

6. MATERIALES Y MÉTODOS

6.1 Materias primas

Se seleccionaron dos variedades de tuna: la Villanueva (*Opuntia ficus-indica*) y Cardona (*Opuntia streptacantha*). La primera se adquirió en un mercado de la ciudad de Puebla y la segunda en un mercado de la ciudad de Zacatecas.

6.2 Métodos

6.2.1 Proporción

Se estableció pesando la cáscara del fruto, posteriormente la pulpa con semillas y después se pesaron las semillas; obteniendo el peso de la pulpa por diferencia. Se utilizó una balanza para cuantificar los pesos y un extractor de jugo para separar la semilla de la pulpa.

6.2.2 Humedad

Se determinó la humedad de los frutos utilizando el Método Oficial de la A. O. A. C. 925.45, Secado al vacío. Se utilizó una estufa con vacío de 50 mm de Hg y una temperatura de 70°C, por un periodo de 4 h, se enfría la charola con la muestra en un desecador y se pesa.

6.2.3 Densidad del fruto

Se obtuvo de la relación existente entre la masa y el volumen (Ec. 13), cuantificando la masa por medio de una balanza y el volumen por desplazamiento de agua (Surmacka – Szvzesni, 1983).

$$\text{Densidad} \quad \rho = \frac{m}{V} \quad (\text{Ec. 13})$$

Donde: ρ = densidad (kg/m³)

m = masa (kg)

V = volumen obtenido por desplazamiento en una probeta (m³)

6.2.4 Parámetros de textura

Se determinaron los siguientes parámetros de textura utilizando un texturómetro TA-XT2, fabricado por Stable Micro Systems en Haslemere Inglaterra, tanto para la tuna con cáscara como sin ella:

Compresión. Se midió con la técnica de compresión al 25%, usando como aditamento un plato de 52 mm de diámetro y 11 mm de espesor, y una velocidad de 1 mm/s (Chen y Hosney, 1995).

Penetración. Se establecieron dichos valores utilizando una aguja de 3mm de diámetro, distancia 6 mm y velocidad 1 mm/s (Del Valle et al., 2005; Beirão – da – Costa et al., 2006).

6.2.5 pH

Se midió con la técnica de inmersión del electrodo, utilizando un potenciómetro de la marca Hanna modelo H198107, fabricado por Hanna Instruments Ltd. en Maurithus, calibrado con buffer pH 7 y 4.

6.2.6 Acidez

Se obtuvo por el método 942.15 de la AOAC para acidez titulable de productos de fruta, utilizando una solución valorada de NaOH 0.1N, fenoftaleína como indicador para las soluciones de bajo color y titulación potenciométrica hasta llegar a un pH de 8.3 para las muestras cuyo color no permitió observar el vire de la fenoftaleína.

6.2.7 Sólidos solubles totales

Se determinaron como Grados Brix (°Bx), utilizando un refractómetro de la marca ATAGO, elaborado por la ATAGO CO., LTD en Saitama, Japón.

6.2.8 Índice de madurez

Se determinó de la relación entre la acidez y los sólidos solubles totales, de acuerdo con la PC – 056 – 2006 de la Secretaria de Economía, como se muestra en la siguiente ecuación.

$$\text{Índice de madures} \qquad IM = \frac{SST}{Ac} \qquad (\text{Ec. 14})$$

Donde: IM = Índice de Madurez

SST = Sólidos Solubles Totales

Ac = Acidez titulable

6.2.9 Color

Se determinó con el Colorímetro COLORGARD SYSTEM 5, fabricado por BYK Gardner en Estados Unidos, en modo de reflectancia, en la escala L, a, b de Hunter. A los datos obtenidos se les calculó el cambio neto de color ΔE (Ec. 15) respecto a la primer semana, y el tono **H** (Ec. 16), que es el grado en el que esta ubicado sobre el sólido de color (Fig. 1), a cada tiempo de medición (Argáiz – Jamet, 1999b).

Cambio neto de color (ΔE)
$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2}$$
 (Ec. 15)

Donde: ΔE : es el cambio neto de color

ΔL : es el cambio del parámetro de luminosidad

Δa : es el cambio del parámetro que va de verde a rojos

Δb : es el cambio del parámetro que va de azules a amarillos

Tono (H)
$$H = \tan^{-1}(b/a)$$
 (Ec. 16)

Donde: H: es el tono

a: es el parámetro que va de verde a rojos

b: es el parámetro que va de azules a amarillos



Fig. 1. Sólidos de color para las escalas L, a, b y CIELab.

6.2.10 Elaboración del jugo fresco

Se realizó utilizando un extractor de jugos marca TURMIX de uso rudo, fabricado por TURMIX DE MEXICO, S. A. DE C. V., en Tlalnepantla, Edo. de México, México. Posteriormente el jugo se dejó en reposo por un tiempo aproximado de 10 a 15 minutos hasta que separó de manera natural de la pulpa, después se retiró de manera manual con coladores y posteriormente se colocaron 1.5 litros del jugo en bolsas que se congelaron a -40 °C, hasta la elaboración del jugo concentrado.

6.2.11 Concentración del jugo

La concentración del jugo, se llevó a cabo en un Rotavapor R – 111 de la marca Büchi auxiliado por un baño de la misma marca modelo 461, ambos de elaborados por BÜCHI Labortechnik AG en Flawil, Suiza. Además se utilizó una bomba de vacío de la marca SIEMENS tipo 1RF3 055-4YC41 fabricada en SIEMENS en Guadalajara, Jal. México. Previo a la concentración se descongeló el jugo, posteriormente se concentró en lotes de jugo de 250 mL por carga, a una presión de 508 mm de Hg. El tiempo de residencia varió en un rango de 25 a 35 minutos, y la temperatura del baño se incrementó de 55 a 85 °C, aproximadamente 10°C por cada 10 minutos.

6.2.12 Densidad del jugo

Se determinó por triplicado utilizando picnómetros de Fisher, calculando la densidad con la siguiente ecuación modificada de la densidad relativa (Zainal et al., 2000):

$$\text{Densidad del jugo} \quad \rho_{\text{jugo}} = \frac{m_3 - m_1}{(m_2 - m_1)\rho_{H_2O}} \quad (\text{Ec. 17})$$

Donde: ρ_{jugo} = densidad del jugo (kg/m³)

m_1 = masa picnómetro vacío (kg)

m_2 = masa picnómetro con agua (kg)

m_3 = masa picnómetro con jugo (kg)

ρ_{H_2O} = densidad del agua (kg/m³)

6.2.13 Propiedades Reológicas

Se determinaron utilizando un viscosímetro Brookfield modelo DV-I para altas viscosidades y un Reómetro digital Brookfield modelo DV-III para bajas viscosidades, ambos fabricados en Stoughton, MA Estados Unidos por Brookfield Engineering Laboratories, Inc. Se utilizó el adaptador para muestra pequeña con chaqueta y un recirculador para mantener la temperatura constante, para ambos viscosímetros.

El adaptador para muestra pequeña (Fig. 2) es un aditamento que permite utilizar muestras entre 2 y 16 mL dependiendo de la cámara con la que se cuente y el tipo de aguja a utilizar (manual de Viscosímetro Brookfield DVI).



Fig. 2. Adaptador para muestra pequeña.

Dado que se cuenta con una chaqueta se puede conectar un recirculador y mantener la temperatura hasta un máximo recomendado por el fabricante de 100 °C (manual de Viscosímetro Brookfield DVI). El adaptador para muestra pequeña cuenta con un soporte metálico, una chaqueta, una cámara cilíndrica y una aguja (Fig. 3).



Fig. 3. Aditamentos del adaptador para muestra pequeña.

Para su instalación se realizan los siguientes pasos:

1. Se fija la chaqueta al soporte metálico incluido a través de uno de los dos tornillos sujetadores y el otro se sujeta al viscosímetro (Fig. 4).



Fig. 4. Modo de fijar el adaptador para muestra pequeña al viscosímetro.

2. Se conectan las salidas de la chaqueta por medio de mangueras a un recirculador de agua con control de temperatura (Fig. 5).



Fig. 5. Conexión entre el recirculador y la chaqueta del adaptador para muestra pequeña.

3. Se une la aguja al conector y posteriormente se atornilla al equipo (Fig. 6).



Fig. 6. Modo de instalar la aguja al viscosímetro.

Posteriormente se prosigue de acuerdo al tipo de viscosímetro que se esté utilizando.

La cámara del adaptador es modelo 13R de diámetro de 19.05 mm, profundidad de 64.77 mm y la aguja utilizada fue la SC4 – 27. Dados el modelo de la cámara y la aguja a utilizar, del Apéndice A.9 del manual de Viscosímetro Brookfield DVI se obtiene la cantidad de muestra requerida, la cual es de 10.5 mL.

Para la obtención del esfuerzo cortante (τ) y la velocidad de deformación ($\dot{\gamma}$) se utilizaron las siguientes ecuaciones (Manual del viscosímetro DV – I:

$$\text{Velocidad de deformación} \quad \dot{\gamma} = \frac{2 \omega R_c^2 R_b^2}{x^2 (R_c^2 - R_b^2)} \quad (\text{Ec. 18})$$

$$\text{Donde: } \omega \text{ es la velocidad angular} \quad \omega = \left(\frac{2 \pi}{60} \right) N \quad (\text{Ec. 19})$$

N son las revoluciones por minuto RPM

R_c es el radio de la cámara = 0.9525 cm

R_b es el radio de la aguja = 0.5880 cm

X es el radio al cual se calcula la velocidad de deformación

(normalmente es el mismo valor de R_b en cm) = 0.5880 cm

Esfuerzo cortante
$$\tau = \frac{M}{2 \pi R_b^2 L} \quad (\text{Ec. 20})$$

Donde: M es el torque de entrada del instrumento
$$M = \frac{\%T(T_{m\acute{a}x})}{100} \quad (\text{Ec. 21})$$

$\%T$ es el la lectura del torque

$T_{m\acute{a}x}$ es el torque mximo del instrumento para el DV I de

14 374.0 (dina · cm) y para el DV III de 673.7 (dina · cm)

L es la longitud efectiva de la aguja = 3.9290 cm

Para la modelacin de los datos, se utilizaron los modelos de Ley de Potencia (Ec. 2) y Herschel – Bulkley (Ec. 4). A los valores obtenidos por estos modelos se les realizaron las pruebas de bondad de ajuste PEM o porcentaje de error medio (Ec. 22) y RMSE o raz cuadrada del error medio (Ec. 23) (Prez Herrera, 2003).

Porcentaje de error medio
$$PEM = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{|\tau_{exp} - \tau_{pred}|}{\tau_{exp}} \right) \quad (\text{Ec. 22})$$

Donde: n es el nmero de mediciones

τ_{exp} : es el esfuerzo cortante experimental (Pa)

τ_{pred} : es el esfuerzo cortante predicho por el modelo (Pa)

Raíz cuadrada del error medio $RMSE = \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\tau_{\text{exp}} - \tau_{\text{pred}})^2 \right]^{\frac{1}{2}}$ (Ec. 23)

Donde: n es el número de mediciones

τ_{exp} : es el esfuerzo cortante experimental (Pa)

τ_{pred} : es el esfuerzo cortante predicho por el modelo (Pa)

6.2.14 Análisis microbiológico

Se determinarán:

- **Mesófilos aerobios**, con el método presentado por la norma NOM-092-SSA1-1994, utilizando la técnica de siembra en profundidad y como medio de cultivo AGAR Nutritivo, e incubando a una temperatura de 35 ± 2 °C durante 48 ± 2 horas y posteriormente se realizó la cuenta de las colonias.
- **Mohos y levaduras**, con el método presentados por la norma NOM-111-SSA1-1994, usando la técnica de siembra en profundidad. El medio de cultivo usado fue AGAR papa – dextrosa acidificado con ácido tartárico al 10%, la muestra fue incubada a 25 ± 1 °C por un periodo de 5 días. Después de los cuales se procedió a realizar la cuenta de colonias.

Considerando los límites presentados en la norma NOM-130-SSA1-1995 para jugos pasteurizados.

6.2.15 Análisis estadístico

Para el análisis estadístico se utilizó el software MINITAB® Release 14 para Windows Statistical Software 2003, elaborado en Pennsylvania por Minitab Inc.

Se realizó un análisis de varianza de una vía o ANOVA con un 95% de confianza para los parámetros de acidez, pH, densidad y parámetros de color (L, a, b), para poder observar la existencia de cambios significativos durante el almacenamiento, considerando las variables independientes de manera cualitativa y sin asumir la naturaleza de las relaciones existentes. Este análisis utiliza una prueba de hipótesis para dos muestras con el estadístico de prueba **t**, para probar que ambas medias poblacionales son iguales (Minitab Inc., 2003).

También se realizó un análisis de superficie de respuesta para el diseño de experimentos para un arreglo factorial adecuado a los valores obtenidos y con un 95% de confianza para determinar los coeficientes de las ecuaciones que describen los comportamientos de los parámetros reológicos **k** y **n** en función de la temperatura, la concentración y el tiempo para cada variedad de tuna. Este tipo de análisis se usa para examinar las relaciones existentes entre una o más variables de respuesta y grupo de variables experimentales. Uno de sus usos es la modelación de dichas relaciones (Minitab Inc., 2003).