

**OBTENCIÓN DE JARABES DE GLUCOSA A PARTIR DE ALMIDÓN DE YUCA
MEDIANTE HIDRÓLISIS ÁCIDA ASISTIDA POR MICROONDAS**

FERNANDO JOSÉ ANAYA VEGA

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
Bucaramanga
2004**

**OBTENCIÓN DE JARABES DE GLUCOSA A PARTIR DE ALMIDÓN DE YUCA
MEDIANTE HIDRÓLISIS ÁCIDA ASISTIDA POR MICROONDAS**

FERNANDO JOSÉ ANAYA VEGA

Proyecto de grado para optar el título de Químico

DIRECTOR

DANIEL RICARDO MOLINA VELASCO

Químico M.Sc.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE QUÍMICA

Bucaramanga

2004

DEDICATORIA

A mis papas Jesús y Mercedes quienes con mucho sacrificio ven hoy el fruto de tanto esfuerzo.

AGRADECIMIENTOS

El autor expresa sus más sinceros agradecimientos a:

Al profesor Daniel Ricardo Molina Velasco por su constante apoyo y paciencia durante la realización de este proyecto.

Mis compañeros del laboratorio de bioquímica.

Al Programa Nacional de Transferencia de Tecnología Agropecuaria-PRONATTA- del Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural de Colombia. (Proyecto No. 201681143) por su apoyo económico.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCION	1
1. MARCO TEÓRICO	3
1.1 ALMIDÓN	3
1.1.1 Origen.	3
1.1.2 Composición.	3
1.1.3 Propiedades.	4
1.1.4 Fuentes empleadas para la obtención de almidón.	7
1.1.5 Usos.	7
1.2 YUCA	7
1.2.1 Características.	7
1.2.2 Almidón de Yuca.	9
1.3 HIDRÓLISIS ACIDA	10
1.3.1 Origen.	10
1.3.2 Comportamiento estructural del almidón.	11

1.3.3	Productos de la hidrólisis.	11
1.3.4	Variables de operación	15
1.4	CALENTAMIENTO CON MICROONDAS	16
1.4.1	Características de las microondas.	16
1.4.2	Mecanismos de calentamiento.	17
1.4.3	Propiedades dieléctricas de los materiales.	19
1.4.4	Diferencias entre el calentamiento convencional y microondas.	20
1.4.5	Equipo de microondas	23
•	Generador de microondas.	23
•	Guía de ondas.	25
•	Aplicador.	25
1.4.6	Utilización de las microondas en reacciones químicas.	26
1.4.7	Hidrólisis ácida de almidón en presencia de microondas.	28
2.	METODOLOGÍA	30
2.1	OBTENCIÓN DE ALMIDÓN	30

2.2	CALENTAMIENTO DE LA MUESTRA DENTRO DE LA CAVIDAD ELECTROMAGNETICA	30
2.2.1	Selección de los recipientes de reacción.	30
2.2.2	Ubicación del recipiente dentro de la cavidad del microondas.	31
2.3	DETERMINACIÓN DE LOS RANGOS O NIVELES DE CADA VARIABLE	34
2.4	DETERMINACIÓN DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES CONCENTRACIÓN DE ALMIDÓN, CONCENTRACION DE CATALIZADOR Y TIEMPO CON RESPECTO AL PORCENTAJE DE GLUCOSA OBTENIDA	35
2.5	DETERMINACIÓN DE LAS MEJORES CONDICIONES PARA LAS DOS VARIABLES INDEPENDIENTES QUE MÁS INFLUYERON EN EL PORCENTAJE DE GLUCOSA	36
2.6	VALIDACION DE LOS MODELOS	37
2.7	HIDROLISIS ACIDA MEDIANTE CALENTAMIENTO CONVENCIONAL	37
3.	RESULTADOS Y ANÁLISIS	38
3.1	CALENTAMIENTO DE LA MUESTRA DENTRO DE LA CAVIDAD ELECTROMAGNETICA	38
3.1.1	Ubicación del recipiente dentro de la cavidad del microondas.	38

3.2	DETERMINACIÓN DE LOS RANGOS O NIVELES DE CADA VARIABLE	41
3.3	DETERMINACIÓN DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES CONCENTRACIÓN DE ALMIDÓN, CONCENTRACION DE CATALIZADOR Y TIEMPO CON RESPECTO AL PORCENTAJE DE GLUCOSA OBTENIDA	45
3.4	DETERMINACIÓN DE LAS MEJORES CONDICIONES PARA LAS DOS VARIABLES INDEPENDIENTES QUE MÁS INFLUYERON EN EL PORCENTAJE DE GLUCOSA.	54
3.4.1	Diseño de la superficie de respuesta correspondiente a la variedad armenia.	54
3.4.2	Diseño de la superficie de respuesta correspondiente a la variedad chile.	61
3.5	Validacion de los modelos 4 y 5	67
3.6	HIDROLISIS ACIDA MEDIANTE CALENTAMIENTO CONVENCIONAL	68
	CONCLUSIONES	69
	RECOMENDACIONES	71
	REFERENCIAS	72
	BIBLIOGRAFÍA	79
	ANEXOS	87

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Forma, composición y propiedades de distintos gránulos de almidón	6
Tabla 2. Clasificación taxonómica de la Yuca	8
Tabla 3. Composición aproximada de la raíz tuberosa de la yuca.	9
Tabla 4. Clasificación de los jarabes de glucosa según su equivalente de dextrosa (DE)	12
Tabla 5. Constante dieléctrica (ϵ') y factor de pérdidas (ϵ'') de algunos materiales	21
Tabla 6. Datos de tangente de pérdidas ($\tan \delta$) para solventes puros comunes a temperatura ambiente	21
Tabla 7 Características del recipiente utilizado en los ensayos.	30
Tabla 8 Características del equipo microondas doméstico usado en los ensayos.	31
Tabla 9. Tiempo de funcionamiento del magnetrón según el nivel de potencia usado.	33
Tabla 10. Variable involucradas en la hidrólisis ácida de almidón de Yuca mediante microondas.	44
Tabla 11. Porcentajes de glucosa obtenidos en el diseño experimental de tamizado 2^3 para la hidrólisis ácida de almidón de yuca asistida con microondas.	46
Tabla 12. Análisis de regresión múltiple para los modelos 1, 2 y 3.	48
Tabla 13. Análisis de varianza para los modelos 1, 2 y 3.	49
Tabla 14. Coeficientes estadísticos para los modelos 1, 2 y 3.	49
Tabla 15. Variables Independientes con sus respectivos niveles normalizados utilizados en la hidrólisis ácida de almidón de yuca asistida con microondas	54

Tabla 16. Porcentajes de glucosa obtenidos en el diseño superficie de respuesta, manteniendo en su nivel medio (6% p/p) la concentración de almidón (variedad armenia).	55
Tabla 17. Análisis de regresión múltiple para el modelo 4.	56
Tabla 18. Análisis de varianza correspondiente al modelo 4.	57
Tabla 19. Coeficientes estadísticos correspondientes al modelo 4.	57
Tabla 20. Resultados obtenidos para el diseño de superficie de respuesta, manteniendo en su nivel superior (80 s) el tiempo de exposición a las microondas.	61
Tabla 21. Análisis de regresión múltiple para el modelo 5.	62
Tabla 22. Análisis de varianza correspondiente al modelo 5.	63
Tabla 23. Coeficientes estadísticos correspondientes al modelo 5.	63
Tabla 24. Resultados de la validación de los modelos matemáticos 4 y 5.	67
Tabla 25. Niveles de potencia del horno microondas	88

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Gránulos de almidón de papa vistos en el microscopio	4
Figura 2. Diagrama del proceso de extracción de almidón de yuca.	10
Figura 3. Hidrólisis del almidón y reacciones de la glucosa	14
Figura 4. Ubicación de las microondas en el espectro electromagnético	17
Figura 5. Comparación entre calentamiento convencional y microondas	22
Figura 6. Componentes básicos de un horno microondas doméstico	23
Figura 7. Diagrama de un magnetrón mostrando sus componentes internos	24
Figura 8. Fotografía de un magnetrón (izquierda) y sus cavidades internas (derecha)	25
Figura 9. Ciclos de calentamiento con microondas para la hidrólisis ácida de almidón de Yuca	33
Figura 10. Vista superior del horno microondas indicando la posición de los recipientes dentro de la cavidad, sin utilizar el plato giratorio.	39
Figura 11. Efecto de la posición del recipiente en la temperatura registrada dentro de la cavidad del microondas, sin utilizar el plato giratorio.	39
Figura 12. Vista superior del horno microondas indicando la posición de los recipientes sobre el plato giratorio, dentro de la cavidad.	40
Figura 13. Efecto de la posición del recipiente en la temperatura registrada dentro de la cavidad del microondas al utilizar el plato giratorio.	40
Figura 14. Porcentaje de glucosa obtenido al modificar la posición del recipiente en la pared inferior del horno microondas.	41
Figura 15. Efecto de la concentración de almidón en la hidrólisis ácida de almidón de yuca (variedad chile) asistida por microondas, fijando la concentración de catalizador en 3% p/p, tiempo efectivo de calentamiento 80 s (4 ciclos de 2 minutos) y nivel 1 de potencia.	42
Figura 16. Efecto del tiempo efectivo de calentamiento (s) y la concentración de HCl (% p/p) sobre el porcentaje de glucosa obtenido en la	

hidrólisis ácida de almidón de yuca, manteniendo la concentración de almidón (variedad chile) en 10% p/p.	43
Figura 17. Posición de mayor calentamiento del recipiente en la superficie inferior del horno microondas.	45
Figura 18. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.1 del modelo 1 (variedad chile).	51
Figura 19. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.1 del modelo 1 (variedad chile).	51
Figura 20. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.2 del modelo 2 (variedad amarga).	52
Figura 21. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.2 del modelo 2 (variedad amarga).	52
Figura 22. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.3 del modelo 3 (variedad armenia).	53
Figura 23. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.3 del modelo 3 (variedad armenia).	53
Figura 24. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.4 del modelo 4 (variedad armenia).	58
Figura 25. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.4 del modelo 4 (variedad armenia).	58
Figura 26. Superficie de respuesta correspondiente al modelo 4 (variedad armenia), de C.Cat. y Tiempo para la obtención de glucosa.	59
Figura 27. Mapa de contorno correspondiente al modelo 4 (variedad armenia), de C.Cat y Tiempo, fijando la concentración de almidón en 6%p/p, para la obtención de glucosa.	60
Figura 28. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.5 del modelo 5 (variedad chile).	64
Figura 29. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.5 del modelo 5 (variedad chile).	64
Figura 30. Superficie de respuesta correspondiente al modelo 5 (variedad chile), de C.Alm. y C.Cat, fijando el tiempo en 80 s, para la obtención de glucosa.	65

Figura 31. Mapa de contorno del modelo 5 (variedad chile), el cual relaciona la C.Alm. y C.Cat para la obtención de glucosa.	66
Figura 32. Datos obtenidos mediante el proceso convencional para la hidrólisis ácida de almidón de yuca (variedad armenia).	68
Figura 33. Diagrama de características del horno microondas.	87

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Especificaciones del horno de microondas utilizado en los ensayos	87
Anexo B. Determinación de glucosa mediante el método enzimático de glucosa oxidasa y peroxidasa	89
Anexo C. Códigos en matlab para la realización de la superficie de respuesta	90

RESUMEN

TÍTULO *:

OBTENCIÓN DE JARABES DE GLUCOSA A PARTIR DE ALMIDÓN DE YUCA MEDIANTE HIDRÓLISIS ÁCIDA ASISTIDA POR MICROONDAS

Anaya Vega Fernando José y Molina Velasco Daniel Ricardo**

Palabras claves: yuca, hidrólisis, ácido clorhídrico, microondas, jarabes de glucosa, diseño experimental, superficie de respuesta.

En este trabajo se evaluó la producción de jarabes de glucosa mediante hidrólisis ácida a partir de almidón de tres variedades de yuca (Amarga, Armenia y Chile) utilizando ácido clorhídrico (HCl) como catalizador y microondas como medio de calentamiento.

Inicialmente para determinar las variables con mayor influencia en el porcentaje de conversión de almidón de yuca a glucosa se utilizó un diseño experimental factorial 2^3 utilizando como variables la concentración del almidón (C.Alm. (% p/p)), concentración de catalizador (C.Cat. (% p/p)) y el tiempo de interacción con las microondas (t (s)), se encontró que C.Cat. y t son las variables de mayor influencia sobre el porcentaje de glucosa obtenida bajo las condiciones de trabajo evaluadas. Posteriormente se realizó un diseño de superficies de respuesta con C.Cat. y t, con el propósito de encontrar las mejores condiciones, teniendo como variable de respuesta el porcentaje de glucosa obtenida.

Finalmente se efectuaron pruebas mediante calentamiento convencional (baño María), las cuales demostraron que la hidrólisis ácida de almidón de yuca asistida por microondas se efectúa en menor tiempo y con mayor eficiencia

Esta investigación fue financiada por el Programa Nacional de Transferencia de Tecnología Agropecuaria-PRONATTA-del Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural de Colombia. (Proyecto No. 201681143).

*Proyecto de grado

**Facultad de Ciencias, programa de química, director: Daniel Ricardo Molina, M.Sc. en Química

SUMMARY

TITLE *:

OBTAINING OF GLUCOSE SYRUPS FROM STARCH OF YUCCA BY MEANS OF ACID HYDROLYSIS ATTENDED BY MICROWAVES

Anaya Vega Fernando José and Molina Velasco Daniel Ricardo**

Key words: Yucca, Hydrolysis, Microwave, Hydrochloric Acid, Syrups of glucose, Experimental design, Response surfaces.

In this work the production of syrups of glucose was evaluated by means of acid hydrolysis starting from starch of three yucca varieties (Chile, Amarga and Armenia) using hydrochloric acid (HCl) as catalyst and microwaves like half of heating.

Initially to determine the variables with more influence in the percentage of conversion of yucca starch to glucose a factorial experimental design it was used 2^3 using as variables the concentration of the starch (C.Alm. (% p/p)), catalyst concentration (C.Cat. (% p/p)) and the time of interaction with the microwaves (t (s)), it was found that C.Cat. and time is the variables of more influence on the percentage of glucose obtained under the evaluated work conditions. Later was carried out a design of response surfaces with C.Cat. and t, with the purpose of finding the best conditions, having as response variable the percentage of obtained glucose.

Finally tests by means of conventional heating done (Maria bath), which demonstrated that the acid starch hydrolysis of yucca attended by microwaves takes place in smaller time and with greater efficiency

This investigation was financed by the National Program of Transfer of Technology Agricultural-PRONATTA-of Ministry of Agriculture and Rural Development of Colombia. (Project No. 201681143).

*Thesis to undergraduate

** Science faculty, program in chemistry, thesis advisor: Daniel Ricardo Molina; MSc. Chemical.

INTRODUCCIÓN

Durante los últimos años se han desarrollado diversos estudios enfocados a la utilización de los recursos agrícolas, tanto para fines alimenticios como para la generación de energía y productos químicos (1, 2).

Colombia, con su gran potencial agrícola, puede hacer un mejor uso de estos recursos renovables a través del desarrollo de nuevos y mejores procesos que puedan ser rentables y permitan la obtención de productos de alta calidad.

Entre las diversas materias primas que pueden ser utilizadas para el procesamiento de nuevos productos, la Yuca ocupa un lugar destacado, ya que está muy difundida en nuestro país y posee un alto contenido de almidón, el cual es esencial para la obtención de otros compuestos (1, 3).

La Yuca es un cultivo importante en regiones como Asia, África y América latina, debido a su participación en los sistemas agrícolas y por su gran aporte en la alimentación humana. Esta planta se adapta muy bien a diferentes ecosistemas y se puede producir bajo condiciones adversas y climas variados (3).

Mientras que el cultivo de la Yuca se utiliza en la industria colombiana sólo para la obtención de productos de bajo valor agregado como harinas e insumos para alimentos (1, 2), en el mundo entero se le está dando un mejor aprovechamiento industrial. Los almidones de yuca son muy utilizados como materia prima para la elaboración de papel, textiles y adhesivos. Mediante la degradación del almidón se obtienen productos químicos como la glucosa, ácido cítrico, manitol, sorbitol y una gran variedad de productos, los cuales se pueden utilizar directamente en la industria de alimentos o como intermediarios en la obtención de compuestos más valiosos (2, 4).

Los jarabes de glucosa es uno de los productos de gran valor comercial que pueden sustituir a la sacarosa o azúcar de mesa, o pueden ser utilizados para la obtención

de jarabes de fructosa. Son soluciones concentradas y purificadas de sacáridos nutritivos obtenidos a partir de la hidrólisis ácida o enzimática del almidón (5, 6 ,7)

Durante los últimos años los procesos de hidrólisis ácida han caído en desuso y han sido desplazados en la mayoría de los casos por procesos enzimáticos, los cuales son más eficientes. Sin embargo un gran número de empresas en América latina siguen realizando la conversión del almidón en jarabes de glucosa, principalmente mediante hidrólisis ácida. Se trata de empresas establecidas desde hace varias décadas, con un mercado cautivo y con una tecnología que, aunque no en forma óptima, suplen la demanda de otras industrias (5, 7).

Recientemente el calentamiento de los materiales mediante microondas está siendo utilizado en la industria para agilizar el tiempo de tratamiento y mejorar la calidad de los productos. En la industria textil y papelera se están utilizando para el secado de los materiales, reduciendo las posibilidades de deformación del producto. En la industria alimentaria los principales desarrollos se están realizando en procesos de descongelación, deshidratación, pasteurización y desparasitación de todo tipo de productos (8, 9, 10). Dada las ventajas de las microondas también se podrían utilizar para mejorar la calidad y agilizar la hidrólisis ácida del almidón de Yuca.

El presente trabajo está enfocado a la obtención de jarabes de glucosa a partir del almidón Yuca mediante hidrólisis ácida, utilizando las microondas como medio de calentamiento. Inicialmente se desarrolló un diseño experimental de tamizado para determinar cuáles variables en estudio eran las que tenían un mayor efecto sobre la variable independiente porcentaje de glucosa. Posteriormente se realizó un diseño de superficie de respuesta para encontrar un modelo matemático representativo del proceso. Finalmente se realizaron ensayos utilizando calentamiento convencional para compararlos con los resultados obtenidos a través de las microondas.

El trabajo fue financiado en su totalidad por el Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural (Proyecto PRONATTA No. 201681143), se desarrolló en el laboratorio de Bioquímica de la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 ALMIDÓN

1.1.1 Origen. Los carbohidratos se encuentran almacenados como material de reserva de energía en todas las plantas, pero los más abundantes y distribuidos son los almidones. Este carbohidrato se almacena en las semillas, tubérculos carnosos y raíces, con la finalidad de suministrar un alimento de reserva a los tejidos que se desarrollarán al crecer las plantas (11).

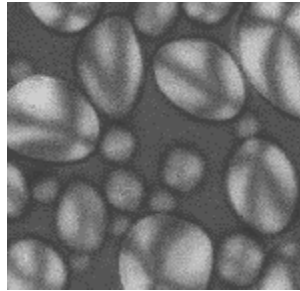
Las plantas sintetizan el almidón tomando el dióxido de carbono del aire, agua y la luz solar como fuente de energía, produciendo glucosa ($C_6H_{12}O_6$) como intermediario (12). El almidón inicialmente acumulado en los cloroplastos de las hojas, se desintegra, al estado de glucosa y en esta forma soluble es transportado a otras partes de la planta, para formar otras sustancias o para almacenarse en los órganos (12, 13).

El almidón se encuentra en las plantas como partículas definidas o gránulos compactos e intracelulares de 2-150 μm de diámetro. Los gránulos de almidón se sintetizan en los amiloplastos, están formados por capas concéntricas o excéntricas de distinto espesor y formas variables (14). El aspecto físico y las propiedades de los gránulos varían ampliamente de una planta a otra, y pueden utilizarse para clasificar a los almidones de acuerdo a su origen, encontrándose almidones con formas elípticas, poligonales y redondas (Ver figura. 1.). Estos gránulos están constituidos en su mayor parte por un polímero ramificado denominado amilopectina (porción externa del gránulo) y por un polímero lineal llamado amilosa (porción interna del gránulo) (4, 14, 15).

1.1.2 Composición. El Almidón esta constituido por unidades de D-Glucosa ($C_6H_{12}O_6$), las cuales forman dos tipos de polímeros: la amilosa y la amilopectina. La

composición del almidón puede representarse por la fórmula química $(C_6H_{10}O_5)_n$ (15).

Figura 1. Gránulos de almidón de papa vistos en el microscopio (4)



La amilosa es un polímero lineal que forma largas cadenas enroscadas, formadas por 200-5000 unidades de glucosa, unidas mediante enlaces α -1-4 (el carbono-1 de una unidad de α -D-Glucosa enlazado al carbono-4 de la siguiente). La mayoría de los almidones contienen entre un 20-30% de amilosa (12, 14).

La amilopectina constituye del 70-80% del almidón y es un polímero ramificado constituido de unidades de glucosa, unidas mediante enlaces α -1-4 (en su mayoría) y α -1-6 (para las ramificaciones), donde hay un punto de ramificación por cada 15-30 unidades de glucosa (14). El peso molecular de la amilopectina es muy elevado, y se encuentra entre 5000-100000 (15). Los modelos estructurales propuestos asumen que las moléculas de amilopectina forman dobles hélices, ordenadas de forma paralela y dispuestas en el granulo de almidón de manera radial, con su extremo reductor orientado hacia el exterior (14).

La presencia de estas dos fracciones (amilosa y amilopectina) en la estructura macromolecular del almidón explican las propiedades fisicoquímicas de este producto y su comportamiento en relación a la viscosidad, hinchamiento, gelificación y engrudización en solución acuosa.

1.1.3 Propiedades. Los gránulos de almidón varían de forma y tamaño según la especie vegetal. Cuando los gránulos son puros tienen un color blanco brillante y no

presentan olor ni sabor (11, 13).

En su estado natural los gránulos de almidón poseen una humedad en equilibrio con la atmósfera circundante y su contenido oscila entre 8-12% (16).

Los gránulos de almidón son insolubles en agua fría y en la mayoría de los disolventes naturales. Al suspenderlos en agua fría se hinchan y su diámetro aumenta un 30-40%. Cuando esta suspensión se calienta el almidón sufre una serie de modificaciones a partir de la temperatura de gelatinización, la cual es típica para cada almidón (14)(ver Tabla 1.). La temperatura de gelatinización indica el momento en que el nivel energético es suficiente para disociar los enlaces de hidrogeno que mantienen ordenadas las cadenas moleculares en el gránulo (17).

Cuando se continúa el calentamiento por encima de la temperatura de gelatinización, continúa el rompimiento de puentes de hidrogeno, aumentando la penetración de moléculas de agua en el gránulo, de tal manera que la viscosidad de la disolución aumenta de manera extraordinaria, y una parte de la amilosa se difunde del gránulo, pasa a disolución y el gránulo explota. Si en este punto se deja enfriar la solución, las moléculas de amilosa vuelven a asociarse lentamente, formando un precipitado (cristalización), o un gel (formación de red tridimensional) según el origen o la concentración de almidón. Generalmente los gránulos más pequeños se gelatinizan más lentamente y a temperaturas elevadas, que los gránulos de mayor diámetro (14, 15, 17).

Durante la fase de gelatinización los gránulos de almidón se funden y forman una red polimérica. Cuando se eleva la temperatura esta red se rompe y la amilosa y amilopectina se disuelven (14).

Cuando se calientan suspensiones de almidón es frecuente encontrar el fenómeno conocido como retrogradación (o agregación cristalina). Se denomina así a la asociación de moléculas lineales de amilosa, las cuales se ordenan en haces cristalinos, para luego precipitar (17).

Al contrario de la amilosa (responsable por la formación del gel), la amilopectina tiene poca tendencia a la retrogradación; sus soluciones calientes, al enfriarse, se hacen viscosas, pero no gelifican como consecuencia de su estructura ramificada. La amilopectina absorbe mucha agua y es la responsable de la hinchazón de los gránulos de almidón. De este modo gránulos ricos en amilopectina son más fáciles de disolver en el agua, a 95°C, que los que contienen mucha amilosa. Debido al incremento estérico, las moléculas de amilopectina no tiene tendencia a la recristalización y por tanto no retrogradan (15).

De acuerdo a los estudios de Difracción de Rayos X se determinó que los gránulos de almidón tienen carácter semicristalino debido al elevado grado de orientación de las moléculas. Aproximadamente el 70% de la masa de un grano de almidón se considera amorfo y el 30% cristalino (Ver Tabla 1.). En las regiones amorfas se localiza la mayor parte de la amilopectina y las zonas cristalinas están formadas predominantemente por amilosa (14).

Tabla 1. Forma, composición y propiedades de distintos gránulos de almidón (14)

Fuente	Forma ^a	Diámetro (µm)	Cristalinidad (%)	Temperatura de Gelatinización (°C)	Proporción de amilosa (%)
<i>Cereales</i>					
Trigo	l, p	2-38	36	53-65	26-31
Centeno	l	12-40		57-70	28
Cebada	l	2-5		56-62	22-29
Maíz	p	5-25	20-25	62-70	28
Arroz	p	3-8	38	61-78	14-32
<i>Raíces y Tubérculos</i>					
Papa	e	15-100	25	58-66	23
Yuca	Semi-e	5-35	38	52-64	17
^a l = forma de lenteja ; p = poliedro ; e = esférico ;					

El desdoblamiento hidrolítico de los polímeros que contienen el almidón produce, mediante fijación de agua, el monosacárido Glucosa. Esta reacción es catalizada por ácidos o enzimas y es ampliamente utilizada en la industria para la obtención de almidones modificados para aplicaciones en alimentos (17).

1.1.4 Fuentes empleadas para la obtención de almidón. El almidón se puede obtener de un gran número de materias primas, pero básicamente a partir de dos grupos principales de productos vegetales:

- Se extrae de tubérculos y raíces (papas, rizomas de maranta y raíces de Yuca).
- También se extrae de las semillas, especialmente de las gramíneas (maíz, trigo, arroz, centeno y cebada).

El almidón se extrae de estas materias vegetales mediante un proceso húmedo, en donde primero se trituran las partes de las plantas que lo contienen (para liberar los gránulos de almidón), posteriormente se separa de los materiales que lo acompañan en la materia prima, mediante un arrastre en suspensión y finalmente se refina (2, 4, 11, 13, 16, 17, 18).

1.1.5 Usos. El almidón es un importante aglutinante y espesante utilizado en sopas, salsas y alimentos infantiles. El almidón puro y el parcialmente hidrolizado se emplea en la preparación de harinas para bebés, polvos para flanes, pasteles, galletas, en la farmacia como auxiliar en la compresión de píldoras y tabletas, y en el encolado de papel y textiles. Los productos de la hidrólisis del almidón se emplean como jarabes, los cuales se usan en la preparación de confituras, mermeladas, conservas de frutas, cerveza y panificación. También se utilizan para la preparación de colas, suavizantes de cueros y en tintas litográficas (2, 13, 14, 17, 18).

1.2 YUCA

1.2.1 Características. La Yuca es una de las principales plantas tropicales difundidas en todos los continentes. Nativa del Brasil central, fue transportada a finales del siglo XIX por los exploradores españoles y portugueses hasta las indias orientales, de donde se dispersó hacia el África y Asia (3). Esta planta florece en suelos pobres de toda la región ecuatorial, con periodos vegetativos que van desde 8 hasta 12 meses (2, 3).

La Yuca pertenece a la clase *Dicotyledoneae*, caracterizada por la producción de semillas con dos cotiledones y a la familia de las Euforbiáceas (ver Tabla 2.) (3).

Esta planta esta representada por el genero *Maniot*, el cual agrupa a arbustos o hierbas de porte alto (1-5 metros). Dentro del genero *Maniot* se han clasificado alrededor de un centenar de especies, entre las cuales la única cultivada comercialmente es *Maniot esculenta Crantz* (3, 11, 19).

Comúnmente se le conoce con los siguientes nombres : Mandioca, Manioca, Yuca, Ubiketilla, Kaspe, Manioc, Suahili, Mhogo y Omowgo (3, 19). En Europa y en los Estados Unidos el término *Cassava* se le aplica a las raíces y el nombre tapioca se refiere al almidón (4).

Tabla 2. Clasificación taxonómica de la Yuca (3)

Clase	<i>Dicotyledonea</i>
Subclase	<i>Archichlamydeae</i>
Orden	<i>Euphorbiales</i>
Familia	<i>Euphorbiaceae</i>
Tribu	<i>Manihoteae</i>
Género	<i>Maniot</i>
Especie	<i>Maniot esculenta crantz</i>

Las variedades de Yuca se agrupan en dos grandes grupos: Yuca dulce o comestible y Yuca amarga o brava (19). Esta clasificación se basa en el mayor o menor contenido de glucósidos tóxicos generadores de ácido cianhídrico. Este ácido se forma por la acción de una enzima, la linamaraza, sobre un glucósido cianogénico llamado linamarina (C₁₀H₁₇O₆N). Las variedades amargas tienen una mayor cantidad de glucósidos tóxicos en la pulpa de la raíz, mientras que la dulce contiene trazas en la cascara, las cuales desaparecen durante la cocción (3, 19).

Las variedades amargas se cultivan para la fabricación de almidón de Yuca comercial, debido a que su contenido de almidón es más alto que en las variedades dulces. Estas variedades se cultivan para utilizarlas en la mesa de manera similar a las papas (11).

Las raíces tuberosas de la Yuca tienen como característica principal la capacidad de almacenar el almidón, razón por la cual es la parte de la planta que tiene mayor valor económico. Estas raíces son idénticas a las raíces fibrosas, pero se diferencian en que la polaridad de crecimiento de la raíz cambia de longitudinal a radial cuando se inicia la acumulación de almidón. En la pulpa de la raíz se encuentra el almidón, cuyas células lo contienen en abundancia en forma de gránulos redondos de diferente tamaño (3). La composición típica de una raíz tuberosa de Yuca (4) es la siguiente:

Tabla 3. Composición aproximada de la raíz tuberosa de la yuca (4)

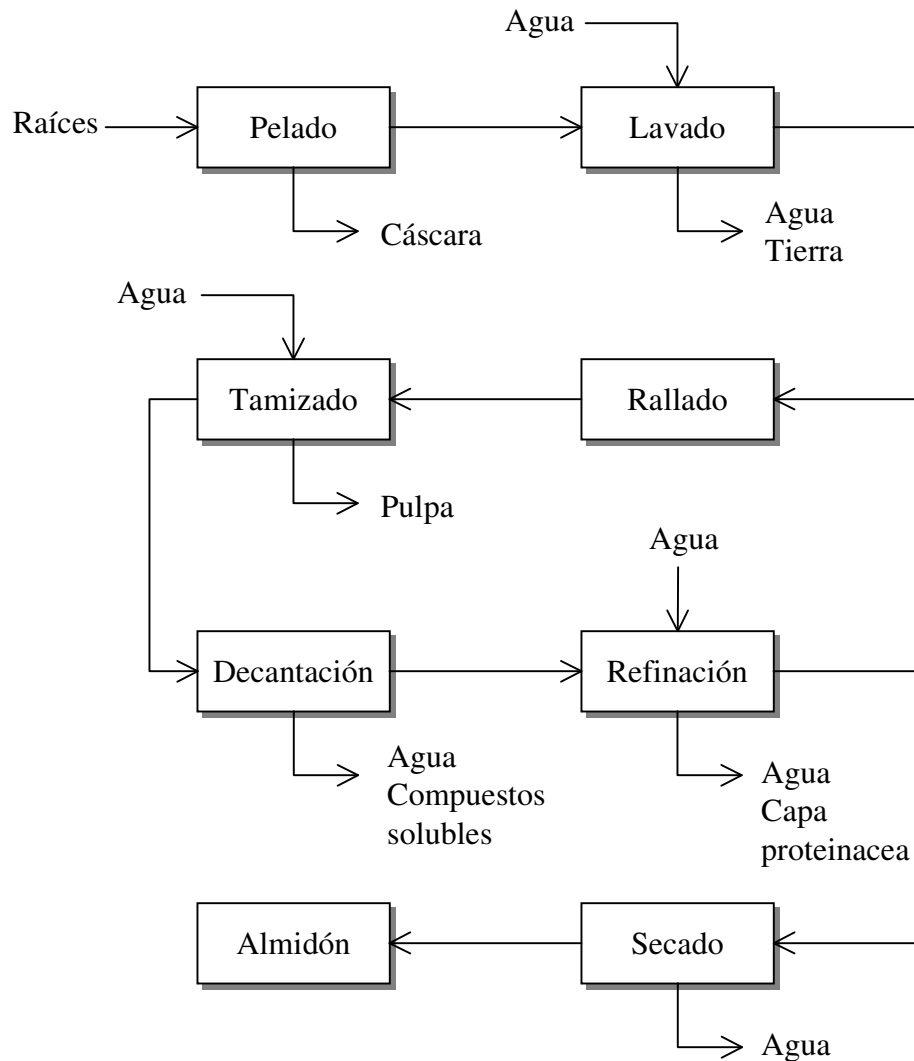
Parámetro	%p/p
Humedad	70
Almidón	24
Fibra	2
Proteína	1
Otros	3

1.2.2 Almidón de Yuca. El almidón de Yuca es un polvo fino, de color blanco, con aproximadamente un 13% de humedad como máximo y un pH cercano a 6 (2).

La extracción del almidón es relativamente simple ; las raíces se lavan, pelan y se rallan en un rallador metálico común (ver fig. 2). El producto rallado se agita con abundante agua con el fin de extraer la mayor cantidad de almidón, pasándolo a través de un tamiz de 100 mallas para remover las partes más gruesas. Posteriormente se refina mediante decantación o centrifuga, ya que los gránulos de almidón sedimentan mientras que la fibra queda en suspensión. Finalmente el almidón se somete a secado hasta obtener un producto con una humedad máxima del 12%. El rendimiento final del almidón con respecto a la Yuca fresca esta alrededor de 6 Kg de Yuca / Kg de almidón seco (2, 13, 18).

Los gránulos de almidón de Yuca son redondos, ovales y poseen un borde dentado. Son más blandos que los gránulos del maíz, y su estructura es menos rígida y compacta. Estos gránulos se rompen al alcanzar los 80°C, siendo menos estables que los gránulos del arroz, maíz, trigo, cebada y papa (13, 16).

Figura 2. Diagrama del proceso de extracción de almidón de yuca (17)

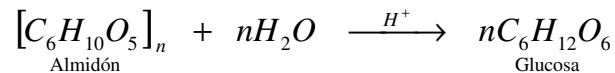


Para aplicaciones industriales se cambia las propiedades del almidón mediante distintos tratamientos: calor, ácidos, enzimas y agentes oxidantes, de tal forma que se puedan obtener productos químicos como el glutamato monosódico, ácido cítrico, manitol, sorbitol y glucosa (1, 2, 4).

1.3 HIDRÓLISIS ACIDA

1.3.1 Origen. El almidón se puede degradar mediante una hidrólisis en la presencia de catalizadores como ácidos o enzimas, pasando por diversos estados

de degradación, hasta llegar a su forma monomérica original, la glucosa. En 1811 Kirchoff fue el primero en obtener un sustituto del azúcar a través de la hidrólisis ácida del almidón (4, 5, 20, 21). Desde entonces este proceso a sido modificado y mejorado para producir jarabes, glucosa cristalizada y otros productos de gran valor comercial. La química de este proceso es representada por la siguiente reacción :



1.3.2 Comportamiento estructural del almidón. El almidón sometido a hidrólisis ácida, ya sea con ácido clorhídrico (comúnmente utilizado) o ácido sulfúrico , sufre una serie de modificaciones en donde las regiones amorfas, asociadas con moléculas de amilopectina, son más susceptibles a la degradación que las regiones cristalinas. Los enlaces α -D-(1-4), tanto de la amilosa como de la amilopectina, son menos estables al ataque del ácido que los enlaces α -D-(1-6). La hidrólisis de un enlace glucosídico α -D-(1-6) es más lenta que la de un enlace α -D-(1-4), (16, 20, 22).

El rompimiento de los enlaces no ocurre al azar, ya que al realizar la hidrólisis ácida el primer producto en aparecer es la D-Glucosa, seguido de disacáridos y trisacáridos. Esto se debe a que los enlaces terminales de las moléculas son rápidamente hidrolizados y por tanto aparece inicialmente la glucosa (16, 20, 22).

Durante la hidrólisis del almidón el ácido penetra en la densa capa de macromoléculas, actuando solamente en la superficie accesible. Inicialmente se rompen los enlaces terminales de las moléculas y posteriormente los internos, provocando la disminución en el peso molecular y la viscosidad, cambiando el color de la solución e incrementando el poder reductor a medida que transcurre la reacción (16, 20).

1.3.3 Productos de la hidrólisis. La cuantificación de los productos de la hidrólisis del almidón se lleva a cabo midiendo el poder reductor de los hidrolizados utilizando el parámetro denominado Equivalente de Dextrosa (DE). Este parámetro

representa el contenido de azúcares reductores (23-29) existentes en el hidrolizado, calculados como D-Glucosa y expresados en base al porcentaje de la sustancia seca (4, 16, 24, 30).

El termino DE indica el grado de conversión del almidón a glucosa y se refiere al porcentaje de azúcares reductores con respecto a los sólidos totales presentes en el hidrolizado. El DE se puede representar mediante la siguiente ecuación :

$$DE = \frac{\% \text{ Azúcar reductor}}{\% \text{ Sólidos}} \times 100 \quad \text{Ecuación 1.1}$$

Por medio de la hidrólisis ácida de almidón se pueden obtener dextrinas, jarabes de glucosa y dextrosa o glucosa cristalizada (4).

Comercialmente los productos de la hidrólisis del almidón son clasificados de acuerdo al equivalente de dextrosa (DE) (4, 13, 16). Los hidrolizados con DE inferior a 20 son clasificados como dextrinas. Aquellos hidrolizados con un contenido de DE igual o superior a 20 son designados como jarabes de glucosa y están agrupados como se muestra en la tabla 4.

Tabla 4. Clasificación de los jarabes de glucosa según su equivalente de dextrosa (DE) (16)

TIPO DE JARABE	DE
I	20-38
II	38-58
III	58-73
IV	> 73

Los jarabes del tipo I consisten principalmente de segmentos de peso molecular alto y dextrinas lineales. Los jarabes del tipo II contienen 50-75% de sacáridos de bajo peso molecular, incluyendo D-Glucosa, maltosa y maltotriosa. Los jarabes del tipo III, denominados algunas veces como jarabes de glucosa altamente fermentables o

de alta conversión, contienen entre 75-85% de D-Glucosa, maltosa y maltotriosa. Los jarabes del tipo IV consisten principalmente de D-Glucosa (4, 16).

Industrialmente los jarabes de glucosa se preparan a partir de una suspensión de almidón entre 10-20%, acidificada a un pH de 1.5-2.0 (generalmente con ácido clorhídrico en una cantidad del 2-5% en peso de almidón). Esta mezcla es bombeada a un convertidor y calentada con vapor de agua a 150°C, a 3 atmósferas de presión, y durante 30 minutos aproximadamente.

Cuando se ha completado la hidrólisis, la solución se enfría y neutraliza con solución de carbonato sódico al 20%, hasta un pH entre 4.8-5.8. El ajuste del pH es necesario para la precipitación de lípidos y material proteínico. Posteriormente se centrifuga, decolora con carbón activado (20 gr/L de jarabe) para eliminar los productos de degradación que le dan el color oscuro, luego se filtra al vacío y finalmente se concentra (4, 13, 16).

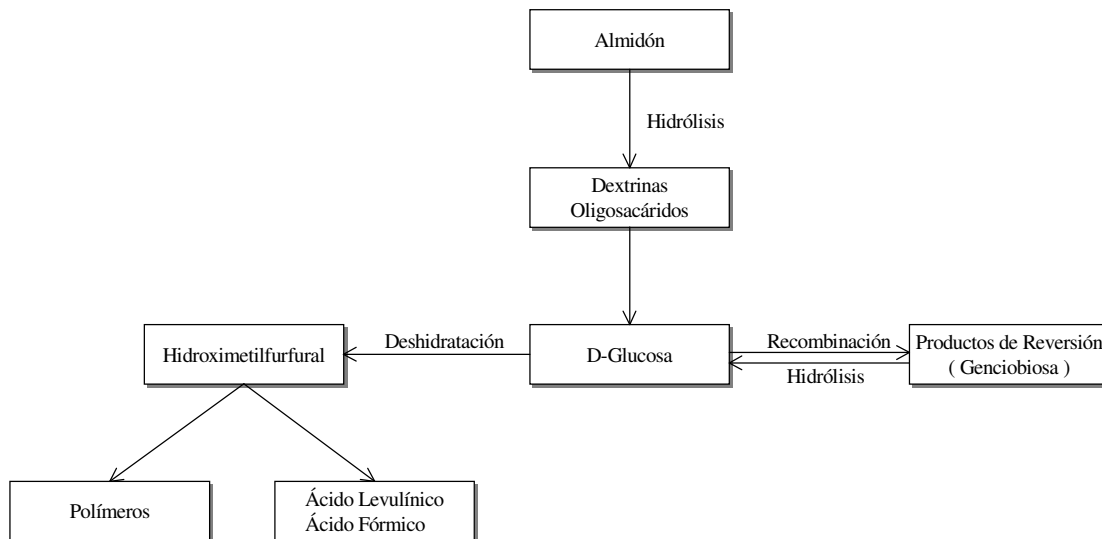
Jarabes con altas concentraciones de glucosa solamente se preparan mediante la utilización de enzimas (5). Al utilizar ácido como catalizador no se consiguen productos superiores a 90 DE (un 86% de glucosa), a causa de las reacciones de reversión y deshidratación que sufre la glucosa al estar en contacto con el ácido a altas temperaturas y durante tiempos prolongados (5, 13, 31).

En la figura 3. se observan las principales reacciones de la glucosa durante la hidrólisis ácida del almidón. Los productos de degradación de la glucosa son principalmente hidroximetilfurfural, ácido levulínico y ácido fórmico, los cuales le dan al jarabe un color pardo y sabor amargo. Todos estos productos de degradación impiden que mediante la hidrólisis ácida se obtengan rendimientos elevados y jarabes con altos contenidos de glucosa (13, 20).

La obtención de dextrinas se realiza mediante una hidrólisis parcial del almidón, para conseguir una mezcla compleja de polímeros de glucosa de 50-200 eslabones. La hidrólisis se puede realizar utilizando como catalizador ácido clorhídrico o una enzima (α -amilasa). Las dextrinas se utilizan como adhesivos y también como

agentes espesantes y estabilizadores de suspensiones (4,13, 15, 17).

Figura 3. Hidrólisis del almidón y reacciones de la glucosa (20)



Otro producto de gran importancia en la hidrólisis del almidón es la glucosa cristalizada. A este azúcar también se le conoce comercialmente como dextrosa, ya que así se le denomina a las formas cristalinas de D-Glucosa disponible en el comercio. El producto comercial es un azúcar cristalino blanco, que puede presentarse en tres formas: la más común es el monohidrato de α -D-Glucosa, que cristaliza en los hidrolizados a temperaturas inferiores a 50°C. A temperaturas superiores a 50°C se obtiene la α -D-Glucosa anhidra, y a temperaturas más elevadas puede obtenerse la β -D-Glucosa anhidra, la cual es muy apreciada por su gran solubilidad en agua (4, 5, 13, 17).

Para la producción de glucosa se realizan las siguientes etapas:

- Conversión del almidón en azúcares mediante hidrólisis ácida
- Neutralización del ácido
- Purificación
- Clarificación
- Concentración del jarabe en evaporadores al vacío
- Cristalización

- Separación de los cristales
- Secado

La glucosa, con 80% del poder edulcorante de la sacarosa, es utilizada en la elaboración de tabletas, conservas de frutas, jugos y jaleas. También se utiliza para fines farmacéuticos en ampollas inyectables y como producto dietético (5).

1.3.4 Variables de operación

De acuerdo a los estudios reportados en la literatura (13, 4, 6, 32, 33, 34), las variables fundamentales que determinan la extensión de la hidrólisis ácida son: la temperatura, tiempo de hidrólisis y la concentración y tipo ácido.

La concentración de ácido es la variable que más afecta el contenido de azúcares reductores en los hidrolizados. El contenido de DE aumenta al aumentar la concentración del ácido, sin embargo este aumento no es proporcional y es más apreciable cuando se realizan grandes variaciones en la concentración del catalizador.

Frecuentemente se utiliza como catalizador el ácido clorhídrico, debido a que su actividad catalítica es superior a la de otros ácidos como el sulfúrico (20). Por ejemplo, al utilizar una concentración de ácido de 0.1N a 100°C la actividad catalítica del ácido clorhídrico es el doble de la del ácido sulfúrico. También al utilizar ácido sulfúrico durante la hidrólisis ácida, se forman sales las cuales inhiben el proceso, en cambio al utilizar ácido clorhídrico las sales que se producen, no interfieren con la hidrólisis (33, 34).

La temperatura es la siguiente variable en importancia que tiene efecto en el rendimiento de la hidrólisis. La extensión de la hidrólisis es baja, a temperaturas menores de 100°C, obteniéndose un contenido en azúcares inferior al 20%. Al aumentar la temperatura se incrementa el contenido de azúcares reductores hasta lograr un valor máximo, y si se aumenta aún más la temperatura el contenido de azúcares disminuye, como consecuencia de la degradación de los azúcares.

También el contenido de azúcares reductores en los hidrolizados se ve afectado por el tiempo de hidrólisis. Al aumentar este se incrementa el valor de DE hasta alcanzar un máximo, para luego disminuir (33, 34).

La concentración de almidón también influye en el proceso, obteniéndose mejores rendimientos a bajas concentraciones, debido a que la reacción tiende a ser más completa. En general para la producción de glucosa y jarabes con alto contenido de glucosa la concentración de almidón se ajusta entre 10-20%.

La hidrólisis ácida de almidón se puede realizar a presión atmosférica, sin embargo el tiempo de hidrólisis se debe aumentar para lograr un producto con una DE similar al obtenido bajo presión (13). Comúnmente la hidrólisis ácida se realiza en autoclaves, calentando (a 140-150°C) una suspensión de almidón con ácido diluido, a una presión de 2-3 atmósferas y con ebullición vigorosa mediante vapor directo.

1.4 CALENTAMIENTO CON MICROONDAS

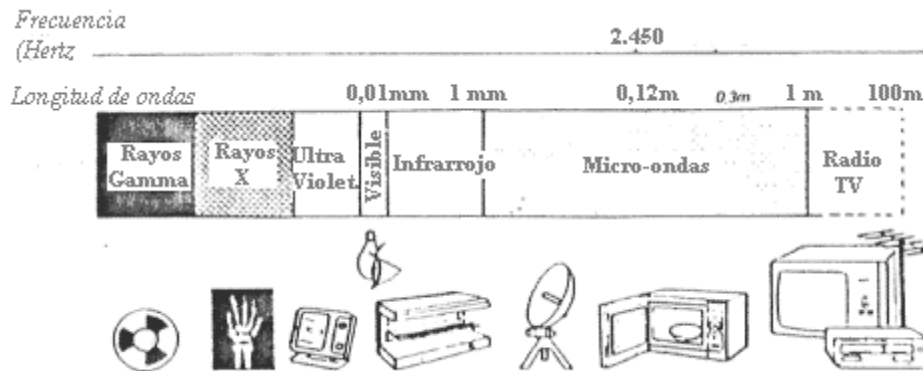
1.4.1 Características de las microondas. Las microondas son ondas electromagnéticas de energía radiante que consisten de un campo magnético y eléctrico, perpendiculares entre sí. En el espectro electromagnético las microondas se encuentran ubicadas entre el infrarrojo y las ondas de radio, con longitudes de onda entre 2.5-75 cm y frecuencias de 20000 a 400 MHz, véase figura 4. (9, 35,).

Para evitar la interferencia de las microondas con las ondas de radio y de radar, los gobiernos asignan frecuencias discretas para aplicaciones médicas, científicas e industriales. En los Estados Unidos las frecuencias más utilizadas corresponden a 0.915 Gz y 2.450 Gz (9).

Una de las principales aplicaciones de las microondas es la capacidad para transmitir su energía a un medio absorbente, provocando el calentamiento de los materiales (35). La energía de las microondas puede ser absorbida, transmitida o reflejada por los materiales. Las microondas son absorbidas por sustancias polares, transmitidas a través de materiales como vidrio, plásticos, papel y cerámica, y son

reflejadas por los metales (9, 36). La ventajas del calentamiento con microondas empezó a vislumbrarse durante la segunda guerra mundial, después de la invención del radar.

Figura 4. Ubicación de las microondas en el espectro electromagnético (10)



1.4.2 Mecanismos de calentamiento. Los mecanismos de calentamiento mediante microondas se pueden dividir en dos categorías: conducción iónica y polarización dieléctrica (37).

En la conducción iónica intervienen las partículas cargadas o especies iónicas, las cuales se mueven o migran a través de un material, en la dirección del campo electromagnético aplicado (8, 36, 37). Durante esta migración, la transferencia de energía (desde el campo electromagnético al material) se realiza a través de las interacciones jónicas, las cuales llevan a la producción de calor por la resistencia al movimiento, de manera similar al calentamiento resistivo producido cuando una corriente fluye a través de un alambre (37).

Este tipo de mecanismo es particularmente importante en el caso de soluciones iónicas, ya que en experimentos realizados se ha demostrado que una solución se calienta más eficientemente si contiene sales disueltas, cuyos iones pueden moverse y contribuir al calentamiento en respuesta al campo electromagnético (37).

La polarización dieléctrica es un mecanismo más complejo y se origina como consecuencia de la separación de cargas en el material. La absorción de radiación depende de la habilidad del material polarizado para seguir las oscilaciones del campo electromagnético aplicado. La polarización total (P_t) de un material es la suma de los siguientes componentes:

$$P_t = P_e + P_a + P_d + P_i \quad \text{Ecuación 1.2}$$

donde P_e es la polarización electrónica producida por el realinamiento de los electrones alrededor de un núcleo específico (correspondiente a la distorsión de las órbitas electrónicas), P_a es la polarización atómica causada por el desplazamiento del núcleo debido a una distribución desigual de la carga en el interior de la molécula, P_d es la polarización dipolar originada por la orientación o realineación de los dipolos (de las moléculas ya polarizadas por fuerzas químicas), en la presencia del campo electromagnético, y P_i es la polarización interfacial debido a la acumulación de cargas eléctricas en una interface.

La velocidad de polarización y despolarización de P_e y P_a es más rápida que la frecuencia de oscilación del campo electromagnético en la región de microondas (0.3-30 GHz) , de tal manera que la polarización neta se presentará en fase con el campo aplicado, haciendo que estos dos componentes no contribuyan al calentamiento del material (37).

La polarización interfacial, P_i , puede causar algún calentamiento dieléctrico en la presencia de un campo de microondas, sobre todo en materiales no homogéneos y en reacciones donde se involucren catalizadores, sin embargo este mecanismo hoy en día no se entiende completamente (37).

La polarización dipolar, P_d , es el componente, que en algunos materiales, ejerce una influencia significativa en la región de microondas y explica el rápido calentamiento de sustancias polares puras, como por ejemplo el agua (8, 37, 38, 39, 40).

Moléculas como el agua y otras sustancias polares poseen dipolos permanentes los

cuales en la presencia de un campo electromagnético, tienden a alinearse u orientarse con el campo aplicado. Las moléculas al tratar de rotar a la frecuencia del campo electromagnético (el cual cambia de sentido millones de veces por segundo), colisionan entre si generando fricción intermolecular, lo cual provoca rápidamente el calentamiento del material y la disipación de parte de la energía de las microondas a través de frotamientos entre las moléculas.

Materiales apolares también interaccionan con las microondas mediante la formación de dipolos inducidos (por desplazamiento de cargas en las moléculas), sin embargo el calentamiento es difícil y no es tan efectivo como en materiales polares.

El calentamiento en los sólidos es menos efectivo que en los líquidos debido a la resistencia al movimiento por parte de las moléculas. El estado físico de la muestra, por tanto, puede ejercer un gran efecto sobre el calentamiento del material. Por ejemplo el agua se calienta aproximadamente 175 veces mejor que el hielo, a 3 GHz (37).

1.4.3 Propiedades dieléctricas de los materiales. Las propiedades dieléctricas determinan la respuesta de un material en la presencia de un campo electromagnético (37, 38). Estas propiedades se relacionan con una expresión compleja (denominada permitividad compleja), compuesta de una parte real denominada constante dieléctrica o ϵ' , y un parte imaginaria llamada factor de pérdida dieléctrico o ϵ'' . La constante dieléctrica indica la polarizabilidad de las moléculas y su habilidad para absorber energía. El factor de pérdida dieléctrico está relacionado con la disipación de parte de la energía del campo electromagnético (10, 41, 42).

También es conveniente utilizar otra expresión, que relaciona el factor de pérdida dieléctrico y la constante dieléctrica, denominada tangente de pérdidas o factor de disipación, $\tan \delta$, el cual indica la habilidad del material para calentarse en la presencia de un campo electromagnético (8, 37, 38).

Esta expresión se representa por la siguiente ecuación:

$$\text{Tag } \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad \text{Ecuación 1.3}$$

Materiales con altas tangentes de pérdidas y altos factor de pérdidas se calentarán más eficientemente que otros materiales con valores muy bajos de $\text{tag } \delta$ y ϵ'' . Por ejemplo materiales aislantes (no conductores) de baja conductividad eléctrica, como plásticos (polietileno, polipropileno y PTFE), cerámica, papel y vidrio, se consideran como materiales que son difíciles de calentar debido a su bajos valores de $\text{tag } \delta$ y ϵ'' (ver tabla 5). En cambio compuestos altamente polares como agua, alcoholes, DMF y DMSO, se acoplan eficientemente en la presencia de las microondas debido a sus altas $\text{tag } \delta$ y ϵ'' (ver tabla 6).

En la mayoría de los materiales se observa que al incrementar la temperatura se pueden aumentar drásticamente los valores de $\text{tag } \delta$ y ϵ'' , de modo que se puede producir un aumento incontrolado de la temperatura, denominado thermal runaway, donde la absorción de energía llega a ser muy eficiente. Este fenómeno es el responsable del calentamiento poco uniforme en el material (o sobrecalentamiento), sin embargo puede ser estabilizado mediante la regulación de la potencia aplicada al material y a través de la remoción de calor por medio de la conducción, convección o radiación (9).

1.4.4 Diferencias entre el calentamiento convencional y microondas. Para el calentamiento de materiales no metálicos se han utilizado durante mucho tiempo técnicas de conducción térmica (aplicando placas calientes sobre el exterior del material), de convección (pasando una corriente de aire o humos calientes) y de radiación (usando lámparas de infrarrojo). En todos estos casos se aplica el calor a la superficie del material y de ésta pasa al interior mediante conducción térmica, lo que requiere de un tiempo considerable ya que la conductividad térmica de los materiales no metálicos es baja (véase figura 5). Ahora si se pretende forzar la conducción del calor para reducir el tiempo de calentamiento, puede producirse un

desnivel de temperatura y el sobrecalentamiento de la superficie del material, hasta el punto de que puede quemarse antes que la temperatura en su interior haya subido sensiblemente (8, 43).

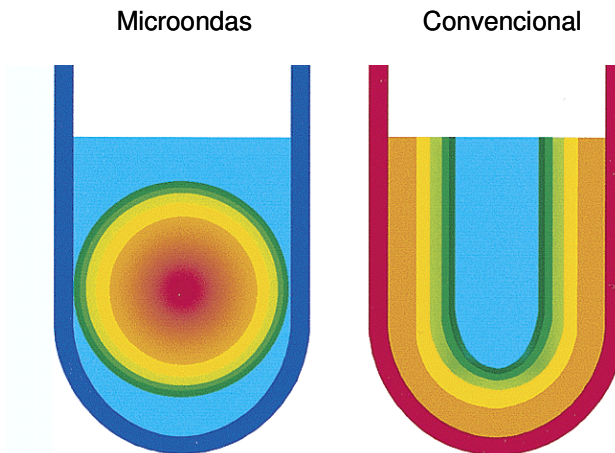
Tabla 5. Constante dieléctrica (ϵ') y factor de pérdidas (ϵ'') de algunos materiales (8)

Materiales	Constante dieléctrica (ϵ') a 2.450 MHz	Factor de pérdidas (ϵ'') a 2.450 MHz
PTFE	2.1	0.0003
Poliestireno	2.55	0.0005
Parafina	—	0.0005
Polietileno	2.25	0.001
Hielo a -12°C	3.2	0.003
Aceite para cables	—	0.004
Plexiglás, perspex	2.6	0.015
Arena seca	—	0.016
Cera de abejas	—	0.018
PVC	—	0.02
Vidrio Pyrex	4.82	0.0260
Goma vulcanizada	2.5	0.03
Nylón GG (poliamida)	3.0	0.04
Poliéster	4.0	0.04
Nogal-caoba	1.9	0.05
Abedul	2.1	0.07
Acetato de celulosa	6.1	0.09

Tabla 6. Datos de tangente de pérdidas ($\tan \delta$) para solventes puros comunes a temperatura ambiente (8)

Solvente	ϵ'	$\tan \delta$
Diclorometano	9.1	0.042
Tetrahidrofurano	7.6	0.047
Acetona	21	0.054
Acetato de etilo	6.0	0.059
Acetonitrilo	38	0.062
Cloroformo	4.8	0.091
Agua	80	0.12
Dimetilformamida	37	0.16
Ácido acético	6.1	0.17
Metanol	33	0.66
Dimetilsulfóxido	47	0.82
Etanol	24	0.94
Etilenglicol	38	1.17

Figura 5. Comparación entre calentamiento convencional y microondas (43)



Al contrario, en las microondas el calor se genera dentro del material de forma suficientemente uniforme y rápida. El calor no se transmite por conducción desde la superficie hacia adentro, sino que se genera rápidamente energía térmica dentro del material (por transferencia directa de la energía al material) de forma uniforme, rápida y, teóricamente, la superficie es la que se encontrará al final del proceso a una temperatura ligeramente inferior a la del interior del material (8, 43).

La inercia térmica en el calentamiento con microondas es prácticamente nula, y desde que se inicia la irradiación, la energía se aplica directamente al material que se quiere procesar, sobre todo cuando se utilizan recipientes como vidrio o teflón los cuales se consideran casi totalmente transparentes a las microondas (8, 36).

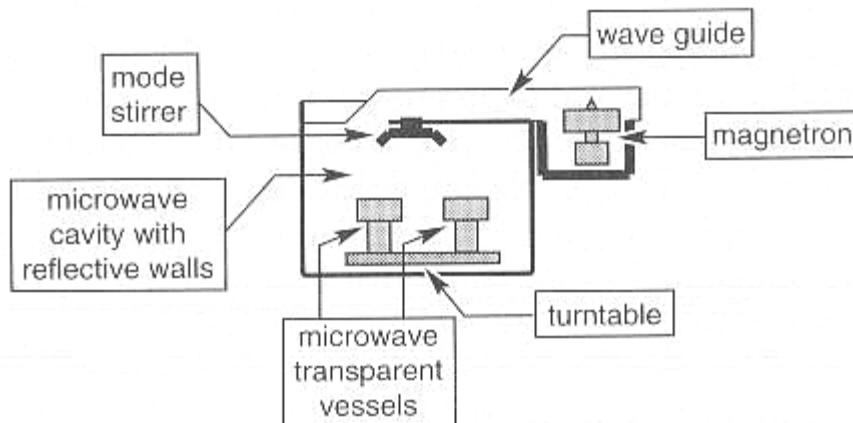
Los equipos de microondas a diferencia de los aparatos de calentamiento convencional, se pueden poner en funcionamiento rápidamente y con la misma rapidez, se desconectan de la línea eléctrica cesando la interacción con el material (8). La limitación al utilizar el calentamiento con microondas se debe al elevado costo de los equipos, que no se justifica, en muchas aplicaciones ante el reducido valor de los productos. También el costo de la energía eléctrica es significativo en relación a otras fuentes energéticas como por ejemplo virutas o desechos de la industria maderera. Sin embargo los beneficios como: mayor calidad del producto

final, uniformidad, reducción de tiempo y menor espacio disponible en fabricas, hacen del calentamiento con microondas una alternativa atractiva y muy eficaz a la hora de procesar materiales de alta calidad (8, 9, 36).

1.4.5 Equipo de microondas (8, 38, 43). Los componentes básicos (ver figura 6) de un equipo de microondas son:

- Generador de microondas.
 - Guía de ondas.
 - Aplicador.
-
- **Generador de microondas.** Los generadores de microondas más utilizados (a 2450 MHz y 915 MHz) son el magnetrón y el Klystrom. El magnetrón es el generador más económico, pequeño y más ampliamente utilizado en los hornos de microondas (8, 38).

Figura 6. Componentes básicos de un horno microondas doméstico (43)



El magnetrón es un tubo electrónico que sirve de oscilador y está constituido por un cátodo cilíndrico, el cual está rodeado por un ánodo también cilíndrico (figura 7 y 8).

Mediante un imán permanente se le aplica al tubo un fuerte campo magnético en dirección paralela al cátodo y perpendicular al campo eléctrico generado entre el cátodo y el ánodo. Los electrones emitidos por el cátodo son atraídos por el ánodo, describiendo una trayectoria curva debido a la influencia de los campos eléctrico y magnético. Las hendiduras dentro del magnetrón actúan como condensadores y las paredes de la cavidad como autoinducciones de modo que forman un circuito resonante a una frecuencia determinada por sus dimensiones (8, 38).

En definitiva se crea un régimen donde las nubes de electrones giran alrededor del cátodo, en fase con las oscilaciones del campo eléctrico, a una velocidad angular constante. Una parte de la energía de corriente continua se transforma en energía de ultra-alta frecuencia o microondas y puede ser transmitida al material que se va a procesar (8).

A una frecuencia de 2.450 MHz se construyen magnetrones de 0.2 a 6 kW de potencia a la salida con un rendimiento del 50%-60%. La duración de estos magnetrones es de 3000 a 6000 horas y la refrigeración del tubo es con aire, cuando se trata de hornos domésticos de 500-600 W de potencia, y con agua cuando son equipos industriales con potencia superior a 1 kW (8).

Figura 7. Diagrama de un magnetrón mostrando sus componentes internos (8)

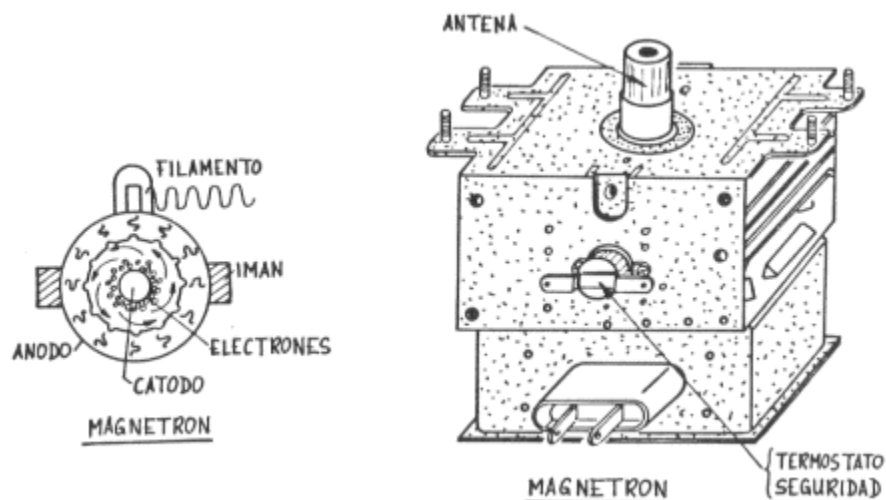


Figura 8. Fotografía de un magnetrón (izquierda) y sus cavidades internas (derecha) (8)



- **Guía de ondas.** El guía de ondas es un tubo metálico de sección rectangular, circular o coaxial, utilizado para el transporte de la energía electromagnética , llevándola o conduciéndola hasta el aplicador. La propagación guiada de la energía se efectúa en régimen de ondas estacionarias, siguiendo diferentes modos de longitud de onda y de repartición de energía (8, 9).

- **Aplicador.** Hay diversos tipos de aplicadores los cuales se utilizan de acuerdo al material que se va tratar (según sus dimensiones y naturaleza), el modo de funcionamiento del equipo y la frecuencia usada (9, 8). Los aplicadores más utilizados son:

- Cavity resonante rectangular y multimodo.
- Túnel.
- Guía de ondas con hendiduras o con antenas radiantes.

De estos aplicadores la cavity resonante rectangular es la más utilizada en equipos de funcionamiento intermitente de baja potencia (8).

En esta cavidad la energía de microondas, procedente del magnetrón y del guía de ondas, se inyecta en su interior de tal manera que se producen ondas estacionarias por reflexiones sucesivas en las paredes metálicas. Estas reflexiones aseguran una alta densidad de potencia, sin embargo la uniformidad en el reparto energético dentro de la cavidad disminuye. Para mejorar la uniformidad se instalan en los equipos una bandeja giratoria, donde se coloca el material a procesar, la cual asegura una mejor distribución de las microondas (8).

Los hornos de microondas domésticos están constituidos por un magnetrón, un guía de ondas y una cavidad resonante rectangular. Estos equipos son hornos de microondas multimodo, cuyo campo electromagnético (en el interior de la cavidad resonante) no es homogéneo, debido a las múltiples reflexiones que se producen en las paredes metálicas de la cavidad (8, 44).

1.4.6 Utilización de las microondas en reacciones químicas. Durante los últimos años se ha intensificado el uso de la energía de las microondas como una alternativa de calentamiento en las reacciones químicas. En los laboratorios los hornos de microondas, disponibles comercialmente, están siendo utilizados para realizar todo tipo de tareas, con gran rapidez y eficiencia (36, 40, 43).

Los hornos de microondas han sido utilizados en los laboratorios para agilizar la preparación de muestras biológicas y geológicas, antes de efectuar los análisis de absorción atómica. El rápido calentamiento mediante microondas ha disminuido considerablemente los tiempos de disolución de las muestras, en relación a los métodos convencionales (45, 46).

En 1986 R. Gedye demostró que las reacciones químicas pueden realizarse rápidamente en un horno de microondas doméstico (47). El reportó varios experimentos en donde efectuó las reacciones químicas en recipientes de teflón sellados. Cuatro tipo de reacciones orgánicas fueron estudiadas: 1) la hidrólisis ácida de benzamida para obtener ácido benzoico; 2) la oxidación de permanganato de tolueno en solución básica para dar ácido benzoico; 3) la esterificación de ácido benzoico con metanol, propanol y butanol, y 4) la reacción s_N^2 entre 4-cianofenóxido

de sodio y cloruro de bencilo, produciendo bencil éter 4-cianofenil. Estas reacciones se realizaron en un horno microondas doméstico (Toshiba modelo ER-8000BTC, 720 W de potencia) y en recipientes de teflón de 250 mL. El rápido aumento de la temperatura (debido al supercalentamiento) y las altas presiones logradas en estos recipientes, condujeron al aumento de la velocidad de la reacción y a la disminución de los tiempos de reacción. Desde entonces se han publicado numerosos documentos tratando reacciones químicas aceleradas con microondas, en medio acuoso, no acuoso y libre de solvente (43, 44, 48, 49, 50, 51, 52).

Aunque en la mayoría de los experimentos realizados inicialmente con microondas se lograba agilizar la reacción, no era posible controlar las condiciones de ésta. Los principales inconvenientes encontrados por los investigadores durante la realización de las reacciones en un horno de microondas fueron : imposibilidad de monitorear la temperatura en el interior del horno (debido al arco o chispa generado en la cavidad), el desarrollo de gradientes térmicos (a causa del aplicador multimodo del horno) resultando un campo electromagnético no uniforme y el aumento incontrolado de la presión en los recipientes.

Al realizar todo tipo de reacciones sin controlar las condiciones anteriores se obtuvieron resultados en donde la velocidad de la reacción era mayor que la obtenida por calentamiento convencional, en las mismas condiciones. Debido a esto se le atribuyó a las microondas un efecto no térmico el cual hacía incrementar la velocidad de la reacción. Sin embargo resultados posteriores comprobaron que al controlar las condiciones de la reacción era posible obtener velocidades de reacción similares a las del calentamiento convencional (39, 50).

Hoy en día el horno de microondas doméstico es el equipo más utilizado en el laboratorio para realizar reacciones químicas en la presencia de un campo electromagnético (43). Este horno es multimodo y presenta varios inconvenientes : a) la distribución del campo electromagnético en el interior de la cavidad es el resultado de las múltiples reflexiones sobre las paredes y sobre los productos, y es por tanto totalmente heterogéneo, b) la temperatura es difícil de determinar (y los equipos para determinarla son muy costosos), c) la muestra está sujeta al nivel

máximo de potencia por periodos de tiempo (emisión secuencial de ondas), d) la reproducibilidad de los experimentos es baja, especialmente con cantidades pequeñas de muestras (36, 44).

Actualmente estas desventajas se han superado gracias a los reactores monomodo los cuales enfocan las microondas y permiten una distribución homogénea del campo, trabajando a una potencia inferior que en los hornos domésticos. Sin embargo a pesar de las grandes ventajas de estos reactores, su costo es muy alto y por tanto no están al alcance de la mayoría de los laboratorios (44).

Los inconvenientes asociados con la utilización de un horno de microondas doméstico se puede superar mediante la utilización de un sistema de monitoreo de temperatura y presión, utilizando termómetros de fibra óptica o detectores de infrarrojo e indicadores de presión. También la agitación del medio permite controlar las condiciones de la reacción. Aunque el campo electromagnético no puede ser homogéneo a través de todo el recipiente de reacción, muchos estudios ha demostrado que las soluciones pueden ser calentadas con agitación, sin un desarrollo significativo de gradientes térmicos (39).

1.4.7 Hidrólisis ácida de almidón en presencia de microondas. Son muy escasos, por no decir pocos, las investigaciones sobre la utilización de las microondas en la conversión del almidón , ya sea mediante hidrólisis ácida o enzimática (53, 54).

En estos trabajos se puede destacar que el almidón en la presencia de las microondas se puede hidrolizar eficazmente, en comparación con los métodos de calentamiento convencionales.

Utilizando hornos de microondas tradicionales se ha logrado hidrolizar almidón (al 10%p/p), ya sea de arroz, maíz y papa, suspendido en ácido clorhídrico diluido (0.5 M), en unos pocos minutos y con buena producción de azúcares reductores. En recipientes de vidrio sellados la hidrólisis se ha llevado a cabo en menos de 6 minutos y poca presencia de productos de retrogradación (53).

A través de estos trabajos se ha encontrado que la concentración de ácido clorhídrico, concentración de almidón, potencia utilizada y tiempo de exposición a las microondas, son las variables fundamentales en la hidrólisis ácida del almidón (54).

También se han reportado otros trabajos pero en estos casos se han hidrolizado otros materiales. Por ejemplo en un reactor de microondas diseñado para estudios a pequeña escala (20-100 mL de capacidad, operando a temperaturas cercanas a los 260 °C y 100 atmósferas) se ha degradado celulosa para la producción de glucosa usando ácido sulfúrico como catalizador, en sólo 1 minuto y con un 39% de conversión a glucosa (55). En otros estudios en los cuales se han diseñado reactores de microondas para operar en recipiente abierto, se han hidrolizado sacarosa, catalizada con una resina de intercambio catiónica (Amberlita 200C) (56), y celobiosa, catalizada enzimáticamente con celulasa, para producir dos isómeros de la glucosa (α -D-(+)-Glucosa y β -D-(+)-Glucosa). En este último estudio se ha comprobado que las microondas no afectan la actividad de la enzima celulasa y tampoco disminuye su actividad biológica (57).

2. METODOLOGÍA

2.1 OBTENCIÓN DE ALMIDÓN

La extracción del almidón se realizó teniendo en cuenta el método propuesto por el Centro Internacional de Agricultura Tropical (CIAT) y se aisló de tres variedades de yuca (Amarga, Armenia y Chile) cultivadas en la provincia Guantánamo. Las mejores condiciones fueron establecidas por Tatiana Luna y Andrea Cabanzo en la tesis de pregrado de Química (UIS).

2.2 CALENTAMIENTO DE LA MUESTRA DENTRO DE LA CAVIDAD ELECTROMAGNÉTICA

2.2.1 Selección de los recipientes de reacción. Para realizar la hidrólisis ácida del almidón se buscaron recipientes cuya interacción con la microondas fuese mínimo, por tal motivo se utilizaron recipientes cilíndricos de vidrio cuyas especificaciones se observan en la tabla 7.

Tabla 7 Características del recipiente utilizado en los ensayos.

Tipo de material	Vidrio con tapa plástica
Dimensiones	Altura: 6 cm Diámetro externo: 1.6 cm Diámetro interno: 1.4 cm
Geometría	Cilíndrica
Capacidad	8 mL hasta inicio de rosca 8.6 mL capacidad total

De acuerdo a las referencias de la literatura (6, 20, 22, 34, 52) y lo realizado en el laboratorio, efectuar la hidrólisis ácida en recipiente abierto es inviable ya que se requieren tiempos muy prolongados de calentamiento y el riesgo de dañar el

magnetron de microondas en condiciones de baja carga es alto. Por tal motivo la reacción se realizó en recipientes cerrados, sin embargo la interacción prolongada de estos a las microondas puede conducir a una explosión, por tanto fue necesario trabajar con pequeños volúmenes de muestra, haciendo menos peligrosa la reacción de hidrólisis.

2.2.2 Ubicación del recipiente dentro de la cavidad del microondas. El equipo de microondas utilizado para el calentamiento es un horno doméstico cuyas especificaciones se dan a conocer en la tabla 8. Este microondas es multimodo, lo que significa que el campo electromagnético dentro de la cavidad no es homogéneo, por tanto inicialmente se debió definir un sitio donde el calentamiento de la muestra fuera suficiente para producir un porcentaje de glucosa aceptable durante el tiempo de exposición a las microondas.

Tabla 8 Características del equipo microondas doméstico usado en los ensayos.

Marca	DAEWOO KOR-867B
Consumo	1350 W
Potencia de salida de microondas	900 W
Frecuencia de microondas	2.45GHz
Voltaje	120 V~ / 60 Hz
Dimensiones de la cavidad (Ancho x Alto x Fondo)	32 x 22.8 x 33.8 cm
Niveles de potencia	5

Para definir la posición del recipiente dentro de la cavidad del horno microondas se seleccionaron y marcaron varios puntos sobre el plato giratorio y en la pared inferior del horno, donde se ubicó el recipiente destapado. Para la realización de estos ensayos (por triplicado) se llenó el recipiente con 5 mL de agua destilada, se ubicó en la posición respectiva y se sometió a las microondas durante 40 s, en el nivel 1 de la potencia (mínimo tiempo de funcionamiento del magnetron). Terminada la

interacción con las microondas, la muestra se retiró de la cavidad y posteriormente se determinó rápidamente la temperatura del agua destilada sumergiendo un termómetro de mercurio. Con base en estos puntos se seleccionó el que presentó mayor calentamiento.

Es importante tener en cuenta que el magnetrón del horno microondas siempre emite con la máxima potencia (900 W) y los niveles de potencia (5 en total) que se ajustan con el botón de potencia del horno (véase anexo A) sirven para aumentar o disminuir el tiempo de funcionamiento del magnetrón.

En la tabla 9 se muestran los tiempos que permanece encendido el magnetrón de acuerdo al nivel utilizado. Por ejemplo, para los ensayos anteriores donde se utilizó un tiempo de funcionamiento del horno de 40 s (utilizando el primer nivel de potencia), el magnetrón permanece encendido los primeros 5 s, luego se apaga y se vuelve a encender a los 29 s, para después apagarse a los 34 s y continuar así hasta los 40 s. El hecho de que en estos experimentos se haya utilizado 40 s en vez de 34 para el calentamiento de las muestras, es debido a que el control de tiempo del panel de control del microondas sólo permite un ajuste de tiempo cada 10 s.

También se realizaron varios ensayos de hidrólisis (por triplicado) en la superficie inferior del horno microondas, con el propósito de observar los rendimientos al modificar la posición del recipiente. Estos experimentos se efectuaron tomando como condiciones: nivel 1 de la potencia, ciclos de calentamiento de 2 minutos (4 ciclos en total) y concentración de almidón 8% p/p (utilizando almidón de la variedad chile).

Las pruebas de hidrólisis anteriores se realizaron en recipiente cerrado y mediante calentamiento cíclico. Debido a que el recipiente no se puede exponer continuamente a las microondas a causa del sobrecalentamiento de la muestra y el riesgo de una explosión, se decidió establecer tiempos de reposo entre cortos periodos de exposición a las microondas.

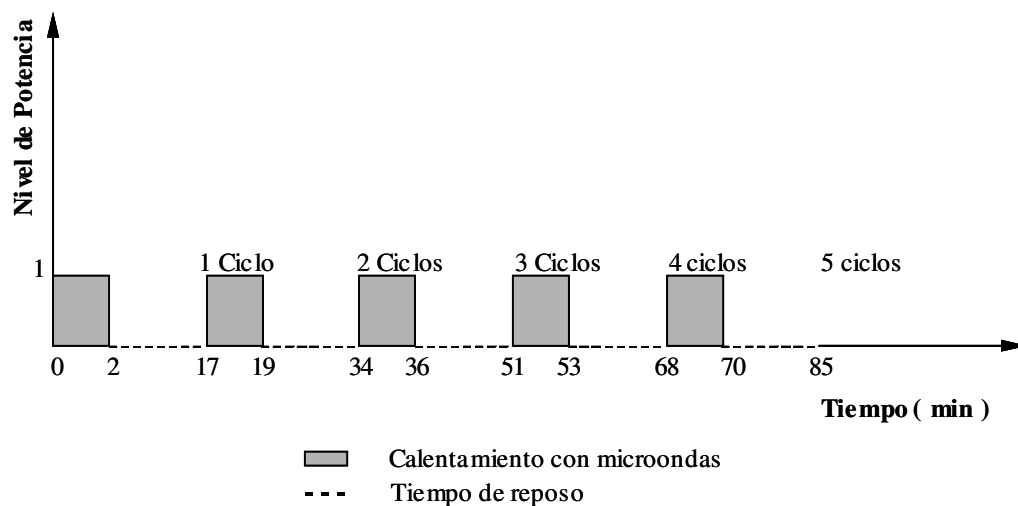
La irradiación de la muestra seguido de un tiempo de reposo corresponde a un ciclo

(véase figura 9). Las muestras se irradiaron por 2 minutos (tiempo de funcionamiento del horno) en cada ciclo y se dejaron 15 minutos de reposo entre cada ciclo. Al terminar la interacción con las microondas, la muestra se retira de la cavidad y se sumerge en un baño de hielo durante 5 minutos y posteriormente se deja 10 minutos en reposo a temperatura ambiente, para posteriormente iniciar el siguiente ciclo de calentamiento. Los resultados de estos ensayos se reportan en la sección 3.1.1.

Tabla 9. Tiempo de funcionamiento del magnetrón según el nivel de potencia usado.

Nivel de potencia	Tiempo que permanece encendido el magnetrón por cada 29 s de funcionamiento del horno (s)
1	5
2	11
3	17
4	23
5	29

Figura 9. Ciclos de calentamiento con microondas para la hidrólisis ácida de almidón de Yuca



2.3 DETERMINACIÓN DE LOS RANGOS O NIVELES DE CADA VARIABLE

Una vez definido la ubicación del reactor dentro de la cavidad se procedió a determinar los niveles de las variables donde se produjesen hidrolizados con un contenido significativo de glucosa.

La geometría y ubicación del reactor dentro de la cavidad electromagnética no se modificó durante todos los ensayos y se seleccionaron como variables de operación la concentración de almidón (%p/p), concentración de catalizador (% p/p) y tiempo efectivo de calentamiento (s), el cual es la suma del tiempo de exposición a las microondas por cada ciclo.

Para efectuar estas pruebas se tomo como referencia los valores reportados en la literatura (6, 20, 22, 31, 34, 53) y los obtenidos mediante la experimentación. Para determinar estos niveles las condiciones de trabajo fueron: concentración de almidón 2-10 %p/p, concentración de catalizador 1-4 y tiempo 1-5 ciclos de 2 minutos (20 s de calentamiento efectivo en microondas por cada ciclo). La potencia se mantuvo en el nivel 1 por los riesgos de una explosión, ya que no se cuenta con sensores de temperatura y presión que garanticen la seguridad del sistema.

La hidrólisis del almidón se llevó a cabo de la siguiente manera : se pesó la cantidad de almidón y se agregó un poco de agua destilada. Posteriormente se agregó la cantidad de catalizador (en relación a la cantidad de almidón utilizado) de acuerdo al experimento. Después se agregó nuevamente agua destilada hasta obtener el %p/p deseado., se cerró herméticamente el reactor y se expuso a las microondas durante el tiempo estipulado. Una vez que ha terminado la interacción con las microondas el reactor se sumergió en un baño de hielo para detener la reacción y posteriormente se examinó el contenido de Glucosa en la solución.

Los hidrolizados de estas soluciones se cuantificaron mediante el método enzimático de glucosa oxidasa y peroxidasa, reportando como porcentaje de glucosa (véase anexo B).

El porcentaje de glucosa fue determinado mediante la ecuación 4.

$$\% \text{Glucosa} = \frac{[\text{Glucosa}] \times 0.1 \text{L}}{S \times 1.11} \times 100 \quad \text{Ecuación 2.1}$$

Donde:

[Glucosa] = es la concentración de glucosa (g/L) de la solución producida en la hidrólisis.

S = es la cantidad (en gramos) de almidón utilizado en el experimento.

1.11 = es factor de corrección para determinar la cantidad de glucosa producida teóricamente (suponiendo conversión total), ya que 100 partes en peso de almidón producen 111 partes en peso de glucosa, debido a la incorporación de agua durante la hidrólisis.

0.1 L = es el volumen final de la solución después de la hidrólisis.

Con base en los resultados obtenidos y reportados en la sección 3.3, se fijaron los niveles de cada variable que se utilizaron en el diseño experimental.

2.4 DETERMINACIÓN DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES CONCENTRACIÓN DE ALMIDÓN, CONCENTRACIÓN DE CATALIZADOR Y TIEMPO CON RESPECTO AL PORCENTAJE DE GLUCOSA OBTENIDA

Para determinar la influencia de las variables independientes con respecto a la variable dependiente (% de glucosa), se realizó un diseño de tamizado 2^3 (para las tres variedades de almidón de yuca), tomando como variables independientes la concentración de almidón, concentración de catalizador, y tiempo efectivo de calentamiento (ver tabla 11 en la sección 3.3).

Para el análisis de la matriz de tamizado fue necesario que los rangos de las variables independientes fueran normalizados o codificados de modo que el valor

normalizado de 1 pertenece al máximo valor de cada variable y el -1 pertenece al mínimo valor del rango de cada variable (58, 61). La relación entre un nivel codificado de una variable con su valor real, se determinó mediante la ecuación 5.

$$X = \frac{V - m}{M} \quad \text{Ecuación 2.2}$$

X : nivel normalizado de la variable

V : Valor real (sin normalizar) de la variable

m : Valor medio de la variable sin normalizar

M : diferencia entre el valor superior y el valor medio de la variable sin normalizar

Utilizando los programas STATGRAPHICS plus 4.0 y Microsoft Excel 97 se eligió el modelo que mejor representó la relación entre la variable dependiente y las variables independientes (ecuaciones, 3.1, 3.2 y 3.3. de la sección 3.3).

Después de realizado la matriz de tamizado se obtuvieron los posibles modelos que representaron al sistema. Se utilizaron modelos polinómicos de la siguiente forma:

$$y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + \dots + b_nX_n + \text{INTERACCIONES}$$

Se eligió el mejor polinomio que representó la hidrólisis ácida de almidón de Yuca teniendo en cuenta la desviación, la varianza y el análisis de las gráficas de $Y_{\text{calculado}}$ vs. $Y_{\text{experimental}}$ y Residuales vs. $Y_{\text{calculado}}$.

2.5 DETERMINACIÓN DE LAS MEJORES CONDICIONES PARA LAS DOS VARIABLES INDEPENDIENTES QUE MÁS INFLUYERON EN EL PORCENTAJE DE GLUCOSA

Utilizando el polinomio que mejor representó la matriz de tamizado, se escogieron las dos variables que más influyeron sobre la variable dependiente porcentaje de glucosa. La influencia se determinó observando la magnitud del coeficiente que acompaña a cada uno de los términos del polinomio, donde las dos variables con

los mayores coeficientes fueron las que tuvieron mayor influencia sobre el porcentaje de glucosa. Con las dos variables más relevantes se realizó el diseño central ortogonal y rotatable de superficies de respuesta con distancia axial $\sqrt{2}$, el cual suministró las mejores condiciones para obtener un alto porcentaje de glucosa.

Se realizaron dos diseños de superficie de respuesta teniendo en cuenta que de las tres variedades de almidón de yuca, dos (amarga y armenia) presentaron las mismas dos variables más influyentes (tiempo efectivo de calentamiento, T y concentración de catalizador, C.Cat.), sin embargo en la variedad chile las dos variables más significativas fueron concentración de catalizador, C.Cat. y concentración de almidón, C.Alm. Por tanto se decidió realizar un diseño de superficie de respuesta para la variedad armenia, fijando la concentración de almidón al 6% p/p y otro diseño de superficie de respuesta para la variedad chile pero fijando el tiempo efectivo de calentamiento en 80 s (4 ciclos de 2 minutos).

Utilizando el programa de computación MATLAB (59) y STATGRAPHICS plus 4.0 (60), se obtuvieron las superficies de respuesta y las curvas de nivel para la determinación del máximo en la variable de respuesta (véase sección 3.4.1 y 3.4.2).

2.6 VALIDACIÓN DE LOS MODELOS

Los modelos matemáticos se validaron escogiendo aleatoriamente cuatro condiciones sobre las curvas de nivel de la gráfica de contorno y luego se realizaron estos experimentos (por triplicado), los cuales se compararon con los valores de porcentaje de glucosa arrojados por el modelo para determinar el porcentaje de error (ver sección 3.5)

2.7 HIDRÓLISIS ÁCIDA MEDIANTE CALENTAMIENTO CONVENCIONAL

Con el propósito de comparar la hidrólisis ácida utilizando calentamiento convencional y mediante microondas, se realizaron varios ensayos en calentamiento con baño María (aproximadamente a 95 °C) utilizando una concentración de almidón del 6 % p/p y concentración de catalizador de 3% p/p.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 CALENTAMIENTO DE LA MUESTRA DENTRO DE LA CAVIDAD ELECTROMAGNÉTICA

3.1.1 Ubicación del recipiente dentro de la cavidad del microondas. Las pruebas de temperatura que se realizaron con agua destilada en la cavidad del microondas, dieron como resultado puntos de calentamiento diferentes al modificar la posición del recipiente dentro de la cavidad. Este resultado era de esperarse ya que se estuvo trabajando con un horno multimodo. Las temperaturas más altas se localizan en la pared inferior del horno (posición 6) y en la esquina del lado derecho (posición 3) de la cavidad (ver figuras 10 y 11).

Las máximas temperaturas determinadas al utilizar el plato giratorio fueron inferiores a las registradas en la pared inferior del horno (ver figuras 12 y 13). Cuando se utiliza el plato giratorio la temperatura va aumentando del centro hacia el borde del plato, observándose la mayor temperatura en los bordes del plato y el menor calentamiento en el centro.

Las diferentes temperaturas determinadas al modificar la posición del recipiente son el resultado de la formación de nodos estacionarios (interferencia destructiva) y antinodos (interferencia constructiva), debido a las múltiples reflexiones de la microondas al incidir en las paredes de la cavidad y en el recipiente. Sitios de altas temperaturas como las registradas en la posición 3 y 6 (de la figura 11) es posiblemente la formación de antinodos (puntos de máxima intensidad del campo electromagnético), mientras que posiciones como en 2 (de la figura 11) puede ser un nodo.

En vista de que se obtiene más altas temperaturas y mejor repetibilidad de los experimentos, se decidió no utilizar el plato giratorio y ubicar definitivamente el recipiente en la pared inferior del horno (posición 6 de la figura 10). Aunque la mayor temperatura registrada se encuentra en la posición 3, se decidió utilizar la posición

6, por comodidad al manipular la muestra dentro de la cavidad.

Figura 10. Vista superior del horno microondas indicando la posición de los recipientes dentro de la cavidad, sin utilizar el plato giratorio.

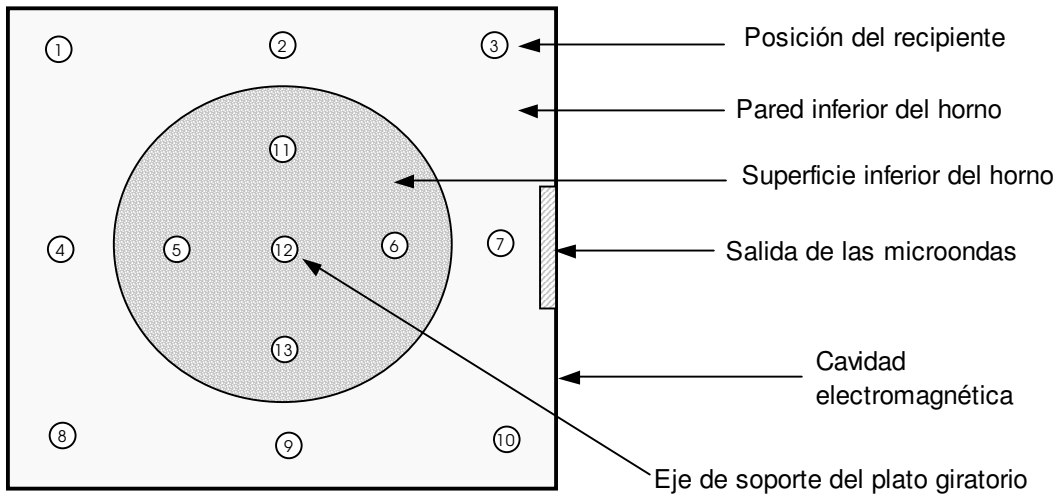


Figura 11. Efecto de la posición del recipiente en la temperatura registrada dentro de la cavidad del microondas, sin utilizar el plato giratorio.

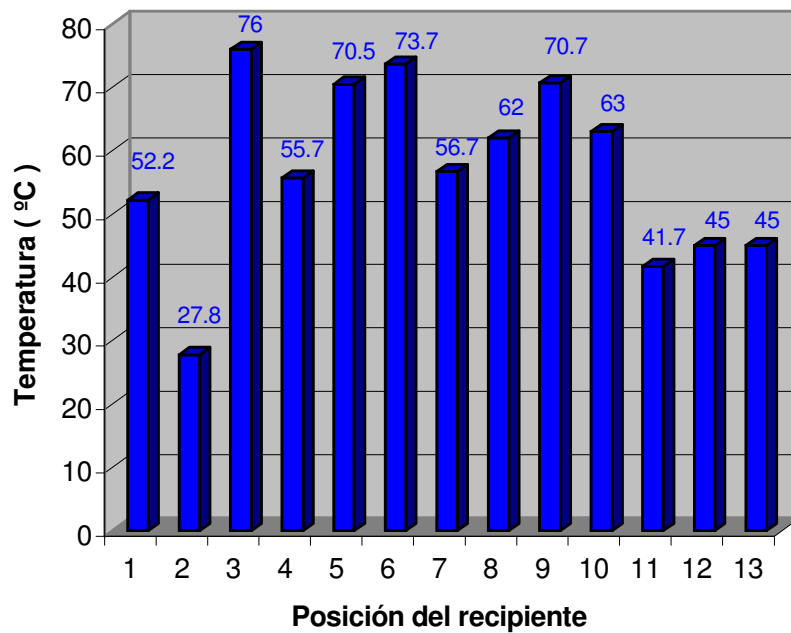


Figura 12. Vista superior del horno microondas indicando la posición de los recipientes sobre el plato giratorio, dentro de la cavidad.

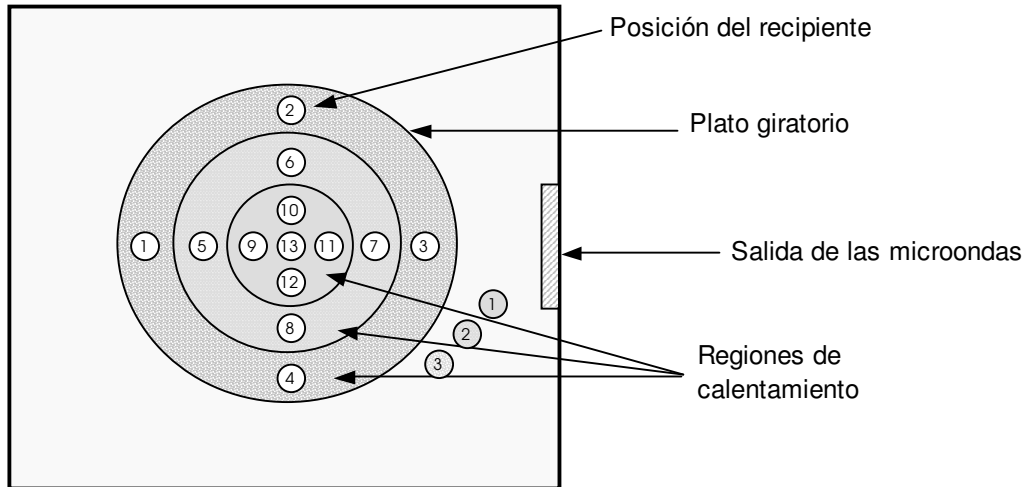
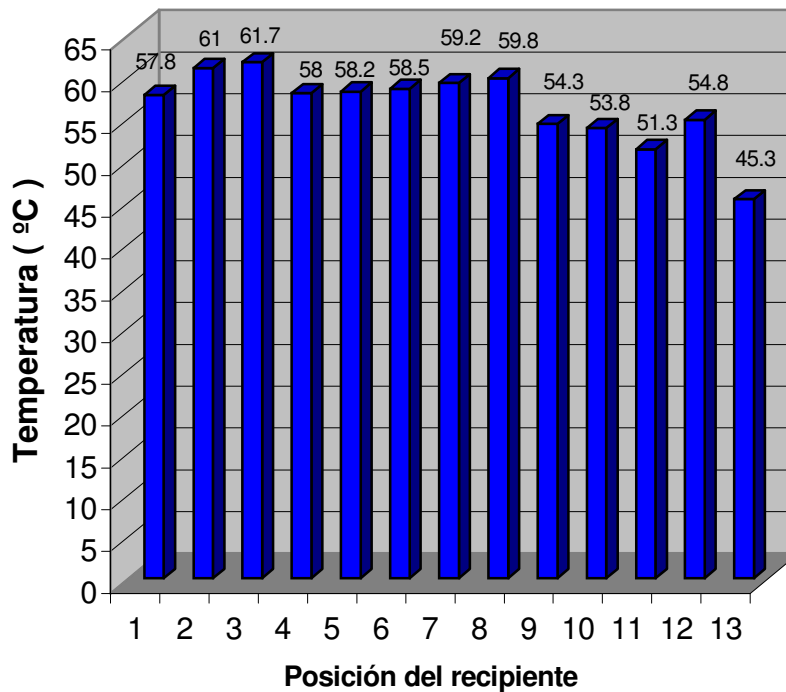
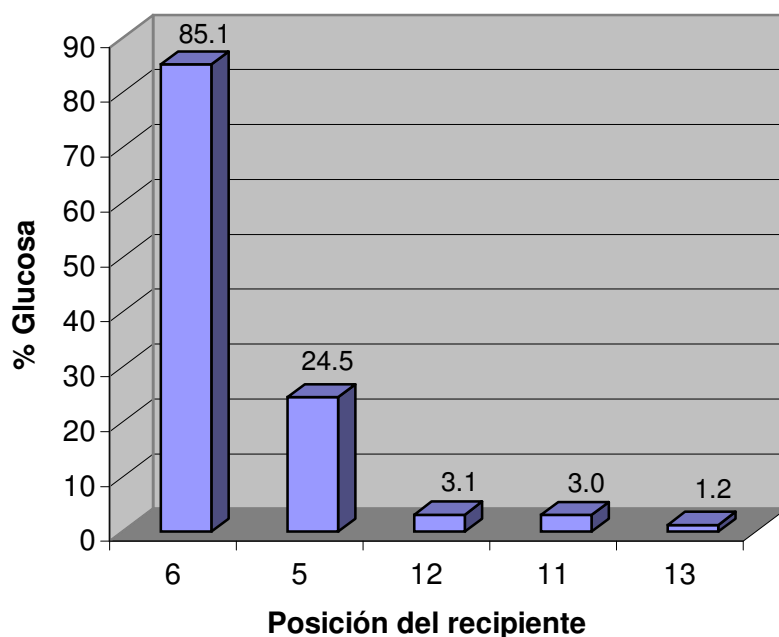


Figura 13. Efecto de la posición del recipiente en la temperatura registrada dentro de la cavidad del microondas al utilizar el plato giratorio.



Los ensayos de hidrólisis ácida realizados en la pared inferior del horno demostraron que en la posición número 6 se obtenía el mayor porcentaje de glucosa, mientras que en las otras posiciones los rendimientos eran muy inferiores como se observa en el figura 14.

Figura 14. Porcentaje de glucosa obtenido al modificar la posición del recipiente en la pared inferior del horno microondas.



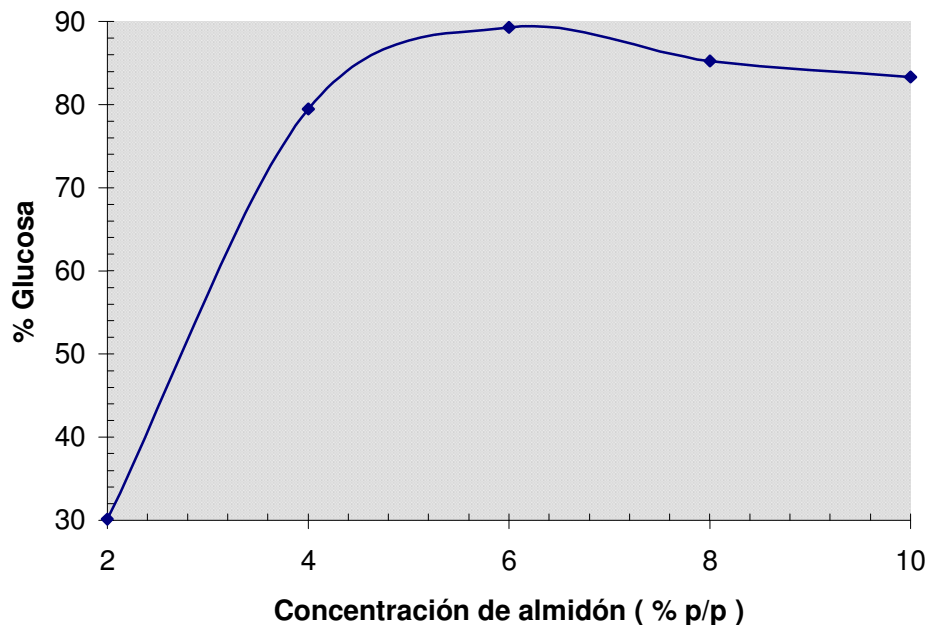
3.2 DETERMINACIÓN DE LOS RANGOS O NIVELES DE CADA VARIABLE

Los resultados para la determinación de los niveles de las variables concentración de almidón (C.Alm. %p/p), concentración de catalizador (C.Cat. %p/p) y tiempo efectivo de calentamiento (s), se pueden observar en las figuras 15 y 16.

De acuerdo a la figura 15, a medida que se aumenta la concentración de almidón el porcentaje de glucosa aumenta hasta un 90%, cuando se utiliza almidón al 6%p/p, sin embargo a medida que se sigue aumentando el porcentaje de almidón,

disminuye el rendimiento de glucosa. La disminución en el porcentaje de glucosa es debido a las reacciones de reversión o recombinación de las moléculas de glucosa las cuales forman oligosacáridos, causantes de la pérdida del rendimiento de la reacción. También la degradación de la glucosa afecta el rendimiento, sin embargo su contribución es menos del 1% (20). Según estos resultados el rango de trabajo de la variable concentración de almidón, para realizar el diseño de tamizado, se eligió entre 4-8 % p/p, por estar más cerca al mayor porcentaje de glucosa obtenido.

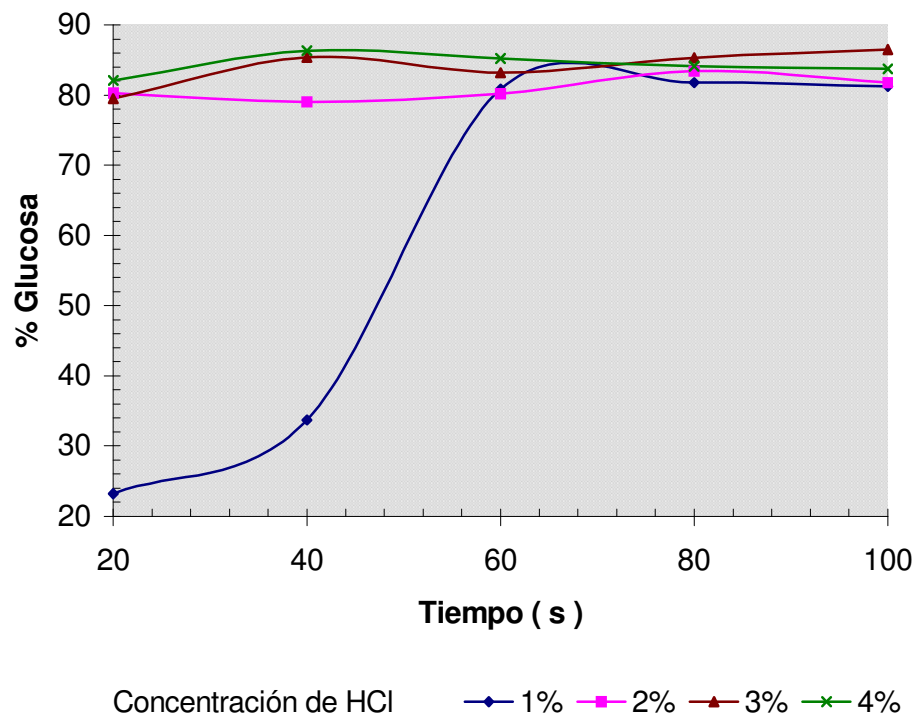
Figura 15. Efecto de la concentración de almidón en la hidrólisis ácida de almidón de yuca (variedad chile) asistida por microondas, fijando la concentración de catalizador en 3% p/p, tiempo efectivo de calentamiento 80 s (4 ciclos de 2 minutos) y nivel 1 de potencia.



Con respecto a la concentración de catalizador el valor más bajo de porcentaje de glucosa se obtuvo cuando se utilizaron concentraciones del 1 % p/p (ver figura 16.). En este valor el incremento en el porcentaje de glucosa es más lento, comparado con las concentraciones de catalizador de 2, 3 y 4 %p/p, sin embargo al aumentar el tiempo de calentamiento efectivo en microondas, se obtienen rendimientos de

glucosa similares (aproximadamente 85% de glucosa). Cuando se trabaja con concentraciones de catalizador de 2, 3 y 4 %p/p, el máximo porcentaje de glucosa se obtuvo en 40 s, incluso se obtuvieron porcentajes de glucosa de más del 80% en sólo 20 s de calentamiento efectivo (2 minutos de funcionamiento continuo del horno en el nivel 1 de la potencia). De acuerdo a estos resultados el rango de trabajo para realizar el diseño de tamizado se eligió entre 1-3 % p/p, ya que se debe investigar en el diseño de tamizado los efectos de trabajar con concentraciones bajas y altas de catalizador al interaccionar con las otras variables como concentración de almidón. Se descartó la concentración de 4%p/p porque es muy similar en comportamiento a las de 2 y 3% p/p, y porque es una concentración muy alta, en términos de costos para tenerla en cuenta, sin embargo industrialmente se utilizan concentraciones de catalizador hasta el 6%p/p.

Figura 16. Efecto del tiempo efectivo de calentamiento (s) y la concentración de HCl (% p/p) sobre el porcentaje de glucosa obtenido en la hidrólisis ácida de almidón de yuca, manteniendo la concentración de almidón (variedad chile) en 10% p/p.



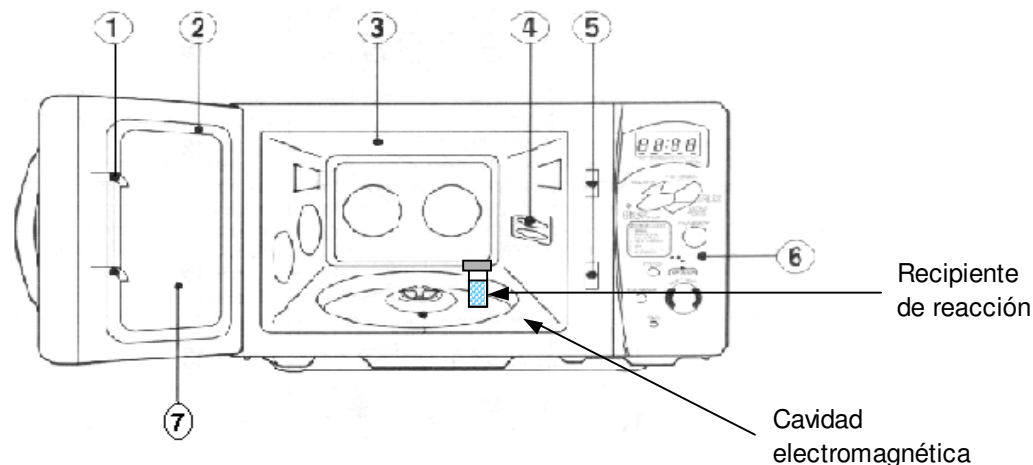
Con respecto al tiempo efectivo de calentamiento se eligió un rango entre 40-80 s, debido a que abarca los porcentajes más altos de glucosa (ver figura 16).

Los rangos o niveles de cada variable finalmente tomados para realizar posteriormente el diseño de tamizado se observan en la tabla 10. En referencia al volumen del recipiente se descartó desde pruebas iniciales, la utilización del recipiente de 23 mL por sobrepresión e inestabilidad durante la irradiación. La posición definitiva para realizar los posteriores experimentos se observa en el figura 17. Aunque esta posición es una de las de mayor calentamiento no significa que sea el mejor punto de mayor temperatura dentro de la cavidad, simplemente es uno de los mejores con referencia a los puntos marcados en la experimentación previa.

Tabla 10. Variable involucradas en la hidrólisis ácida de almidón de Yuca mediante microondas.

Variables	Rango de interés	Rango elegido
Tipo de material	Vidrio, teflón.	Vidrio
Geometría del recipiente	Cilíndrica y esférica	Cilíndrica
Volumen del recipiente	8.6-23 mL	8.6 mL
Ubicación del recipiente	Posiciones figuras 10 y 12	A la salida de las microondas (ver figura 17.)
Volumen de muestra	70-80% de la capacidad del reactor.	Aproximadamente 70% de la capacidad del reactor
Frecuencia de las microondas	2.45 GHz	2.45 GHz
Nivel de Potencia	1-5	1
Concentración de almidón	2-10 % p/p	4-8 %p/p
Concentración de HCl	1-4 % p/p	1-3 % p/p
Tiempo de Calentamiento	1-5 Ciclos de 2 minutos	2-4 Ciclos de 2 minutos. <i>40-80 s de calentamiento efectivo en microondas</i>

Figura 17. Posición de mayor calentamiento del recipiente en la superficie inferior del horno microondas.



3.3 DETERMINACIÓN DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES CONCENTRACIÓN DE ALMIDÓN, CONCENTRACIÓN DE CATALIZADOR Y TIEMPO CON RESPECTO AL PORCENTAJE DE GLUCOSA OBTENIDA

Después de realizados los experimentos de la matriz de tamizado para cada variedad de almidón (chile, amarga y armenia) se obtuvieron los resultados presentados en la tabla 11.

P.Glu.1, P.Glu.2 y P.Glu.3, es la variable dependiente porcentaje de glucosa para las variedades de almidón de yuca chile, amarga y armenia, respectivamente.

C.Alm., C.Cat y Tiempo, son las variables independientes concentración de almidón, concentración de catalizador y tiempo efectivo de calentamiento. Los niveles de estas variables se encuentran normalizados y su valor real se calculó con la ecuación 2.2.

Según los resultados de la tabla 11, los mejores porcentajes de glucosa se obtienen en condiciones similares para las tres variedades de almidón de yuca (ensayos 5 y 7).

Tabla 11. Porcentajes de glucosa obtenidos en el diseño experimental de tamizado 2³ para la hidrólisis ácida de almidón de yuca asistida con microondas.

Ensayo	C.Alm. % p/p	C.Cat. % p/p	Tiempo (s)	% Glucosa		
				P.Glu.1	P.Glu.2	P.Glu.3
				<i>Chile</i>	<i>Amarga</i>	<i>Armenia</i>
1	-1	-1	-1	26.9	12.1	14.1
2	-1	-1	1	43.3	47.9	50.6
3	1	-1	-1	51.1	29.2	42.7
4	-1	1	-1	76.6	73.2	69.6
5	1	1	1	85.3	85.5	84.5
6	1	-1	1	81.3	78.4	77.1
7	-1	1	1	88.4	86.3	86.2
8	1	1	-1	83.2	83.5	81
1	-1	-1	-1	25.6	11.7	15.7
2	-1	-1	1	43.9	52.2	47.6
3	1	-1	-1	50.7	30.2	39.6
4	-1	1	-1	72.8	77.9	71.8
5	1	1	1	84.9	86.7	84.2
6	1	-1	1	78.7	78.6	77.4
7	-1	1	1	91.3	84	84.4
8	1	1	-1	83.1	82.6	80.7
1	-1	-1	-1	26.3	11.9	14.9
2	-1	-1	1	43.6	50	49.1
3	1	-1	-1	50.9	29.7	41.2
4	-1	1	-1	74.7	75.6	70.7
5	1	1	1	85.1	86.1	84.3
6	1	-1	1	80	78.5	77.2
7	-1	1	1	89.8	85.1	85.3
8	1	1	-1	83.2	83	80.9

Según el análisis de regresión múltiple (presentado en la tabla 12), realizado para los modelos 1,2 y 3, el valor P, el cual determina el grado de significancia de cada término de la ecuación para un nivel de confianza del 99%, es muy inferior al valor de 0.01. Esto indica que cada término de los modelos son significativos y deben formar parte del polinomio.

El error típico en las determinaciones también es muy bajo (inferior a 0.35) para cada término de los modelos, indicando que estos polinomios son representativos del sistema.

Tabla 12. Análisis de regresión múltiple para los modelos 1, 2 y 3.

Parámetro	Variable dependiente								
	Modelo 1			Modelo 2			Modelo 3		
	C *	Et **	Valor P	C *	Et **	Valor P	C *	Et **	Valor P
Constante	66.695	0.202	0.0000	62.95	0.339	0.0000	62.495	0.276	0.0000
C.Alm.	8.095	0.202	0.0000	7.95	0.339	0.0000	6.837	0.276	0.0000
C.Cat.	16.504	0.202	0.0000	17.35	0.339	0.0000	19.962	0.276	0.0000
T	7.937	0.202	0.0000	11.041	0.339	0.0000	12.445	0.276	0.0000
C.Alm.*C.Cat	-7.162	0.202	0.0000	-5.65	0.339	0.0000	-4.729	0.276	0.0000
C.Cat.*T	-3.670	0.202	0.0000	-6.525	0.339	0.0000	-9.287	0.276	0.0000
C.Alm.*C.Cat.*T	-3.120	0.202	0.0000	-1.625	0.339	0.0000	-2.145	0.276	0.0000

* C = coeficientes
 ** Et = error típico

De acuerdo al análisis de varianza presentado en la tabla 13 y 14, el factor F para cada modelo es superior al reportado en la tablas de distribución, mostrando que los

modelos son significativos a un nivel de confianza del 99%. Los coeficientes de correlación para cada modelo es superior a 0.99 lo cual indica una baja dispersión de los datos

Tabla 13. Análisis de varianza para los modelos 1, 2 y 3.

Fuente	Variable Dependiente											
	Modelo 1				Modelo 2				Modelo 3			
	Sc	n	Cm	F	Sc	n	Cm	F	Sc	n	Cm	F
Modelo	11410.8	6	1901.8	1927.8	13518.8	6	2253.13	815.5	17121.1	6	2853.52	1555.9
Residuo	16.77	17	0.98		46.96	17	2.76		31.17	17	1.83	
Total	11427.6	23			13565.7	23			17152.3	23		

Sc : suma de cuadrados
n : grados de libertad

Cm : cuadrado medio
F : razón de varianzas

Tabla 14. Coeficientes estadísticos para los modelos 1, 2 y 3.

Tipo de modelo	Coeficientes estadísticos				
	R*	S*	F*	F 95**	F 99**
Modelo 1	0.998	0.99	1927.84	2.70	4.10
Modelo 2	0.996	1.66	815.51		
Modelo 3	0.998	1.35	1555.94		

* Valores calculados para el modelo

** Valores reportados en tablas de distribución

R : coeficiente de correlación
F : varianza

S : desviación estándar del modelo

En las figuras 18, 20, y 22 se observa la baja dispersión de los datos para los tres

modelos matemáticos, indicando una alta correlación de los porcentajes de glucosa experimentales frente a los porcentajes de glucosa expresados por los modelos matemáticos.

Con respecto a los residuales, figuras 19, 21, y 23, no se observa ninguna tendencia y en cambio si se observa la distribución al azar de los puntos para diferentes valores de porcentaje de glucosa calculado.

Al comparar los coeficientes que acompañan a cada término del polinomio de los modelos, observamos que no hay grandes diferencias entre los polinomios correspondientes a las variedades amarga y armenia (ecuaciones 3.2 y 3.3), sin embargo el polinomio perteneciente a la variedad chile es muy diferente a los otros, principalmente en la variable tiempo(T) y en las interacciones.

En general, para las tres variedades de almidón de yuca, también se observa la menor influencia cuando interaccionan las tres variables utilizadas en los experimentos.

Observando las ecuaciones de los modelos 1, 2 y 3, la variable que ejercen mayor influencia en la obtención de glucosa es la concentración de catalizador. El tiempo es la siguiente variable en importancia, para las variedades amarga y armenia, pero para el caso de la variedad chile la concentración de almidón y el tiempo presentan una influencia muy similar.

De acuerdo a estos resultados se optó por realizar un diseño de superficie de respuesta para la variedad armenia, tomando las dos variable más significativas (concentración de catalizador y tiempo), donde se mantuvo en su nivel medio la concentración de almidón (6% p/p), debido a que en esta concentración según los experimentos anteriores se obtienen altos porcentajes de glucosa.

Otro diseño de superficie de respuesta se realizó para la variedad chile, utilizando las variables concentración de catalizador y concentración de almidón (manteniendo el tiempo en 80 s), debido a que en este tiempo se obtienen altos rendimientos.

Figura 18. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.1 del modelo 1 (variedad chile).

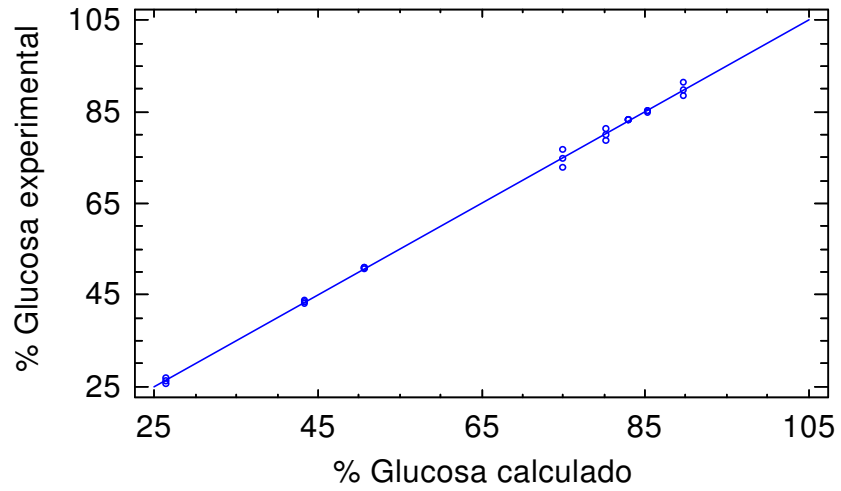


Figura 19. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.1 del modelo 1 (variedad chile).

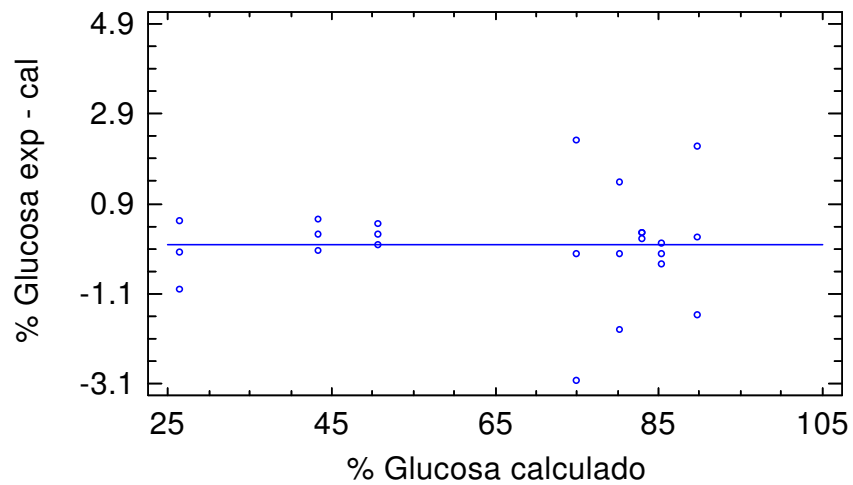


Figura 20. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.2 del modelo 2 (variedad amarga).

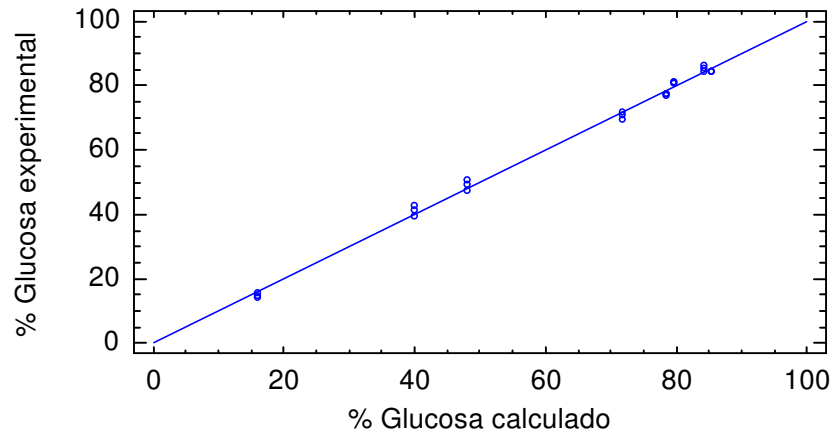


Figura 21. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.2 del modelo 2 (variedad amarga).

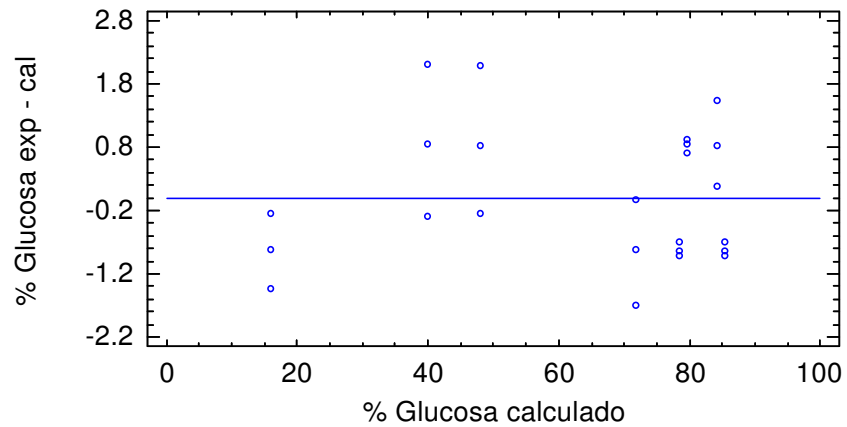


Figura 22. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.3 del modelo 3 (variedad armenia).

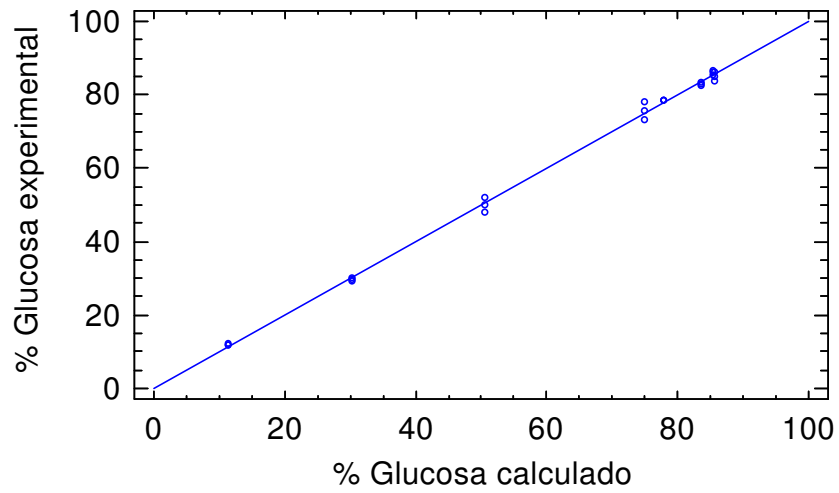
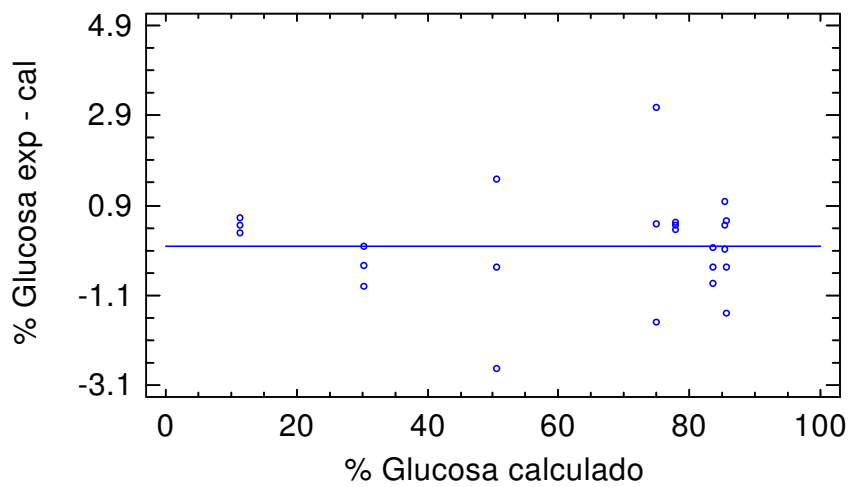


Figura 23. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.3 del modelo 3 (variedad armenia).



3.4 DETERMINACIÓN DE LAS MEJORES CONDICIONES PARA LAS DOS VARIABLES INDEPENDIENTES QUE MÁS INFLUYERON EN EL PORCENTAJE DE GLUCOSA.

3.4.1 Diseño de la superficie de respuesta correspondiente a la variedad armenia. Los resultados de los experimentos realizados para la matriz de superficie de respuesta se dan a conocer en la tabla 16. Los niveles utilizados en el diseño se encuentran normalizados y sus valores reales se pueden observar en la tabla 15.

Tabla 15. Variables Independientes con sus respectivos niveles normalizados utilizados en la hidrólisis ácida de almidón de yuca asistida con microondas

Nivel	C.Alm. (% p/p)	C.Cat. (% p/p)	Tiempo (s)
$-\sqrt{2}$	3.2	0.6	32
-1	4.0	1.0	40
0	6.0	2.0	60
1	8.0	3.0	80
$\sqrt{2}$	8.8	3.4	88

El mejor modelo obtenido según el análisis de regresión es el siguiente:

Modelo 4

$$\begin{aligned}
 \text{P.Glu.} = & 86.75 + 15.6629 \cdot \text{C.Cat.} + 7.77783 \cdot \text{Tiempo} - \\
 & 5.0 \cdot \text{C.Cat.} \cdot \text{Tiempo} - 11.2354 \cdot \text{C.Cat.}^2 - \\
 & 5.06041 \cdot \text{Tiempo}^2
 \end{aligned}
 \qquad \text{Ecuación 3.4}$$

De acuerdo con los resultados de la tabla 16, el máximo porcentaje de glucosa (aproximadamente 90.5%, ensayo 4), se obtuvo utilizando la concentración de catalizador en 3 %p/p y el tiempo en 80 s. También se observa que a concentraciones bajas de catalizador (0.6 %p/p), el porcentaje de glucosa es muy bajo, y no se alcanzan buenos rendimientos independientemente si se aumenta o disminuye el tiempo de calentamiento.

Tabla 16. Porcentajes de glucosa obtenidos en el diseño superficie de respuesta, manteniendo en su nivel medio (6% p/p) la concentración de almidón (variedad armenia).

Ensayo	C.Cat. % p/p	Tiempo (s)	%Glucosa
			P.Glu.
1	$-\sqrt{2}$	0	36.8
2	0	0	85.9
3	$\sqrt{2}$	0	86.6
4	1	1	90.5
5	-1	-1	45.7
6	0	0	86.8
7	1	-1	83.6
8	0	$\sqrt{2}$	85.1
9	0	$-\sqrt{2}$	62.3
10	-1	1	71.1
1	$-\sqrt{2}$	0	39.4
2	0	0	86.6
3	$\sqrt{2}$	0	86.7
4	1	1	87.0
5	-1	-1	46.3
6	0	0	87.7
7	1	-1	84.7
8	0	$\sqrt{2}$	88.0
9	0	$-\sqrt{2}$	63.5
10	-1	1	69.7
1	$-\sqrt{2}$	0	38.1
2	0	0	86.2
3	$\sqrt{2}$	0	86.6
4	1	1	88.7
5	-1	-1	46.0
6	0	0	87.3
7	1	-1	84.7
8	0	$\sqrt{2}$	86.5
9	0	$-\sqrt{2}$	62.9
10	-1	1	70.4

Según el análisis de regresión múltiple presentado en la tabla 17, para este modelo de segundo grado, se observa que el valor P para cada coeficiente del polinomio es inferior a 0.01, por tanto todos los términos de este modelo son significativos y no se pueden excluir. También el error típico es bajo (inferior a 1), mostrando la baja dispersión de los resultados.

Tabla 17. Análisis de regresión múltiple para el modelo 4.

Parámetro	Variable dependiente		
	Modelo 4		
	C *	Et **	Valor P
Constante	86.75	1.080	0.0000
C.Cat.	15.662	0.540	0.0000
Tiempo	7.777	0.540	0.0000
C.Cat.* Tiempo	-5.0	0.764	0.0000
C.Cat.^2	-11.235	0.714	0.0000
Tiempo^2	-5.064	0.714	0.0000

* C = coeficientes
 ** Et = error típico

Observando el análisis de varianza presentado en las tablas 18 y 19, el factor F es superior a lo reportado en las tablas de distribución al 95 y 99% de confianza, por tanto este modelo es significativo.

El coeficiente de correlación obtenido fue de 0.982, mostrando la baja dispersión de los datos y una alta correlación entre la respuesta experimental y la predicha por el modelo.

Tabla 18. Análisis de varianza correspondiente al modelo 4.

Fuente de variación	Variable dependiente			
	Modelo 4			
	Sc	n	Cm	F
Modelo	9371.92	5	1874.38	267.46
Residuos	168.193	24	7.00	
Total	9540.11	29		

Sc : suma de cuadrados

Cm : cuadrado medio

n : grados de libertad

F : razón de varianzas

Tabla 19. Coeficientes estadísticos correspondientes al modelo 4.

Tipo de modelo	Coeficientes estadísticos				
	R*	S*	F*	F 95**	F 99**
Modelo 4	0.982	2.64	267.46	2.62	3.90

* Valores calculados para el modelo

** Valores reportados en tablas de distribución

R : coeficiente de correlación

S : desviación estándar del modelo

F : varianza

Los figuras 24 y 25 muestran la correlación del modelo y sus residuales. Se observa la buena correlación entre los datos experimentales y los calculados con el modelo. También en la figura de los residuales los puntos se distribuyen al azar sin presentar alguna tendencia inexplicable.

Figura 24. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.4 del modelo 4 (variedad armenia).

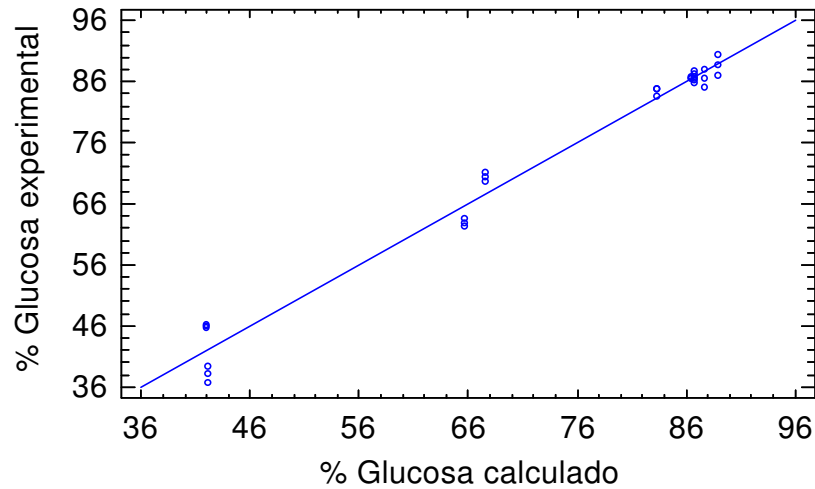
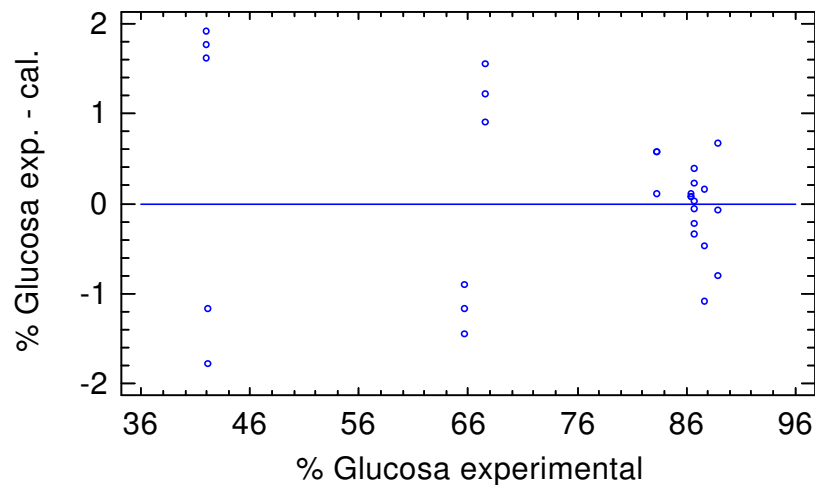
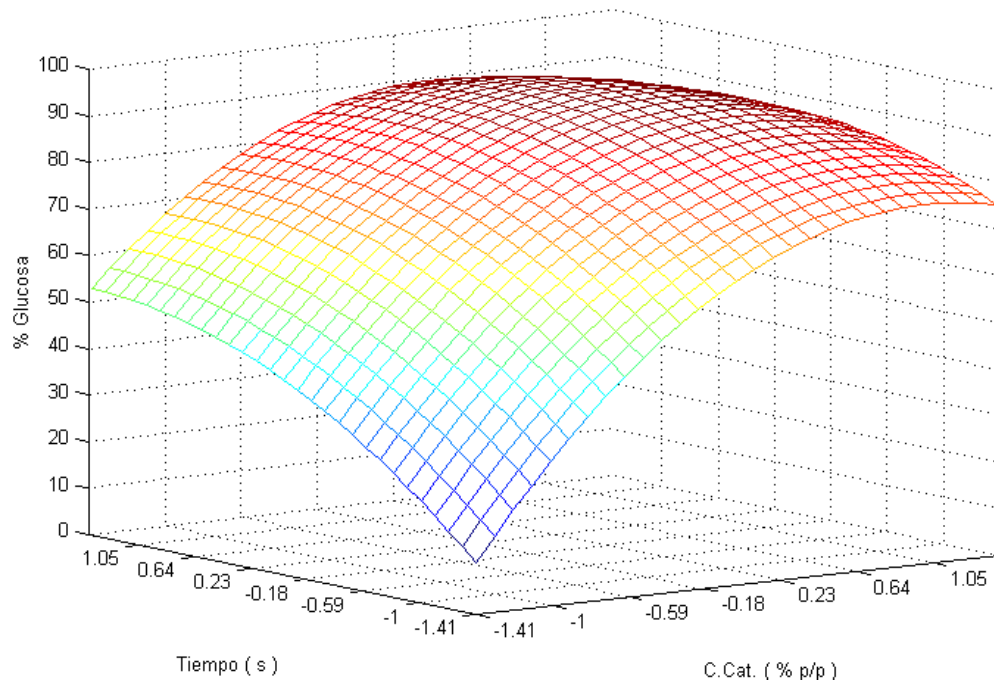


Figura 25. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.4 del modelo 4 (variedad armenia).



En la figura 26 se muestra la superficie de respuesta del modelo 4, las zona roja hace referencia a valores altos de porcentaje de glucosa, mientras que la zona amarilla y azul corresponde a valores bajos.

Figura 26. Superficie de respuesta correspondiente al modelo 4 (variedad armenia), de C.Cat. y Tiempo para la obtención de glucosa.



En la figura 27 se observa la gráfica de contorno, cuyas líneas de contorno muestran el cambio de la respuesta (porcentaje de glucosa) en función de la concentración de catalizador y el tiempo efectivo de calentamiento. El mayor porcentaje de glucosa alcanzado es aproximadamente 92% (utilizando 2.7 % p/p de catalizador y 61 s como tiempo de calentamiento efectivo en microondas), valor que es superior a lo alcanzado mediante calentamiento convencional, donde lo máximo (según la literatura) es de aproximadamente 86% de glucosa y 90 de equivalente de dextrosa (DE).

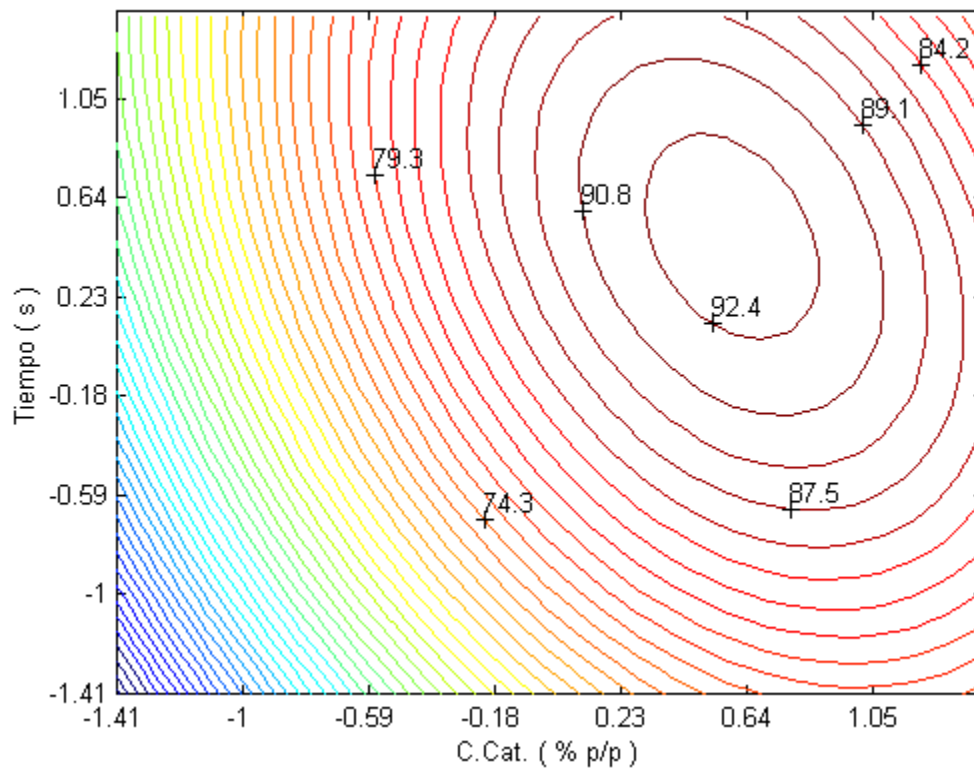
Según la gráfica de contorno se pueden obtener buenos porcentajes de glucosa (cerca al 85%) utilizando solo 40 s (2 ciclos de 2 minutos), sin embargo se tiene que aumentar la concentración de catalizador hasta casi 3 %p/p.

Cuando se emplean mínimas concentraciones de catalizador (por debajo de 1% p/p)

y tiempos bajos (menores a 40 s), los porcentajes de glucosa son muy bajos, esto se encuentra representado por la zona azul de la parte inferior izquierda de la figura 27.

Si al aumentar progresivamente la concentración de catalizador y el tiempo, el porcentaje de glucosa aumenta hasta cierto punto (92% de glucosa), donde comienza a disminuir el rendimiento como consecuencia de las reacciones de reversión y degradación de la glucosa (por ejemplo, punto de la parte superior derecha de porcentaje 84.2 %)

Figura 27. Mapa de contorno correspondiente al modelo 4 (variedad armenia), de C.Cat y Tiempo, fijando la concentración de almidón en 6%p/p, para la obtención de glucosa.



3.4.2 Diseño de la superficie de respuesta correspondiente a la variedad chile. Para la realización de este diseño se tomaron la concentración de almidón y la concentración de catalizador, y se mantuvo constante el tiempo de exposición a las microondas (80 s). Los resultados de esta matriz se presentan en la tabla 20.

Tabla 20. Resultados obtenidos para el diseño de superficie de respuesta, manteniendo en su nivel superior (80 s) el tiempo de exposición a las microondas.

Ensayo	C.Alm. % p/p	C.Cat. % p/p	%Glucosa
			P.Glu.
1	0	0	88.4
2	1	-1	79.8
3	-1	1	84.4
4	$\sqrt{2}$	0	80.5
5	1	1	86.0
6	0	0	86.3
7	0	$-\sqrt{2}$	29.3
8	-1	-1	42.7
9	0	$\sqrt{2}$	84.1
10	$-\sqrt{2}$	0	62.0
1	0	0	87.6
2	1	-1	77.7
3	-1	1	84.7
4	$\sqrt{2}$	0	80.4
5	1	1	84.0
6	0	0	86.2
7	0	$-\sqrt{2}$	29.4
8	-1	-1	49.0
9	0	$\sqrt{2}$	84.7
10	$-\sqrt{2}$	0	60.6
1	0	0	88.0
2	1	-1	78.7
3	-1	1	84.5
4	$\sqrt{2}$	0	80.4
5	1	1	85.0
6	0	0	86.3
7	0	$-\sqrt{2}$	29.4
8	-1	-1	45.8
9	0	$\sqrt{2}$	84.4
10	$-\sqrt{2}$	0	61.3

El mejor modelo obtenido según el análisis de regresión es el siguiente:

Modelo 5

$$\begin{aligned}
 \text{P.Glu.} = & 87.1333 + 7.55317 \cdot \text{C.Alm.} + 3.02598 \cdot \text{C.Cat.} - \\
 & 8.10833 \cdot \text{C.Alm.} \cdot \text{C.Cat.} - 8.13337 \cdot \text{C.Alm.}^2 + \\
 & 4.17526 \cdot \text{C.Cat.}^2 + 8.21569 \cdot \text{C.Cat.}^3 - \\
 & 9.65021 \cdot \text{C.Cat.}^4
 \end{aligned}$$

Ecuación 3.5

Según los resultados presentados en la tabla 20 (ensayo 1), el mayor porcentaje de glucosa (aproximadamente 88%), se obtuvo utilizando el nivel medio de las variables, concentración de almidón (6% p/p) y concentración de catalizador (2% p/p), manteniendo el tiempo de calentamiento en 80 s.

Observando el análisis de regresión múltiple de la tabla 21, el valor P es inferior a 0.01, lo cual indica que todos los términos del modelo 5 son significativos y deben estar formando parte de este.

Tabla 21. Análisis de regresión múltiple para el modelo 5.

Parámetro	Variable dependiente		
	Modelo 5		
	C *	Et **	Valor P
Constante	87.133	0.584	0.0000
C.Alm.	7.553	0.292	0.0000
C.Cat.*	3.025	0.923	0.0034
C.Alm.* C.Cat.	-8.108	0.412	0.0000
C.Alm.^2	-8.133	0.412	0.0000
C.Cat.^2	4.175	1.09	0.0009
C.Cat.^3	8.215	0.584	0.0000
C.Cat.^4	-9.650	0.584	0.0000

* C = coeficientes

** Et = error típico

En el análisis de varianza indicado en las tablas 22 y 23, el valor F es superior a lo reportado en las tablas de distribución al 95 y 99% de confianza, por consiguiente este modelo es muy significativo para representar el sistema.

También se puede observar que el coeficiente de correlación es superior a 0.99, mostrando la buena correlación entre los valores experimentales y los calculados con el modelo.

Tabla 22. Análisis de varianza correspondiente al modelo 5.

Fuente de variación	Variable Dependiente			
	Modelo 5			
	Sc	n	Cm	F
Modelo	10994.0	7	1570.57	767.35
Residuos	45.0281	22	2.04673	
Total	11039.0	29		

Sc = suma de cuadrados
n = grados de libertad

Cm = cuadrado medio
F = razón de varianzas

Tabla 23. Coeficientes estadísticos correspondientes al modelo 5.

Tipo de modelo	Coeficientes estadísticos				
	R*	S*	F*	F 95**	F 99**
Modelo 5	0.995	1.43	767.35	2.46	3.59

* Valores calculados para el modelo

** Valores reportados en tablas de distribución

R : coeficiente de correlación

S : desviación estándar del modelo

F : varianza

Los figuras 28 y 29 muestran la correlación del modelo y sus residuales. Se observa la alta correlación entre los datos experimentales y los calculados con el modelo. También en los residuales los puntos se distribuyen aleatoriamente sin presentar alguna tendencia inexplicable.

Figura 28. % Glucosa experimental en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.5 del modelo 5 (variedad chile).

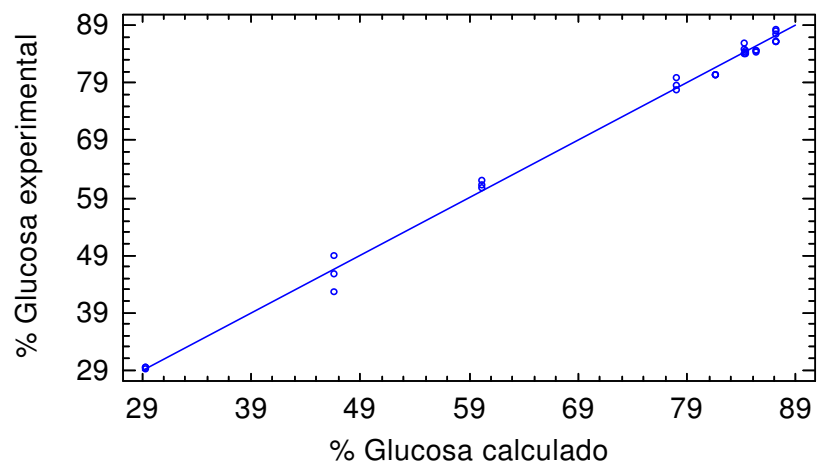
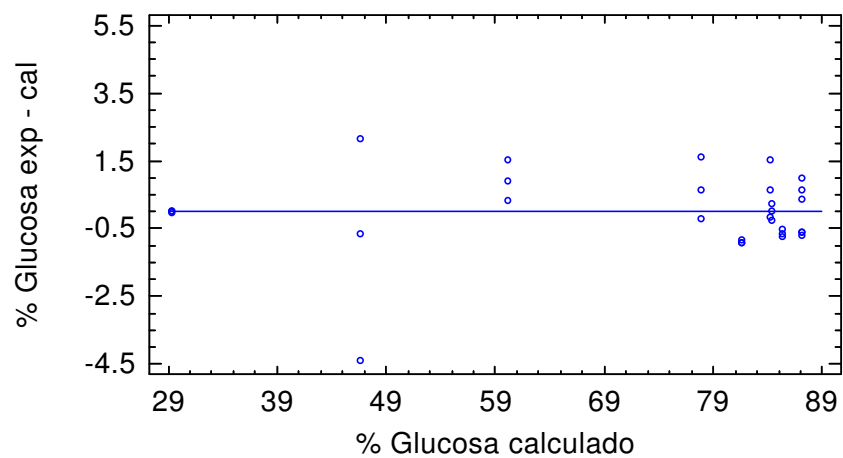
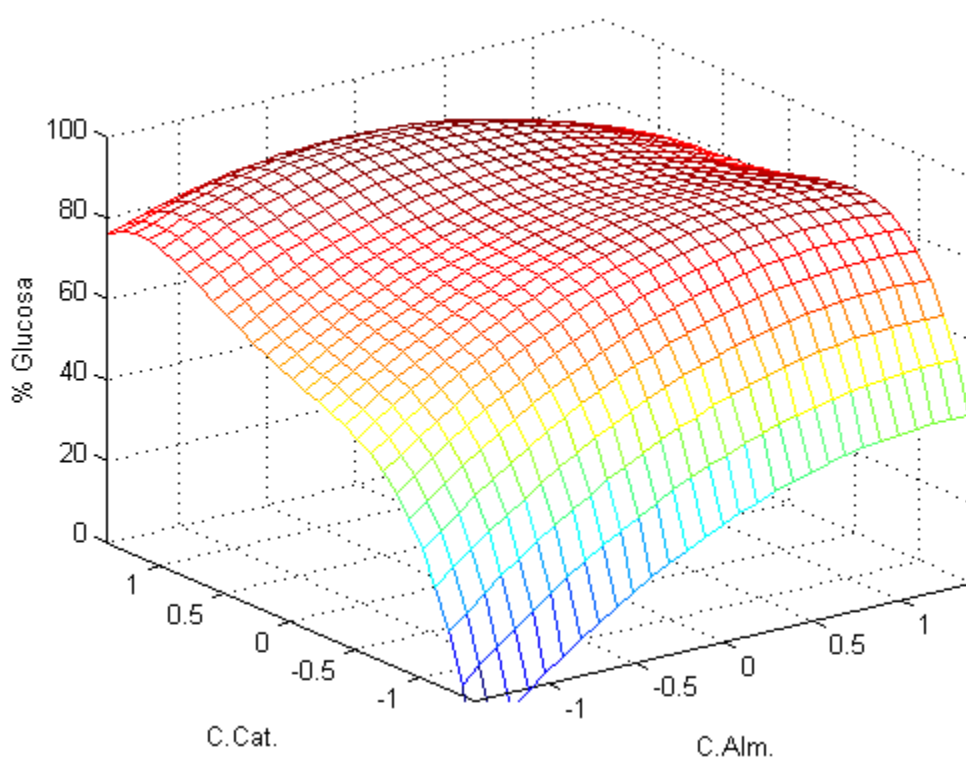


Figura 29. Residuos en función del % Glucosa calculado con la ecuación 3.5 del modelo 5 (variedad chile).



En el figura 30 se muestra la superficie de respuesta para el modelo 5, en esta se observan varias crestas correspondientes a altos porcentajes de glucosa. Esto se puede ver en detalle en el figura 31, la cual corresponde al mapa de contorno y donde se observan dos puntos de buen rendimiento, 91.9 y 87.6% de glucosa.

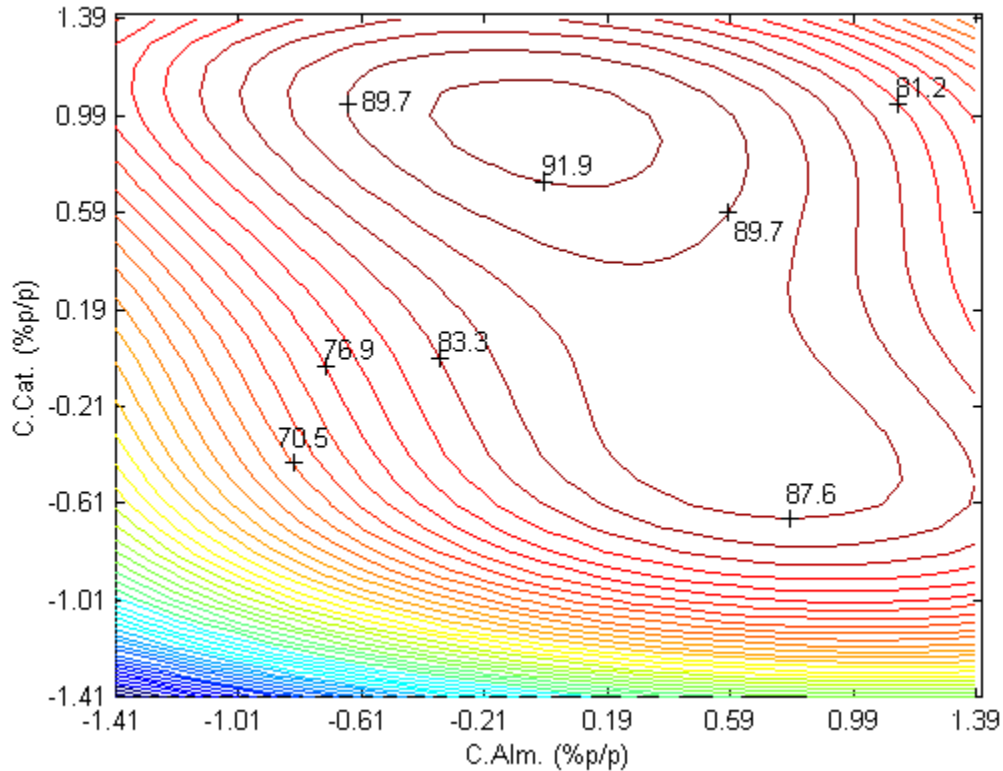
Figura 30. Superficie de respuesta correspondiente al modelo 5 (variedad chile), de C.Alm. y C.Cat, fijando el tiempo en 80 s, para la obtención de glucosa.



Rendimientos cercanos al 92% de glucosa se logran utilizando concentraciones de almidón del 6% p/p y concentraciones catalizador del 2.72% p/p. También se pueden obtener buenos porcentajes de glucosa (88%), utilizando concentraciones de almidón cercanas al 8 %p/p, con menores concentraciones de catalizador. Por ejemplo el punto inferior de la gráfica de contorno, correspondiente a un porcentaje de glucosa del 87.6, requiere aproximadamente 7.7% p/p de almidón y una concentración de catalizador de 1.4 %p/p. Esto es muy importante, teniendo en

cuenta que se utiliza más cantidad de almidón con menos cantidad de catalizador.

Figura 31. Mapa de contorno del modelo 5 (variedad chile), el cual relaciona la C.Alm. y C.Cat para la obtención de glucosa.



A medida que se aumenta la concentración de almidón el porcentaje de glucosa aumenta hasta cierto punto, donde empieza a decaer debido a que la concentración es muy alta y se favorece la combinación de las moléculas de glucosa, favoreciendo la formación de oligosacáridos, los cuales disminuyen el rendimiento de la reacción. Esto se puede ver claramente al desplazarse de izquierda a derecha en la gráfica de contorno.

Los dos modelos (ecuaciones 3.4 y 3.5) de superficie de respuesta realizados en este trabajo, alcanzan el máximo porcentaje de glucosa de 92%, en condiciones similares de concentración de almidón (aproximadamente 6 %p/p) y concentración

de catalizador (aproximadamente 2.7 %p/p), sin embargo el modelo perteneciente a la variedad armenia (ecuación 3.4) alcanza el mayor porcentaje de glucosa en menos tiempo (aproximadamente 61 s) que el modelo de la variedad chile (aproximadamente 80 s). Esto se debe a que en la superficie de respuesta de la variedad chile se bloqueó el tiempo en 80 s, de tal manera que todos los resultados se obtuvieron en el mismo tiempo. Al modificar el tiempo en el modelo de la variedad armenia se puede corroborar que se obtienen rendimientos de glucosa entre 90-92%, al variar el tiempo entre 60-80 s, por lo tanto la variable tiempo para ambas variedades de almidón, en las condiciones antes mencionadas, también es similar para producir el mismo porcentaje de glucosa.

3.5 VALIDACIÓN DE LOS MODELOS 4 Y 5

En la tabla 24 se observan los resultados para la validación de los modelos de superficie de respuesta. El porcentaje de error no supera el 10%, indicando que estos modelos son aceptables para predecir porcentajes de glucosa en diferentes condiciones de catalizador, almidón y tiempo de calentamiento.

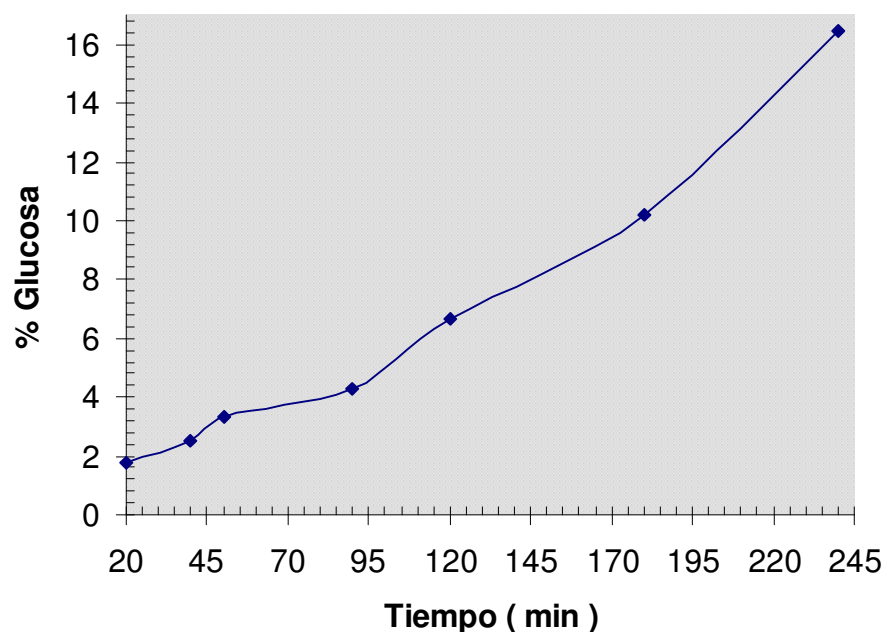
Tabla 24. Resultados de la validación de los modelos matemáticos 4 y 5.

Tipo de modelo	Condiciones normalizadas		% Glucosa		Error
	C.Cat.	Tiempo	Experimental	Calculado	
Modelo 4	-0.50	0.52	75.5	79.9	-5.5
	0.54	0.05	88.4	92.0	-3.9
	1.31	0.76	86.7	85.7	1.2
	1.25	-0.25	85.3	88.0	-3.1
Modelo 5	C.Cat.	C.Alm.	Experimental	Calculado	Error
	1.02	-0.36	86.1	91.99	-6.4
	-0.32	-0.46	77.3	79.91	-3.3
	-0.65	0.83	85.8	87.97	-2.5
	0.91	1.27	76.1	79.98	-4.9

3.6 HIDRÓLISIS ÁCIDA MEDIANTE CALENTAMIENTO CONVENCIONAL

En el figura 32 se observan los resultados de las pruebas mediante calentamiento convencional. En estos experimentos el rendimiento alcanzado es muy inferior (aproximadamente 16% de glucosa en 240 min de calentamiento continuo), a lo logrado mediante microondas (aproximadamente 92% de glucosa). También el tiempo de calentamiento es muy extenso utilizando calentamiento convencional, lo cual es muy desfavorable al compararlo con la microondas donde se pueden obtener altos rendimientos en menos de 1 minuto de exposición a las microondas.

Figura 32. Datos obtenidos mediante el proceso convencional para la hidrólisis ácida de almidón de yuca (variedad armenia).



CONCLUSIONES

- Al realizar diversos ensayos con agua destilada y suspensiones de almidón, utilizando recipientes de vidrio como reactores y ubicándolos en diferentes posiciones dentro de la cavidad del microondas, se demostró que la utilización de un horno microondas doméstico produce un campo electromagnético heterogéneo, como consecuencia de las múltiples reflexiones que se producen en el interior de la cavidad
- Se realizó la hidrólisis ácida asistida con microondas de tres variedades de almidón de yuca (chile, amarga y armenia), utilizando como variables independientes, la concentración de almidón, concentración de catalizador y el tiempo de exposición a las microondas y como respuesta el porcentaje de glucosa. Tras la realización de un diseño de tamizado se encontró que la variable con mayor influencia en la obtención de glucosa era la concentración de ácido clorhídrico. El tiempo de exposición a las microondas fue la siguiente variable en importancia (tratándose de las variedades amarga y armenia), sin embargo para la variedad chile tanto la concentración de almidón como el tiempo presentaron una influencia semejante.
- En el diseño de superficie de respuesta (ortogonal, central y rotable) realizado para las variedades armenia y chile, no mostraron diferencias significativas en el máximo porcentaje de glucosa, presentándose las mejores condiciones a una concentración de almidón de 6 % p/p, concentración de catalizador 2.7 %p/p y tiempo de interacción con las microondas 60 segundos (usando el mínimo nivel de potencia (180 W) del horno microondas DAEWOO KOR-867B).
- La validación de los modelos correspondientes a las variedades chile y armenia, no mostraron un error por encima del 10%, indicando que estos modelos representan aceptablemente la influencia de las variables concentración de catalizador (C.Cat.), concentración de almidón (C.Alm.) y el tiempo de

interacción con las microondas, sobre porcentaje de glucosa obtenido para las variedades de almidón de yuca chile, amarga y armenia.

- Cuando se comparó la hidrólisis ácida de suspensiones de almidón de yuca (6% p/p y HCl al 3%p/p), mediante calentamiento convencional (baño María) y microondas, se demostró que las microondas agilizan la reacción de hidrólisis, obteniéndose porcentajes de glucosa cercanos al 90% en 60 s debido a la interacción inmediata de las ondas con el material que se esta procesando, en cambio el calentamiento mediante convección necesita de tiempos prolongados de calentamiento (240 minutos en calentamiento continuo) para lograr rendimientos cercanos al 16% de glucosa.
- Los rendimientos obtenidos mediante la utilización de las microondas como medio de calentamiento, produjeron porcentajes de glucosa por encima del 90%, rendimiento que es superior a lo obtenido a través de calentamiento convencional, donde lo máximo logrado según la literatura, es del 86% de glucosa, usando almidón entre 10-15 %p/p, temperatura de 146°C y 3 atmósferas de presión.
- Aún cuando se obtuvieron mejores rendimientos utilizando las microondas, estas no impidieron que se produjesen reacciones de reversión y degradación de las moléculas de glucosa, evidenciándose por la coloración de los hidrolizados y los rendimientos obtenidos, los cuales no superaron el 92% de glucosa.

RECOMENDACIONES

- Para la obtención segura y eficiente de los jarabes de glucosa se recomienda la construcción de un equipo de microondas continuo, constituido de sensores de temperatura (termocuplas) y presión. El reactor de este equipo podría estar diseñado en forma de serpentín de tal manera que la muestra pueda recorrer la mayor parte de la cavidad del microondas. El trabajar con altas presiones y temperaturas, podría reducir drásticamente los tiempos de reacción y la cantidad de catalizador usado.
- Ensayar la hidrólisis ácida de almidón en presencia de sales, como cloruro de sodio, y acetato de sodio, puesto que la presencia de sales (en solución) en la presencia de un campo electromagnético, aumenta la tangente de pérdidas y por lo tanto incrementa el calentamiento, agilizando posiblemente la reacción de hidrólisis.
- Caracterizar químicamente ya sea mediante métodos cromatográficos, los diversos productos secundarios que se producen durante la reacción de hidrólisis ácida y los cuales no permiten obtener rendimientos similares a la hidrólisis enzimática.
- Ensayar la utilización de otros catalizadores como por ejemplo resinas de intercambio catiónica las cuales, aunque su actividad catalítica es menor en comparación a otros catalizadores como el ácido clorhídrico, se pueden reutilizar ahorrando costos y posiblemente introducen menos contaminantes a la reacción.

REFERENCIAS

1. ANGEL , Fernando. Construcción del Mapa Genético de la Yuca. Colombia Ciencia & Tecnología. 1995, Vol. 13, No. 3, pp 34-37.
2. ACUÑA, Marco. ; MURILLO, Olga. Ficha Técnica para el Procesamiento de la Yuca.2001.<http://www.lincos-infocomm.net/web/esp/agricultura/agro.yuca.html>
3. DOMINGUEZ, Carlos. Yuca : Investigación, Producción y Utilización. CIAT. 1987.pp 29-49.
4. International Starch Institute, Science Park Aarhus, Denmark. 1999-2001. <http://home3.inet.tele.dk/starch/isi/starch/tmstarch.htm>
5. GARCIA, Mariano. ; QUINTERO Rodolfo. ; LOPEZ, Agustín. Biotecnología Alimentaria. Editorial Limusa. Primera Edición. 1993, pp 519-530.
6. VALENCIA, Hugo. Estudio Técnico Económico Preliminar de un Proceso Continuo de Hidrólisis Ácida. U.I.S. 1991, pp 1-48.
7. www.sieca.org.gt/.../InformesSolicitados/Inf_sobre_utilizacion_del_jarabe_de_glu_cosa_en_CA.pdf . Secretaria de Integracion Economica Centroamericana.
8. A. URQUIZA, Julio. ; A. AGUIRRE, Julio. Hornos de Alta Frecuencia y Microondas. McGraw-Hill. 1999, pp 7-15 ; 41-51.
9. SUTTON, Willard. ; FATHI, Zak. ; SALTIEL, Craig. Materials Processing with Microwave Energy. Mark Mechanical Engineering-CIME. 1995, Vol. 117, No. 8, pp 102-105.
10. GIESE, James. Advances in Microwave Food Processing. Food Technology.

1992, Vol. 46, No. 9, pp 118-123.

11. DESROSIER, Norman. Elementos de Tecnología de Alimentos. Editorial Continental. 1983, pp 42-47 ; 259-261.

12. WINNING, Brenda. ; SMITH, STEVEN. Starch. Mark Biological Sciences Review. 1999, Vol. 12, No. 1, p 2.

13. RAFOLS, Wifredo. Aprovechamiento Industrial de los Productos Agrícolas. Salvat Editores, S.A. 1964, pp 129-196.

14. BELITZ, H. ; GROSCH, W. Química de los alimentos. Editorial Acribia, S.A. Segunda Edición. España. 1997, pp 337-351.

15. CHEFTEL, Jean-Claude. ; CHEFTEL, Henri. Introducción a la Bioquímica y Tecnología de los Alimentos. Editorial Acribia. 1992, Volumen I, pp 119-129.

16. WHISTLER, Roy. ; BEMILLER, James. ; PASCHALL, Eugene. Starch : Chemistry and Technology. Academic Press. Second Edition. 1984 pp 222-232.

17. YÚFERA, Eduardo. Química de los Alimentos. Editorial Síntesis. Primera Edición. 1998, pp 113-124.

18. GUTIÉRREZ, B. ; SCHULZ, E. Características Físicas y Químicas de Harina Blanca y Almidón de Yuca (*Manihot esculenta Crantz*). Revista de la Facultad de Agronomía UCV. 1992, Vol. 18, No. 1, pp 95-105.

19. HOYOS, Enrique. El Casabe. Domus Libri. 1996, pp 59-62.

20. BEMILLER, James. Acid Hydrolysis and other Lytic Reactions of Starch. Starch : Chemistry and Technology. Academic Press. 1965, Vol. I, pp 495-519.

21. HENRY, Jean. ; TALIB, Abu. ; FORD, Kathryn. Handbook of Biomass Conversion Technologies for Developing Countries. United Nations. 1984, pp 43-49.
22. BETANCUR, A.D. ; CHEL, G.L. Acid hydrolysis and characterization of *canavalia enciformis* starch. J. Agric. Food Chem. 1997, Vol. 45, pp 4237-4241.
23. HART, Harold. ; CRAINE, Leslie. Laboratory Manual Organic Chemistry. Eighth Edition. Houghton Mifflin Company. 1991, pp 297-307.
24. WHISTLER, Roy. Methods in Carbohydrate Chemistry. Academic Press. Volume IV. 1964.
25. AOAC. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Fourteenth Edition. 1984, p 172.
26. MILLER, Dennis. Química de Alimentos. Manual de Laboratorio. Primera Edición. Limusa Wiley. 2001, pp 25-28.
27. BIRCH, G. Analysis of Food Carbohydrate. Elsevier Applied Science Publishers. 1985, pp 15-40.
28. MILLER, Gail.L. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. Analytical Chemistry. 1959, Vol. 31, No. 3, pp 426-428.
29. DUBOIS, Michel. ; GILLES, K.A. ; HAMILTON, J.K. ; REBERS, P.A. ; SMITH, Fred. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. Analytical Chemistry. 1956, Vol. 28, No. 3, pp 350-356.
30. BERNAL, Inés. Análisis de Alimentos. Editorial Guadalupe. Primera Edición. 1992, pp 44-46 ; 104.
31. FETZER, W. ; CROSBY, E. ; ENGEL, C. ; KIRST, L. Effect of Acid and Heat on Dextrose and Dextrose Polymers. Industrial and Engineering Chemistry. 1953, Vol.

45, No. 5, pp 1075-1083.

32. VALENCIA, Hugo. Estudio Comparativo de la Hidrólisis Ácida de los Almidones Extraídos de la Yuca, Papa y Boré. U.I.S. 1984.

33. VALENCIA, Hugo. ; ORDUZ, Juan. ; VERGEL, César. Estudio de las Variables de Proceso en la Hidrólisis Ácida Continua de Almidones. XV Congreso Colombiano de Ingeniería Química. Bucaramanga. 1987, Tomo II, pp 159-168.

34. ORDUZ, Juan. ; VERGEL, Cesar. Estudio de las Variables de Proceso para el Diseño de un Reactor Tubular para Hidrólisis Ácida Continua de Almidones. Tesis. UIS. 1987.

35. POTTER, Norman. ; HOTCHKISS, Joseph. Food Science. Chapman & Hall. Fifth Edition. 1995, pp 24-30 ; 256-263.

36. MINGOS, D. Michael. Microwaves in Chemical Synthesis. Chemistry and Industry. 1994, No. 15, pp 596-599.

37. FITZGERALD, Neil. Microwave Theory and Its Application to Spectrochemical Analysis. Spectroscopy. 2000, Vol. 15, No. 6, pp 40-43.

38. DECAREAU, Robert. Microwaves in the Food Processing Industry. Academic Press, INC. 1985, pp 15-37.

39. RANER, Kevin. ; STRAUSS, Christopher. ; VYSKOC, Ferdinand. ; MOKBEL, Luci. A Comparison of Reaction Kinetics Observed under Microwave Irradiation and Conventional Heating. Journal of Organic Chemistry. 1993, Vol. 58, No. 4, pp 950-953.

40. FERGUSON, Doug. The Basics of Microwave Heating for Organic Synthesis. Mark R & D. 2000, Vol. 42, No. 10, p 69.

41. IFT. Microwave Food Processing. A Scientific Status Summary by the Institute of Food Technologists' Expert Panel on Food Safety & Nutrition. Food Technology. 1989, Vol. 43, No. 1, pp 117-126.
42. SCHIFFMANN, Robert. Food Product Development for Microwave Processing. Food Technology. 1986, Vol. 40, No. 6, pp 94-98.
43. CRESWELL, Sarah. ; HASWELL, Stephen. Microwave Ovens – Out of the Kitchen. Journal of Chemical Education. 2001, Vol. 78, No. 7, pp 900-904.
44. LOUPY, André. ; PETIT, Alain. ; HAMELIN, Jack. ; TEXIER-BOULLET, Françoise. ; JACQUAULT, Patrick. ; MATHÉ, Daniel. New Solvent-Free Organic Synthesis Using Focused Microwaves. Journal of Synthetic Organic Chemistry. 1998, No. 9, pp 1213-1234.
45. NADKARNI, R. Applications of Microwave Oven Sample Dissolution in Analysis. Analytical Chemistry. 1984, Vol. 56, No. 12, pp 2233-2237.
46. BAASNER, J. ; SCHULZE, H. ; KAINRATH, P. ; KETTISCH, P. A New Generation of High-Pressure Microwave Sample Digestion Systems. Spectroscopy. 1999, Vol. 14, No. 6, pp 42-44.
47. GEDYE, Richard. ; SMITH, Frank. ; WESTAWAY, Kenneth. ; ALI, Humera. ; BALDISERA, Lorraine. ; LABERGE, Lena. ; ROUSELL, John. The Use of Microwave Ovens for Rapid Organic Synthesis. Tetrahedron Letters. 1986, Vol. 27, No. 3, pp 279-282.
48. POLLINGTON, Stephen. ; BOND, Gary. ; MOYES, Richard. ; WHAN, David. ; CANDLIN, John. ; JENNINGS, Roberts. The Influence of Microwaves on the Rate of Reaction of Propan-1-ol with Ethanoic Acid. Journal of Organic Chemistry. 1991, Vol. 56, No. 3, pp 1313-1314.
49. BOSE, Ajay. ; MANHAS, Maghar. ; GHOSH, Malay. ; SHAH, Mamta. ; RAJU,

Vegetna . ; BARI, Shamsheer. ; NEWAZ, Sarder. ; BANIK, Bimal. ; CHAUDHARY, Ashok. ; BARAKAT, Khaled. Microwave-Induced Organic Reaction Enhancement Chemistry. 2. Simplified Techniques. Journal of Organic Chemistry. 1991, Vol. 56, No. 25, pp 6968-6970.

50. KABZA, Konrad. ; CHAPADOS, Brian. ; GESTWICKI, Jason. ; McGrath, Jessica. Microwave – Induced Esterification Using Heterogeneous Acid Catalyst in a Low Dielectric Constant Medium. Journal of Organic Chemistry. 2000, Vol. 65, No. 4, pp 1210-1214.

51. SIVALINGAM,G. ; AGARWAL, Nitin. ; MADRAS, Giridhar. Kinetics of microwave-assisted oxidative degradation of polystyrene in solution. American Institute of Chemical Engineers. AIChE Journal. 2003, Vol 49, No. 7, p 1821-1826.

52. GONZÁLEZ, Guillermo. Tesis de grado. Reactor de polimerización con microondas. UIS. Bucaramanga, 1996.

53. YU, Hui-Ming. ; CHEN, Shui-Tein. ; SUREE, Phutrakul. ; NUANSRI, Rakariyatham. ; WANG, Kung-Tsung. Effect of Microwave Irradiation on Acid-Catalyzed Hydrolysis of Starch. Journal of Organic Chemistry. 1996, Vol. 61, No. 26, pp 9608-9609.

54. RAJA, K. ; THOMAS, P.P. kinetics of starch degradation by microwave radiation. Trends Carbohydr. Chem., Carbohydr. Conf., 9th 1993. pp 97-106.

55. RANER, Kevin. ; STRAUSS, Christopher. ; TRAINOR, Robert. A new microwave reactor for batchwise organic synthesis. Journal of Organic Chemistry. 1995, Vol. 60, No. 8, pp 2456-2460.

56. PLAZL, I. ; PIPUS, G. ; KOLOINI, T. Microwave heating of the continuous flow catalytic reactor in a nonuniform electric field. American Institute of Chemical Engineers. AIChE Journal. 1997, Vol 43, No. 3, p 754.

57. KABZA, Konrad. ; GESTWICKI, Jason. ; McGRATH, Jessica. ; PETRASSI, Michael. Effect of Microwave Radiation on Copper (II) 2,2'-Bipyridyl-Mediated Hydrolysis of Bis (p-nitrophenyl) Phosphodiester and Enzymatic Hydrolysis of Carbohydrates. Journal of Organic Chemistry. 1996, Vol. 61, No. 26, pp 9599-9602.
58. MONZON, Domingo. Introducción al Diseño de Experimentos. UCV. Alcance 32. Tercera Edición. 1992, pp 65-85.
59. NAKAMURA, Shoichiro. Análisis Numérico y Visualización Gráfica con MATLAB. Prentice – HALL Hispanoamericana. México, 1997. 476p
60. STATGRAPHICS for windows 4.0. Statistical Graphics Corp. 1994 – 1999. En : [http://www. Statgraphics.com](http://www.Statgraphics.com)
61. BOX, G. ; HUNTER, W. ; HUNTER, Y. Estadística para Investigadores; Introducción al Diseño de Experimentos Análisis de Datos y Construcción de Modelos. REVERTE, Barcelona, 1993.

BIBLIOGRAFÍA

A. URQUIZA, Julio. ; A. AGUIRRE, Julio. Hornos de Alta Frecuencia y Microondas. McGraw-Hill. 1999, pp 7-15 ; 41-51.

ACUÑA, Marco. ; MURILLO, Olga. Ficha Técnica para el Procesamiento de la Yuca.2001.<http://www.lincos-infocomm.net/web/esp/agricultura/agro.yuca.html>

ANGEL , Fernando. Construcción del Mapa Genético de la Yuca. Colombia Ciencia & Tecnología. 1995, Vol. 13, No. 3, pp 34-37.

AOAC. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Fourteenth Edition. 1984, p 172.

BAASNER, J. ; SCHULZE, H. ; KAINRATH, P. ; KETTISCH, P. A New Generation of High-Pressure Microwave Sample Digestion Systems. Spectroscopy. 1999, Vol. 14, No. 6, pp 42-44.

BELITZ, H. ; GROSCHE, W. Química de los alimentos. Editorial Acirbia, S.A. Segunda Edición. España.1997, pp 337-351.

BEMILLER, James. Acid Hydrolysis and other Lytic Reactions of Starch. Starch : Chemistry and Technology. Academic Press. 1965, Vol. I, pp 495-519.

BERNAL, Inés. Análisis de Alimentos. Editorial Guadalupe. Primera Edición. 1992, pp 44-46 ; 104.

BETANCUR, A.D. ; CHEL, G.L. Acid hydrolysis and characterization of canavalia enciformis starch. J. Agric. Food Chem. 1997, Vol. 45, pp 4237-4241.

BIRCH, G. Analysis of Food Carbohydrate. Elsevier Applied Science Publishers.

1985, pp 15-40.

BOSE, Ajay. ; MANHAS, Maghar. ; GHOSH, Malay. ; SHAH, Mamta. ; RAJU, Vegesna . ; BARI, Shamsheer. ; NEWAZ, Sarder. ; BANIK, Bimal. ; CHAUDHARY, Ashok. ; BARAKAT, Khaled. Microwave-Induced Organic Reaction Enhancement Chemistry. 2. Simplified Techniques. Journal of Organic Chemistry. 1991, Vol. 56, No. 25, pp 6968-6970.

BOX, G. ; HUNTER, W. ; HUNTER, Y. Estadística para Investigadores; Introducción al Diseño de Experimentos Análisis de Datos y Construcción de Modelos. REVERTE, Barcelona, 1993.

CHEFTEL, Jean-Claude. ; CHEFTEL, Henri. Introducción a la Bioquímica y Tecnología de los Alimentos. Editorial Acribia. 1992, Volumen I, pp 119-129.

CRESWELL, Sarah. ; HASWELL, Stephen. Microwave Ovens – Out of the Kitchen. Journal of Chemical Education. 2001, Vol. 78, No. 7, pp 900-904.

DECAREAU, Robert. Microwaves in the Food Processing Industry. Academic Press, INC. 1985, pp 15-37.

DESROSIER, Norman. Elementos de Tecnología de Alimentos. Editorial Continental. 1983, pp 42-47 ; 259-261.

DOMINGUEZ, Carlos. Yuca : Investigación, Producción y Utilización. CIAT. 1987. pp 29-49.

DUBOIS, Michel. ; GILLES, K.A. ; HAMILTON, J.K. ; REBERS, P.A. ; SMITH, Fred. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. Analytical Chemistry. 1956, Vol. 28, No. 3, pp 350-356.

FERGUSON, Doug. The Basics of Microwave Heating for Organic Synthesis. Mark R & D. 2000, Vol. 42, No. 10, p 69.

FETZER, W. ; CROSBY, E. ; ENGEL, C. ; KIRST, L. Effect of Acid and Heat on Dextrose and Dextrose Polymers. Industrial and Engineering Chemistry. 1953, Vol. 45, No. 5, pp 1075-1083.

FITZGERALD, Neil. Microwave Theory and Its Application to Spectrochemical Analysis. Spectroscopy. 2000, Vol. 15, No. 6, pp 40-43.

GARCIA, Mariano. ; QUINTERO Rodolfo. ; LOPEZ, Agustín. Biotecnología Alimentaria. Editorial Limusa. Primera Edición. 1993, pp 519-530.

GEDYE, Richard. ; SMITH, Frank. ; WESTAWAY, Kenneth. ; ALI, Humera. ; BALDISERA, Lorraine. ; LABERGE, Lena. ; ROUSELL, John. The Use of Microwave Ovens for Rapid Organic Synthesis. Tetrahedron Letters. 1986, Vol. 27, No. 3, pp 279-282.

GIESE, James. Advances in Microwave Food Processing. Food Technology. 1992, Vol. 46, No. 9, pp 118-123.

GONZÁLEZ, Guillermo. Tesis de grado. Reactor de polimerización con microondas. UIS. Bucaramanga, 1996.

GUTIÉRREZ, B. ; SCHULZ, E. Características Físicas y Químicas de Harina Blanca y Almidón de Yuca (Manihot esculenta Crantz). Revista de la Facultad de Agronomía UCV. 1992, Vol. 18, No. 1, pp 95-105.

HART, Harold. ; CRAINE, Leslie. Laboratory Manual Organic Chemistry. Eighth Edition. Houghton Mifflin Company. 1991, pp 297-307.

HENRY, Jean. ; TALIB, Abu. ; FORD, Kathryn. Handbook of Biomass Conversion Technologies for Developing Countries. United Nations. 1984, pp 43-49.

HOYOS, Enrique. El Casabe. Domus Libri. 1996, pp 59-62.

IFT. Microwave Food Processing. A Scientific Status Summary by the Institute of Food Technologists' Expert Panel on Food Safety & Nutrition. Food Technology. 1989, Vol. 43, No. 1, pp 117-126.

International Starch Institute, Science Park Aarhus, Denmark. 1999-2001.

<http://home3.inet.tele.dk/starch/isi/starch/tmstarch.htm>

KABZA, Konrad. ; CHAPADOS, Brian. ; GESTWICKI, Jason. ; McGrath, Jessica. Microwave – Induced Esterification Using Heterogeneous Acid Catalyst in a Low Dielectric Constant Medium. Journal of Organic Chemistry. 2000, Vol. 65, No. 4, pp 1210-1214.

KABZA, Konrad. ; GESTWICKI, Jason. ; McGRATH, Jessica. ; PETRASSI, Michael. Effect of Microwave Radiation on Copper (II) 2,2'-Bipyridyl-Mediated Hydrolysis of Bis (p-nitrophenyl) Phosphodiester and Enzymatic Hydrolysis of Carbohydrates. Journal of Organic Chemistry. 1996, Vol. 61, No. 26, pp 9599-9602.

LOUPY, André. ; PETIT, Alain. ; HAMELIN, Jack. ; TEXIER-BOULLET, Françoise. ; JACQUAULT, Patrick. ; MATHÉ, Daniel. New Solvent-Free Organic Synthesis Using Focused Microwaves. Journal of Synthetic Organic Chemistry. 1998, No. 9, pp 1213-1234.

MILLER, Dennis. Química de Alimentos. Manual de Laboratorio. Primera Edición. Limusa Wiley. 2001, pp 25-28.

MILLER, Gail.L. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. Analytical Chemistry. 1959, Vol. 31, No. 3, pp 426-428.

MINGOS, D. Michael. Microwaves in Chemical Synthesis. Chemistry and Industry. 1994, No. 15, pp 596-599.

MONZON, Domingo. Introducción al Diseño de Experimentos. UCV. Alcance 32. Tercera Edición. 1992, pp 65-85.

NADKARNI, R. Applications of Microwave Oven Sample Dissolution in Analysis. Analytical Chemistry. 1984, Vol. 56, No. 12, pp 2233-2237.

NAKAMURA, Shoichiro. Análisis Numérico y Visualización Gráfica con MATLAB. Prentice – HALL Hispanoamericana. México, 1997. 476p

ORDUZ, Juan. ; VERGEL, Cesar. Estudio de las Variables de Proceso para el Diseño de un Reactor Tubular para Hidrólisis Ácida Continua de Almidones. Tesis. UIS. 1987.

PLAZL, I. ; PIPUS, G. ; KOLOINI, T. Microwave heating of the continuous flow catalytic reactor in a nonuniform electric field. American Institute of Chemical Engineers. AIChE Journal. 1997, Vol 43, No. 3, p 754.

POLLINGTON, Stephen. ; BOND, Gary. ; MOYES, Richard. ; WHAN, David. ; CANDLIN, John. ; JENNINGS, Roberts. The Influence of Microwaves on the Rate of Reaction of Propan-1-ol with Ethanoic Acid. Journal of Organic Chemistry. 1991, Vol. 56, No. 3, pp 1313-1314.

POTTER, Norman. ; HOTCHKISS, Joseph. Food Science. Chapman & Hall. Fifth Edition. 1995, pp 24-30 ; 256-263.

RAFOLS, Wifredo. Aprovechamiento Industrial de los Productos Agrícolas. Salvat Editores, S.A. 1964, pp 129-196.

RAJA, K. ; THOMAS, P.P. kinetics of starch degradation by microwave radiation. Trends Carbohydr. Chem., Carbohydr. Conf., 9th 1993. pp 97-106.

RANER, Kevin. ; STRAUSS, Christopher. ; TRAINOR, Robert. A new microwave reactor for batchwise organic synthesis. Journal of Organic Chemistry. 1995, Vol. 60, No. 8, pp 2456-2460.

RANER, Kevin. ; STRAUSS, Christopher. ; VYSKOC, Ferdinand. ; MOKBEL, Luci. A

Comparison of Reaction Kinetics Observed under Microwave Irradiation and Conventional Heating. *Journal of Organic Chemistry*. 1993, Vol. 58, No. 4, pp 950-953.

SCHIFFMANN, Robert. *Food Product Development for Microwave Processing*. *Food Technology*. 1986, Vol. 40, No. 6, pp 94-98.

SIVALINGAM,G. ; AGARWAL, Nitin. ; MADRAS, Giridhar. Kinetics of microwave-assisted oxidative degradation of polystyrene in solution. *American Institute of Chemical Engineers. AIChE Journal*. 2003, Vol 49, No. 7, p 1821-1826.

STATGRAPHICS for windows 4.0. *Statistical Graphics Corp.* 1994 – 1999. En : [http://www. Statgraphics.com](http://www.Statgraphics.com)

SUTTON, Willard. ; FATHI, Zak. ; SALTIEL, Craig. *Materials Processing with Microwave Energy*. *Mark Mechanical Engineering-CIME*. 1995, Vol. 117, No. 8, pp 102-105.

VALENCIA, Hugo. ; ORDUZ, Juan. ; VERGEL, César. *Estudio de las Variables de Proceso en la Hidrólisis Ácida Continua de Almidones*. *XV Congreso Colombiano de Ingeniería Química*. Bucaramanga. 1987, Tomo II, pp 159-168.

VALENCIA, Hugo. *Estudio Comparativo de la Hidrólisis Ácida de los Almidones Extraídos de la Yuca, Papa y Boré*. U.I.S. 1984.

VALENCIA, Hugo. *Estudio Técnico Económico Preliminar de un Proceso Continuo de Hidrólisis Ácida*. U.I.S. 1991, pp 1-48.

WHISTLER, Roy. ; BEMILLER, James. ; PASCHALL, Eugene. *Starch : Chemistry and Technology*. Academic Press. Second Edition. 1984 pp 222-232.

WHISTLER, Roy. *Methods in Carbohydrate Chemistry*. Academic Press. Volume IV. 1964.

WINNING, Brenda. ; SMITH, STEVEN. Starch. Mark Biological Sciences Review. 1999, Vol. 12, No. 1, p 2.

www.sieca.org.gt/.../InformesSolicitados/Inf_sobre_utilizacion_del_jarabe_de_glucosa_en_CA.pdf . Secretaria de Integracion Economica Centroamericana.

YU, Hui-Ming. ; CHEN, Shui-Tein. ; SUREE, Phutrakul. ; NUANSRI, Rakariyatham. ; WANG, Kung-Tsung. Effect of Microwave Irradiation on Acid-Catalyzed Hydrolysis of Starch. Journal of Organic Chemistry. 1996, Vol. 61, No. 26, pp 9608-9609.

YÚFERA, Eduardo. Química de los Alimentos. Editorial Síntesis. Primera Edición. 1998, pp 113-124.

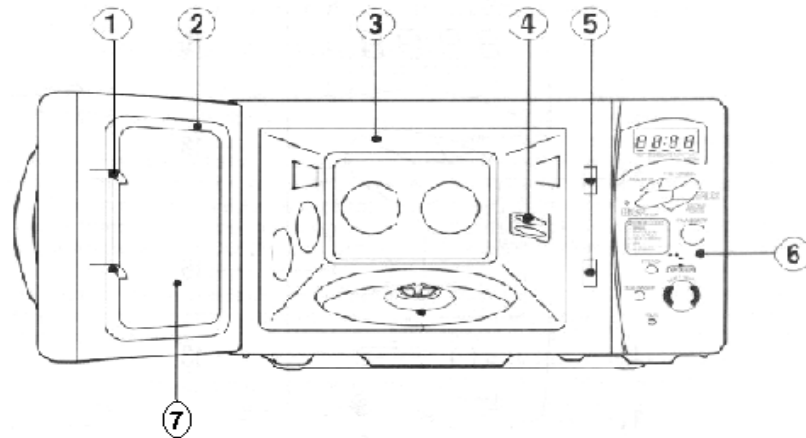
ANEXOS

ANEXO A

ESPECIFICACIONES DEL HORNO DE MICROONDAS UTILIZADO EN LOS ENSAYOS

La figura 33 muestra las principales características del horno de microondas utilizado para las pruebas.

Figura 33. Diagrama de características del horno microondas.



- 1. Ganchos del seguro de la puerta :** Este horno funciona solamente cuando la puerta está cerrada totalmente. Si se abre la puerta, el horno deja de funcionar y de producir microondas, hasta que la puerta se vuelve a cerrar.
- 2. Sello de la puerta :** Este sello mantiene a las microondas dentro de la cavidad y asimismo previene la fuga de éstas.
- 3. Cavidad del horno**
- 4. Cubierta protectora :** Evita que la salida de las microondas se salpique cuando los alimentos se cocinan.
- 5. Sistema de sujeción con seguro :** Previene que el horno funcione mientras

la puerta se encuentra abierta.

6. Panel de control

7. **Ventanilla de la puerta** : Permite observar el interior. Esta ventanilla ha sido diseñada para permitir la vista al interior de la cavidad y al mismo tiempo impedir la salida de las microondas.

El nivel de potencia se ajusta por medio del botón de potencia. La siguiente tabla muestra la indicación en pantalla y su respectivo nivel y porcentaje de potencia.

Tabla 25. Niveles de potencia del horno microondas

Oprimir el botón de potencia	Nivel de potencia (indicación en la pantalla)	Porcentaje aproximado en potencia
Cinco veces	P-20	20%
Cuatro veces	P-40	40%
Tres veces	P-60	60%
Dos veces	P-80	80%
Una vez	P-HI	100%

El tiempo del horno puede ajustarse desde 10 segundos como mínimo hasta un intervalo máximo de 60 minutos.

El ajuste de tiempo varía en intervalos de 10 segundos hasta llegar a 5 minutos, posteriormente aumenta a intervalos de 30 segundos hasta llegar a 10 minutos y luego continúa variando en intervalos de 1 minuto hasta los 60 minutos.

ANEXO B

DETERMINACIÓN DE GLUCOSA MEDIANTE EL MÉTODO ENZIMÁTICO DE GLUCOSA OXIDASA Y PEROXIDASA

Kit SERA-PACK® Plus.

Principio

La glucosa se convierte por la acción de la glucosa oxidasa en ácido glucónico y peróxido de hidrógeno, que en presencia de peroxidasa oxida el cromógeno (4-aminoantipirina/fenol) en un compuesto de color rojo.

Procedimiento

- Preparar el blanco, estándar y la muestra de acuerdo al siguiente esquema:

	BLANCO	ESTÁNDAR	MUESTRA
Reactivo	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Agua destilada	10 µL	–	–
Estándar	–	10 µL	–
Muestra	–	–	10 µL

Incubar durante diez minutos a 37 °C y medir la absorbancia a 500 nm. Se calibra el 0 de absorbancia con el blanco y se mide la absorbancia de la muestra y del estándar. La concentración de glucosa se determina mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Concentración de glucosa} = \frac{\text{Absorbancia de la muestra}}{\text{Absorbancia del estándar}} \times n \quad n = 1 \text{ g/L}$$

n = concentración del estándar

ANEXO C

CÓDIGOS EN MATLAB PARA LA REALIZACIÓN DE LA SUPERFICIE DE RESPUESTA

Algoritmo para la superficie de respuesta modelo 5.

```
clear, clf
xa = -1.41421: .1: 1.41421;
ya = -1.41421: .1: 1.41421;
[x,y] = meshgrid (xa,ya);
z = 87.1333 + 7.55317.*x + 3.02598.*y - 8.10833.*x.*y - 8.13337.*x.*x +
8.21569.*y.*y.*y - 9.65021.*y.*y.*y.*y + 4.17526.*y.*y;
mesh(x,y,z)
```

Algoritmo para los contornos de la superficie de respuesta modelo 5

```
clear, clc, clf, axis ('square')
xm = -1.41421: .1: 1.41421; ym = -1.41421: .1: 1.41421;
[x,y] = meshgrid (xm,ym);
z = 87.1333 + 7.55317.*x + 3.02598.*y - 8.10833.*x.*y - 8.13337.*x.*x +
8.21569.*y.*y.*y - 9.65021.*y.*y.*y.*y + 4.17526.*y.*y;
zmax=max(max(z)); zmin = min(min(z));
dz = (zmax-zmin)/50;
nivel = zmin + 0.5*dz : dz : zmax;
h= contour (x,y,z,nivel);
clabel (h, 'manual')
```