al sulfito de amonio) – Se emplean compuestos amoniacaes y sulfitos, siendo ambos empleados simultáneamente en la elaboración de esta clase de caramelina. Este colorante es de carga coloidal negativa.

En resumen, los sulfitos hacen que la caramelina sea de carga coloidal negativa, mientras que los compuestos amoniacaes hacen que este colorante sea de carga coloidal positiva.

Para el presente estudio se ha tomado en cuenta en la elaboración y evaluación de la caramelina, los factores que determinan las propiedades del producto, así como la compatibilidad de las cargas coloidales con el licor respectivo.

## **2.7 UNA FÓRMULA NATURAL PARA UNA DEMANDA DE MERCADO**

Cuando algunos alimentos son cocinados a ciertas temperaturas sus azúcares incorporados se queman, produciendo un colorante que genera un olor característico.

El tradicional nombre de "azúcar quemada" es una correcta y completa descripción que nuestros ancestros dieron a este efecto natural. Como ya se mencionó anteriormente solo desde principios del siglo pasado se logró la industrialización de su producción, no habiendo variado mucho la técnica tradicional.

Primero se explotó en la industria cervecera para obtener su color característico, incrementando así la confianza de este colorante tanto por sus propiedades funcionales como por su poder emulsificante. En la actualidad su uso se ha diversificado, motivo por el cual muchas compañías dependen de ésta.

## **2.8 PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS EN GENERAL**

La caramulina no es un condimento sino es un agente de coloración que se puede usar a bajas y altas concentraciones. Cuando la caramulina se usa a bajas concentraciones produce un color tenue, que se requiere en alimentos de baja coloración y

otras aplicaciones afines. Esto generalmente no tiene efecto significativo en el perfil del sabor del producto final. Para productos especiales con delicado perfil de sabor, se han desarrollado otros tipos de caramulina con un suave gusto uniforme a niveles de mayor concentración.

## **PROPIEDADES FISICAS**

### **La Gravedad Especifica**

Depende del tipo de caramulina líquida teniendo un rango de 1.25 a 1.38.

### **La Viscosidad**

Puede variar desde un rango tan bajo como 50 cps a 25 °C o tan alto como 5000 cps. La mayoría de los colorantes caen en un rango bajo donde tienen una viscosidad menor a 300 cps.

## **PROPIEDADES QUIMICAS**

En el proceso de formación de la caramulina se debe controlar las variables que influyen directamente en la calidad del producto, evitando reacciones indeseables que pueden modificar las propiedades del producto. Las variables que se deben manejar con sumo cuidado son la temperatura, pH, y concentración. Estos parámetros son muy sensibles debido a la serie de derivados

producidos en la descomposición del azúcar. Los mecanismos de reacción del proceso debido a su compleja naturaleza no se conocen con exactitud, razón por la cual hasta la fecha no se ha definido exactamente la composición química del colorante.

El proceso de caramelización termina con la formación de grandes polímeros moleculares, observándose que la reacción continúa en forma lenta, aún después de cesar la alimentación de energía al reactor a temperatura ambiente.

Después de un largo almacenamiento frente a condiciones adversas, el colorante puede polimerizarse en un gel amorfo irreversible, el cual ya no es de utilidad. Este colorante puede conservarse por dos años en un ambiente a 20°C, sin observarse variación alguna en sus propiedades.

### **Carácter Coloidal**

La caramulina en soluciones acuosas presenta propiedades coloidales. Es decir, sus partículas pueden estar cargadas positiva o negativamente, lo cual depende única y exclusivamente del tipo de catalizador empleado en la manufactura de la misma.

### **El pH.**

Esta propiedad de la caramulina es sumamente importante en diversas aplicaciones, cuya influencia puede manifestarse sobre la compatibilidad y funcionabilidad de los otros componentes del alimento o bebida donde se ha aplicado. Se ha demostrado experimentalmente que el colorante tiene excelentes propiedades en un rango de pH de 2 a 10. Por otro lado es interesante hacer notar que algunas caramelinas tienen un pH óptimo en un rango más reducido de 2 a 5.

Desde el punto de vista microbiológico la caramulina comercial mantiene una gran estabilidad a un pH inferior a 5.

### **Estabilidad Microbiológica.**

Esta característica es de vital importancia para su consumo, pues la caramulina debe conservar sus propiedades desde el momento de su fabricación, durante el almacenamiento, hasta su consumo final.

La caramulina tiene una excelente estabilidad microbiológica porque durante el proceso de fabricación sufre presiones elevadas así como altas temperaturas, lo que hace que sus componentes sean esencialmente inertes. El carácter relativamente ácido de las

soluciones de caramulina impide a su vez el desarrollo bacteriano

### **Caramulina de Simple y Doble Fuerza**

Los términos de fuerza doble y fuerza simple son denominaciones aplicadas a la fuerza del poder tintóreo del colorante. La caramulina de fuerza doble por ejemplo tiene el doble de intensidad de poder tintóreo que el de una caramulina de fuerza simple, generando de esta manera diferentes rangos de color.

El colorante de fuerza doble tiene baja viscosidad y gran poder de disolución además de presentar gran estabilidad de color. Por otro lado, el de fuerza simple es de naturaleza viscosa con propiedades físicas diferentes al de fuerza doble.

La caramulina de fuerza doble se emplea en bebidas dietéticas debido a que el contenido calórico es el 25% del que posee una caramulina de fuerza simple.

La fuerza del colorante se obtiene al agregar ciertas sustancias alcalinas así como ácidos de grado alimenticio. Esto, sin embargo, no significa que el poder tintóreo es función directa de la cantidad adicionada de las dichas sustancias.

### **Funciones Adicionales de la Caramelina**

Aunque la función principal de la caramelina es dar color, ésta cumple otras funciones adicionales como aditivo alimenticio. Por ejemplo, en bebidas suaves su cualidad preservante puede ayudar a prevenir la oxidación de los componentes de las bebidas embotelladas tan satisfactoriamente como lo hace un agente emulsificante, pues retarda la formación de flóculos.

## **2.9 APLICACIONES VARIAS**

La caramelina tiene una amplia variedad de aplicaciones en el ámbito industrial, debido a su gran estabilidad como colorante en diversas aplicaciones, además de poseer características especiales de acuerdo al producto donde se aplica. Este hecho ha contribuido a su uso generalizado a nivel mundial en los siguientes productos:

**Bebidas no alcohólicas**

- Cola
- Manzana / Uva
- Ginger ale
- No aciduladas
- Jugos y Néctares

**Bebidas alcohólicas**

- Cerveza
- Vinos de mesa
- Licores
- Cremas

**Panificación y Repostería**

- Pan
- Galletas
- Pasteles

**Confitería**

- Flan
- Gelatinas, mieles
- Productos de chocolate

**Otros Alimentos**

- Salsas y aderezos
- Condimentos
- Vinagre
- Sopas y Consomé

**Otros**

- Saborizantes
- Cosméticos
- Productos farmacéuticos

## **CAPITULO 3**

### **PROCEDIMIENTO DE INVESTIGACION**

La investigación inicialmente consistió en la evaluación de la materia prima seleccionada, para luego identificar los factores gravitantes en la producción de caramulina, con el propósito de obtener un producto con características superiores o por lo menos similares a las que gozan las de amplia aceptación en el mercado

### **3.1 EVALUACION DE MATERIA PRIMA**

Después de seleccionar la sacarosa como materia prima, según el ítem 2.2, se procedió a la evaluación de acuerdo al siguiente procedimiento:

La evaluación se llevó a cabo con azúcares de diferentes procedencias. Para el presente estudio, se eligió el azúcar blanca de Casagrande como la materia prima más idónea.

En principio se determinaron los porcentajes de azúcar, sacarosa, humedad, color y, por defecto, el porcentaje de impurezas. Todo esto permitió determinar la relación de las características existentes entre cada tipo de azúcar.

Para la evaluación de los porcentajes de azúcar y sacarosa, fue necesario el uso de un polarímetro para determinar la rotación

óptica de los azúcares, además se emplearon dos ecuaciones que determinan las cantidades de azúcares y sacarosa presentes en la materia prima. Las recomendaciones para trabajar con soluciones de azúcares de caña se dan en el manual del polarímetro. Allí se menciona que debe prepararse una solución al 10 % ó 26% (10 g ó 26 g de azúcar en 100 ml de agua destilada) a temperatura de laboratorio (25°C). También se menciona que la longitud del tubo porta muestra puede ser de 1 a 2 dm. La rotación específica de la sacarosa ( $[\alpha]_D^{20}$ ) es +66.5.

Usando el polarímetro, se realiza una previa evaluación de sacarosa y azúcar, donde el azúcar blanca de Casagrande es nuestra materia de evaluación, la cual se diluye a diferentes concentraciones. Estos resultados obtenidos permitieron tener mayor cuidado en su evaluación, evitando así posibles errores en siguientes mediciones.

Las ecuaciones utilizadas en la evaluación son las siguientes:

$$\% \text{Azúcar} = \frac{\alpha * 100 * 100}{[\alpha]_D^{20} * l * c}$$

$$\% \text{ Sacarosa} = \frac{\alpha * 100}{[\alpha]_D^{20} * l}$$

Donde,

$\alpha$  : Rotación óptica.

$[\alpha]_D^{20}$  : Rotación específica de sacarosa (+66,5)

$l$  : Longitud del tubo porta muestra en dm.

$c$  : Concentración de la solución en g/ml.

**Ejemplo de cálculo del porcentaje de azúcar y de sacarosa:**

$\alpha$ : 1.2, c: 2 g/100 ml de agua destilada (2%) y l : 1dm.

$$\% \text{Azúcar} = \frac{1,2 * 100 * 100}{66,5 * 1 * 2} = 90,2255$$

$$\% \text{Sacarosa} = \frac{1,2 * 100}{66,5 * 1} = 1,8045$$

El siguiente cuadro muestra los datos obtenidos para diferentes concentraciones, siguiendo el mismo procedimiento de cálculo:

<b>Concentración en % (w/v)</b>	<b><math>\alpha</math></b>	<b>% de Sacarosa</b>	<b>% de Azúcar</b>
2	1.20	1.80	90.23
4	2.65	3.98	99.62
10	6.83	10.30	103.01
20	12.65	19.02	95.11

Los resultados obtenidos en el cuadro anterior nos muestran que al realizar una sola medición, esta no garantiza un resultado óptimo (por falla visual). Por lo tanto, es recomendable hacer varias mediciones para obtener una rotación óptica promedio y como consecuencia, llegar a resultados más precisos.

### **3.1.1 Determinación de azúcares y sacarosa en materias primas de diferentes procedencias**

Considerando la evaluación previa se fijan cinco (5) concentraciones donde se incluyen las concentraciones al 10% y 26% (w/v) sugeridas por el manual del polarímetro, se identifican las rotaciones ópticas repitiendo cuatro veces la lectura en el polarímetro, luego se registran los valores numéricos y se calcula el promedio como resultado final. Con este procedimiento el margen de error disminuye obteniéndose resultados más exactos.

En el caso del azúcar rubia, no es posible identificar el valor numérico de la rotación óptica por la turbiedad de la solución. Para lograr la evaluación apropiada es necesario clarificar la solución de la siguiente forma:

Para un buen análisis de azúcar conviene que las soluciones a evaluar sean claras y transparentes (en el caso de la polarimetría hay una necesidad evidente). A continuación se da el agente clarificante, teniendo en cuenta la posible corrección a causa del volumen del precipitado formado.

Se usa ferrocianuro de zinc como solución de Carrez.

#### **Mezcla N° 1**

A 21,6 g de Acetato de zinc cristalizado se le agrega 3 ml de ácido acético glacial P.A. por 100 ml de agua.

#### **Mezcla N° 2**

A 10,6 g de ferrocianuro de potasio cristalizado se agrega 100 ml de agua.

Para su empleo se añade 5 ml exactos de la Mezcla N° 1 a la solución a clarificar, realizando un mezclado homogéneo. Se añade después un volumen igual de

Mezcla N° 2, se enrasa con agua, luego se agita la solución total, se deja en reposo por 20 minutos y se filtra.

Después de filtrar ya es posible determinar la rotación óptica en el polarímetro, a su vez se determina el contenido de azúcar y el contenido de sacarosa en la muestra a través de las ecuaciones descritas.

Los datos y resultados se muestran en los siguientes cuadros 3.2, 3.3, 3.4 y 3.5.

**Cuadro 3.2: Prueba con azúcar Blanca de Casagrande**

<b>C (g/100 ml H<sub>2</sub>O)</b>	<b>l (dm)</b>	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$	$\alpha_4$	$\alpha_{prom.}$	<b>% de Sacarosa</b>	<b>% Pureza de Azúcar</b>
5	2	6.40	6.55	6.45	6.55	6.49	4.88	97.56
10	2	12.90	12.90	13.05	12.95	12.95	9.74	97.37
20	2	25.90	25.85	25.85	25.90	25.88	19.45	97.27
26	1	16.90	16.80	16.80	16.85	16.84	25.32	97.38
30	1	19.50	19.45	19.40	19.50	19.46	29.27	97.56

**Cuadro 3.3: Prueba con azúcar Blanca de Brasil**

<b>C (g/100ml H<sub>2</sub>O)</b>	<b>l (dm)</b>	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$	$\alpha_4$	$\alpha_{prom}$	<b>% Sacarosa</b>	<b>% Pureza de Azúcar</b>
5	1	3.30	3.20	3.25	3.25	3.25	4.89	97.74
10	1	6.45	6.50	6.45	6.50	6.48	9.74	97.44
20	1	13.00	13.00	12.95	12.95	12.98	19.52	97.37
26	1	16.85	16.80	16.75	16.80	16.80	25.26	97.17
30	1	19.50	19.55	19.55	19.50	19.53	29.36	97.87

**Cuadro 3.4: Prueba con Azúcar Blanca de Guatemala**

<b>C (g/100 ml H<sub>2</sub>O)</b>	<b>l (dm)</b>	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$	$\alpha_4$	$\alpha_{prom.}$	<b>% Sacarosa</b>	<b>% Pureza de Azúcar</b>
5	1	3.30	3.25	3.25	3.30	3.28	4.92	98.50
10	1	6.60	6.50	6.60	6.50	6.55	9.85	98.50
20	1	13.05	13.05	13.10	13.05	13.06	19.64	98.21
26	1	17.00	17.05	16.95	16.95	16.99	25.55	98.25
30	1	19.55	19.65	19.65	19.55	19.60	29.47	98.25

**Cuadro 3.5: Prueba con Azúcar Rubia de Casagrande**

<b>C (g/100 ml H<sub>2</sub>O)</b>	<b>l (dm)</b>	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$	$\alpha_4$	$\alpha_{\text{prom}}$	<b>% Sacarosa</b>	<b>% Pureza de Azúcar</b>
5	1	2.40	2.50	2.50	2.45	2.46	3.70	74.06
10	1	4.65	4.65	4.70	4.65	4.66	7.01	70.11
20	1	9.40	9.30	9.40	9.40	9.38	14.10	70.49
26	1	14.00	14.50	14.50	14.00	14.25	21.43	82.42
30	1	15.50	15.60	15.55	15.55	15.55	23.38	77.94

Como se observa, se obtienen resultados más exactos y valores más cercanos en la concentración de azúcar

Entre las concentraciones seleccionadas no hay gran variación respecto a la concentración de 26% (peso/volumen), como se especifica en el manual de polarímetro; por lo tanto, los valores obtenidos se consideran como resultados del contenido de azúcar.

Sin embargo para el contenido de sacarosa es necesario llevar a una sola concentración para la respectiva evaluación. Tomando como base una solución al 26% de concentración (w/v) se obtiene un promedio que es considerado finalmente el resultado final.

Datos iniciales:

<b><i>Cuadro 3.6: Contenido de Sacarosa en % (w/v)</i></b>				
<b>Concentración en % (w/v)</b>	<b>Azúcar Blanca Casagrande</b>	<b>Azúcar Blanca Brasil</b>	<b>Azúcar Blanca Guatemala</b>	<b>Azúcar Rubia Casagrande</b>
5	4.88	4.89	4.92	3.70
10	9.74	9.74	9.85	7.01
20	19.45	19.51	19.64	14.10
26	25.32	25.26	25.55	21.43
30	29.27	29.36	29.47	23.38

Datos finales:

<b><i>Cuadro 3.7: Contenido de Sacarosa al 26% (26 g de azúcar/ 100 ml de H<sub>2</sub>O)</i></b>				
<b>Concentración en % (w/v)</b>	<b>Azúcar Blanca Casagrande</b>	<b>Azúcar Blanca Brasil</b>	<b>Azúcar Blanca Guatemala</b>	<b>Azúcar Rubia Casagrande</b>
5	25.38	25.43	25.58	19.24
10	25.32	25.32	25.61	18.23
20	25.29	25.36	25.53	18.33
26	25.32	25.26	25.55	21.43
30	25.37	25.45	25.54	20.26

### **3.1.2 Caracterización Espectrofotométrica**

Para determinar esta característica es necesario tomar en cuenta el rango de longitud de onda disponible del equipo a usar. El Spectronic 20D tiene un rango de operación de longitud de onda disponible de 350 nm hasta 950 nm, pero con la calibración del blanco es posible su medición desde 400 hasta 700 nm. Por tanto la evaluación solo se realiza en este último rango.

#### **Método:**

Se pesa 100 g de azúcar y se adiciona a 100 ml de agua destilada, agitando continuamente hasta su completa disolución, y así lograr una concentración al 50% (w/v).

Se toma como solución patrón una muestra de solución azucarada al 50% en un tubo porta muestra, y en otro tubo de las mismas características, se toma agua destilada para la calibración del blanco de 0 a 100. Luego se procede a realizar la medición respectiva de la muestra patrón.

Con las condiciones especificadas se procede a determinar las absorbancias respectivas, teniendo como dato el valor de las transmitancias para cada longitud de onda que nos proporciona el espectrofotómetro, y que se reemplazan en la siguiente ecuación:

$$A = - \log (T)$$

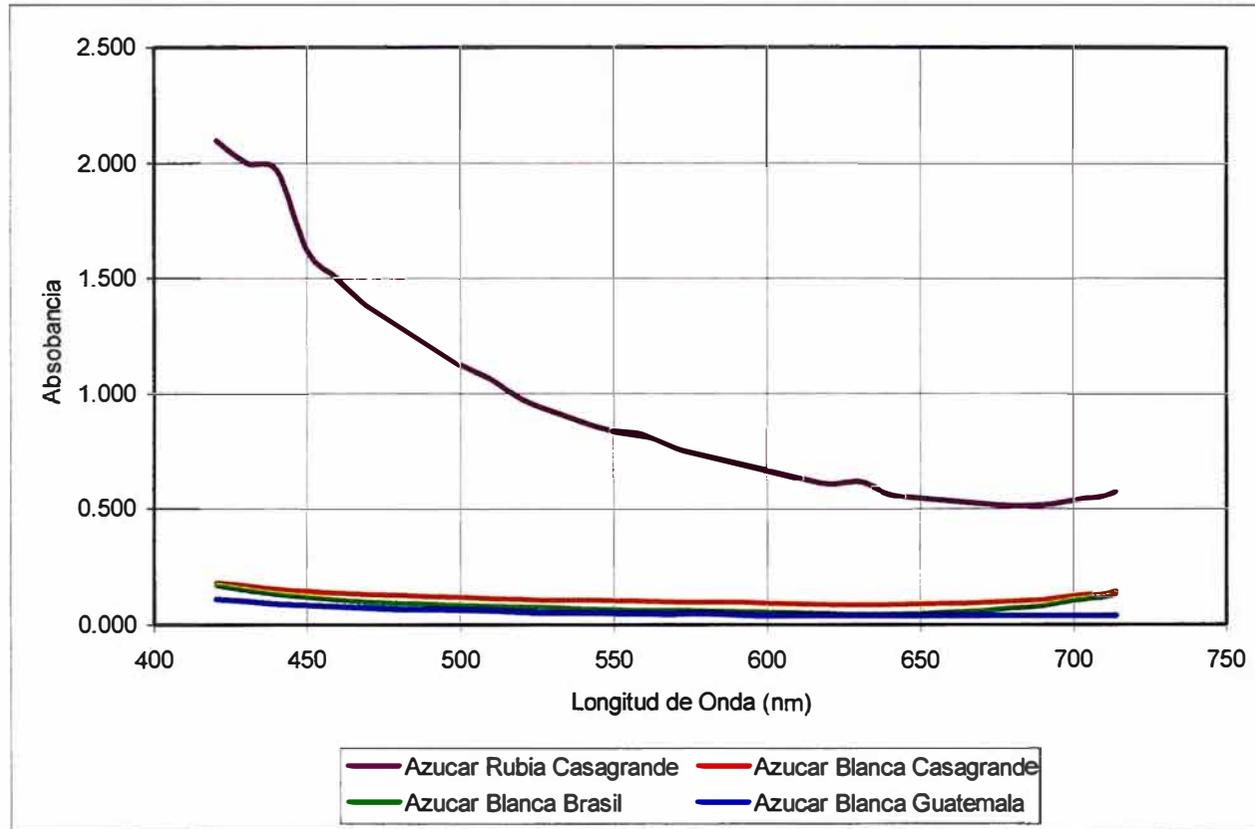
Donde:

A: % Absorbancia (unidades de absorbancia)

T: % Transmitancia

A continuación en el gráfico 3.1 se muestran los resultados de la caracterización espectrofotométrica de la materia prima en una solución al 50% de concentración (w/v) a diferentes longitudes de onda.

**Grafico 3.1:** *Caracterización espectrofotometrica de la materia prima al 50% de concentración (peso / volumen)*



### **3.1.3 Humedad de los Azúcares**

Se determina la humedad de los azúcares en un secador al vacío (presión de  $0.7 \text{ kp/cm}^2$ ), donde se cuantifica la variación de peso con un estricto control de temperatura. En las pruebas realizadas se trabajó con un rango de temperatura de  $60^\circ\text{C}$  hasta  $70^\circ\text{C}$  para evitar la degradación de los cristales de la materia prima.

En el secado de azúcar se toma muestras de 20 g de cada tipo, luego se vierte en un recipiente y se ubica dentro del secador, iniciando el secado con tiempo cero; después el azúcar es pesado cada 30 minutos para identificar si se mantiene constante el peso, en caso contrario se debe continuar el secado. Cuando la diferencia de peso entre dos medidas consecutivas es cero, se considera que el azúcar está seca. El porcentaje de humedad se calcula por medio de la siguiente ecuación:

$$\%H = \frac{[W_i - W_f]}{W_i} * 100$$

Donde,

%H : Porcentaje de humedad

W<sub>i</sub> : Peso inicial del azúcar (g)

W<sub>f</sub> : Peso final de azúcar seco (g)

Datos experimentales de perdida de humedad:

<b>Cuadro 3.8: Perdida Peso de Sacarosas en (g)</b>				
<b>Tiempo (min.)</b>	<b>A. Blanca Casagrande</b>	<b>A. Blanca Brasil</b>	<b>A. Blanca Guatemala</b>	<b>A. Rubia Casagrande</b>
0	20.0000	20.0000	20.0000	20.0000
30	19.9293	19.9856	19.9327	19.9004
60	19.9351	19.9850	19.9267	19.8386
90	19.9341	19.9825	19.9080	19.8047
120	19.9032	19.9689	19.8994	19.7984
150	19.8768	19.9642	19.8979	19.7694
180	19.8656	19.9639	19.8978	19.7579
210	19.8618	19.9639	19.8978	19.7567
240	19.8618	19.9639	19.8978	19.7567

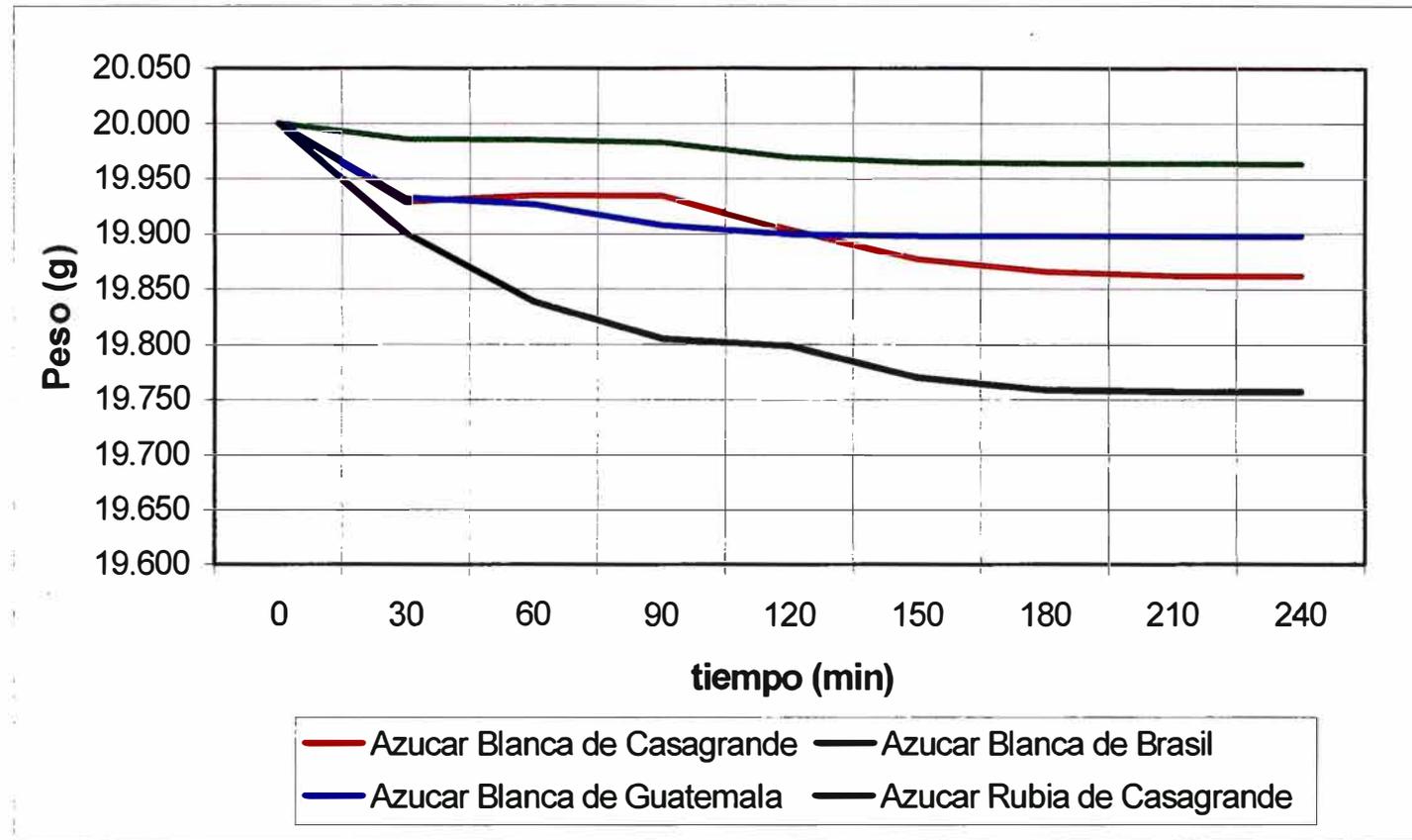
**Cuadro 3.9: Pérdida de Humedad de Sacarosa en Porcentajes**

<b>Tiempo (min.)</b>	<b>A. Blanca Casagrande</b>	<b>A. Blanca Brasil</b>	<b>A. Blanca Guatemala</b>	<b>A. Rubia Casagrande</b>
0	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	0.3530	0.0720	0.3350	0.4980
60	0.3240	0.0750	0.3660	0.8070
90	0.3295	0.0875	0.4600	0.9765
120	0.4840	0.1555	0.5030	1.0080
150	0.6160	0.1790	0.5105	1.1530
180	0.6720	0.1805	0.5110	1.2105
210	0.6910	0.1805	0.5110	1.2165
240	0.6910	0.1805	0.5110	1.2165

***Cuadro 3.10: Resumen de % de Humedad***

<b>Azúcar</b>	<b>Peso inicial (g)</b>	<b>Peso final (g)</b>	<b>% de Humedad</b>
Rubia de Casagrande	20.00	19.7567	1.2165
Blanca de Guatemala	20.00	19.8978	0.5110
Blanca de Casagrande	20.00	19.8618	0.6910
Blanca de Brasil	20.00	19.9639	0.1805

**Grafico 3.2:** Comportamiento de perdida de peso de la materia prima en función del tiempo



### 3.1.4 Color del Azúcar

El índice de color del azúcar se determina con un Spectronic 21D por la facilidad de medición a longitudes de ondas mayores a 700 nm, donde es necesario medir las absorbancias a 420 y 720 nm de longitud de onda. Se usa agua destilada para la calibración del blanco.

Se prepara una solución de azúcar al 50% en relación peso / volumen, luego se disuelve agitando totalmente para finalmente medir su densidad óptica (valor de absorbancia medida en un espectrofotómetro). Esta solución se vierte en un tubo porta muestra de 10 cm de longitud y se procede a medir calibrando con el blanco de 0 a 100; luego el resultado se reemplaza en la siguiente ecuación para el cálculo final del índice de color:

$$\text{Índice de color} = \frac{1,000 * (D_{420} - D_{720})}{l * c}$$

Donde,

$D_x$  : Absorbancia a una longitud de onda.

$l$  : Longitud del porta muestra igual a 10 cm.

$c$  : Concentración (peso /volumen).

**Ejemplo de cálculo del índice de color para azúcar blanca de Casagrande:**

Datos:

$c = 50$  g/100 ml,  $l = 10$  cm,  $D_{420} = 0,149$  y  $D_{720} = 0,067$ .

$$\text{Índice de color} = \frac{1,000 * (0,149 - 0,067)}{10 * 50}$$

$$\text{Índice de color} = 0,164$$

Evaluando de igual forma los otros tipos de azúcares, se obtienen los resultados en los cuadros siguientes:

**Cuadro 3.11: Resultados del Índice de color**

<b><i>Azúcar</i></b>	<b><i>L (cm)</i></b>	<b><i>D<sub>420</sub></i></b>	<b><i>D<sub>720</sub></i></b>	<b><i>Índice de color</i></b>
Rubia Casagrande	10	1.851	0.227	3.248
Blanca Casagrande	10	0.149	0.067	0.164
Blanca Guatemala	10	0.084	0.017	0.134
Blanca Brasil	10	0.114	0.062	0.104

### 3.1.5 Resumen de Características

<b>Cuadro 3.12: Resumen de características de azúcares</b>			
<b>Azúcar</b>	<b>% Sacarosa</b>	<b>% Humedad</b>	<b>Índice Color</b>
Blanca Casagrande	25.33	0.6910	0.164
Blanca de Brasil	25.36	0.1805	0.104
Blanca Guatemala	25.57	0.5110	0.134
Rubia Casagrande	19.50	1.2165	3.248

### 3.2 SELECCIÓN DEL TIPO DE CAMELINA COMPATIBLE CON EL LICOR PARA SIYAU

El siyau es un sazoador que debe adquirir ciertas características para identificarse como producto competitivo en el mercado, así es necesario seleccionar el colorante más idóneo que favorezca la calidad del producto final, es decir mejorando las bondades del sazoador. El colorante aditivo será el que posea mayor compatibilidad con el licor, por ende como ya anteriormente se ha mencionado, existe una estrecha relación entre la carga coloidal del aditivo y el licor. Por otro lado, aparte de esta característica, el aditivo debe tener un fuerte poder tintóreo que permita disminuir la dosificación y por lo tanto la reducción del costo del producto.

Teniendo en cuenta los anteriores criterios de selección de caramelina, se seleccionó el colorante de la clase III y IV pues son los que más se ajustan a la aplicación buscada.

### 3.3 SELECCIÓN DE VARIABLES PRINCIPALES DE OPERACIÓN

Entre las variables de operación de mayor importancia tenemos los siguientes:

**Temperatura.-** El control de esta variable es muy importante en el proceso, debido a que la coloración depende de esta variable. Una observación cuidadosa permite identificar el inicio del pardeamiento hasta el final de la coloración identificado como punto de caramelización.

**Presión.-** Esta variable desempeña un rol importante en procesos cerrados, pues la presión genera una fuerte tendencia a la emulsificación por el incremento aparente de volumen. Esta variable debe ser controlada para buscar el equilibrio interno en el proceso y permitir el control de saturación de vapor que pueda optimizar la coloración.

En un sistema abierto, se trabaja a presión atmosférica, y la emulsificación incrementa el volumen del colorante, donde se logra el equilibrio agitando la mezcla para romper la emulsión. Si la capacidad del recipiente no es lo suficiente grande como para sostener la generación de espumas, estas se pueden derramar, por lo tanto aquí donde se necesita hacer un control visual del

nivel de espuma. Una manera de evitar dicho problema es agregando agua caliente en pequeñas cantidades bajando así el nivel de espuma en el proceso. De acuerdo a la experiencia de los fabricantes, es necesario usar antiespumantes.

**Catalizadores.-** Son productos químicos que favorecen la formación del colorante al reducir la energía de activación, produciendo una reacción más rápida, y por lo tanto disminuyendo el tiempo de operación. El catalizador cuando es sólido actúa como un substrato donde las moléculas logran mayor probabilidad de colisión y por lo tanto logran mayor velocidad de reacción.

Generalmente los catalizadores se emplean para dirigir la reacción hacia la formación de tipos específicos de colorantes de caramulina, con solubilidades e índices de acidez determinados.

**Agitación.-** Esta operación permite homogenizar la temperatura de calentamiento de la masa en descomposición, así como también acelerar la reacción facilitando la conversión del colorante.

Para transformar el azúcar a colorante, los cuatro parámetros antes mencionados son variables que requieren un estricto control para obtener el colorante adecuado.

### **3.4 TIPOS DE CATALIZADORES**

Para generar un colorante de características adecuadas, se requiere de una elección adecuada del catalizador que favorezca la producción y el tipo adecuado de colorante. Existen ciertas sales que son aptas para consumo humano las cuales actúan como catalizadores en la reacción, y que además definen la carga coloidal, así como también la intensidad de la coloración.

La selección de los catalizadores se realiza basándose en la información proporcionada por los fabricantes de caramelina a nivel mundial, siendo el primer requisito el que debe ser de grado alimenticio (Food grade) o tener la aprobación del Codex Alimentarius.

A continuación se describen los tipos de catalizadores para obtener los distintos tipos de caramelina.

**Caramelina de Clase I** – En esta clase no se usa ningún tipo de catalizador. Se produce de la forma más natural.

**Caramelina de Clase II** – Es necesario el uso de compuestos de azufre (ácido sulfúrico, sulfito de potasio, bisulfito de sodio y bisulfito de potasio), no permitiéndose el uso de ningún compuesto amoniacal.

**Caramelina de Clase III** – Los compuestos a usar son amoniacales (amoníaco, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio y fosfato de amonio). Ningún compuesto de azufre puede usarse.

**Caramelina de Clase IV** – Es necesario el uso de compuestos de azufre y amoniacales (ácido sulfuroso, sulfito de potasio, bisulfito de potasio, sulfito de sodio, bisulfito de sodio, amoníaco, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, fosfato de amonio, sulfato y sulfito de amonio y bisulfito de amonio).

En cuanto al incremento de poder tintóreo del colorante, es necesario el uso de ciertos álcalis, ácidos y sales. Entre ellos podemos mencionar al hidróxido de sodio (diluido), ácido cítrico y ácido tartárico, carbonato o bicarbonato de sodio, carbonato o tartrato de amonio.

La información precedente nos lleva a concluir que el catalizador desempeña un papel fundamental en la obtención del colorante más adecuado para un uso específico. Por lo tanto la elección de

catalizador dependerá de la clase de caramulina que estamos buscando pues el catalizador también determinará el carácter coloidal del colorante, es decir la selección del catalizador se realizará teniendo en cuenta el uso que se le dará al colorante así como su poder de coloración.

**CAPITULO 4**  
**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

El colorante caramelina se obtiene por medio de pirolisis, proceso mediante el cual el azúcar se descompone por efecto del calor en una serie de componentes monodeshidratados, con evidente pérdida de agua. La reacción producida es de naturaleza endotérmica, lo cual ocasiona un aumento de temperatura con la consiguiente transformación de la materia prima, que se traduce en un cambio del color a pardo oscuro con sabor amargo y olor picante. El producto final de esta transformación es el colorante caramelina.

La reacción se debe realizar hasta un punto en la cual se obtiene la máxima coloración, denominado punto de caramelización. Al detener la reacción en este punto se evita la generación de productos secundarios indeseables que restan calidad al producto final.

A continuación se describen las características principales que deben ser evaluadas después de obtener el producto, detallándose además los procedimientos para determinar cada una de ellas.

## **4.1 CARACTERIZACION DE CARMELINA**

### **4.1.1 PODER TINTÓREO**

Es conocido también como fuerza del colorante, y esta definida como el valor de la absorbancia medida en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 560 nm de una solución al 0.1% (1 g de colorante en 1000 ml de agua destilada).

El método para determinar el poder tintóreo se describe a continuación:

Se pesa 1 g de colorante y se mezcla con 1000 ml de agua destilada, esta solución se vierte en un tubo de ensayo porta muestra y se procede a medir el valor de la transmitancia, para que al final obtengamos el valor del poder tintóreo.

Para obtener resultados precisos, se miden cinco (5) soluciones donde se determinan los valores de las transmitancias a 560 nm para cada muestra, luego se promedian estos valores y usando la ecuación logarítmica se determina la absorbancia que es exactamente el poder tintóreo del colorante medido a 560 nm.

La ecuación que permite determinar la absorbancia es la siguiente:

$$A_{560} = - \log (T_{560})$$

Donde:

$A_{560}$ : Absorbancia a 560 nm.

$T_{560}$ : Transmitancia a 560 nm.

#### 4.1.2 INDICE DE COLOR

Es el índice del matiz, que es una medida del grado de rojura de una caramulina, el cual está determinado como diez veces el logaritmo de las absorbancias de una solución al 0.1% de concentración medidos a 510 y 610 nm de longitud de onda.

El índice de color oscila entre los rangos de 3.4 (muy marrón oscuro) a 7.5 (marrón rojizo). Las caramelinas tienen idénticos índices de color pudiendo diluirse para dar soluciones que tienen idéntico espectro de absorción los cuales se pueden calcular por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{Índice de color} = 10 \cdot \log \left[ \frac{A_{510}}{A_{610}} \right]$$

Donde:

$A_{510}$  : Absorbancia a 510 nm.

$A_{610}$  : Absorbancia a 610 nm.

Las soluciones que obedecen la Ley de Beer (soluciones diluidas) se encuentran por encima del 0.2% de concentración. En el presente estudio se trabajó con soluciones al 0.1% de concentración del colorante. Este valor de medida obedece a las normas del Food Chemical Codex (USA).

#### **4.1.3 COMPATIBILIDAD CON EL LICOR**

En el licor suave se inyecta el colorante caramelina, por agitación se homogeniza la mezcla y se deja en reposo por un determinado tiempo.

La compatibilidad de las cargas coloidales se dan si la mezcla adopta un color pardo oscuro translucido y homogéneo, de lo contrario el resultado es una mezcla

con partículas en suspensión de color marrón oscuro, y que cuando se deja en reposo, ésta genera sólidos que con el transcurrir del tiempo sedimentan por gravedad.

Cuando la mezcla no es compatible, se puede recuperar el líquido (siyau) en forma degradada como un licor rojizo, debido al arrastre de color provocado por los sólidos dándole mala presencia al producto final.

La mezcla se obtiene de la siguiente manera:

Se toma 5 ml de colorante y se mezcla con 45 ml de licor, se agita hasta obtener una mezcla homogénea y se deja en reposo por 24 horas, el producto resultante es llamado siyau.

#### **4.2 METODOLOGIA PARA OBTENER EL COLORANTE CAMELINA**

Se carga el reactor con 100 g de azúcar y 15 ml de solución (agua destilada con o sin catalizador), se calienta en forma continua hasta obtener la mayor conversión posible; para mejorar el rendimiento es necesario la agitación continua homogenizando el calentamiento de la mezcla (sistema abierto), además esto

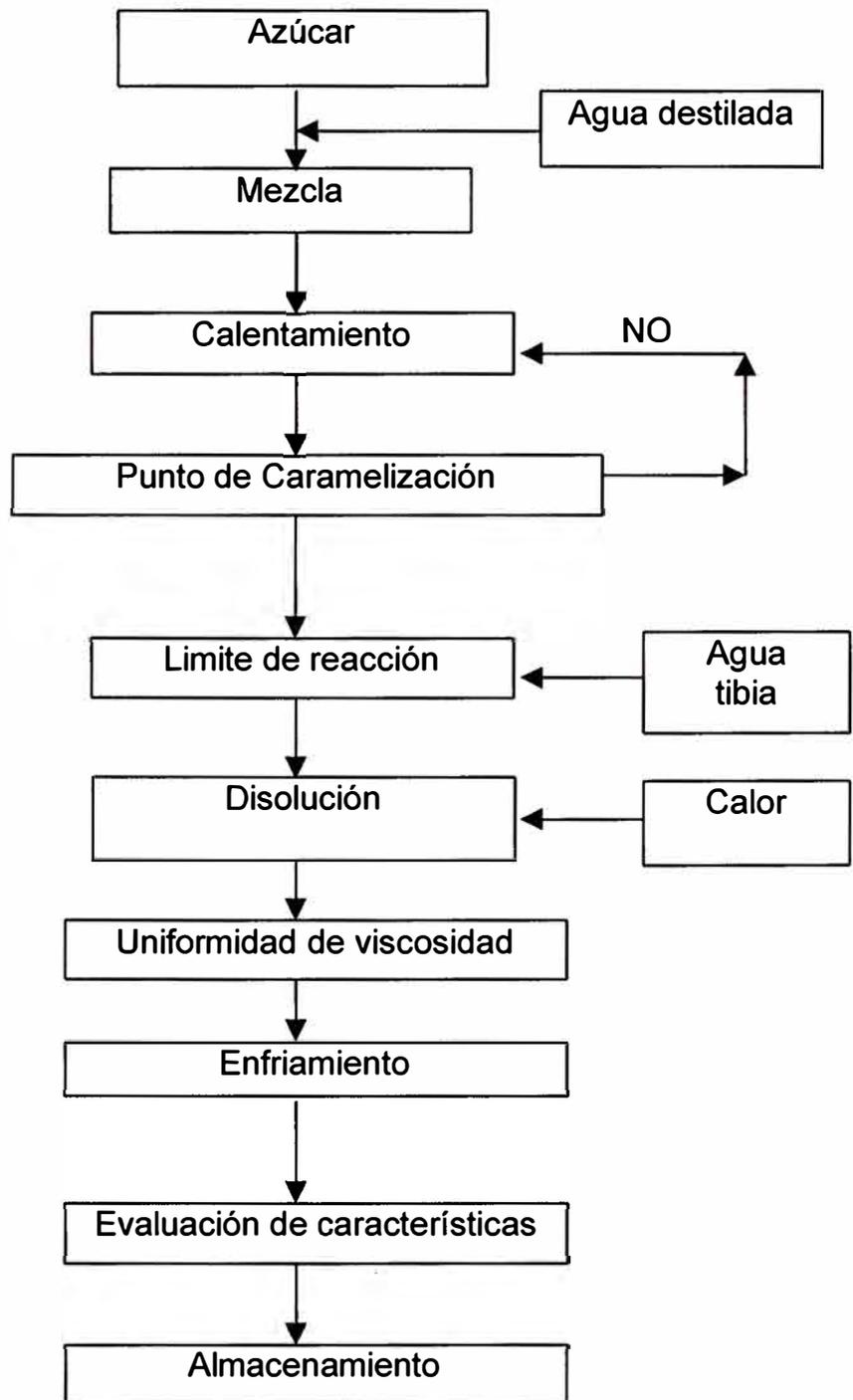
permite eliminar la presencia de espumas en la ebullición durante el pardeamiento y así evitar el incremento de volumen. A medida que la masa se hace más viscosa por la continua degradación del azúcar, el color se incrementa a pardo oscuro hasta llegar al punto de caramelización deseada; en ese momento se detiene la reacción para evitar degradar el colorante, pues el exceso de reacción como antes ya se mencionó, puede incrementar los componentes no deseados en el colorante.

El límite de reacción se consigue adicionando de 50 a 100 ml de agua tibia, lo que ocasiona un cambio brusco en la viscosidad de la mezcla e incluso genera cierto grado de cristalización que fácilmente se puede disolver por medio de calor hasta adquirir una viscosidad uniforme de la mezcla final, el proceso sigue con un enfriamiento y finalmente el colorante es vaciado a un recipiente para su almacenamiento, donde es posible determinar sus propiedades físico-químicas y el análisis microbiológico que es necesario en su control.

Un estudio generalizado que permite tener resultados más confiables es cuando se trabaja con azúcares de distintas procedencias. Por lo tanto, se realizaron pruebas con los azúcares que fueron tratados y se determinaron sus propiedades

en la sección de materia prima; por medio de éstas se hizo una diferenciación para medir la sensibilidad en los resultados. A continuación se presenta el diagrama de flujo en sistema abierto.

**Grafico 4.1: Diagrama de Flujo en Sistema Abierto**

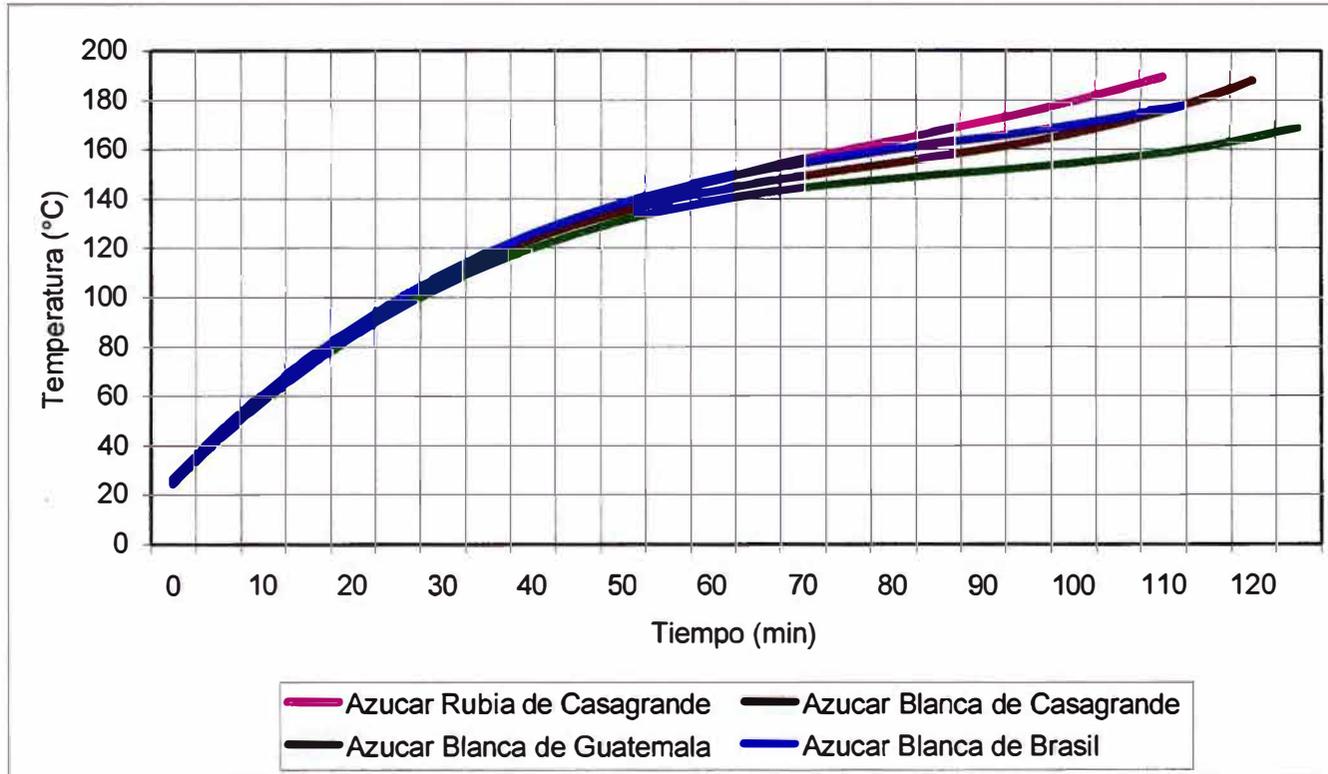


### 4.3 ELECCION DEL TIPO DE AZUCAR

Los resultados de las pruebas realizadas en sistema abierto, se muestran en el siguiente cuadro:

<b>Azúcar</b>	<b>PH</b>	<b>Temp. (°C)</b>	<b>Tiempo (min.)</b>
Rubia de Casagrande	7.08	184	110
Blanca de Casagrande	7.00	182	120
Blanca de Guatemala	6.52	181	125
Blanca de Brasil	6.85	180	110

**Grafico 4.2:** Caramelización para diferentes azucares a 414 watts de potencia



**Cuadro 4.2: Características de operación del colorante a 414 watts**

Variable	TIPOS DE AZUCARES			
	Rubia Casagrande	Blanca Casagrande	Blanca Guatemala	Blanca Brasil
Tiempo de Operación (min.)	110	120	125	110
Temp. Máxima de Operación (°C)	184	182	180	181
Poder tintóreo	0,205	0,096	0,082	0,090
Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)	12	2	7	8

**Cuadro 4.3: Características de operación del colorante a 342 watts**

Variable	TIPOS DE AZUCARES			
	Rubia Casagrande	Blanca Casagrande	Blanca Guatemala	Blanca Brasil
Tiempo de Operación (min.)	135	145	135	145
Temp. Máxima de Operación (°C)	175	181	174	182
Poder tintóreo	0,151	0.086	0,052	0,082
Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)	21	5	9	12

Los resultados indican que el estudio más adecuado debe realizarse con azúcar blanca de Casagrande, pues se obtienen los mejores resultados (compatibilidad con el licor) y por la facilidad de conseguir la misma materia prima en el mercado nacional.

#### **4.4 ANALISIS DE VARIABLES**

Al verificar el comportamiento de las variables en el proceso de transformación, esta información permite identificar el grado de sensibilidad del colorante. A través de un control permanente del proceso se determinan las variables independientes (tiempo, temperatura y presión), y las variables dependientes (poder tintóreo, el índice de tinte, pH y la viscosidad), se determinan después de obtener el colorante.

Se da un cuadro de resultados en sistema abierto del avance de caramelización a través del tiempo donde antes de los 35 minutos no existe cambio de color. Desde 154°C se inicia el cambio de coloración, y finaliza a 184°C en donde se obtiene el colorante adecuado.

**Cuadro 4.4: Comparación de Poderes tintóreos a 560 nm**

POTENCIA (watts)	A Z U C A R			
	Rubia de casagrande	Blanca de casagrande	Blanca de Guatemala	Blanca de Brasil
414	0,205	0,096	0,082	0,090
342	0,151	0,086	0,052	0,082

**Cuadro 4.5: Comparación de compatibilidad con el licor (% de Niveles de sólidos)**

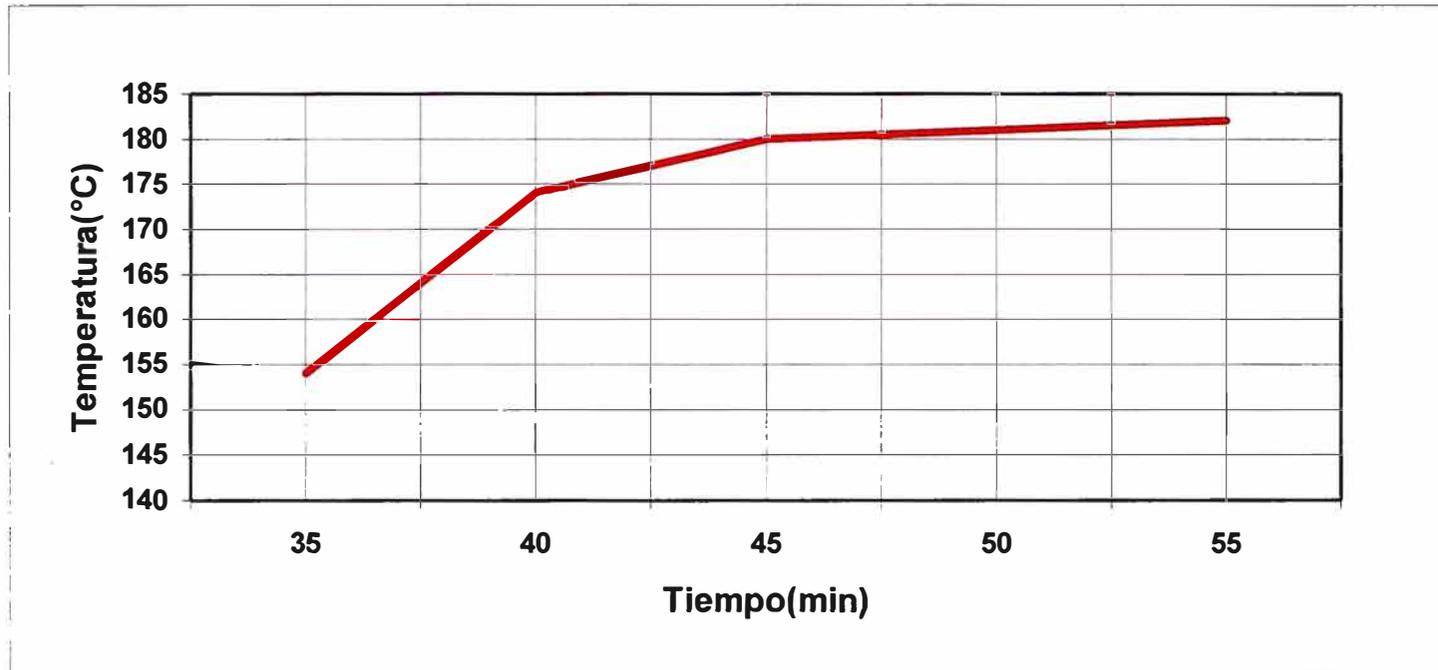
POTENCIA (watts)	A Z U C A R			
	Rubia de Casagrande	Blanca de Casagrande	Blanca de Guatemala	Blanca de Brasil
414	12	2	7	8
342	21	5	9	12

<b>Cuadro 4.6: CARACTERISTICAS DE VARIABLES EN FUNCION DEL TIEMPO</b>				
<b>MUESTRA</b>	<b>TIEMPO (min.)</b>	<b>TEMP (°C)</b>	<b>PODER TINTÓREO</b>	<b>ÍNDICE DE TINTE</b>
1	35	154	0.0123	7.5231
2	40	174	0.0165	6.4808
3	45	180	0.0259	5.9833
4	50	181	0.0614	5.6783
5	55	182	0.0788	5.6276

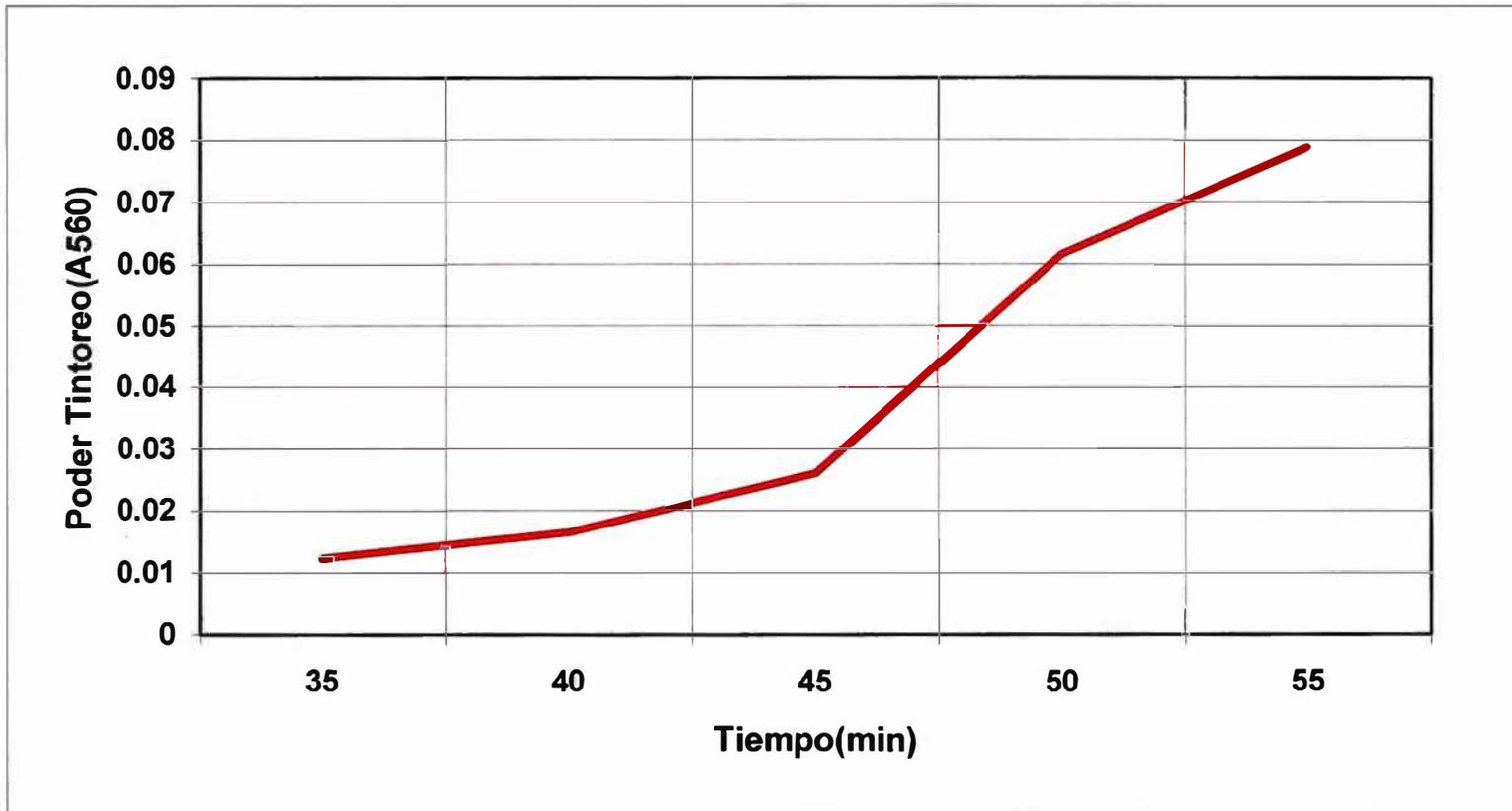
Nota: Los resultados mostrados se realizaron sin catalizador, y a continuación se dan los gráficos del comportamiento de las propiedades del colorante en función del tiempo.

**Grafico 4.3:**

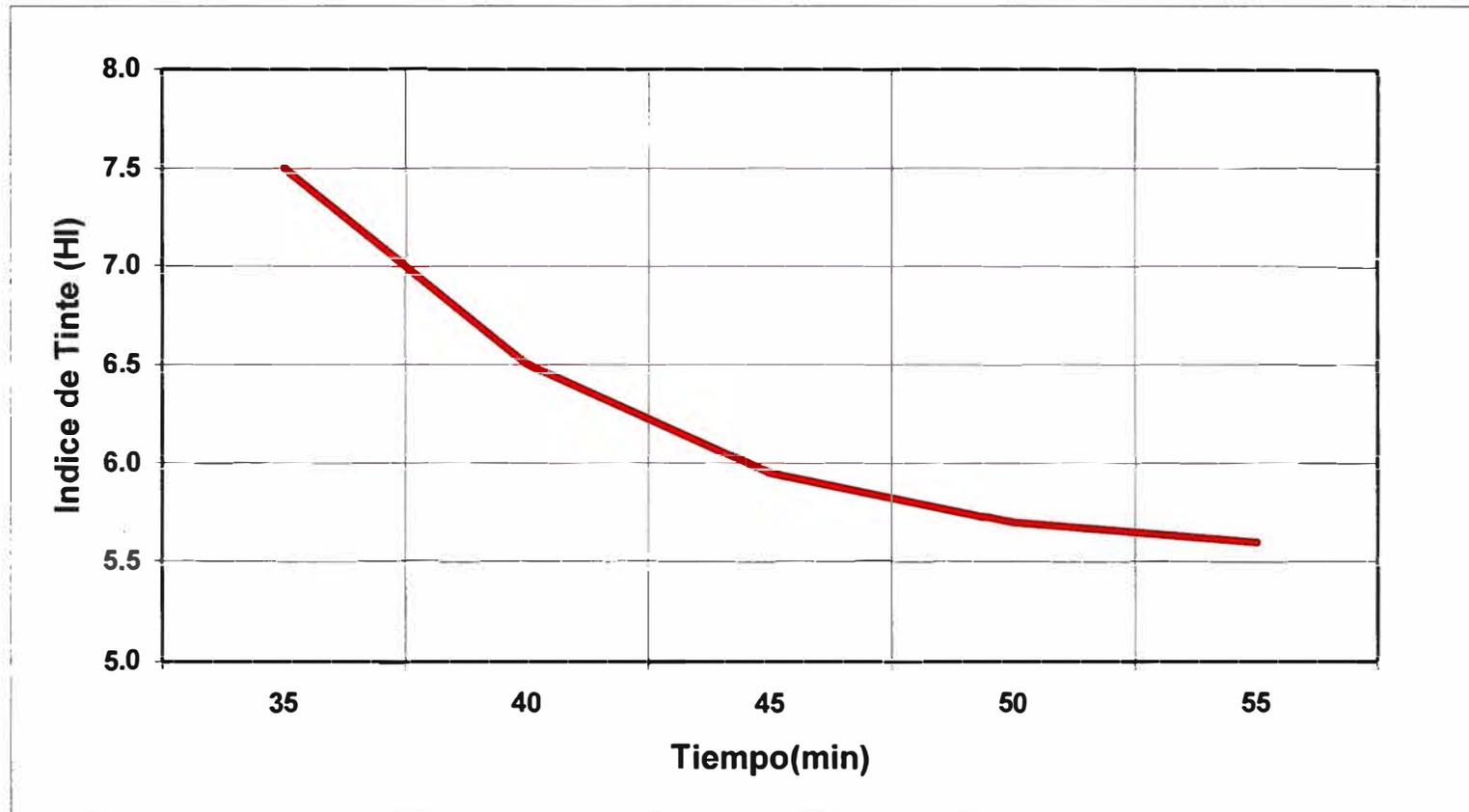
**Comportamiento de Temperatura vs. Tiempo**



**Grafico 4.4:** Comportamiento de Poder tintóreo vs. Tiempo



**Grafico 4.5:** *Comportamiento del Indice de tinte vs. Tiempo*



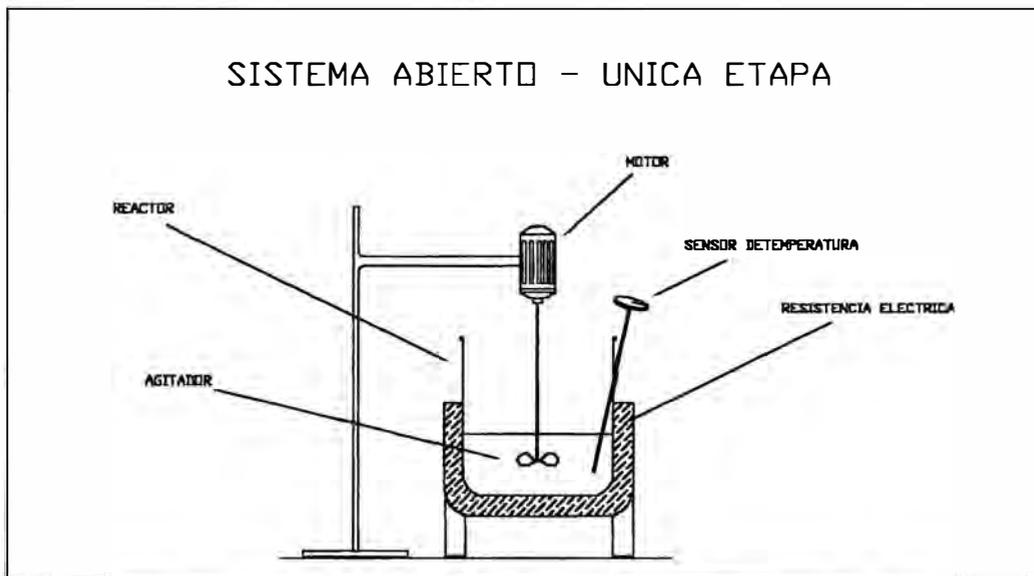
#### **4.5 PROCESO EN SISTEMA ABIERTO**

Es uno de los primeros métodos que se utilizaron para obtener el colorante caramelina. El calentamiento se realiza a través de un sistema eléctrico con resistencia interna de 116.9 ohm; el reactor es equipado con un agitador que permite uniformizar el calor interno de la mezcla, y con un termómetro bimetálico tipo aguja se mide la temperatura. El control de la temperatura se lleva a cabo regularmente durante todo el proceso hasta obtener el colorante.

El sistema requiere una agitación constante de la mezcla hasta conseguir convertir todo el azúcar en colorante. Una forma de identificar el límite de reacción es por su olor picante de azúcar quemada y por la formación de un hilo acaramelado (método artesanal). Una vez llegado a la etapa final del pardeamiento se añade agua destilada tibia para detener la reacción generada por el efecto endotérmico de la reacción. El colorante se concentra hasta obtener la viscosidad deseada, finalmente se enfría para el envasado y almacenamiento respectivo.

La fuerza del color, viscosidad y vida media de la caramelina dependen mucho de cada etapa de las reacciones antes mencionadas. Por lo tanto es esencial un control estricto de las condiciones de reacción para obtener un producto de calidad.

**Grafico 4.6: Proceso Sistema Abierto**



**Resultados con catalizadores**

**Caso I:** Pruebas con solución de bisulfito de sodio al 0.1%, 0.5%, 1%, 1.5% y 2% de concentración (peso / volumen).

***Cuadro 4.7: Con solución al 0.1% de Bisulfito de sodio***

<b>Energía (Watts)</b>	414	342	277
<b>Tiempo (min.)</b>	140	205	230
<b>Temperatura final (°C)</b>	194	186	152
<b>Poder tintóreo</b>	0,116	0,095	0,043
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	13	43	48

***Cuadro 4.8: Con solución al 0.5% de Bisulfito de sodio***

<b>Potencia (Watts)</b>	414	342	277
<b>Tiempo (min.)</b>	120	155	165
<b>Temperatura final (°C)</b>	186	175	148
<b>Poder tintóreo</b>	0,168	0,136	0,125
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	7,5	14	38

***Cuadro 4.9: Con solución al 1 % de Bisulfito de sodio***

<b>Potencia (Watts)</b>	414	342	277
<b>Tiempo (min.)</b>	95	125	150
<b>Temperatura final (°C)</b>	176	170	146
<b>Poder tintóreo</b>	0,178	0,152	0,092
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	3,6	8,4	8,8

<b>Cuadro 4.10: Con solución al 1.5 % de Bisulfito de sodio</b>			
<b>Potencia (Watts)</b>	414	342	277
<b>Tiempo (min.)</b>	110	126	138
<b>Temperatura final (°C)</b>	182	178	166
<b>Poder tintóreo</b>	0.142	0.134	0.110
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	5.8	8.2	9.6

<b>Cuadro 4.11: Con solución al 2 % de Bisulfito de sodio</b>			
<b>Potencia (Watts)</b>	414	342	277
<b>Tiempo (min.)</b>	128	140	162
<b>Temperatura final (°C)</b>	186	174	160
<b>Poder tintóreo</b>	0.132	0.120	0.086
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	7.4	9.2	16

Un análisis de los resultados muestra que la potencia más adecuada de operación es 414 watts, pues la cantidad de sedimentos es menor a esta potencia en comparación con las otras pruebas y el poder tintóreo es mayor. A partir de concentraciones superiores al valor de 1% (w/v), el poder tintóreo disminuye y el nivel de sólidos aumenta. De acuerdo a los resultados mostrados, se considera como cantidad óptima de concentración de catalizador a la solución al 1% (relación peso / volumen) de bisulfito de sodio. En base a este resultado se pasa a un siguiente caso (caso II).

**CASO II:** Pruebas con solución de Bisulfito de sodio al 1% incluyendo otro catalizador.

<b>Cuadro 4.12: Con catalizadores al 1% de concentración</b>			
<b>Tipo de Catalizador</b>	<b>Carbonato de amonio</b>	<b>Sulfato de amonio</b>	<b>Bicarbonato de amonio</b>
<b>Tiempo (min.)</b>	90	60	100
<b>Temperatura final (°C)</b>	191	160	156
<b>PH</b>	2,8	2,7	2,8
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,160	1,120	1,066
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Poder tintóreo</b>	0.0601	0.0105	0.1015
<b>Índice de Color</b>	5.4375	5.6037	5.8098
<b>Viscosidad (cps)</b>	300	290	300
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	3	5	2

Una análisis de los resultados del cuadro anterior, muestran que el catalizador más adecuado es el bicarbonato de amonio, pues da el mayor poder tintóreo y menor cantidad de sólidos.

Después de seleccionar el catalizador, nuestro objetivo es determinar cual es la concentración óptima que nos permita obtener el mayor poder tintóreo y la mínima cantidad de sólidos.

<b>Cuadro 4.13: Con solución de bicarbonato de Amonio a diferentes concentraciones</b>			
<b>Concentración en % (w/v)</b>	1	3	6
<b>Tiempo (min.)</b>	105	110	125
<b>Temperatura final (°C)</b>	155	160	165
<b>PH</b>	2,8	2,6	2,5
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,066	1,120	1,120
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Poder tintóreo</b>	0,0601	0,0655	0,0703
<b>Índice de Color</b>	5.4375	6.1927	6.3489
<b>Viscosidad (cps)</b>	270	290	280
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	2	6	8

Después de hacer una comparación de los resultados con solución de bicarbonato de amonio a diversas concentraciones encontramos que los mejores resultados se dan con soluciones al 1% de concentración (w/v) del catalizador antes mencionado.

De acuerdo con las recomendaciones proporcionadas por los fabricantes, se sabe que la inclusión de otros aditivos como soluciones al 3% de ácido cítrico o bicarbonato de sodio, podrían mejorar (elevar) el poder tintóreo, razón por el cual hemos realizado las pruebas detalladas a continuación:

<b>Cuadro 4.14: Con solución de Bicarbonato de Amonio al 1% (w/v) más otro catalizador</b>			
<b>Catalizador al 3% (w/v)</b>	-	Ácido Cítrico	Bicarbonato de sodio
<b>Tiempo (min.)</b>	110	95	185
<b>Temperatura final (°C)</b>	150	143	148
<b>PH</b>	2,9	2,7	3,5
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,866	1,533	1,466
<b>Carga coloidal</b>	Negativo	Negativo	Negativo
<b>Poder tintóreo</b>	0,0381	0,0582	0,0765
<b>Índice de Color</b>	6.3082	5.8845	6.2076
<b>Viscosidad (cps)</b>	250	280	300
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	3	10	66

Si bien es cierto que al añadir ácido cítrico (pH = 2.7) o bicarbonato de sodio (pH = 3.5), mejoran el poder tintóreo, surge el inconveniente en los dos casos que aumenta el porcentaje de nivel de sólidos, el cual es un resultado negativo para el mejoramiento de poder tintóreo y por lo tanto nos lleva a concluir que no sería recomendable agregar cualquiera de estos dos aditivos.

Tal como anteriormente ya se ha mencionado, el criterio de elección es el de obtener el mayor poder tintóreo y la mínima presencia de sólidos. El conjunto de ensayos realizados hasta el momento nos han llevado a mejorar la primera propiedad, sin embargo la mínima presencia de sólidos es más gravitante en el presente trabajo, pues se sabe que en la preparación del siyau la presencia de sólidos reduce significativamente el color del producto final. Por esta razón se ha creído conveniente realizar un conjunto

de pruebas adicionales (Caso III) que también tengan como objetivo obtener la mínima presencia de sólidos pero manteniendo la capacidad tintórea.

**CASO III:** Pruebas con solución de Bicarbonato de amonio a concentraciones variables.

<b>Cuadro 4.15: Variando la concentración del catalizador</b>				
<b>Concentración en % (w/v)</b>	0.5	1	3	6
<b>Tiempo (min.)</b>	100	100	100	100
<b>Temperatura final (°C)</b>	173	175	164	164
<b>PH</b>	3,1	3,2	2,8	3,2
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,067	1,267	1,160	1,000
<b>Carga coloidal</b>	Positivo	Positivo	Positivo	Positivo
<b>Poder tintóreo</b>	0,0336	0,0383	0,0324	0,0186
<b>Índice de Color</b>	5.9480	5.7697	5.7978	6.5267
<b>Viscosidad (cps)</b>	300	300	280	290
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	0	0	0	0

Estas pruebas en general dieron excelentes resultados, pues la cantidad de sólidos fue de 0%. Para una solución al 1% de bicarbonato de amonio se obtuvo la mejora de sus características principales, mientras que con los otros valores de concentración las características fueron buenos pero de menor cuantía.

Continuando con la búsqueda de mejorar aun más el poder tintóreo, se realizaron otras pruebas adicionales, pero teniendo en cuenta la variación de volúmenes de una solución de bicarbonato

de sodio al 3% de concentración que se agregara a la primera solución del bicarbonato de amonio al 1% de concentración.

<b>Cuadro 4.16: Con solución de Bicarbonato de amonio al 1% mas solución de Bicarbonato de sodio al 3% (w/v)</b>			
<b>Volumen (ml)</b>	10	15	20
<b>Tiempo (min.)</b>	100	100	100
<b>Temperatura final (°C)</b>	175	179	162
<b>PH</b>	3,2	3,6	3,7
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,267	1,867	1,133
<b>Carga coloidal</b>	Positivo	Positivo	Positivo
<b>Poder tintóreo</b>	0,0276	0,0379	0,0365
<b>Índice de Color</b>	5.7697	5.1872	5.2750
<b>Viscosidad (cps)</b>	290	295	300
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	0	0	0

De las evaluaciones reportadas en el cuadro anterior, se observa que no existen mejoras de consideración en el poder tintóreo al agregar adicionalmente una solución al 3% de bicarbonato de sodio, pero se mantiene la ausencia de sólidos en la mezcla con el licor de siyau. Por tal motivo se toma en consideración el uso de otro catalizador (Caso IV) para ver la posibilidad de mejora en nuestro producto final.

**CASO IV:** Pruebas con solución de Carbonato de amonio a diferentes concentraciones (relación peso / volumen).

<b>Cuadro 4.17: Variando las concentraciones</b>				
<b>Concentración en % (w/v)</b>	0.5	1	3	6
<b>Tiempo (min.)</b>	105	105	105	105
<b>Temperatura final (°C)</b>	181	180	157	167
<b>PH</b>	2,9	2,9	2,9	3,2
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,120	1,133	1,067	1,067
<b>Carga coloidal</b>	Positivo	Positivo	Positivo	Positivo
<b>Poder tintóreo</b>	0,0341	0,0436	0,0398	0,0175
<b>Indice de Color</b>	5.7340	5.8260	6.2046	6.1730
<b>Viscosidad (cps)</b>	300	290	295	300
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	0	0	0	0

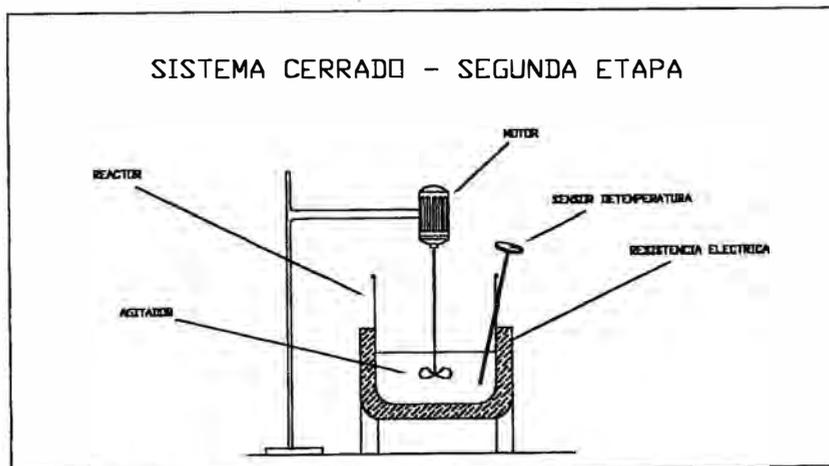
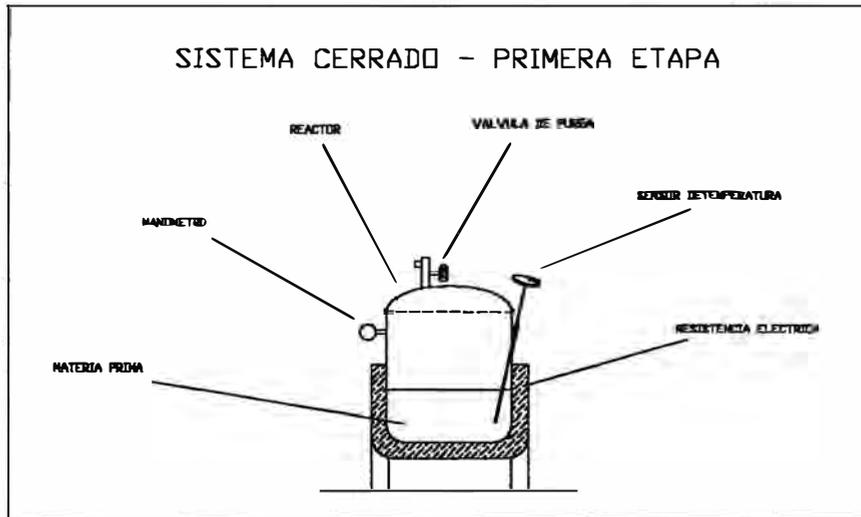
En resumen, los resultados mostraron ausencia de nivel de sólidos, indicando una buena compatibilidad con el licor de siyau; en el poder tintóreo no se vio evidencias de mejoras. Por lo tanto se puede elegir como catalizadores al bicarbonato de amonio y carbonato de amonio pues los dos dan buenos resultados al respecto.

#### **4.6 PROCESO EN SISTEMA CERRADO**

Este método consiste de un reactor herméticamente cerrado equipado con una termocupla tipo K, un manómetro y una válvula de purga tipo aguja para estabilizar la presión interna del sistema.

La primera etapa consta en transformar la materia prima en proceso cerrado, realizando lecturas de presión y temperatura hasta llegar al punto de caramelización; Luego en la segunda etapa se continúa en proceso abierto con un sistema de agitación para la homogenización del colorante así como para disminuir el nivel de espuma en ebullición. El proceso finaliza cuando se obtienen las propiedades óptimas del colorante y se adicionará agua destilada tibia para limitar la reacción y manejar la viscosidad. Finalmente se deja enfriar y se procede al almacenamiento respectivo.

## Grafico 4.7: Proceso Sistema Cerrado



**Resultados obtenidos con catalizadores seleccionados**

a.- Comportamiento del proceso de la temperatura con respecto al tiempo.



b.- Resultados de caramelización en sistema cerrado

<b>Cuadro 4.18: Con solución de Carbonato de amonio al 1%</b>				
<b>Presión (psi)</b>	20	30	40	45
<b>Tiempo (min.)</b>	45	60	45	60
<b>Temperatura final (°C)</b>	100	109	108	110
<b>PH</b>	3,0	2,8	2,8	2,9
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,533	1,267	1,467	1,533
<b>Carga coloidal</b>	Positivo	Positivo	Positivo	Positivo
<b>Poder tintóreo</b>	0.0221	0,0339	0,0445	0,0364
<b>Índice de Color</b>	5.8467	5.8054	5.5931	5.7213
<b>Viscosidad (cps)</b>	260	295	300	280
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	0	0	0	0

<b>Cuadro 4.19: Con solución de Bicarbonato de amonio al 1%</b>			
<b>Presión (psi)</b>	30	40	45
<b>Tiempo (min.)</b>	45	45	45
<b>Temperatura final (°C)</b>	120	118	118
<b>PH</b>	3,2	3,4	3,2
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,333	1,267	1,400
<b>Carga coloidal</b>	Positivo	Positivo	Positivo
<b>Poder tintóreo</b>	0,0245	0,0413	0,0301
<b>Índice de Color</b>	5.6215	4.8214	5.4776
<b>Viscosidad (cps)</b>	300	280	290
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	0	0	0

#### **4.7 LA QUÍMICA DE LA CAMELIZACIÓN**

La química de la caramelización es compleja y dificultosa para describir el mecanismo de reacción en términos simples. Grandes moléculas de carbohidratos son reducidas de tamaño, bajo la influencia de acidez, calor y presión. Luego un tipo de condensación o polimerización ocurre con los derivados de los azúcares simples que reaccionan con las moléculas simples y las complejas de mayor tamaño.

Las reacciones fundamentales de calor inducido en la caramelización del azúcar incluyen una hidrólisis y deshidratación de azúcares, isomerización y esencialmente la formación de muchos polímeros. A continuación describimos los posibles mecanismos de la caramelización:

1. Inversión de azúcar a D-glucosa y D-fructuosa.
2. Equilibrio de compuestos anoméricos y formas cíclicas.
3. Condensación intermolecular, reversión de ácidos catalizados, almidón, almidón de azúcar a di, tri, y oligosacáridos superiores.
4. Condensación intramolecular, formación de di-anhídridos de glicosanos y difructuosa.
5. Isomerización de aldosas a cetosas.

6. Reacciones de deshidratación.
7. Reacciones de fragmentación.
8. Pardeamiento (formación de polímeros insaturados).

#### **4.8 EVALUACION DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL COLORANTE CAMELINA**

Antes que un colorante caramulina sea ofrecido para su comercialización, debe pasar por un riguroso control de calidad. Lo primero que busca el usuario del colorante, es la fuerza colorante y la compatibilidad con otros ingredientes, por lo tanto esto debe ser prioritario en el proceso de control de calidad de la caramulina.

##### **La Gravedad Especifica**

Una muestra de caramulina es vertida dentro de un picnómetro con volumen definido, y por diferencia de pesos entre el picnómetro vacío y el picnómetro con el colorante se obtiene esta propiedad.

Los resultados de las pruebas oscilan entre 1.067 y 1.533, Cuando se procesa en sistema abierto la gravedad especifica

tiende al menor valor, y cuando se procesa en sistema cerrado la gravedad específica tiende al mayor valor.

### **Viscosidad**

Para medir la viscosidad del colorante caramelina, se utilizó un viscosímetro Brookfield a una temperatura de 24°C. Esta propiedad es manejada por el fabricante, que normalmente oscila entre los valores de 250 a 300 cps.

### **pH**

Para medir el pH del colorante caramelina se utilizó un medidor de pH manual, los resultados obtenidos tienen solo un (1) dígito de precisión.

Los rangos de pH del colorante caramelina son los siguientes:

1. **Clase I:** de 3.0 a 4.5
2. **Clase II:** de 2.5 a 3.5
3. **Clase III:** de 2.5 a 5.5
4. **Clase IV:** de 2.5 a 4.0

Los resultados muestran que el colorante tiene un pH que oscila entre 2.8 hasta 3.4, y así estamos claramente ubicados en las clases III y IV del tipo de colorante.

### **Test tánico neutral**

Este test permite determinar la carga coloidal de la caramalina. Se prepara una solución al 1% de ácido tánico USP y se filtra tres veces como mínimo hasta clarificarlo. Luego se prepara la solución de caramalina al 1% en agua destilada. A 13 ml de solución de caramalina, se agrega 12 ml de la solución de ácido tánico y se mezcla uniformemente. Si el colorante es de carga coloidal negativa, la solución se mantendrá clara y brillante por lo menos 24 horas. Si es de carga coloidal positiva, el mismo causará precipitación o turbiedad.

En nuestro caso para una clasificación del colorante, ésta presenta sedimentación a las 24 horas, confirmando así su contenido de cargas coloidales positivas. Mientras que para otro tipo de caramalina, resulta lo contrario, confirmando así la presencia de cargas coloidales negativas.

### **Poder Tintóreo**

Los resultados de esta característica se dan a conocer por cada prueba.

### **Intensidad del Color**

Esta característica está definida por la medida de la absorbancia en un espectrofotómetro a 610 nm de longitud de onda con una solución de 1 g de colorante en 1000 ml de agua destilada.

### **Índice de Tinte o de Color**

Los colorantes que tienen idénticos índices de matices pueden diluirse para dar soluciones que tienen idéntico espectro de absorción.

### **Test de resinificación**

La vida en anaquel de un colorante caramelina se conoce como test de resinificación. Se espera que el producto tenga una larga vida manteniendo sus propiedades de fluidez, pues ésta será gravitante en la decisión de compra de nuestro producto.

Una pequeña cantidad del colorante caramelina es puesta en un tubo de ensayo y colocado en un equipo de baño María a temperatura constante de 100°C. El número de horas requeridas para que una muestra del colorante llegue a un punto en el que ya no es fluido es el denominado punto de resinificación. Cada 20 horas que tarda el punto de resinificación del colorante es aproximadamente equivalente a un año de conservación (de vida)

de sus características físicas y químicas, bajo condiciones de almacenamiento ( $T = 20^{\circ}\text{C}$ )

Los resultados de esta prueba, reportan que nuestro colorante tiene un tiempo de vida de 1.2 años.

#### **4.9 FORMACION DE PRODUCTOS EN FUNCIÓN DEL TIEMPO Y LA TEMPERATURA**

El calentamiento directo de los carbohidratos, particularmente de azúcares y jarabes, dan lugar a un complejo grupo de reacciones denominadas en conjunto caramelización. Esta serie de reacciones es favorecida por las pequeñas cantidades de ácidos y de ciertas sales. La pirólisis inicial suave provoca cambios anoméricos, alteraciones del tamaño de los anillos y ruptura de los enlaces glicosídicos nuevos en la mayor parte de los casos. Sin embargo, la glicólisis provoca deshidrataciones con formación de anillos anhidro, como en el levoglucosano, o la formación de dobles enlaces en los anillos.

Estos últimos constituyen formas intermedias en la formación de anillos insaturados como los fúranos. Los dobles enlaces conjugados absorben la luz y por lo tanto poseen color. A menudo, en estos sistemas de anillos insaturados se producen

condensaciones que dan lugar a sistemas poliméricos, los cuales poseen color y aroma, ciertos catalizadores aceleran la reacción, y con frecuencia son utilizados para dirigir la reacción hacia la formación de tipos específicos de colores de caramulina, solubilidades y grados de acidez.

Los pigmentos del caramelo contienen grupos hidroxílicos de acidez variable, carbonílicos, carboxílicos, enólicos y fenólicos. El incremento de la temperatura y del pH causa una aceleración en la velocidad de la reacción.

Ciertas reacciones pirolíticas producen sistemas cíclicos insaturados que poseen aromas únicos. Así, el maltol (3-hidroxi-2-metilpiran-4-ona) y el isomaltol (3-hidroxi-2-acetilfurano) contribuyen al aroma del par. La 4-hidroxi-5-metilfuran-3-ona confiere un aroma a quemado, tal como en la carne asada y se utiliza para potenciar diversos aromas y edulcorantes.

#### 4.10 DISCUSION DE RESULTADOS

1. El análisis del azúcar como materia prima es importante, para direccionar al tipo de colorante que se puede producir, ya que todo azúcar tiene un porcentaje de impurezas y humedad que influyen en la fabricación del colorante, así se puede definir un colorante de calidad por un control anticipado de la materia prima, es mas nos sirven como alternativas para hacer uso de otros azúcares de diferentes procedencias.
2. Cuando se realizan pruebas con azúcares de diferentes procedencias, se obtiene como resultado lo siguiente:

El colorante obtenido a partir de azúcar rubia de Casagrande, da un colorante de poder tintóreo alto, pero las cargas coloidales no son compatibles con la del licor de siyau, desfavoreciendo así a la calidad del colorante. El nivel de sólidos asciende a 12%. En el caso de colorantes obtenidos a partir de azúcar blanca (de Casagrande, Brasil y Guatemala), nos dan resultados de poder tintóreo menores a comparación con el colorante de azúcar rubia, y el nivel de sólidos oscila entre los valores de 2 a 9%; mientras que el

colorante obtenido del azúcar blanca de Casagrande dan como resultado niveles de sólidos de 2 a 3%.

3. La energía proporcionada al reactor es uno de los parámetros de importancia para obtener un colorante de calidad, de ello dependerán el poder tintóreo, el porcentaje de nivel de sólidos y el tiempo de proceso. A mayor energía, el tiempo de proceso es menor, y el poder tintóreo aumenta mientras el porcentaje de nivel de sólidos disminuye.
4. El resultado del colorante obtenido al usar bisulfito de sodio como catalizador, requiere mayor tiempo en el proceso de transformación a diferencia del proceso sin catalizador. En sus características existe una mejora en el poder tintóreo, mientras la compatibilidad en el nivel de sólidos va desde 3 a 4%. Este resultado se obtiene al someter al reactor a una potencia de 414 watts.
5. Cuando al catalizador inicial bisulfito de sodio es reforzado con bicarbonato de amonio o carbonato de amonio en cantidades menores al 1%, estos producen un colorante con poder tintóreo similar y con señas de disminuir el nivel de sólidos de 3 a 2%.

6. Una estudio adecuado que permitirá evaluar mejor los resultados obtenidos con los catalizadores reforzantes, sería si trabajamos independientemente con cada uno de ellos.
7. Al reforzar el catalizador hasta con dos componentes, esta mezcla no da resultados que sean mejores a los anteriores, esto se debe al incremento de los sólidos en suspensión, solo se puede deducir que el colorante es mas compatible con ácido cítrico que con bicarbonato de sodio.
8. Un buen resultado conseguido en cuanto a las compatibilidades, es obtenido cuando se utiliza bicarbonato de amonio puro. Para asegurar este resultado, se hacen pruebas variando el porcentaje de catalizador hasta un 6% (relación peso / volumen), y estas resultan con 0% de nivel de sólidos; en el caso del poder tintóreo, este tiende a disminuir cuando se incrementa la concentración del catalizador.
9. Cuando al catalizador bicarbonato de amonio se le refuerza con solución al 3% de bicarbonato de sodio, se tiene buena compatibilidad y mejora el poder tintóreo.

10. Las pruebas con solución de carbonato de amonio al 1% dan buenos resultados respecto a la compatibilidad de cargas coloidales, adicionalmente dan una apariencia de translucides al producto final y un óptimo en el poder tintóreo.
  
11. De acuerdo a los resultados en sistema abierto, se puede considerar como buenos catalizadores al carbonato de amonio y al bicarbonato de amonio. Por que a comparación de los otros catalizadores, estos eliminan el problema de los sólidos en suspensión y dan buenos resultados de poder tintóreo.
  
12. En cuanto a las pruebas en sistema cerrado, tanto el carbonato de amonio y el bicarbonato de amonio conservan la compatibilidad obtenida en sistema abierto, adicionalmente disminuyen el tiempo de operación en el proceso e incrementan el poder tintóreo. Parece indicar que el colorante es beneficiado por el efecto de presión y el catalizador.

**CAPITULO 5**  
**PRODUCTO FINAL**

De acuerdo a la metodología para la obtención de nuestro colorante caramelina, verificamos que sus propiedades son bastante cercanas a los valores obtenidos por los fabricantes de este colorante, y lo más importante es que su funcionalidad y características de calidad, son los adecuados para la fabricación de siyau.

### **5.1. CARACTERÍSTICAS**

Nuestra caramelina presenta las siguientes características:

- 1) Presenta un color pardo oscuro (por sentido visual)
- 2) Tiene una viscosidad entre 250 a 300 cps.
- 3) Tiene olor someramente picante (por sentido de olfato)
- 4) Una aroma parcialmente agradable (por sentido de olfato)
- 5) Es soluble en agua y alcohol (por solubilidad)
- 6) Tiene un tiempo de vida de 1 año 2 meses (por resinificación)
- 7) Carga Coloidal Positiva.

## 5.2 PROPIEDADES

A continuación se presentan las propiedades obtenidas en las pruebas batch (por lotes) realizadas.

<b>Cuadro 5.1: Resultados óptimos de propiedades en muestras de colorantes para ambos sistemas</b>				
<b>Catalizador</b>	<b>Bicarbonato de amonio al 1%</b>		<b>Carbonato de amonio al 1%</b>	
<b>Sistema</b>	<b>Abierto</b>	<b>Cerrado</b>	<b>Abierto</b>	<b>Cerrado</b>
<b>PH</b>	3.2	3.4	2.9	2.8
<b>Sp-gr</b>	1.167	1.267	1.133	1.467
<b>Presión (psi)</b>	0	40	0	40
<b>Poder tintóreo</b>	0.0383	0.0413	0.0436	0.0445
<b>Vida media</b>	1.2	1.2	1.2	1.2
<b>Carga coloidal</b>	Positivo	Positivo	Positivo	Positivo
<b>Viscosidad (cps)</b>	300	280	290	300
<b>Indice de color</b>	5.7697	4.8214	5.8260	5.5931
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	0	0	0	0

**CAPITULO 6**  
**PRUEBAS A NIVEL PILOTO**

**Metodología:**

La prueba piloto se realizó en el Laboratorio N°14 de la Facultad de Ingeniería Química y Manufacturera de la Universidad Nacional de Ingeniería. Los sistemas abiertos y cerrados se realizaron con una carga de 300 g de azúcar blanca de Casagrande para cada caso.

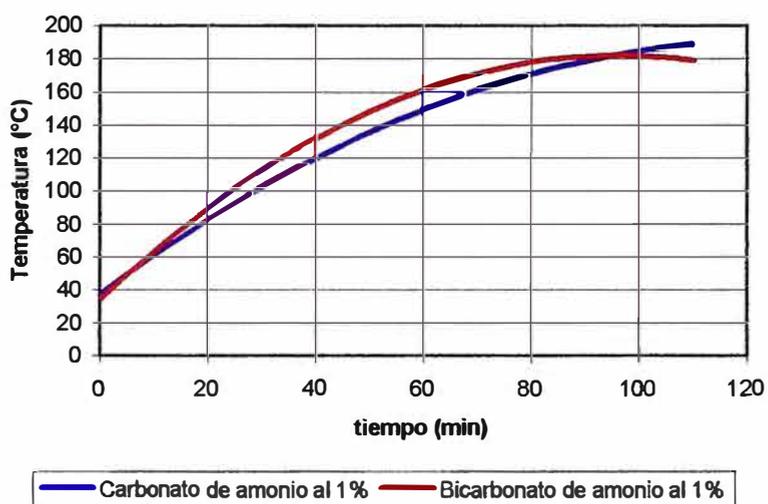
Los equipos utilizados en conjunto para ambos sistemas fueron reactores de cobre, agitador de paletas, manómetro, válvula de purga tipo aguja, material de vidrio (baguetas, beakers, lunas de reloj, frascos de vidrio), plancha de calentamiento, estufa, picnómetro, sensor de temperatura tipo aguja, controlador de voltaje, equipo para baño maria, medidor de pH portátil, balanza de precisión, reactivos químicos, papeles de filtro, etc.

Los catalizadores fueron seleccionados de acuerdo a los resultados conseguidos con las pruebas a nivel de laboratorio. A continuación se presenta el siguiente cuadro de resultados:

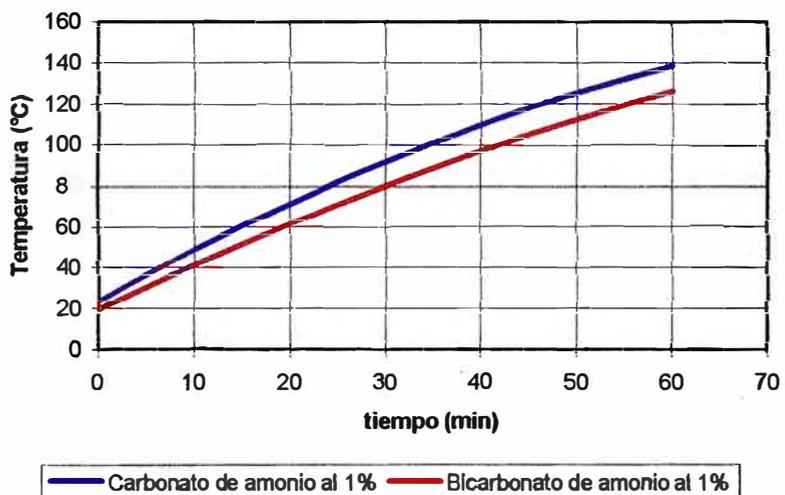
**Cuadro 6.1: Comparación de resultados en ambos sistemas**

<b>Tipo de Catalizador</b>	<b>Carbonato de amonio al 1% en 45ml</b>		<b>Bicarbonato de amonio al 1% en 45ml</b>	
	<b>Abierto</b>	<b>Cerrado</b>	<b>Abierto</b>	<b>Cerrado</b>
<b>Sistema</b>				
<b>Presión (psi)</b>	0	50	0	50
<b>tiempo (min.)</b>	110	60	110	60
<b>Temperatura final (°C)</b>	194	138	187	123
<b>PH</b>	3,1	2,8	3,0	3,5
<b>Sp-gr (24°C)</b>	1,267	1,467	1,533	1,333
<b>Carga coloidal</b>	Positivo	Positivo	Positivo	Positivo
<b>Poder tintóreo</b>	0.0438	0,0483	0.0387	0,0418
<b>Índice de Color</b>	5.7632	4.9102	5.4268	3.5174
<b>Viscosidad (cps)</b>	290	300	280	295
<b>Nivel de sólidos al ensayo de licor de siyau (cm)</b>	0	0	0	0

**GRAFICO 6.1: PRUEBA PILOTO SISTEMA ABIERTO**



**GRAFICO 6.2: PRUEBA PILOTO SISTEMA CERRADO**



## **CAPITULO 7**

### **OBSERVACIONES Y CONCLUSIONES**

**OBSERVACIONES:**

- 1) Las características del colorante para cada proceso batch, no siempre son iguales, pese a que son fabricados bajo las mismas condiciones de operación, materia prima y punto de caramelización. Posiblemente esto se deba al contenido de impurezas en el azúcar y el de sus características propias. Lo mismo ocurre en azúcares de diferentes procedencias.
  
- 2) La humedad en los azúcares pareciera que también influye en la coloración, pues el azúcar rubia de casagrande tiene mayor humedad que los azúcares de color blanco. Entre los azúcares de color blanco, el que mayor humedad tiene es el azúcar de casagrande seguido por los azúcares de Guatemala y Brasil; los resultados para la coloración se dan en la misma secuencia.
  
- 3) En el proceso de transformación se observa que el tiempo de operación es más importante para la obtención del colorante caramelina, pues de ello depende si la transformación es total o parcial en la degradación de los carbohidratos. El tiempo óptimo para limitar la reacción es cuando se llega al punto de caramelización. Si por algún motivo se deja pasar un tiempo adicional, la reacción continuará iniciándose otra etapa de polimerización, generando sólidos en el colorante que finalmente

se convertirán en cenizas. Por lo tanto, se considera que el punto final del proceso es el punto de caramelización.

- 4) Las mezclas entre el licor de siyau y el colorante caramelina se realizan a temperatura ambiente.
- 5) Una forma de determinar el punto de caramelización en un sistema cerrado es controlando la presión interna del sistema.
- 6) El control de presión en un sistema cerrado se realiza a través de purgas de vapor, y así definir el límite de reacción. Esto permite obtener una conversión óptima.
- 7) Con respecto al uso de bisulfito de sodio como catalizador, éste favorece al producto final, aumentando el poder tintóreo y disminuyendo la cantidad de sólidos en el colorante en comparación con los colorantes que se obtienen al someter a calentamiento al azúcar blanca de casagrande sin catalizador.
- 8) Empleando bisulfito de sodio como catalizador, no se favorece la translucidez del siyau, por que genera un nivel de sólidos de 3.6% como mínimo, lo cual implica la incompatibilidad con el licor. Por lo tanto, se considera que no es el catalizador adecuado.

- 9) Existen indicios de mejora cuando otros catalizadores acompañan al bisulfito de sodio. Es por esta razón que se prueban independientemente con bicarbonato de amonio y carbonato de amonio, obteniéndose así una buena compatibilidad con el licor, pues nos da un nivel de sólidos de cero por ciento.
- 10) El color de una caramulina depende en gran medida de la procedencia de la materia prima.
- 11) Las reacciones comprendidas en la química de la caramelización no son claramente deducibles, debido a la degradación de los carbohidratos en el proceso de coloración.
- 12) Se pueden obtener caramelinas de diferentes intensidades de color, dependiendo del tipo de aplicación.
- 13) El contenido de caramulina en los alimentos es difícil de determinar, debido a su solubilidad y fácil distribución.
- 14) El mercado de caramulina en el país exige el cumplimiento de las especificaciones dadas por la FAO/WHO. Esto quiere decir que para comercializar una caramulina, ésta debe cumplir con normas

de carácter internacional debatidas y aprobadas por esta institución.

### **CONCLUSIONES:**

- 1) Partiendo de la observación N°14, se evalúan las características de la materia prima y del producto de manera independiente con la finalidad de realizar estudios comparativos. Como resultado de esto se comprueba efectivamente que se generan otros resultados. Un ejemplo claro es con el azúcar rubia, la cual contiene más impurezas y menos contenido de sacarosa respecto al azúcar blanca. Además se observa que el colorante contiene mayor poder tintóreo y menor compatibilidad con el licor.
  
- 2) Evaluando en la misma forma los azúcares blancos de diferentes procedencias, se comprobó que el azúcar de casagrande nos proporciona resultados favorables respecto a la coloración y compatibilidad. A diferencia de los otros azúcares, que si bien es cierto son buenos en cuanto a coloración, pero no mejoran las características obtenidas con el azúcar blanca de casagrande.
  
- 3) Las absorbancias de los azúcares en cualquier longitud de onda dentro de 420 hasta 714 nm. Decrecen en la siguiente forma:

Rubia, blanca de Casagrande, blanca de Brasil, blanca de Guatemala.

- 4) El azúcar de Guatemala tiene mayor porcentaje de azúcar y de sacarosa respecto de los otros tipos de azúcares. Así, el azúcar de Guatemala puede identificarse como el de mayor pureza.
- 5) De cada materia prima seleccionada se puede producir un colorante caramelina de diferente calidad, habiéndose obtenido con el azúcar de Casagrande los mejores resultados, tanto en compatibilidad como en poder tintóreo.
- 6) El tipo de reacción desde el inicio hasta el final del proceso es endotérmico. Cuando el sistema llega aproximadamente a 154 °C, se inicia la reacción favoreciendo la coloración de la caramelina. En este punto la temperatura debe ser controlada para no sobrepasar el máximo de 200 °C (es caso general del estudio), pues un exceso en la temperatura ocasionará cambios indeseables en el colorante.
- 7) Se puede afirmar que para mínimas cantidades de bisulfito de sodio como catalizador, se obtienen mejores resultados. Aunque se sabe que un incremento en las cantidades de catalizador, esta

acelera la velocidad de reacción e incrementa el poder tintóreo hasta cierto límite (concentración óptima), pero luego del límite las características del colorante no presentan mejoramiento alguno.

- 8) Se concluye que el bicarbonato de amonio y el carbonato de amonio son los catalizadores apropiados para obtener un colorante de con buena compatibilidad con el licor, obteniéndose un producto de buena calidad que el mercado exige.
- 9) En un sistema cerrado, el tiempo y la temperatura de operación se reduce, y se puede trabajar a una presión definida, generando una reacción óptima.
- 10) El color es una propiedad importante de la caramelina, la cual se determina por métodos visuales y espectrofotométricos.
- 11) Los colorantes obtenidos con carbonato de amonio y bicarbonato de amonio son de carga coloidal positiva. Esto quiere decir que el licor para siyau también es de carga coloidal positiva. Este resultado se da a simple vista por la compatibilidad que se aprecia en la mezcla final entre el colorante y la salmuera.

- 12) A nivel piloto se concluye que en sistema cerrado, el poder tintóreo del colorante obtenido utilizando como catalizador al carbonato de amonio, es mayor que el poder tintóreo del colorante obtenido utilizando bicarbonato de amonio, y la temperatura final de reacción en un sistema cerrado es menor que en el de un sistema abierto.
- 13) El tiempo de operación es menor en sistema cerrado (60 min.), Mientras que en el sistema abierto la temperatura de operación es de 110 min.
- 14) El nivel de sólidos en ambos sistemas es cero, cumpliéndose lo deducido en las pruebas preliminares de laboratorio.
- 15) Los resultados a nivel laboratorio respecto al poder tintóreo son menores a comparación con los obtenidos en la prueba piloto.

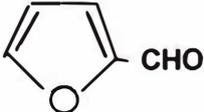
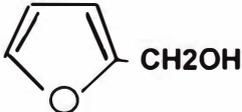
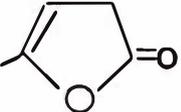
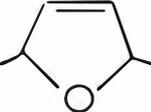
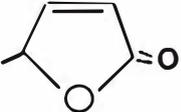
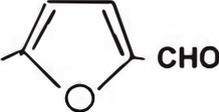
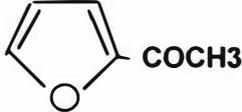
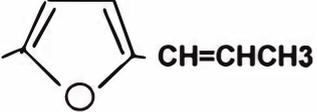
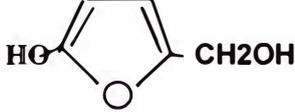
**CAPITULO 8**  
**BIBLIOGRAFIA**

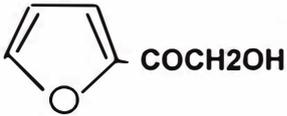
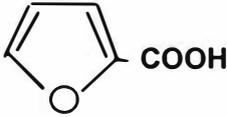
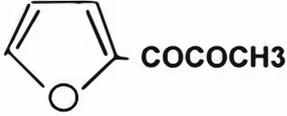
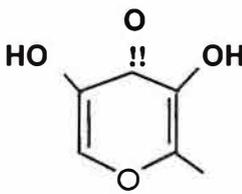
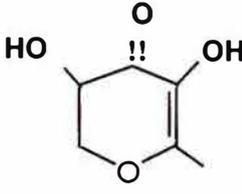
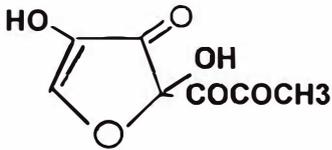
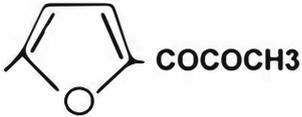
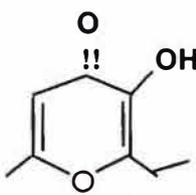
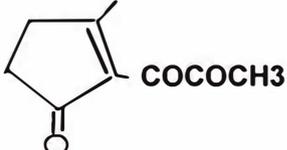
1. Spencer Meade : Manual de azúcares de caña.  
Trad. Mario G. Menocal. TP - 381 M4m.
2. Enciclopedia Universal Ilustrada en Europa Americana.  
Barcelona José Espasa e Hijos editores Tomo IV.
3. Color Caramelo: Manufactura, Propiedades y Aplicaciones  
alimenticias.  
Encyclopedia Of Food Technology and science V. II & III.  
Johnson - Peterson.
4. Gran enciclopedia de Química Industrial Tomo IV.  
Fabricación de Caramelos.  
Hoffman, Spinner. 1988  
German - Democratic - Republic - Patent DD 257 388.
5. La Química del Caramelo Negro.  
Casier, Zenouz, Paepe.  
Department of Food Science & Tech, Katholieke Univ.,  
Leuven, Belgium. 1978.
6. Dependencia de la intensidad del caramelo con el grado de  
pureza del azúcar.  
Girenko, Maltabar, Kotova. Moldavskii Nauchno - Issled.  
Promyshlennosti, USSR 1971 Ruso.
7. Técnicas de Laboratorio para el análisis de Alimentos.  
D PEARSON dsc M Chem A, FRIC, FIFST.  
Colegio Nacional de Tecnología de los Alimentos,  
Universidad de Reading.
8. The Basics of Caramel Color  
D. D. Williamson Food Ingredients  
[www.caramel.com](http://www.caramel.com)
9. Sethness Caramel Color  
[www.sethness.com](http://www.sethness.com)
10. Functional Properties – Browning  
Dairy Management Inc (DHI)  
[www.doitwithdairy.com/ingredients/lactose/lacfunbro.htm](http://www.doitwithdairy.com/ingredients/lactose/lacfunbro.htm)
11. Browning Reactions – Caramelization Reactions  
Color Food Resource  
[www.orst.edu/food-resource/color/browning.html](http://www.orst.edu/food-resource/color/browning.html)

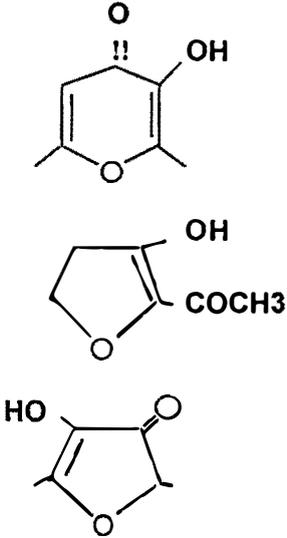
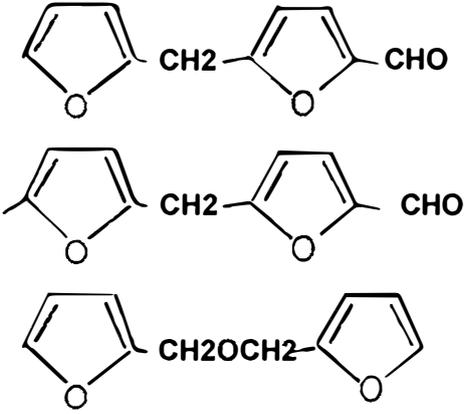
12. Caramelization – Maltodextrins  
Sugars  
[www.pdlab.com/pdsugarsx.htm](http://www.pdlab.com/pdsugarsx.htm)
13. Catalogo de Food Color (Vol 1,2,3)  
ILSI Color Comité (International Life Sciences Institute)
14. Tipos de Caramelos  
Food Chemical Codex (Fourth Edition)  
July 1, 1996.
15. Reacción de Caramelización  
Food Resource  
[www.osu.orstied.../index.html](http://www.osu.orstied.../index.html)
16. Caramel Colour  
Indian Food Packer  
March – April 1977

## APENDICE

## CONSTITUYENTES EN LOS VAPORES DE CAMELOS

Categorías	NOMBRES	FORMULAS
I	<p style="text-align: center;">Acido Formico</p> <p style="text-align: center;">Acido acético</p> <p style="text-align: center;">Hidroxi-3 Butanona</p> <p style="text-align: center;">Oxido de mesitil</p>	<p style="text-align: center;">HCOOH</p> <p style="text-align: center;">CH<sub>3</sub>COOH</p> <p style="text-align: center;">CH<sub>3</sub>CHOHCOCH<sub>3</sub></p> <p style="text-align: center;">(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>COHCH<sub>2</sub>COCH<sub>3</sub></p>
II	<p style="text-align: center;">Furfural</p> <p style="text-align: center;">Alcohol Furfuryliue</p> <p style="text-align: center;">Alfa-Angelicalatona</p> <p style="text-align: center;">Dimetil-2,5 Dihidro-2,5 Furano</p> <p style="text-align: center;">Metil-5 furano-2</p> <p style="text-align: center;">Metil-5 Furfural</p> <p style="text-align: center;">Acetil-2 Furano</p> <p style="text-align: center;">Metil-5-(propano-1-il)-2 Furano (Z o E)</p> <p style="text-align: center;">Propionil-2 Furano</p> <p style="text-align: center;">H.M.F.</p>	<div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div>

	<b>(Hidroxi-2 Acetil)-2 Furano</b>	
	<b>Acido Metil-5 furolique</b>	
	<b>(Oxo-2 Propionil)-2 Furano</b>	
	<b>Hidroxi-5 Maltol</b>	
	<b>Hidroxi-5- Dihidro-5,6 maltol</b>	
	<b>Acetil formeno</b>	
	<b>Metil-5(oxo-2 propionil)-2 Furano</b>	
	<b>Etil-2hidroxi-3 Metil-6 pirano-4</b>	
	<b>Cicloteno</b>	

<p style="text-align: center;">III</p>	<p style="text-align: center;"><b>Maltol</b></p> <p style="text-align: center;"><b>Isomaltol</b></p> <p style="text-align: center;"><b>Furanol</b></p>	 <p>The structures shown are:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li><b>Maltol:</b> A six-membered ring with an oxygen atom at the bottom, a double bond between the top and right carbons, a hydroxyl group (OH) at the top-right position, and a carbonyl group (C=O) at the top position.</li> <li><b>Isomaltol:</b> A five-membered ring with an oxygen atom at the bottom, a double bond between the top and right carbons, a hydroxyl group (OH) at the top-right position, and an acetyl group (COCH<sub>3</sub>) at the right position.</li> <li><b>Furanol:</b> A five-membered ring with an oxygen atom at the bottom, a double bond between the top and right carbons, a hydroxyl group (HO) at the top-left position, and a carbonyl group (C=O) at the top position.</li> </ul>
<p style="text-align: center;">IV</p>	<p style="text-align: center;"><b>Furfuril-5Furfural</b></p> <p style="text-align: center;"><b>(Metil-5Furfuril)-5Furfural</b></p> <p style="text-align: center;"><b>Difurfuril eter</b></p>	 <p>The structures shown are:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li><b>Furfuril-5Furfural:</b> Two furan rings connected by a methylene group (-CH<sub>2</sub>-). The left ring is unsubstituted, and the right ring has a formyl group (-CHO) at the 5-position.</li> <li><b>(Metil-5Furfuril)-5Furfural:</b> Two furan rings connected by a methylene group (-CH<sub>2</sub>-). The left ring has a methyl group (-CH<sub>3</sub>) at the 2-position, and the right ring has a formyl group (-CHO) at the 5-position.</li> <li><b>Difurfuril eter:</b> Two furan rings connected by an ethoxy group (-CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>-).</li> </ul>

## PROCESO DE ELABORACION DE SILLAO

