

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

Validación de un proceso para la recuperación de ácidos orgánicos
en la antioxidación de banano.

PROYECTO INTEGRADOR

Previo la obtención del Título de:

Ingeniero Químico

Presentado por:

Julia Alexandra Cheing Ramírez

Luis Fernando Benavides Salazar

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2022

DEDICATORIA

Dedico el presente proyecto a mis padres celestiales Dios y la virgen María, también a mis padres terrenales Jorge y Alexandra por su amor y apoyo incondicional a lo largo de toda mi carrera, y a mi hermana Nohelia por no dejarme dar por vencida. A mis profesores que me ayudaron a formarme como ingeniera química, en especial a la PhD Paola Almeida por confiar en mi potencial, incluso cuando yo no creía en mí. Y a mis amigos Gary, Luis, Paola, Andrea, Michael, Priscila, Carolina y Angélica por haberme brindado tantos momentos felices.

Julia Alexandra Cheing Ramírez

Dedico el presente proyecto a Dios, también a mis padres su amor y apoyo incondicional a lo largo de toda mi carrera, y a mis hermanos. Y a mis profesores que me ayudaron a formarme como ingeniero químico. Y a la hermana de Julia, Nohelia por haberme apoyado en este poco tiempo.

Luis Fernando Benavides Salazar

AGRADECIMIENTOS

Nuestro agradecimiento infinito va para Dios, por brindarnos salud, fortaleza y capacidad a lo largo de nuestras vidas. A la MsC. Andrea Barcia por habernos dado pautas para nuestra formación profesional en el desarrollo de este proyecto. Al Ing. Xavier Bastidas y a la Ing. Mariana, del departamento de calidad por compartir sus conocimientos y abrirnos las puertas de la empresa. A la Ing. Maribel y a la Ing. Andrea Ortega de bromatología por su apoyo incondicional. Finalmente, a todos nuestros profesores de la carrera por sus conocimientos impartidos para hacer posible nuestra preparación profesional.

DECLARACIÓN EXPRESA

“Los derechos de titularidad y explotación, nos corresponde conforme al reglamento de propiedad intelectual de la institución; *Luis Fernando Benavides Salazar* y *Julia Alexandra Cheing Ramírez* y damos nuestro consentimiento para que la ESPOL realice la comunicación pública de la obra por cualquier medio con el fin de promover la consulta, difusión y uso público de la producción intelectual”

Luis Benavides S.

Luis Fernando
Benavides Salazar

Julia Cheing

Julia Alexandra
Cheing Ramírez

EVALUADORES

.....
M. Sc. Nadia Flores Manrique

PROFESOR DE LA MATERIA

.....
M. Sc. Andrea Barcia Quimi

PROFESOR TUTOR

RESUMEN

El proceso de antioxidación en la industria bananera es una de las etapas más importantes a controlarse para garantizar la calidad del banano. Este proceso genera un gran volumen de desechos debido a un inexistente procedimiento para tratar las aguas residuales generadas del mismo. Este proyecto tiene como finalidad validar un proceso de recuperación de ácidos a partir de las aguas de residuales de esta etapa. Para esto fue necesario el desarrollo de un diseño experimental bien elaborado y de un análisis económico y estadístico para analizar la funcionabilidad y viabilidad del mismo.

La validación del proceso fue realizada usando procedimientos presentes en las normas AOAC 976.15 y AOAC 939.05. Los resultados de ésta arrojaron que el proceso es reproducible y homogéneo, logrando porcentajes de recuperación de ácidos próximas al 80% y porcentajes de remoción de contaminante mayores a 14,2% bajo una relación 10:2 agua contaminada-gelatina, tiempo de reacción de 5 minutos y concentración de gelatina del 0,5%. Además, se comprobó que la mezcla de proporción 70-30 agua inmersión contaminada-agua nueva logra cumplir los parámetros de calidad del banano en la empresa. Por otra parte, el análisis económico reveló un VAN de \$60082 y una TIR de 65,46% con un período de recuperación de 1,3 años.

En base a estos resultados, se concluyó que el proceso cumple la función para la cual se diseñó siendo efectivo y permitiendo ser rentable para la empresa.

Palabras claves: Validación, Recuperación, Ácidos, Banano.

ABSTRACT

The anti-oxidation process in the banana industry is one of the most important stages to be controlled to guarantee the quality of the banana. This process generates a large volume of waste due to a non-existent procedure to treat the wastewater generated from it. The purpose of this project is to validate an acid recovery process from the wastewater from this stage. For this, it was necessary to develop a well-prepared experimental design and an economic and statistical analysis to analyze its functionality and viability.

The validation of the process was performed using procedures present in the AOAC 976.15 and AOAC 939.05 standards. The results of this showed that the process is reproducible and homogeneous, achieving acid recovery percentages close to 80% and contaminant removal percentages greater than 14.2% under a 10:2 ratio of contaminated water-gelatin, reaction time of 5 minutes and gelatin concentration of 0.5% In addition, it was found that the mixture of 70-30 proportion contaminated immersion water-new water manages to meet the quality parameters of the banana in the company. On the other hand, the economic analysis revealed a NPV of \$60,082 and an IRR of 65.46% with a recovery period of 1.3 years.

Based on these results, it was concluded that the process fulfills the function for which it was designed, being effective and allowing it to be profitable for the company.

Keywords: Validation, Recovery, Acids, Banana.

ÍNDICE GENERAL

CAPÍTULO 1	1
1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA.....	1
1.2 JUSTIFICACIÓN DEL PROBLEMA.....	2
1.3 OBJETIVOS.....	3
1.3.1 Objetivo general	3
1.3.2 Objetivos específicos	3
1.4 MARCO TEÓRICO.....	4
1.4.1 Sector bananero en el Ecuador	4
1.4.2 Pardeamiento enzimático	5
1.4.3 Reacción tanino-gelatina	6
1.4.4 Factores que influyen en la reacción a estudiar.....	7
1.4.5 Estándares de calidad del banano	8
1.4.6 Sistema de recuperación de ácidos orgánicos	9
1.4.7 Validación	9
CAPÍTULO 2	11
2. METODOLOGÍA.....	11
2.1 Revisión bibliográfica.....	11
2.1.1 Selección de variables a estudiar en la etapa de reacción	11
2.1.2 Componentes claves para la validación	12
2.1.3 Procedimientos normados usados para la fase I del diseño experimental.....	12
2.1.3.1 Determinación de la concentración de ácido ascórbico.....	13
2.1.3.2 Determinación de la concentración de ácido cítrico.....	13
2.2 Toma y análisis de muestras para la fase experimental	13
2.3 Diseño experimental y análisis estadístico.....	13

2.3.1	Especificaciones y criterios de aceptación para validar el proceso.....	15
2.3.2	Experimentación con agua de inmersión.....	16
2.3.3	Experimentación con banano	16
2.3.3.1	Análisis estadístico para tratamiento de datos.	17
2.4	Análisis económico.....	17
CAPÍTULO 3.....		18
3.	RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	18
3.1	Análisis de la degradación del ácido ascórbico.....	18
3.2	Diseño experimental y análisis estadístico.....	20
3.2.1	Fase I de la validación del proceso.	20
3.2.2	Fase II de la validación del proceso.	26
3.3	Análisis económico.....	29
CAPÍTULO 4.....		30
4.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	30
BIBLIOGRAFÍA.....		32
APÉNDICE.....		37
.....		37

ABREVIATURAS

PPO	Polifenol Oxidasa
POD	Peroxidasa
FAO	Organización de Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación
AEBE	Asociación de Exportadores de Banano en el Ecuador
CIIU	Clasificación Nacional de Actividades Económicas
FDA	Food and Drug Administration
GTZ	Cooperación Técnica Alemana
USP	Farmacopea de Estados Unidos
AOAC	Asociación de Químicos Analíticos Oficiales
VAN	Valor Actual Neto
TIR	Tasa Interna de Retorno
air	agua de inmersión recuperada
aic	agua de inmersión contaminada
ain	agua de inmersión nueva

SIMBOLOGÍA

mL	Mililitros
L	Litros
h	Horas
min	Minutos
mg	Miligramos
°C	Grados centígrados
cm	Centímetros
N	Normal
%m/v	Porcentaje peso-volumen
pH	Potencial de Hidrógeno
°Brix	Grados Brix

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Etapas para la metodología.....	11
Figura 2.2 Algoritmo del diseño experimental.....	14

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 3.1 Curva cinética de la degradación del ácido ascórbico en muestras de agua de inmersión de banano.....	18
Gráfica 3.2 Resultados del método integral para la determinación del orden de reacción.	19
Gráfica 3.3 Análisis de la recuperación de ácidos en el agua de inmersión.....	23
Gráfica 3.4. Gráficas de test de normalidad para porcentajes de recuperación y remoción obtenidos en el proceso de recuperación.	24
Gráfica 3.5. Análisis de los parámetros de calidad del banano mediante R Studio.....	27
Gráfica 3.6. Análisis de normalidad mediante R Studio.....	28

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1. Normas y métodos usados para el diseño experimental.....	12
Tabla 2.1. Rango de aceptación para porcentajes de recuperación y de remoción.	15
Tabla 2.2. Rango de aceptación de los parámetros de calidad del banano establecidos por la empresa.	15
Tabla 3.1. Parámetros cinéticos del modelo y ecuación de velocidad.	20
Tabla 3.2. Resultados obtenidos probando las condiciones de tesis previa para agua contaminada y recuperada.	21
Tabla 3.3. Porcentajes de recuperación de ácidos y de remoción de contaminante.	21
Tabla 3.4. Resultados previos para determinar la mejor condición de operación a validar.	21
Tabla 3.5. Resultados para cada tratamiento.	22
Tabla 3.6. Valores p obtenidos usando el Test de Shapiro-Wilk en R Studio.	25
Tabla 3.7. Valores p obtenidos usando ANOVA en R Studio en base a resultados de la primera fase de la validación.	25
Tabla 3.8. Valores p obtenidos usando la prueba de Barlett en R Studio en base a resultados de la primera fase de la validación.	25
Tabla 3.9. Valores promedios obtenidos y rango de aceptación permitido para parámetros de calidad del banano en las diferentes pruebas.....	26
Tabla 3.10. Valores p usando Test de Shapiro-Wilk y Barlett para los parámetros de calidad.....	29
Tabla 3.11. Valores p obtenidos usando ANOVA en R Studio en base a resultados de la segunda fase de la validación.	29
Tabla 3.12. Indicadores económicos	29

CAPÍTULO 1

1. INTRODUCCIÓN

1.1 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

Uno de los principales objetivos de la industria alimentaria es desarrollar procesos que logren el cumplimiento de todos los requisitos y normas regulatorias para conseguir productos de calidad. Debido a esto, nace la necesidad de la mejora continua en los procesos, cuya finalidad es asegurar que los procesos y productos cumplan con las especificaciones para las cuales fueron diseñados. Para esto, es indispensable analizar el cómo se desarrollan estos procesos y encontrar dónde se producen posibles desviaciones que requieran estrategias de corrección (Moreno, 2008).

En la búsqueda por conseguir esta mejora surge el concepto de validación, el cual consiste en establecer evidencia documentada que permita comprobar con un alto grado de confiabilidad que un proceso, método, procedimiento o sistema específico producirá de forma consistente los resultados esperados. En este sentido, garantiza que se controlen todos los factores que influyen en el desarrollo de un producto. Con esto se logra que cada etapa se lleve a cabo correctamente, teniendo la certeza de que se cumplen con las especificaciones y los parámetros de calidad establecidos (Lazos & Hernández, 2004).

Un proceso nuevo o existente, carente de seguimiento, pruebas y verificación de resultados es uno cuya efectividad no es conocida. Así mismo, procesos que hayan tenido modificaciones a causa de cambio de proveedores en materia prima, empaque, entre otros, ocasionan problemas al producto final como resultado de una variabilidad en la calidad por lote (Vera, 2018). De esta manera, los procesos que cumplen con estas características deben ser validados para evitar no conformidades.

Para la implementación de un proceso nuevo dentro de las etapas de producción, se necesita inicialmente tener un seguimiento a nivel de laboratorio. Para que, tras un proceso de escalado se tenga su diseño e implementación a escala piloto, con lo que

se logra finalmente predecir su comportamiento a nivel industrial. Para cada una de las diferentes etapas, la validación de la escala y de los regímenes de operación constituye la tarea crítica a realizarse (Ruiz & Álvarez, 2011).

Una empresa agroalimentaria en un esfuerzo por aplicar la mejora continua, realizó estudios preliminares para implementar un sistema de recuperación de ácidos en su proceso de antioxidación de banano. Para esto, se diseñó un modelo experimental en la recuperación de ácidos orgánicos utilizando como fundamento la precipitación tanino-gelatina. Sin embargo, al no verificar dicho proceso y existir cambios en el proceso de producción tales como: tiempo de inmersión de banano en la solución ácida y cambios de proveedor de ácidos, originan el desconocimiento en la efectividad del mismo. Por tal motivo, el presente trabajo busca validar este proceso de recuperación de ácidos para su implementación en una empresa agroalimentaria.

1.2 JUSTIFICACIÓN DEL PROBLEMA

Ecuador es uno de los mayores productores y exportadores de banano en el mundo, siendo el segundo recurso que más contribuye en su desarrollo económico. Al ser un producto de gran impacto económico en el país, la industria que se encarga de su procesamiento tiene altas exigencias con respecto a su calidad (León Serrano, Arcaya Sisalima, Barbotó Velásquez, & Bermeo Pineda, 2020).

Una nueva tecnología propone la implementación de un sistema de recuperación de ácidos orgánicos promoviendo la reducción de desechos. A su vez permite una ventaja al tener un mayor control en su descarga, reduciendo la corrosión y proporcionando un ahorro por costos de adquisición de materia prima. No obstante, la validación de este nuevo proceso es importante porque sirve para verificar su efectividad, asegurando el cumplimiento de los parámetros de calidad del producto. Así mismo, demuestra que el proceso es homogéneo, fiable y reproducible para conseguir que se cumplan con las especificaciones establecidas; es decir, se va a comprobar la uniformidad y la estandarización de un proceso. Esta demostración debe documentarse apropiadamente a través de un diseño experimental y métodos estadísticos, de acuerdo al protocolo de validación definido (Tzep, 2007).

El aporte de este estudio se centra en contribuir con un proceso de recuperación de ácidos orgánicos capaz de ser usado por nuestro cliente. De igual manera, busca minimizar el impacto ambiental y económico como resultado de los altos productos de desecho asociados a los tratamientos químicos que controlan el pardeamiento enzimático. Actualmente, una estimación menciona que por año la empresa descarta 40000 kg de ácidos y 1,5 millones de litros de agua, representando un gasto aproximado de 47849,1 \$/año (Gutiérrez & Moreno, 2021).

Aunque las empresas puedan abastecerse constantemente de recursos básicos como el agua, hay que tener presente que una mala gestión genera grandes problemas relacionados a la demanda del recurso hídrico, por ende, se debe considerar el consumo responsable. De igual forma, si se tiene un mal tratamiento del agua de desecho, generaría daños al ecosistema marino. Por lo que, al mitigar estos problemas, se fomentará la economía circular y la sostenibilidad en su proceso. Lo anteriormente expuesto se ve reflejado a través del sexto, décimo segundo y décimo cuarto objetivo de desarrollo sostenible (Parra Cortés, 2018).

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo general

- Validar un proceso de recuperación de ácidos orgánicos a escala laboratorio mediante un diseño experimental y un estudio económico, para la verificación de la efectividad, factibilidad, rentabilidad del proyecto y el cumplimiento del producto con los estándares de calidad de la empresa.

1.3.2 Objetivos específicos

- Analizar la degradación del ácido ascórbico en las muestras de agua de inmersión de banano mediante una curva cinética para el estudio de la vida útil de las muestras en la fase experimental.

- Desarrollar el diseño experimental a escala laboratorio a través de la variación de parámetros que influyen directamente en la reacción tanino-gelatina para la determinación de las condiciones de operación más adecuadas en el proceso de recuperación de ácidos.
- Elaborar un estudio económico del proyecto haciendo uso de indicadores financieros para la determinación de la viabilidad y rentabilidad del mismo.

1.4 MARCO TEÓRICO

1.4.1 Sector bananero en el Ecuador

El banano es un cultivo proveniente del sureste asiático y fue trasladado al continente americano al darse las corrientes migratorias de los comerciantes europeos. Actualmente, el cultivo de esta fruta se da en más de 150 países y cuenta con alrededor de 1000 variadas especies. En Ecuador mayormente se cosecha el tipo Musa Cavendish, esta fruta se la puede conseguir todo el año por las buenas condiciones climáticas y características favorables del suelo (Palomeque Jaramillo, 2015). En general, se aprovecha mejor en ecosistemas tropicales húmedos, donde existen lluvias prolongadas, temperaturas de 18,5 °C y suelos arenosos o arcillosos que contengan materia nitrogenada. El banano es muy apreciado por su gran poder nutritivo y tiene diversos beneficios en el cuerpo humano (Tenempaguay, 2021).

El sector bananero en el Ecuador, es un eje principal para su desarrollo económico porque genera varias plazas de empleo para muchas familias ecuatorianas, además, el banano es uno de los principales productos de exportación. Así mismo, la CIIU 4 (Clasificación Nacional de Actividades Económicas) menciona que el banano genera dinero a través de dos actividades, tanto por la agricultura como por el comercio. Con datos obtenidos del año 2018 de la FAO (Organización de Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación), Ecuador exportó 34,86% a nivel

mundial, siendo así el país que más exporta banano en todo el mundo (Sanchez, Vayas, Mayorga, & Freire, 2020).

El año 2020 fue histórico para el Ecuador en el sector bananero ya que a pesar del inconveniente de la crisis sanitaria causada por la pandemia del COVID-19 que provocó una limitada mano de obra, alza de precios en la logística, pérdidas de los productos y una gran inversión en bioseguridad, este sector logró crecer un 8,5% en comparación con el año anterior (EKOS, 2021). La AEBE (Asociación de Exportadores de Banano en el Ecuador) menciona que las exportaciones principales se realizan a la Unión Europea, Rusia y Estados Unidos, y buscan consolidarse en Asia; también durante la Convención Internacional virtual del Banano, la AEBE destacó que el banano en la post pandemia, promoverá la investigación, disminuirá los costos de producción, creará acuerdos comerciales con mercados potenciales de crecimiento y adaptará todas las normas que afectan en la actual realidad (Tenempaguay, 2021).

Para el primer período del año 2021, las exportaciones tuvieron un decrecimiento del 4,57%, según expertos se debe a tres causas: el ingreso del hongo *Fusarium R4T*, la reducción de las licencias de importación y por la lenta recuperación en la economía provocada por los precios del petróleo (PRIMICIAS, 2021).

1.4.2 Pardeamiento enzimático

El pardeamiento enzimático es un proceso en el que compuestos fenólicos se transforman en polímeros coloreados mediante reacción oxidativa catalizada por enzimas, en donde el agente oxidante es oxígeno molecular. En esta degradación oxidativa participan dos enzimas que son muy importantes en términos de calidad del banano, siendo estas la peroxidasa (POD) y polifenol oxidasa (PPO) (Jeantet, Croguennec, Schuck, & Brulé, 2016). Sin embargo, esta última es la principal responsable de acelerar su oscurecimiento y deterioro, debido a que para promover la actividad de la POD es necesario de peróxido de hidrógeno, el cual se genera por acción de la PPO.

Dado el impacto negativo de la PPO en el proceso, éste logra convertirse en un problema de primera magnitud en la industria agroalimentaria, a causa de la pérdida de calidad y valor comercial asociado a los cambios en la apariencia, propiedades organolépticas y efectos negativos sobre el valor nutricional del producto (Morante Carriel et al., 2014). Para controlar este problema es indispensable limitar o excluir alguno de los tres componentes que participan en la reacción oxidativa, esto puede realizarse a través de métodos físicos, químicos o una combinación de ambos. Entre ellos: deshidratación, congelación, exclusión de oxígeno, aplicación de radiación ionizante y el tratamiento térmico y químico.

Los tratamientos químicos son los más usuales en el control del pardeamiento enzimático. De esta manera destacan tres grupos como inhibidores de la PPO, siendo estos, agentes reductores, acidulantes y compuestos quelantes. Los sulfitos son los agentes reductores más efectivos, pero a pesar de su efectividad están sujetos a restricciones por la FDA (Food and drug administration), ya que provocan efectos adversos en la salud (Rivera, 2012). Una de las mejores alternativas al uso de sulfitos es el ácido ascórbico, aunque si bien es efectivo su principal desventaja radica en que es considerablemente reactivo y se oxida rápidamente en ácido dehidroascórbico. De esta forma tiene un efecto temporal, por lo que es común emplearlo de forma combinada con otro agente como por ejemplo el ácido cítrico. Este es un agente acidulante y antioxidante que ayuda a prolongar este efecto y que no ocasiona consecuencias adversas sobre la salud, debido a su presencia natural en la mayoría de frutas (Silveira, 2017).

1.4.3 Reacción tanino-gelatina

Los taninos son polifenoles presentan oxidación con el aire y están presentes en casi todos los tejidos vegetales, su estructura le genera propiedades únicas, la más importante es la capacidad que tiene para precipitar proteínas. En la estructura básica de un tanino, se puede identificar una característica polar debido a los grupos

hidroxilos y ácido carboxilo, es decir, que será soluble en el agua, pero no en solventes orgánicos. (Yi, Cheng, & Xing, 2006)

Los taninos precipitan a través de interacciones hidrofóbicas con soluciones de albúmina, gelatina, alcaloides y otras proteínas (Del Pino & Lajolo, 2003). Para este proyecto se utilizará gelatina como proteína, puesto que en un estudio anterior se demostró que cumple con más parámetros que otras proteínas, entre estos está que precipita más con taninos, tiene el permiso de la FDA y está regulado por el Reglamento Orgánico de Estados Unidos (Ormaza & Rodriguez, 2020).

Al estudiar esta reacción, se distinguen 2 etapas para la precipitación: una interacción débil al ensamblarse en la superficie de una molécula de proteína (gelatina) para que forme complejos y una formación de redes de los complejos con más taninos para que se produzca la precipitación como tal (Yi et al., 2006).

1.4.4 Factores que influyen en la reacción a estudiar

Las interacciones tanino-gelatina están influenciadas por las características de la proteína, tanino y condiciones de reacción entre ellas el pH, temperatura, concentración de los reactivos, agitación del fluido y tiempo de reacción (Hagerman, 1989).

La concentración de gelatina tiene un gran efecto en la reacción tanino-gelatina, es por ello que se debe elegir una adecuada concentración para una correcta formación del complejo. Generalmente en los ensayos para extraer taninos con gelatina se utilizan concentraciones en el rango de 0,5% a 1% (%m/v), además se suelen adicionar electrolitos como el cloruro de sodio a la solución de gelatina para promover la reacción (Harborne, J.B., 2007). La temperatura es otro parámetro a controlar puesto influye fuertemente en la formación del complejo, un aumento de la temperatura favorece a la velocidad de la reacción.

El tiempo necesario para que los taninos y las proteínas interactúen es muy rápido, tardando entre 15 min y una hora, mientras que el tiempo para que las partículas se asienten puede tardar entre 2 y 3 días (Harbertson, 2008).

Yi, Cheng y Xing estudiaron el efecto de la temperatura, tiempo, pH y concentración en la reacción tanino-gelatina, concluyendo que la concentración de tanino debe limitarse a un valor relativamente bajo. Además, que el intervalo adecuado para la formación del complejo se encuentra entre 10 °C y 50 °C, mientras que valores inferiores al rango mencionado ocasiona interacciones lentas y valores muy superiores causan inestabilidad del sistema y degradación de la gelatina.

La influencia de la temperatura en la formación del complejo, se debe a que los grupos hidrófobos de la gelatina están lo suficientemente expuestos para interactuar fácilmente con los taninos cuando hay un incremento de este parámetro. En cuanto al tiempo de reacción, determinaron que en la primera hora la reacción procede rápidamente y luego la interacción se vuelve lenta, completándose la reacción en aproximadamente 48 horas. También encontraron que a valores lo suficientemente bajos la capacidad de precipitación de la gelatina incrementa, siendo el complejo estable en el punto isoeléctrico de la gelatina. En cambio, a valores superiores a 8 la reacción presenta complicaciones (Yi et al., 2006).

1.4.5 Estándares de calidad del banano

La calidad está relacionada con la forma en la que el ser humano hace un servicio o un producto, el enfoque contribuye a la eficiencia y eficacia de una empresa al lograr los objetivos propuestos (Arias, 2012). Para esto, cada empresa cuenta con unos estándares de calidad, que son un conjunto de parámetros que debe tener un producto o servicio. Actualmente, se le pide al sector bananero que quiera realizar exportaciones el implemento de diversas certificaciones a nivel internacional, incluso la AEBE se encuentra trabajando para la implementación de un sello de responsabilidad social. Según datos recopilados de la GTZ (Cooperación Técnica Alemana) en el año 2014, existen 17.000 hectáreas bananeras certificadas en el Ecuador.

Todas las exportaciones de banano se enfrentan a diversos estándares sanitarios y fitosanitarios, los mercados europeos son los más exigentes y muchas veces eso causa problemas para los pequeños y medianos agricultores, sin embargo, esos mercados son los preferidos puesto que pagan grandes precios por la fruta. Pero cada año esos estándares se vuelven más exigentes (Ruíz, 2014).

En términos generales, se considera que la fruta está lista para su exportación cuando se encuentra limpia, sin manchas, de color verde oscuro con 23 cm de largo y 4,5 cm de ancho; mientras que, se rechaza si está golpeada, con manchas, contiene alguna picadura de insectos, presenta deformidad o está cercano a la vejez. Si se rechaza para exportación a grandes mercados internacionales, puede venderse a mercados cercanos como Perú y Colombia (Benítez, 2017). La empresa en la que se realiza este estudio, usa como parámetros de calidad al color, acidez, pH y °Brix.

1.4.6 Sistema de recuperación de ácidos orgánicos

El proceso de recuperación de ácidos orgánicos inicia al tomar muestras del tanque de agua de inmersión contaminada, cuya capacidad es de 140 L aproximadamente. En un recipiente se prepara la solución de gelatina al 0.5% (%m/v), en donde se deja reaccionar durante un tiempo de 5 minutos. Se adicionan en tubos de ensayo 10 mL de agua de inmersión contaminada y 2 mL de gelatina dando lugar a la formación de un precipitado a causa de la reacción tanino-gelatina. Por esto, para obtener el agua de inmersión recuperada en el proceso es necesario centrifugar y filtrar este producto (Gutiérrez & Moreno, 2021).

1.4.7 Validación

La validación de métodos o procesos, según la VIM (Vocabulario Internacional de Metrología) se refiere a la verificación de los mismos para un uso determinado. Para validar un proceso o un método es necesario que se realice un diseño del sistema, de donde se obtendrán los datos necesarios para poder analizarlos al realizar cálculos estadísticos. Evaluando los resultados, se podrá afirmar si el método es o no adecuado, preciso y reproducible.

Además, la FDA afirma que un proceso está validado siempre que existan documentos donde se evidencie que el producto cumpla con las características y especificaciones de calidad. A partir de los años 70, la FDA estadounidense presentó normativas y regulaciones en donde la BPM mostraba que la validación es un requisito de calidad principal que garantiza el estándar de calidad del producto (Bayar, 2018).

CAPÍTULO 2

2. METODOLOGÍA

La metodología utilizada para la validación del proceso de recuperación de ácidos orgánicos propuesto en la tesis de Gutiérrez y Moreno, consta de 3 etapas que pueden visualizarse en la Figura 2.1.

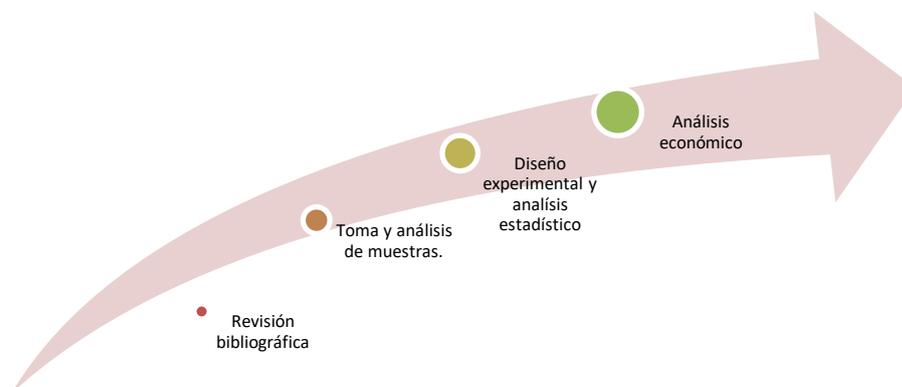


Figura 2.1 Etapas para la metodología.

2.1 Revisión bibliográfica

2.1.1 Selección de variables a estudiar en la etapa de reacción

Para elaborar el diseño experimental a aplicarse en la validación del proceso fue fundamental la selección de las variables a estudiar en la etapa de reacción. De acuerdo a la información consultada se encontró que el pH, temperatura, concentración de los reactivos y tiempo influyen en gran medida en la reacción.

A pesar de que estas variables son determinantes en la reacción de precipitación, no todas son útiles de estudiar, tal es el caso de la temperatura y pH, esto se debe en gran parte al medio en que se desarrolla la reacción, ya que se conoce que la degradación del ácido ascórbico se ve favorecida a altas temperaturas por lo que para evitar esto es conveniente trabajarlo en ambientes bajo refrigeración y debe estar a condiciones de pH inferiores a 3,5 para que éste se mantenga estable (Rivera, 2019).

Es por esto que, se seleccionó al tiempo de reacción y concentración de gelatina como las variables de estudio para la primera fase del diseño experimental.

2.1.2 Componentes claves para la validación

Los 3 componentes de esta definición incluyen:

- Evidencia documentada.
- Reproducibilidad.
- Especificaciones y atributos de calidad.

Como evidencia documentada se refiere a los experimentos, datos y resultados analíticos que apoyan la fórmula maestra, las especificaciones del producto en proceso y terminado. Para demostrar la reproducibilidad del proceso, se deben utilizar por lo menos 3 lotes después de su normalización. La reproducibilidad se demuestra solamente si estos lotes de validación cumplen con las especificaciones establecidas, mientras que, las especificaciones y atributos de calidad se refieren a los parámetros establecidos previo a la validación del proceso (Tzep, 2007).

2.1.3 Procedimientos normados usados para la fase I del diseño experimental.

Para la fase I del diseño experimental propuesto se utilizaron procedimientos de acuerdo a las normas y métodos mostrados en la Tabla 2.1:

Tabla 2.1. Normas y métodos usados para el diseño experimental.

Componente	Norma/Método
Polifenoles totales	Folin-Ciocalteu
Ácido cítrico	Montoya & Molina 1955 (HPLC) & AOAC 939,05
°Ácido ascórbico	AOAC 976,15 & USP 43- NF 38

Sin embargo, para validar la recuperación de ácido cítrico y ascórbico del proceso, se utilizaron únicamente los procedimientos de la AOAC 939,05 y USP 43- NF 38.

2.1.3.1 Determinación de la concentración de ácido ascórbico.

El método utilizado para determinar la concentración de ácido ascórbico en las muestras se basa en el procedimiento de valoración que se encuentra en la Farmacopea de los Estados Unidos. Según este método, la muestra se acidifica para luego adicionársele como indicador una solución de almidón al 0,5% (%m/v) y titularse con solución de yodo 0,1 N. El punto final de la valoración es definido por el cambio de coloración de la muestra valorada a azul intenso.

2.1.3.2 Determinación de la concentración de ácido cítrico.

Para determinar de manera indirecta la concentración de ácido cítrico en las muestras se utilizó el procedimiento de la AOAC 939,05 para acidez titulable. Las muestras se valoraron con solución de NaOH 0,1 N usando como indicador fenolftaleína hasta el viraje a color rosa pálido. De esta forma, el contenido de ácido cítrico en las muestras se determinaría de forma estequiometría, al existir únicamente ácido cítrico y ascórbico como los reactivos que contribuyen al contenido de acidez total en las muestras.

2.2 Toma y análisis de muestras para la fase experimental

Las muestras de agua de inmersión nueva y contaminada a usarse para la validación del proceso fueron tomadas directamente de la empresa a diferentes horas en recipientes ámbar. Inicialmente se tomaron muestras de agua de inmersión contaminada para estudiar la degradación del ácido ascórbico a través de un breve estudio cinético. Para esto se controló su temperatura en una hielera a las condiciones del proceso en la empresa. Con esto se planteó determinar el tiempo de vida útil que se le daría a la muestra una vez recolectada para llevar a cabo el diseño experimental. De esta forma se tomaron alrededor de 25 muestras de 10 diferentes lotes del proceso de antioxidación en las 2 primeras jornadas de producción.

2.3 Diseño experimental y análisis estadístico

El diseño experimental consta de 2 fases, las cuales se muestran en el algoritmo Figura 2.2 que se presenta a continuación:

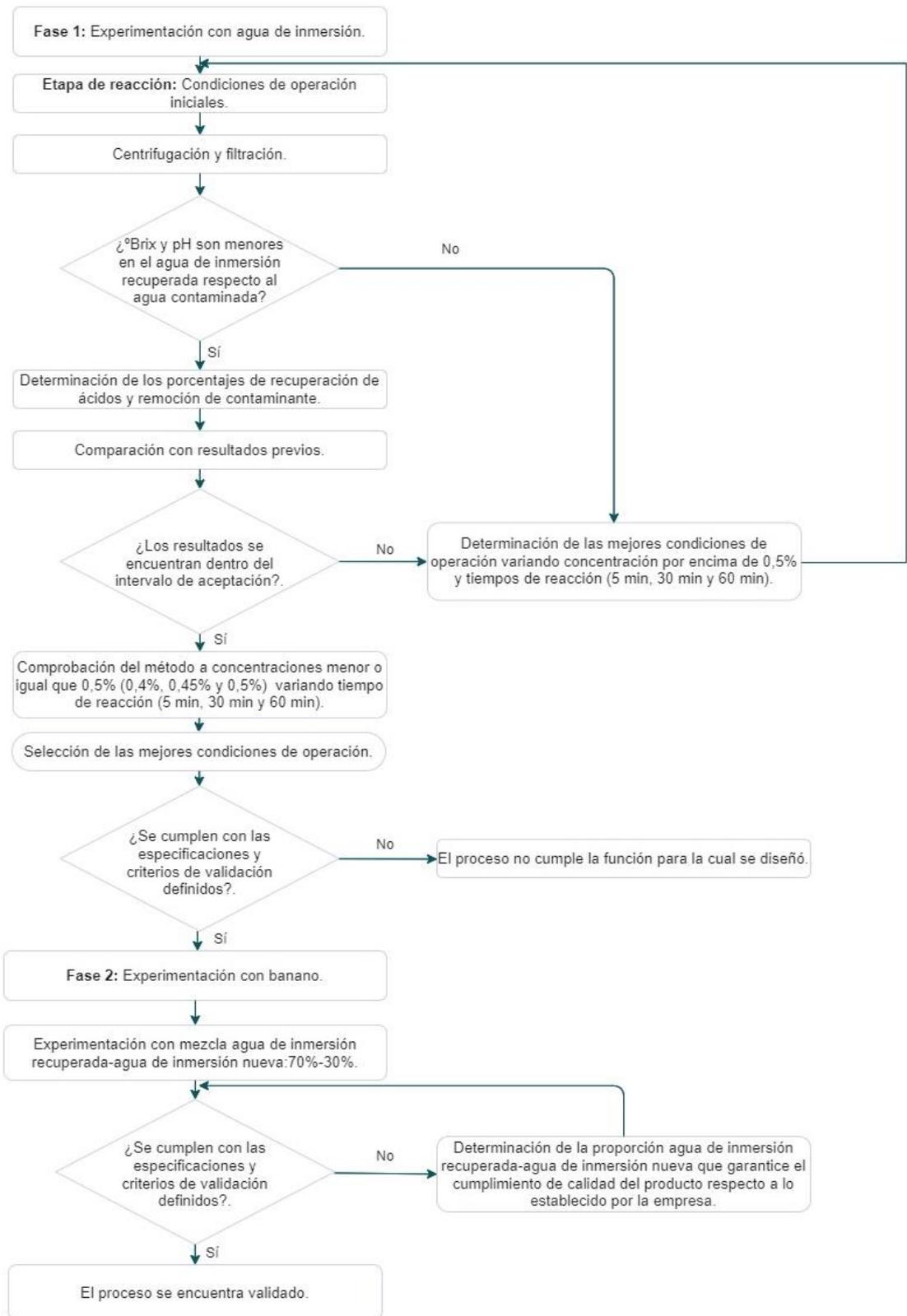


Figura 2.2 Algoritmo del diseño experimental.

2.3.1 Especificaciones y criterios de aceptación para validar el proceso

Para decir que el proceso de recuperación es válido debe cumplir con las especificaciones que se muestran en la Tabla 2.1 y 2.2 y además ser reproducible y homogéneo de acuerdo a los criterios en los que se enfoca una validación.

Tabla 2.1. Rango de aceptación para porcentajes de recuperación y de remoción.

Parámetro	Rango de aceptación
Porcentaje de recuperación de ácido ascórbico	>77,2%
Porcentaje de recuperación de ácido cítrico	>79,1%
Porcentaje de remoción de contaminante	>14,3%

Fuente: Gutiérrez y Moreno

Tabla 2.2. Rango de aceptación de los parámetros de calidad del banano establecidos por la empresa.

Parámetro de calidad	Rango de aceptación
pH	4-5
°Brix	19-21
Color (L)	65-75
Acidez	0,4-0,6

Fuente: Empresa de congelamiento de banano.

Las especificaciones para la fase 1 del diseño experimental fueron definidas en base a los resultados encontrados según Gutiérrez y Moreno, en donde los porcentajes de recuperación y remoción deben encontrarse por encima de un margen de error igual al 5%. Este criterio fue establecido directamente con el cliente de esta forma para no influir significativamente en la preparación del agua ácida que usa para su proceso de antioxidación. Las especificaciones para la fase 2 fueron definidos en base a los atributos de calidad que usa la empresa para su producto final.

2.3.2 Experimentación con agua de inmersión

La experimentación con agua de inmersión de banano se realizó en el proceso a escala de laboratorio con el fin de determinar las condiciones de operación para las cuales se logra una mayor recuperación de ácidos, asegurando la fiabilidad y reproducibilidad del proceso. Para esto, inicialmente se determinó si las condiciones de operación a escala de laboratorio establecidas según Gutiérrez y Moreno garantizan un porcentaje de recuperación de ácidos y de remoción de contaminante dentro del intervalo de aceptación definido. Esto fue determinante para decidir bajo que intervalo de concentración de gelatina realizar las pruebas.

Una vez realizado esto, se hicieron diferentes ensayos a escala de laboratorio variando concentración de gelatina y tiempo de reacción, de tal manera que se pudiera conseguir un mejor porcentaje de recuperación. La mejor condición de operación fue obtenida analizando el pH, °Brix y concentración de ácidos mediante valoración en el agua de inmersión recuperada y contaminada. A partir de la mejor condición de operación se realizaron repetidas pruebas y se revisaron si los resultados obtenidos para dicho tratamiento se encontraban dentro de las especificaciones y criterios de aceptación definidos para esta fase, utilizándose análisis volumétrico para la obtención de resultados. Finalmente, para asegurar los resultados con el cliente, se envió una muestra del recuperado y una del contaminado a un laboratorio externo para corroborar los resultados en cuanto a remoción y recuperación.

2.3.3 Experimentación con banano

En la segunda fase se realizaron inicialmente pruebas sumergiendo banano proveniente de la cámara de maduración en una mezcla de proporción 70% agua de inmersión recuperada y 30% agua de inmersión nueva. A partir de esto se determinaría si esta proporción cumplen con los requerimientos de calidad de la empresa en cuanto al producto. De otro modo, se encontraría la proporción más adecuada.

A cada muestra de banano se la sumergió en la mezcla ácida durante un tiempo de

13 segundos, siendo éste el tiempo de residencia del banano en el agua de inmersión del proceso de antioxidación. Una vez cumplido este tiempo se midió °Brix, acidez, pH y color al producto para comprobar el cumplimiento de los parámetros de calidad.

2.3.3.1 Análisis estadístico para tratamiento de datos.

El análisis estadístico para este proyecto se ejecuta a través del software estadístico RStudio. Para validar la funcionalidad del proceso en cuanto a la recuperación de ácidos y el cumplimiento de los requerimientos de calidad del producto se realizaron test de normalidad a través de la prueba Shapiro-Wilk, análisis de varianzas de un factor (ANOVA) conjuntamente con pruebas de Tukey y la prueba de Barlett. Con todo esto se puede garantizar la reproducibilidad y homogeneidad de los resultados.

2.4 Análisis económico

Para verificar la viabilidad del proyecto se realizó un análisis económico usando como indicadores al VAN y TIR. La rentabilidad del proyecto fue medida en cuanto a ahorro por uso de solución tratada en el proceso de recuperación.

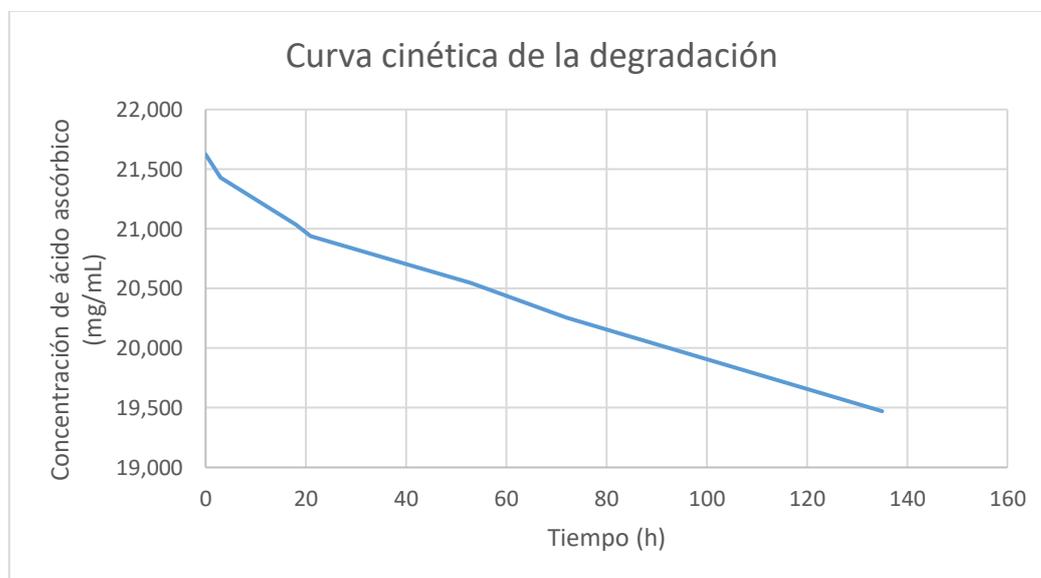
CAPÍTULO 3

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los resultados se obtuvieron siguiendo la metodología propuesta para validar el proceso de recuperación de ácidos. A partir de esto, se obtuvo una base de datos que permitió establecer el tiempo de vida útil a dársele a las muestras durante la fase experimental. Además, determinar las condiciones de operación más adecuadas y bajo éstas revisar si se logra el cumplimiento de las especificaciones y criterios para aceptar el proceso utilizando análisis estadístico y posteriormente requiriendo de análisis económico para analizar la viabilidad del proceso una vez implementado. Estos resultados se muestran en orden conforme a la metodología a continuación.

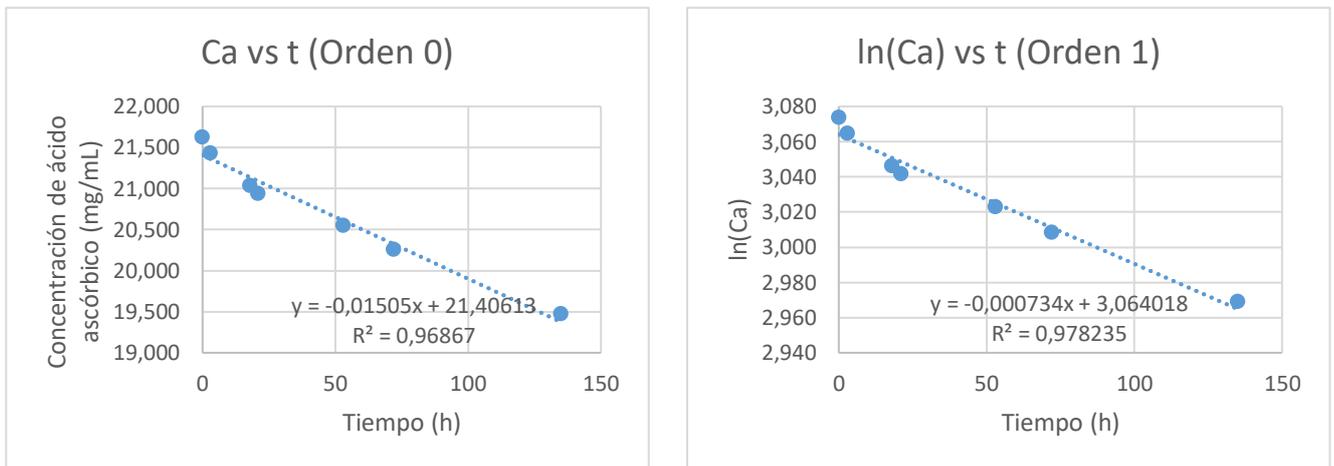
3.1 Análisis de la degradación del ácido ascórbico.

Se analizó la degradación del ácido ascórbico a partir de una muestra de agua de inmersión de banano. Para ello se siguió la concentración del ácido ascórbico a temperatura aproximada de 16 °C durante 1 semana mediante valoración, aplicando el procedimiento de la USP 43- NF 38. A partir de los resultados obtenidos, se elaboró la curva cinética que se muestra en la Gráfica 3.1.



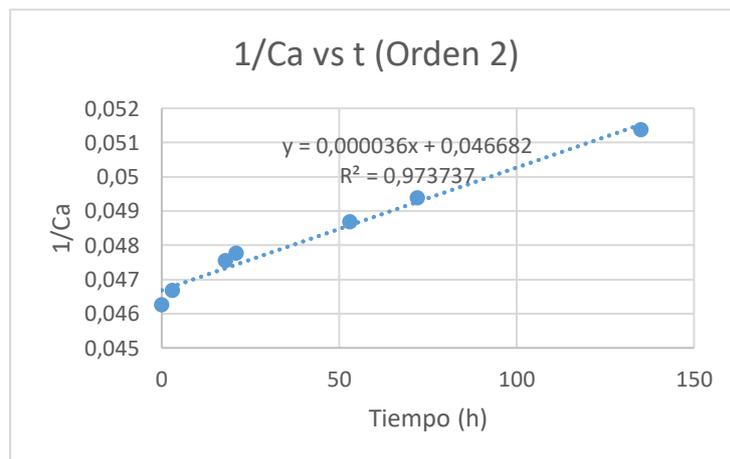
Gráfica 3.1 Curva cinética de la degradación del ácido ascórbico en muestras de agua de inmersión de banano.

Se optó por utilizar el método integral para determinar el orden de reacción puesto que diversos artículos científicos referentes a estudios cinéticos para ácido ascórbico aplican este método para determinar el orden y su ecuación de velocidad, de esta forma, aplicando el método integral se determinó el orden de reacción. Los resultados del método se muestran en la Gráfica 3.1.



a.

b.



c.

Gráfica 3.2 Resultados del método integral para la determinación del orden de reacción.

Como se puede observar los resultados del método se aproximan a una cinética de orden 1 con un coeficiente de correlación de 0,9782. La ecuación de velocidad y parámetros cinéticos del modelo se muestran en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Parámetros cinéticos del modelo y ecuación de velocidad.

Constante de velocidad (h⁻¹)	Tiempo de vida media (h)	Ecuación de velocidad (mg/mL h)
-0,000734	944,3	$r_a = -0,000734 * C_a$

Conforme a lo obtenido la mitad del ácido ascórbico en la muestra se degrada en un tiempo aproximado de 39 días. Debido a que la muestra al degradarse genera interferencias para el diseño experimental se determinó el tiempo de vida útil a través de los resultados encontrados. Debido a que suele ser muy común aceptar errores con un margen de error menor al 5% se consideró que menos del 5% del ácido ascórbico degradado no representaría mayor problema por interferencias en la valoración y por ende errores en los resultados. De acuerdo con la ecuación velocidad obtenida para la degradación del ácido en la muestra esto sucede en un tiempo aproximado de 57 horas. Por tanto, las muestras no podrán ser usadas por más de 57 horas para el desarrollo del diseño experimental establecido.

3.2 Diseño experimental y análisis estadístico.

3.2.1 Fase I de la validación del proceso.

Dado el diseño experimental planteado para validar el proceso de recuperación, inicialmente se probarían las condiciones encontradas por Gutiérrez y Moreno. Al medir pH y Brix para el agua contaminada y recuperada, se obtuvieron resultados favorables, es decir que hubo una reducción de pH y °Brix lo que evidencia reducción del contaminante y recuperación de ácidos en el proceso. Por ende, se procedió a determinar la concentración de ácidos antes del tratamiento y después del tratamiento para finalmente revisar si los porcentajes de recuperación y remoción se encontraban dentro los criterios de aceptación definidos. Los resultados promedios encontrados se muestran a continuación.

Tabla 3.2. Resultados obtenidos probando las condiciones de tesis previa para agua contaminada y recuperada.

Agua contaminada			
pH	°Brix	%Ácido ascórbico	%Ácido cítrico
2,8425	3,675	2,172	1,107
Agua recuperada			
pH	°Brix	%Ácido ascórbico	%Ácido cítrico
2,8325	2,925	1,761	0,891

Tabla 3.3. Porcentajes de recuperación de ácidos y de remoción de contaminante.

%Recuperación de ácido ascórbico	0,811
%Recuperación de ácido cítrico	0,805
%Remoción de polifenoles	14,439

Debido a que los valores obtenidos mostrados en la Tabla 3.3 se encontraron dentro del intervalo de aceptación para cada parámetro, se procedió a comprobar el proceso a concentraciones de gelatina menor e igual a 0,5% tal y como lo indica el algoritmo del diseño experimental. Con esto se planteó determinar si se lograba resultados favorables disminuyendo la concentración y variando el tiempo de reacción. Los resultados promedios obtenidos para cada parámetro se muestran en la tabla 3.4.

Tabla 3.4. Resultados previos para determinar la mejor condición de operación a validar.

Concentración gelatina (%w/v)	Tiempo (min)	Agua contaminada				Agua recuperada			
		pH	°Brix	%C₆H₈O₆	%C₆H₈O₇	pH	°Brix	%C₆H₈O₆	%C₆H₈O₇
0,40	5	2,650	2,725	2,221	1,424	2,64	2,125	1,900	0,911
	30					2,613	2,023	1,908	0,908
	60					2,605	2,000	1,928	0,942
0,45	5	2,780	2,875	2,485	1,253	2,745	2,250	1,732	0,957

	30					2,73	2,175	1,742	0,974
	60					2,7025	2,100	1,761	0,988
0,5	5	2,655	2,775	2,495	1,251	2,640	2,125	2,055	1,023
	30					2,610	2,000	2,055	1,042
	60					2,605	1,975	2,064	1,059

Como se puede observar en la Tabla 3.4 para cada caso se logran observar valores de pH y °Brix menores en el agua recuperada respecto al agua contaminada. Esto indica que existe recuperación de ácidos y remoción de contaminante. A partir de las concentraciones obtenidas para el agua contaminada y recuperada aplicando los métodos volumétricos se lograron obtener los porcentajes de recuperación. Mientras que los porcentajes de remoción se obtuvieron indirectamente usando los valores °Brix antes de pasar el agua por el tratamiento y después de ser tratada, puesto que lo que se remueve del agua contaminada son los polifenoles presentes en ésta. Los resultados de recuperación para los 2 ácidos y el porcentaje que se remueve del contaminante se muestra en la Tabla 3.5.

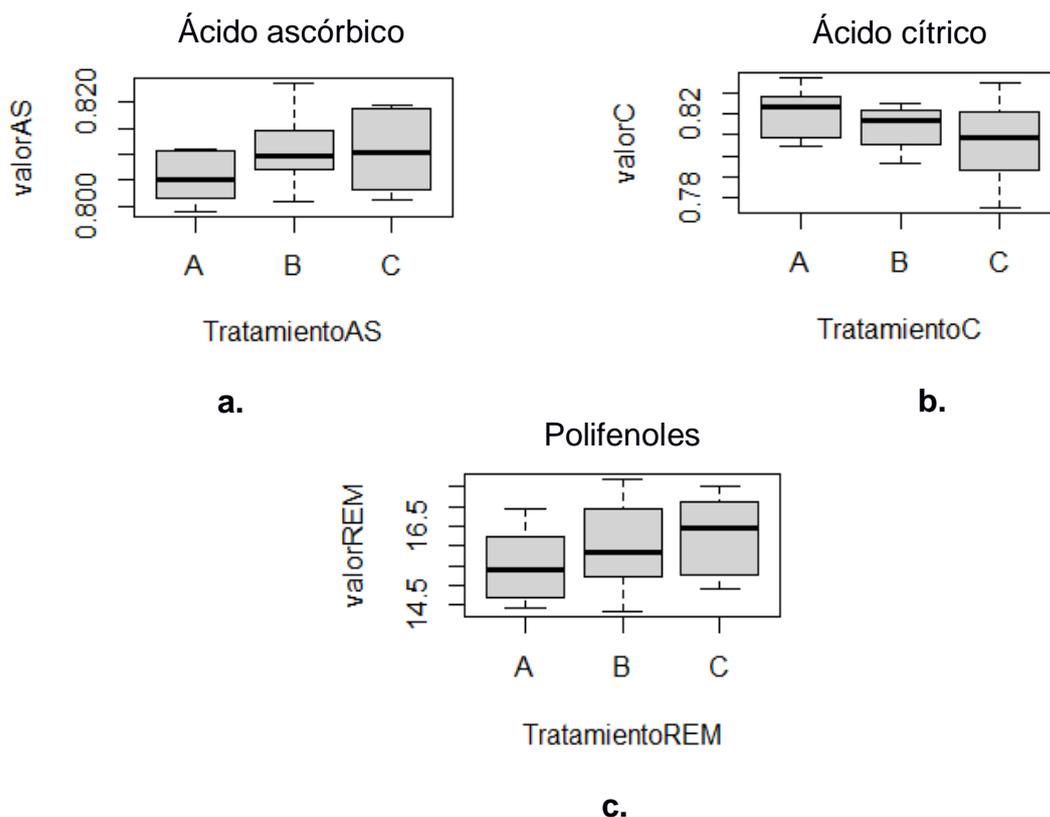
Tabla 3.5. Resultados para cada tratamiento.

Concentración gelatina (%w/v)	Tiempo (min)	Porcentaje de recuperación		Porcentaje de remoción
		Ácido ascórbico	Ácido cítrico	%C ₆ H ₈ O ₆
0,40	5	0,764	0,727	16,17
	30	0,768	0,725	20,11
	60	0,776	0,751	21,10
0,45	5	0,780	0,672	15,87
	30	0,784	0,684	18,67
	60	0,793	0,694	21,48
0,5	5	0,824	0,818	17,68
	30	0,824	0,834	22,52
	60	0,827	0,847	23,49

Como se puede observar en la Tabla 3.5 a menor concentración de gelatina se sigue observando remoción de contaminante y recuperación de ácidos viéndose favorecida la recuperación y remoción a mayor tiempo de reacción para las diferentes concentraciones. Sin embargo, a concentración de 0,5% se observan porcentajes de recuperación y remoción mucho mayores y dentro de los criterios de aceptación definidos no siendo el caso para las concentraciones menores a 0,5%.

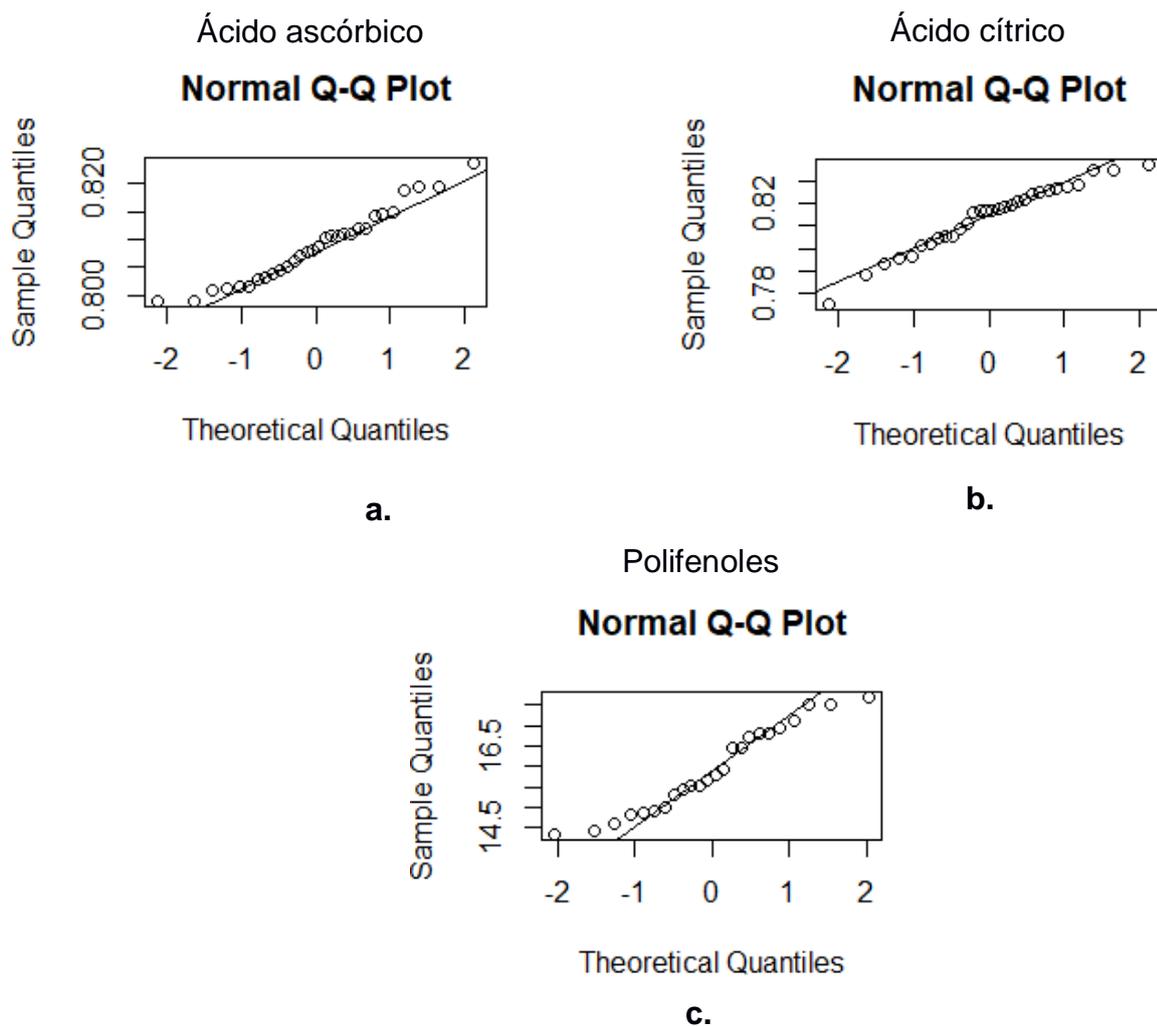
Se muestra que no hay diferencia significativa en la remoción a los 30 y 60 min en comparación a los 5 minutos, con el fin de ahorrar costos y apresurar el proceso se seleccionará la concentración al 0,5% y un tiempo de reacción de 5 minutos como la mejor condición de operación.

Para el tratamiento estadístico de esta etapa se consideraron los resultados de 3 lotes tomados en diferentes días. A cada uno de estos, se les realizó el proceso de recuperación bajo las mejores condiciones seleccionadas.



Gráfica 3.3 Análisis de la recuperación de ácidos en el agua de inmersión.

En la Gráfica 3.3 se muestran mediante diagramas de cajas el rango de valores obtenidos para cada variable en los diferentes tratamientos. En correspondencia a estos gráficos se puede observar de forma preliminar que no hay diferencia significativa entre los promedios de cada tratamiento observándose valores de recuperación mayores en cuanto a ácidos ascórbico en relación con ácido cítrico. Además, se muestra de forma general que los resultados obtenidos para los 3 casos se encuentran dentro del rango de aceptación definido establecido con el cliente.



Gráfica 3.4. Gráficas de test de normalidad para porcentajes de recuperación y remoción obtenidos en el proceso de recuperación.

Tabla 3.6. Valores p obtenidos usando el Test de Shapiro-Wilk en R Studio.

Valores p para recuperación de ácido ascórbico	Valores p para recuperación de ácido cítrico	Valores p para remoción de polifenoles
0,3173	0,3295	0,177

Como se puede observar en la Gráfica 3.4 los datos no poseen una desviación tan notoria con respecto a la recta de cuantiles esto evidencia que los datos se distribuyen normalmente. Esto puede corroborarse con los valores P obtenidos a través de la prueba de Shapiro-Wilk los cuales se muestran en la Tabla 3.6. Los valores P obtenidos para los 3 casos son mayores a 0,05, esto indica con un 95% de confianza que los datos tienen una distribución normal lo cual es necesario establecer antes de realizar la ANOVA.

Tabla 3.7. Valores p obtenidos usando ANOVA y Tukey en R Studio con base a resultados de la primera fase de la validación.

Tratamientos	Valores p para recuperación de ácido ascórbico	Valores p para recuperación de ácido cítrico	Valores p para remoción de polifenoles
Tratamiento lote 1	0,0639	0,8762	0,599
Tratamiento lote 2	0,0903	0,8807	0,3179
Tratamiento lote 3	0,9843	0,9999	0,8675

Tabla 3.8. Valores p obtenidos usando la prueba de Barlett en R Studio en base a resultados de la primera fase de la validación.

Valores p para recuperación de ácido ascórbico	Valores p para recuperación de ácido cítrico	Valores p para remoción de polifenoles
0,7427	0,7778	0,9030

Para evaluar reproducibilidad y homogeneidad del proceso en cuanto recuperación de ácidos y remoción de contaminante se hizo uso de un análisis de varianzas de un solo factor conjunto con la prueba Tukey y pruebas de Barlett para evaluar cada parámetro. A través de esta técnica estadística se obtuvieron valores p mayores a

0,05 para cada caso como se muestran en la Tabla 3.7 y Tabla 3.8. Esto indica que no existe diferencia significativa entre la media y varianzas para cada tratamiento, por lo que con un 95% de confianza es posible decir que el proceso es homogéneo y reproducible, además al encontrarse los valores para cada parámetro dentro de las especificaciones definidas se da por terminada la fase 1 de la validación. Teniéndose que, el proceso cumple con todos los requerimientos descritos para esta fase.

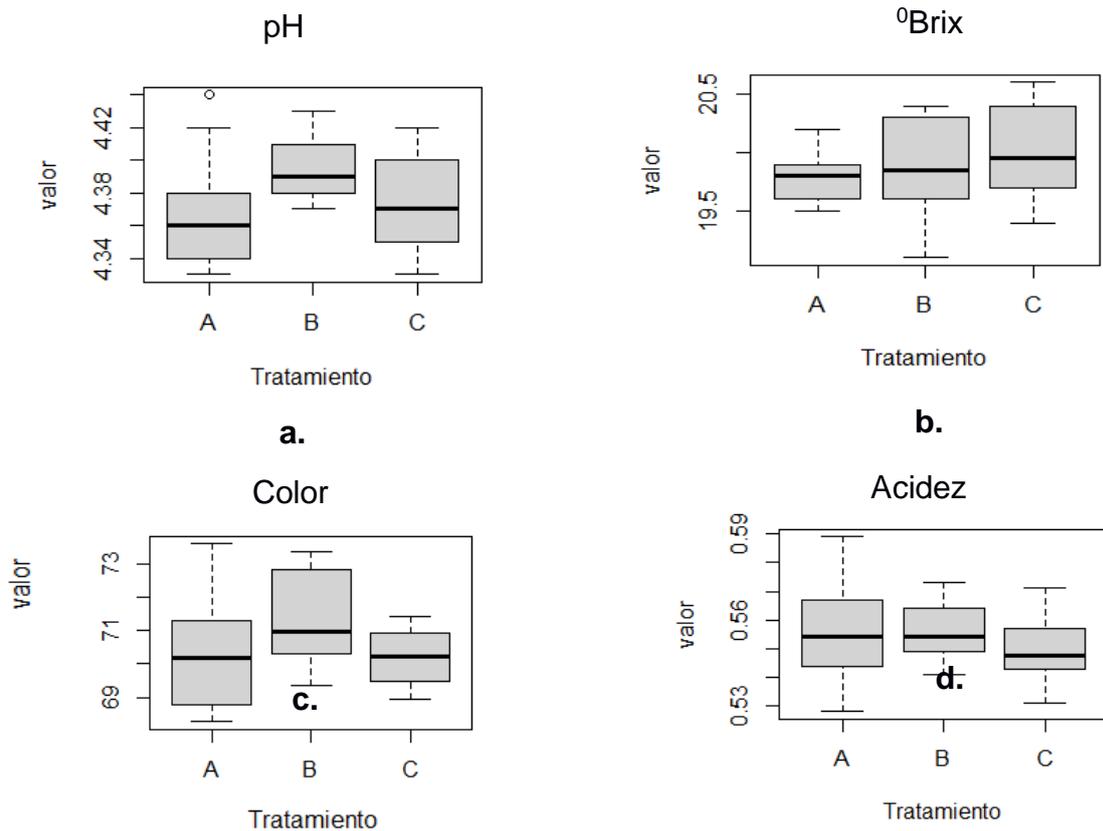
3.2.2 Fase II de la validación del proceso.

Los resultados de sumergir banano en la proporción 70-30% de agua ácida de recuperación-agua ácida nueva, se presentan como un promedio en la Tabla 3.9:

Tabla 3.9. Valores promedios obtenidos y rango de aceptación permitido para parámetros de calidad del banano en las diferentes pruebas.

Parámetro	Valor promedio obtenido	Rango permitido por el cliente
pH	4,37	4-5
°Brix	19.87	19-21
Color	71	65-75
Acidez	0,55	0,4-0,6

Como se puede observar, todos los valores hallados en las diferentes experimentaciones de los parámetros de calidad se encuentran dentro del rango de aceptación de la empresa. Algo que se evidencia fácilmente en los diagramas de cajas de la Gráfica 3.5 ya que, estos diagramas son usados constantemente puesto que dan el resumen de un conjunto de datos, mostrando los valores atípicos y la dispersión de los datos.

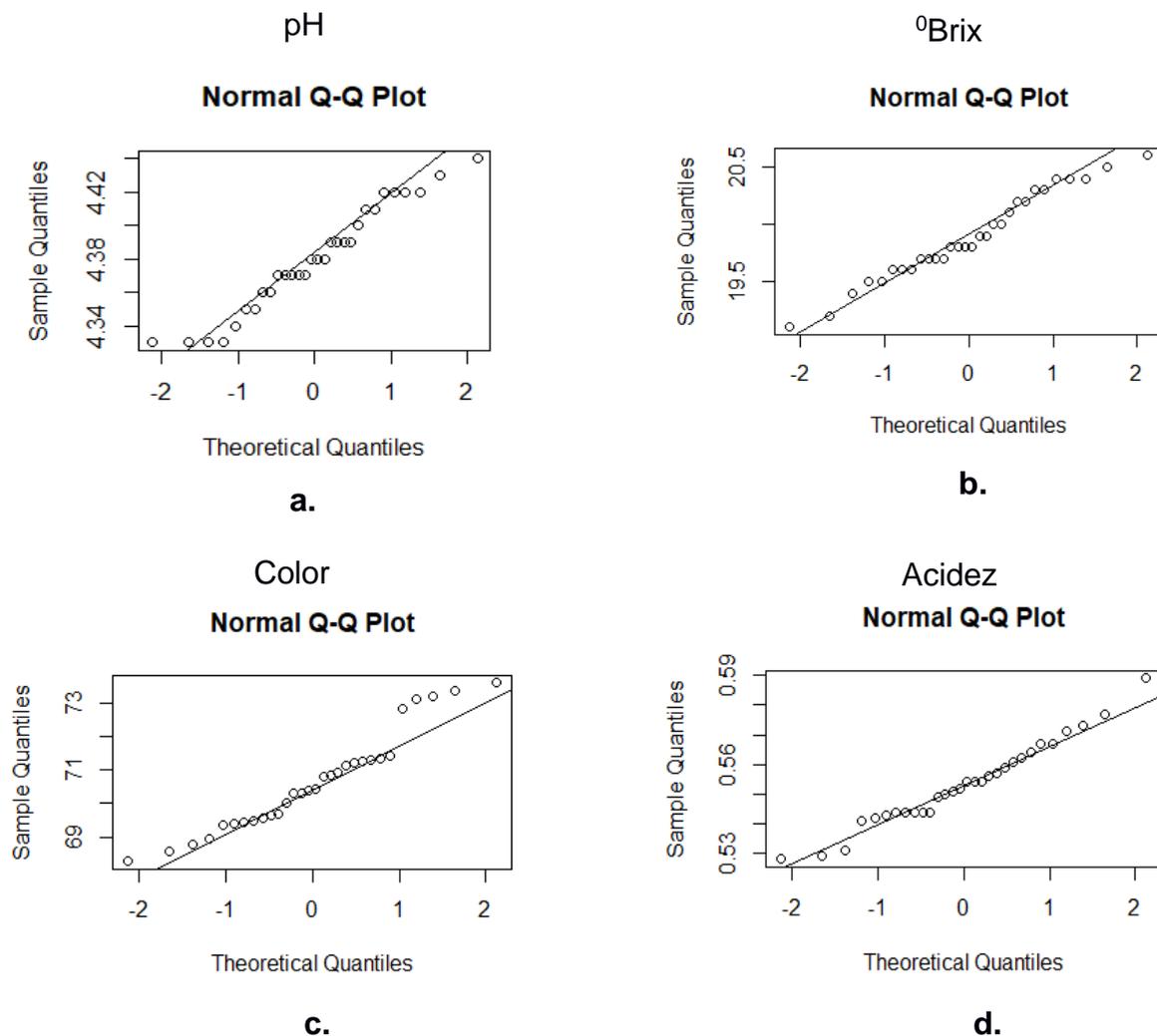


Gráfica 3.5. Análisis de los parámetros de calidad del banano mediante R Studio

Para conocer si la dispersión de los datos es significativa, se hizo la prueba de varianzas ANOVA. En donde se analizó la significancia usando el valor P, con el fin de confirmar la efectividad del método en la ANOVA, se realizó un análisis adicional a través de la prueba de Tukey, el cual crea intervalos de confianza entre parejas de las diferentes muestras que prueba la diferencia de medias, esto ayuda a determinar si los resultados obtenidos difieren significativamente entre sí. Además, se usó el test de Bartlett, comprobando así la reproducibilidad y homogeneidad del proceso.

Todos los análisis estadísticos se realizaron en R studio. La hipótesis nula que se probó en las diferentes ANOVAS, afirma que las medias de las muestras son iguales; mientras que, en el test de Bartlett la hipótesis nula asegura que las varianzas son iguales, es decir, que no existe variación entre las diferentes muestras.

Los datos siguen una distribución normal, esto se comprobó teóricamente bajo la prueba de Shapiro-Wilks, donde la hipótesis nula que se probó asegura que las muestras siguen una distribución normal. Puesto que el valor P fue mayor al 0.05% no se rechazó la hipótesis nula. Y gráficamente se lo obtuvo mediante Q-Qplot, se comprueba que siguen una distribución normal ya que los datos no se alejan de la línea graficada, como se muestran en el Gráfico 3.6.



Gráfica 3.6. Análisis de normalidad mediante R Studio.

Dado que todos los valores P en ANOVAS y test de Bartlett salieron mayores al 0.05% como se observan en la Tabla 3.10 y Tabla 3.11 entonces no se rechazan las hipótesis nulas. Por consiguiente, el proceso es homogéneo y reproducible porque no existe variación significativa entre las muestras.

Tabla 3.10. Valores p usando Test de Shapiro-Wilk y Barlett para los parámetros de calidad.

Valores p	Test Shapiro-Wilk	Test de Bartlett
Valor p para resultados de pH	0,2177	02411
Valor p para resultados de °Brix	0,5713	0,1255
Valor p para resultados de Color	0,0919	0,0725
Valor p para resultados de Acidez	0,6832	0,1203

Tabla 3.11. Valores p obtenidos usando ANOVA y Tukey en R Studio con base a resultados de la segunda fase de la validación.

Tratamientos	Valores p para pH	Valores p para °Brix	Valores p para Color	Valores p para Acidez
Tratamiento lote 1	0,1433	0,9142	0,4857	0,9811
Tratamiento lote 2	0,9017	0,3923	0,9038	0,7577
Tratamiento lote 3	0,2978	0,6302	0,2669	0,6452

3.3 Análisis económico.

Los resultados obtenidos realizando el análisis económico del proyecto se realizaron considerando 12 turnos al día para el proceso de antioxidación de acuerdo con lo establecido con la empresa. Teniendo en cuenta lo anterior, se obtuvieron resultados positivos para cada indicador económico tal y como se muestra en Tabla 3.12.

Tabla 3.12. Indicadores económicos

Indicador económico	Resultado
VAN	\$60082
TIR	65,46%
Período de recuperación (años)	1,3
Ahorro anual	\$31094

CAPÍTULO 4

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 Conclusiones.

- A partir de la metodología propuesta, se validó el proceso de recuperación de ácidos. Así mismo, se identificó que el tiempo de reacción influye levemente en la remoción de contaminante y por ende no resulta tan conveniente aumentarlo o disminuirlo, es decir, las condiciones de operación definidas descritas en la tesis previa son las más adecuadas para validar el proceso de recuperación. Con esto se determinó que el proceso es efectivo y rentable, cumpliendo con las especificaciones y criterios establecidos en las diferentes pruebas, bajo la relación de volúmenes 10:2 (aic-gelatina), tiempo de reacción de 5 minutos, concentración de gelatina al 0,5% y la proporción 70%-30% air-ain en la recuperación. De esta forma, se dá la garantía al cliente de que el proceso cumplirá la función para la cual fue diseñado al ser reproducible, homogéneo y lograr los resultados esperados.
- Se analizó la degradación del ácido ascórbico en las muestras de agua de inmersión mediante volumetría previo a la fase experimental. De acuerdo con esto se observó que, las muestras generarían problemas al ser usadas por más de 57 horas a causa de la formación de un tercer ácido. Esto se debe a que el contenido de ácido cítrico es obtenido indirectamente de manera estequiométrica a través de la reacción ácido base que tiene lugar con los 2 ácidos presentes en la muestra, por lo que al producirse un tercer ácido esto genera errores en los resultados, razón por la que fue indispensable conocer el tiempo de vida útil a dársele a la muestra para reducir este error.
- El análisis estadístico para demostrar la validación fue realizado en el software RStudio, donde se realizaron las pruebas de ANOVA de 1 factor,

Tukey, el test de Shapiro Wilk y el test de Bartlett. Debido a esto, se comprobó que no existe diferencia significativa entre las medias y varianzas para cada tratamiento, por lo que con un 95% de confianza es posible decir que el proceso es homogéneo y reproducible.

- A partir del análisis económico se demostró que el proyecto es rentable obteniendo un VAN de \$60082 y una TIR de 65,46%, con un periodo de recuperación de la inversión inicial de 1.3 años.

4.2 Recomendaciones.

- Se recomienda aplicar los métodos descritos para llevar el proyecto a escala piloto e industrial debido a la notable reducción de costos y tiempo entre análisis. Ya que como se ha demostrado, los resultados obtenidos de acuerdo a estos métodos no difieren significativamente de los realizados por análisis externo.
- Realizar los análisis para ácido ascórbico teniendo un control estricto de la temperatura a las condiciones del proceso, ya que su aumento contribuye a la degradación de esta sustancia. Por lo que si no se tiene especial cuidado podrían generarse errores en los resultados.
- Realizar un estudio más detallado de otras variables durante el escalado del proceso para observar su influencia en la remoción de contaminante y recuperación de ácidos.
- Tener especial cuidado durante la preparación de la gelatina. Realizar su preparación adicionando lentamente la sustancia y homogeneizando continuamente para evitar grumos y desperdicio de reactivo que pudiera modificar la concentración de la preparación la cual como pudo observarse es específica y afecta directamente a los resultados.

BIBLIOGRAFÍA

- Arias, J. (2012). IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD EN LA EMPRESA QUALITY & CONSULTING GROUP S.A.S. CONFORME A LA NORMA ISO 90001:2008. 39–37, 66, *עלון הנוטע*.
- Bayar, S. (2018). *Validación del proceso de manufactura de una forma farmacéutica en suspensión en laboratorios REMO S.A.S.*
- Benítez, P. (2017). Alteraciones que no permiten cumplir con los estándares de calidad del banano para exportación en la hacienda María Antonieta. *Universidad Técnica de Ambato*, 1–79. Retrieved from <https://cutt.ly/NccJU9t>
- Del Pino, V. H., & Lajolo, F. M. (2003). Efecto inhibitorio de los taninos del frijol carioca (*Phaseolus vulgaris* L.) sobre la digestibilidad de la faseolina por dos sistemas multienzimáticos. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 23(1), 49–53. <https://doi.org/10.1590/s0101-20612003000100011>
- EKOS. (2021). *2020 fue un año histórico para el sector bananero de Ecuador | Ekosnegocios*. Retrieved from <https://www.ekosnegocios.com/articulo/2020-fue-un-ano-historico-para-el-sector-bananero-de-ecuador>
- Gutiérrez, F., & Moreno, D. (2021). *ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas Evaluación de un modelo experimental de recuperación de ácidos orgánicos basado en la precipitación tanino- gelatina en el proceso de antioxidación de banano PROYECTO IN.*
- Lazos, R. J., & Hernández, I. (2004). La Validación De Métodos : Un Enfoque Práctico. *Cenam*, 1–5. Retrieved from <https://www.cenam.mx/simposio2004/memorias/TA-090.pdf>
- León Serrano, L. A., Arcaya Sisalima, M. F., Barbotó Velásquez, N. A., & Bermeo Pineda, Y. L. (2020). Ecuador: Análisis comparativo de las exportaciones de banano orgánico y convencional e incidencia en la Balanza Comercial, 2018. *Revista Científica y Tecnológica UPSE*, 7(2), 38–46. <https://doi.org/10.26423/rctu.v7i2.521>
- Moreno, E. (2008). Validación del proceso de mezclado en la fabricación de un

- alimento enriquecido con vitaminas y minerales. *Angewandte Chemie International Edition*, 6(11), 951–952., 5–24.
- Ormaza, K., & Rodriguez, L. (2020). *ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DEL LITORAL Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas Diseño de un sistema de recuperación de ácidos orgánicos utilizados en el proceso de congelamiento del banano PROYECTO INTEGRADOR Previo la obtención del Título de : Ing.*
- Palomeque Jaramillo, D. C. (2015). *Análisis de la Variación de las Exportaciones de Banano de Ecuador hacia los Principales Socios Comerciales durante el periodo 2008 - 2013.* 0(0), 1–116. Retrieved from http://dspace.uazuay.edu.ec/bitstream/datos/5236/1/11616_esp.pdf
- Parra Cortés, R. (2018). La Agenda 2030 y sus Objetivos de Desarrollo Sostenible. In *Revista de Derecho Ambiental*. <https://doi.org/10.5354/0719-4633.2018.52077>
- PRIMICIAS. (2021). *Exportaciones de banano caen 4,57% por lenta recuperación económica.* Retrieved from <https://www.primicias.ec/noticias/economia/caen-exportaciones-banano-ecuador/>
- Reyes Frías, L. R. (2013). *Facultad De Ciencia E Ingeniería En Alimentos ~ I ~.* 15–17.
- Ruiz, Á. A., & Álvarez, H. (2011). Escalamiento de procesos químicos y bioquímicos basado en un modelo fenomenológico. *Informacion Tecnologica*, 22(6), 33–52. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642011000600005>
- Ruíz, Y. (2014). *Estándares De Calidad De Producción Bananera Para Aumentar El Cupo De Exportaciones De Banano En El Mercado Europeo Para La Hacienda Clementina De La Parroquia La Unión.*
- Sanchez, A. M., Vayas, T., Mayorga, F., & Freire, C. (2020). Sector Bananero Ecuatoriano. *Revista de Coyuntura*, 1–4. Retrieved from <https://blogs.cedia.org.ec/obest/wp-content/uploads/sites/7/2020/08/Sector-bananero-ecuatoriano-final.pdf>
- Tenempaguay, E. (2021). *Y EMPRESARIALES CARRERA DE GESTIÓN EMPRESARIAL INTERNACIONAL TEMA: Análisis del Tratado de Libre Comercio entre Ecuador y EFTA en el contexto del sector bananero del 2010 al 2020 AUTOR: Tenempaguay Gualán , Erick Leonardo INGENIERO EN GESTIÓN EMPRESARIA.*

Tzep, M. (2007). *Aspectos teóricos y metodológicos para la validación de procesos de manufactura.*

Vera, J. (2018). *MODALIDAD : INVESTIGACIÓN AUTOR : CARRERA : QUÍMICA Y FARMACIA.*

Yi, K., Cheng, G., & Xing, F. (2006). Gelatin/tannin complex nanospheres via molecular assembly. *Journal of Applied Polymer Science*, 101(5), 3125–3130. <https://doi.org/10.1002/app.22416>

APÉNDICE

Tabla A. Materiales utilizados para procedimientos ejecutados en la validación.

Reactivo	Cantidad	Capacidad
Termómetro	1	0-250 °C
Probeta	1	1000 mL
Tubos de ensayo	12	13 mL
Vaso de precipitado	2 c/u	100 y 250 mL
Pipeta	2	1 y 10 mL
Embudo	1	-
Tela filtrante	1	-
Agitador de vidrio	2	-
Espátula	1	-
Bureta	2	50 mL
Cuchara plástica	1	-
Vidrio reloj	1	-
Gradilla para tubos de ensayo	1	48
Gotero	1	-
Recipientes ámbar	10	500 y 1000 mL
Hielera	1	-

Tabla B. Reactivos utilizados para procedimientos ejecutados en la validación.

Reactivo	Concentración
Hidróxido de sodio	0,1 N
Solución de yodo	0,1 N
Solución de almidón	0,5%
Ácido sulfúrico	2 N
Fenolftaleína	-
Agua destilada	-
Gelatina	-

Tabla C. Equipos utilizados para procedimientos ejecutados en la validación.

Equipo	Marca
pH-metro	OAKTON
Balanza analítica	KERN ALJ
Titulador	Metter Toledo
Centrífuga	LW Scietific
Licuadaora	Oster
Colorímetro	HunterLab
Refractómetro	ATAGO



Figura A. Coloración resultante luego de aplicar volumetría para la determinación de ácido ascórbico.



Figura B. Coloración resultante luego de aplicar volumetría para la determinación de ácido cítrico.



Figura C. Precipitado formado luego de ejecutar la reacción.

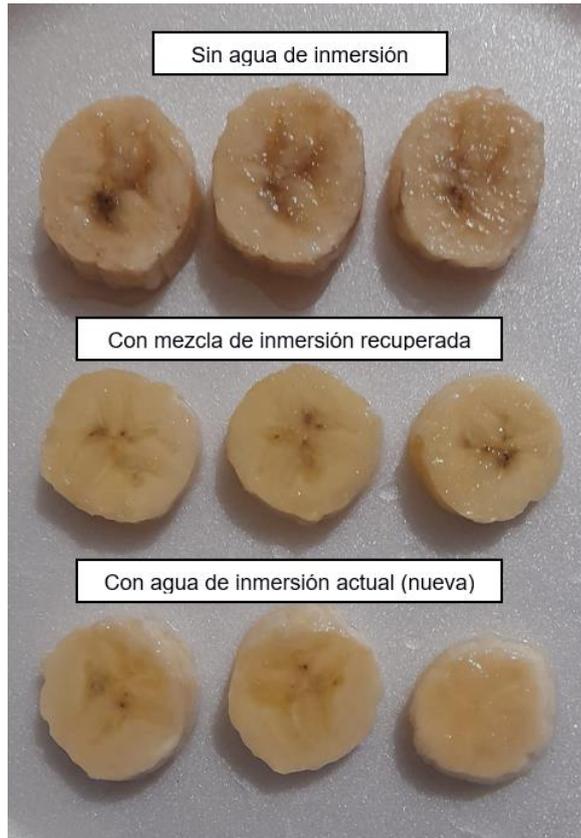


Figura D. Comparación del efecto del pardeamiento enzimático en el producto usando la mezcla de inmersión recuperada, agua nueva y agua sin

Tabla D. Flujo de caja del proyecto.

	Flujos del Proyecto					
	2021	2021	2022	2023	2024	2025
	USD					
Activo	\$ 23.098	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Capital de Trabajo		\$ -6.393	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Ventas		\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Costos Variables		\$ -19.963	\$ -19.963	\$ -19.963	\$ -19.963	\$ -19.963
Margen		\$ 19.963	\$ 19.963	\$ 19.963	\$ 19.963	\$ 19.963
Costos Fijos		\$ 0.448	\$ 0.448	\$ 0.448	\$ 0.448	\$ 0.448
Gastos de Adm. y Ventas		\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Depreciación, Amortización Adm y Vtas		\$ 2.310	\$ 2.310	\$ 2.310	\$ 2.310	\$ 2.310
Total Depreciación, Amortización						
Utilidad Operativa (EBIT)		\$ 17.205	\$ 17.205	\$ 17.205	\$ 17.205	\$ 17.205
Participación Trabajadores		\$ 2.581	\$ 2.581	\$ 2.581	\$ 2.581	\$ 2.581
Impuesto a la Renta		\$ 3.238	\$ 3.238	\$ 3.238	\$ 3.238	\$ 3.238
EBIT ajustado		\$ 11.386	\$ 11.386	\$ 11.386	\$ 11.386	\$ 11.386
EBITDA		\$ 19.515	\$ 19.515	\$ 19.515	\$ 19.515	\$ 19.515
Capital Invertido						
Caja	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Inventario	\$ -	\$ -5.226	\$ -5.226	\$ -5.226	\$ -5.226	\$ -5.226
Cuentas por cobrar	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Otras cuentas por cobrar	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Otros activos corrientes	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Cuentas por pagar	\$ -	\$ -1.167	\$ -1.167	\$ -1.167	\$ -1.167	\$ -1.167
Activos Fijos	\$ 23.098	\$ 20.788	\$ 18.478	\$ 16.169	\$ 13.859	\$ 11.549
Total Capital Invertido	\$ 23.098	\$ 14.396	\$ 12.086	\$ 9.776	\$ 7.466	\$ 5.156
Flujos						
Efectivo Generado	\$ -	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696
Flujo Neto de Efectivo	\$ -23.098	\$ 20.089	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696
Flujo Neto Descontado	\$ -23.098	\$ 20.089	\$ 11.807	\$ 10.178	\$ 8.775	\$ 7.564
Flujo Acum. Descontado	\$ -23.098	\$ -3.009	\$ -8.798	\$ 18.976	\$ 27.751	\$ 35.315

	Flujos del Proyecto				
	2021	2022	2023	2024	2025
	USD				
Activo	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Capital de Trabajo	\$ -6.393	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Ventas	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Costos Variables	\$ -19.963	\$ -19.963	\$ -19.963	\$ -19.963	\$ -19.963
Margen	\$ 19.963	\$ 19.963	\$ 19.963	\$ 19.963	\$ 19.963
Costos Fijos	\$ 0.448	\$ 0.448	\$ 0.448	\$ 0.448	\$ 0.448
Gastos de Adm. y Ventas	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Depreciación, Amortización Adm y Vtas	\$ 2.310	\$ 2.310	\$ 2.310	\$ 2.310	\$ 2.310
Total Depreciación, Amortización					
Utilidad Operativa (EBIT)	\$ 17.205	\$ 17.205	\$ 17.205	\$ 17.205	\$ 17.205
Participación Trabajadores	\$ 2.581	\$ 2.581	\$ 2.581	\$ 2.581	\$ 2.581
Impuesto a la Renta	\$ 3.238	\$ 3.238	\$ 3.238	\$ 3.238	\$ 3.238
EBIT ajustado	\$ 11.386	\$ 11.386	\$ 11.386	\$ 11.386	\$ 11.386
EBITDA	\$ 19.515	\$ 19.515	\$ 19.515	\$ 19.515	\$ 19.515
Capital Invertido					
Caja	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Inventario	\$ -5.226	\$ -5.226	\$ -5.226	\$ -5.226	\$ -5.226
Cuentas por cobrar	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Otras cuentas por cobrar	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Otros activos corrientes	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -	\$ -
Cuentas por pagar	\$ -1.167	\$ -1.167	\$ -1.167	\$ -1.167	\$ -1.167
Activos Fijos	\$ 9.239	\$ 6.929	\$ 4.620	\$ 2.310	\$ 0.000
Total Capital Invertido	\$ 2.847	\$ 0.537	\$ -1.773	\$ -4.083	\$ -6.393
Flujos					
Efectivo Generado	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696
Flujo Neto de Efectivo	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696	\$ 13.696
Flujo Neto Descontado	\$ 6.521	\$ 5.621	\$ 4.846	\$ 4.178	\$ 3.601
Flujo Acum. Descontado	\$ -41.836	\$ -47.457	\$ 52.303	\$ 56.481	\$ 60.082

Tabla E. Costos y ahorros generados al implementar el proceso.

Ahorro por ácido ascórbico (\$/año)	30191,24
Ahorro por ácido cítrico (\$/año)	3053,97
Ahorro por agua (\$/año)	133,96
Costo por gelatina (\$/año)	1836,32
Costo por electricidad (\$/año)	448,28
Ahorro anual (\$/año)	31094,57

Tabla F. Resultados del Test de Shapiro-Wilk para porcentajes de recuperación y remoción obtenidos en el proceso de recuperación.

%Recuperación ácido ascórbico	%Recuperación ácido cítrico	%Remoción de polifenoles
<pre>> #Test de normalidad > shapiro.test(X_acido_ASCORBICO\$valorAS) Shapiro-wilk normality test data: X_acido_ASCORBICO\$valorAS W = 0.96041, p-value = 0.3173</pre>	<pre>> #Test de normalidad > shapiro.test(X_acido_citrico\$valorC) Shapiro-wilk normality test data: X_acido_citrico\$valorC W = 0.96105, p-value = 0.3295</pre>	<pre>> #Test de normalidad > shapiro.test(X_REMOCION\$valorREM) Shapiro-wilk normality test data: X_REMOCION\$valorREM W = 0.9416, p-value = 0.177</pre>

Tabla G. Prueba ANOVA según resultados obtenidos en la primera fase de la validación.

%Recuperación ácido ascórbico	%Recuperación ácido cítrico	%Remoción de polifenoles
<pre>> #ANOVA > boxplot(valorAS-TratamientoAS) > aov(valorAS~TratamientoAS) Call: aov(formula = valorAS ~ TratamientoAS) Terms: TratamientoAS Residuals Sum of Squares 0.0001575788 0.0006118636 Deg. of Freedom 2 27 Residual standard error: 0.004760422 Estimated effects may be unbalanced > anova1=aov(valorAS~TratamientoAS) > summary(anova1) Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F) TratamientoAS 2 0.0001576 7.879e-05 3.477 0.0453 * Residuals 27 0.0006119 2.266e-05 --- Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1 > #COMPROBACION ANOVA (TEST TUKEY) > TukeyHSD(anova1) Tukey multiple comparisons of means 95% family-wise confidence level Fit: aov(formula = valorAS ~ TratamientoAS) \$TratamientoAS diff lwr upr p adj B-A 0.0050321953 -0.0002462999 0.010310691 0.0639014 C-A 0.0046712276 -0.0006072676 0.009949723 0.0903468 C-B -0.0003609677 -0.0036394630 0.004917528 0.9842852</pre>	<pre>> #ANOVA > boxplot(valorREM~TratamientoREM) > aov(valorREM~TratamientoREM) Call: aov(formula = valorREM ~ TratamientoREM) Terms: TratamientoREM Residuals Sum of Squares 2.92213 194.43790 Deg. of Freedom 2 21 Residual standard error: 3.042852 Estimated effects may be unbalanced > anova1=aov(valorREM~TratamientoREM) > summary(anova1) Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F) TratamientoREM 2 2.92 1.461 0.158 0.855 Residuals 21 194.44 9.259 --- > #COMPROBACION ANOVA (TEST TUKEY) > TukeyHSD(anova1) Tukey multiple comparisons of means 95% family-wise confidence level Fit: aov(formula = valorREM ~ TratamientoREM) \$TratamientoREM diff lwr upr p adj B-A 0.74747588 -3.087385 4.582337 0.8761932 C-A 0.73270656 -3.102154 4.567568 0.8807063 C-B -0.01476932 -3.849630 3.820092 0.9999480</pre>	<pre>> #ANOVA > boxplot(valorREM~TratamientoREM) > aov(valorREM~TratamientoREM) Call: aov(formula = valorREM ~ TratamientoREM) Terms: TratamientoREM Residuals Sum of Squares 2.437381 22.466862 Deg. of Freedom 2 21 Residual standard error: 1.034336 Estimated effects may be unbalanced > anova1=aov(valorREM~TratamientoREM) > summary(anova1) Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F) TratamientoREM 2 2.437 1.219 1.139 0.339 Residuals 21 22.467 1.070 --- > #COMPROBACION ANOVA (TEST TUKEY) > TukeyHSD(anova1) Tukey multiple comparisons of means 95% family-wise confidence level Fit: aov(formula = valorREM ~ TratamientoREM) \$TratamientoREM diff lwr upr p adj B-A 0.5045469 -0.7990112 1.808105 0.5998823 C-A 0.7681060 -0.5354520 2.071664 0.3179409 C-B 0.2635592 -1.0399989 1.567117 0.8675032</pre>

Tabla H. Resultados de la prueba de Bartlett para porcentajes de recuperación y remoción obtenidos en el proceso de recuperación.

%Recuperación ácido ascórbico	%Recuperación ácido cítrico	%Remoción de polifenoles
<pre>> #TEST BARTLETT > bartlett.test(valorAS-TratamientoAS) Bartlett test of homogeneity of variances data: valorAS by TratamientoAS Bartlett's K-squared = 0.59492, df = 2, p-value = 0.7427</pre>	<pre>> #TEST BARTLETT > bartlett.test(valorREM-TratamientoREM) Bartlett test of homogeneity of variances data: valorREM by TratamientoREM Bartlett's K-squared = 0.50264, df = 2, p-value = 0.7778</pre>	<pre>> #TEST BARTLETT > bartlett.test(valorREM-TratamientoREM) Bartlett test of homogeneity of variances data: valorREM by TratamientoREM Bartlett's K-squared = 0.20397, df = 2, p-value = 0.903</pre>

Tabla I. Test de Shapiro-Wilk para los parámetros de calidad

pH	°Brix
<pre>> #Test de normalidad > shapiro.test(ver\$valorz) Shapiro-wilk normality test data: ver\$valorz W = 0.95412, p-value = 0.2177</pre>	<pre>> #Test de normalidad > shapiro.test(ver\$valorz) Shapiro-wilk normality test data: ver\$valorz W = 0.97116, p-value = 0.5713</pre>
Color	Acidez
<pre>> #Test de normalidad > shapiro.test(ver\$valorp) Shapiro-wilk normality test data: ver\$valorp W = 0.94017, p-value = 0.09194</pre>	<pre>> #Test de normalidad > shapiro.test(ver\$valoz) Shapiro-wilk normality test data: ver\$valoz W = 0.97502, p-value = 0.6832</pre>

Tabla J. Test de Bartlett para los parámetros de calidad

pH	°Brix
<pre>> #TEST BARTLETT > bartlett.test(valor~Tratamiento) Bartlett test of homogeneity of variances data: valor by Tratamiento Bartlett's K-squared = 2.8452, df = 2, p-value = 0.2411</pre>	<pre>> #TEST BARTLETT > bartlett.test(valorz~Tratamientoz) Bartlett test of homogeneity of variances data: valorz by Tratamientoz Bartlett's K-squared = 4.1509, df = 2, p-value = 0.1255</pre>
Color	Acidez
<pre>> #TEST BARTLETT > bartlett.test(valorp~Tratamientop) Bartlett test of homogeneity of variances data: valorp by Tratamientop Bartlett's K-squared = 5.2477, df = 2, p-value = 0.07252</pre>	<pre>> #TEST BARTLETT > bartlett.test(valoz~Tratamientoz) Bartlett test of homogeneity of variances data: valoz by Tratamientoz Bartlett's K-squared = 4.2363, df = 2, p-value = 0.1203</pre>

Tabla K. Prueba ANOVA para los parámetros de calidad

pH	°Brix
<pre> > #ANOVA > boxplot(valor~Tratamiento) > aov(valor~Tratamiento) Call: aov(formula = valor ~ Tratamiento) Terms: Tratamiento Residuals Sum of Squares 0.00402 0.02578 Deg. of Freedom 2 27 Residual standard error: 0.03090008 Estimated effects may be unbalanced > anovaph=aov(valor~Tratamiento) > summary(anovaph) Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F) Tratamiento 2 0.00402 0.0020100 2.105 0.141 Residuals 27 0.02578 0.0009548 > > #COMPROBACION ANOVA (TEST TUKEY) > TukeyHSD(anovaph) Tukey multiple comparisons of means 95% family-wise confidence level Fit: aov(formula = valor ~ Tratamiento) \$Tratamiento diff lwr upr p adj B-A 0.027 -0.007262912 0.06126291 0.1432888 C-A 0.006 -0.028262912 0.04026291 0.9016816 C-B -0.021 -0.055262912 0.01326291 0.2978127 </pre>	<pre> > #ANOVA > boxplot(valorz~Tratamientoz) > aov(valorz~Tratamientoz) Call: aov(formula = valorz ~ Tratamientoz) Terms: Tratamientoz Residuals Sum of Squares 0.278 4.049 Deg. of Freedom 2 27 Residual standard error: 0.3872505 Estimated effects may be unbalanced > anovaBRIX=aov(valorz~Tratamientoz) > summary(anovaBRIX) Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F) Tratamientoz 2 0.278 0.139 0.927 0.408 Residuals 27 4.049 0.150 > > #COMPROBACION ANOVA (TEST TUKEY) > TukeyHSD(anovaBRIX) Tukey multiple comparisons of means 95% family-wise confidence level Fit: aov(formula = valorz ~ Tratamientoz) \$Tratamientoz diff lwr upr p adj B-A 0.07 -0.3593947 0.4993947 0.9141683 C-A 0.23 -0.1993947 0.6593947 0.3923183 C-B 0.16 -0.2693947 0.5893947 0.6301949 </pre>
Color	Acidez
<pre> > #ANOVA > boxplot(valorp~Tratamiento) > aov(valorp~Tratamiento) Call: aov(formula = valorp ~ Tratamiento) Terms: Tratamiento Residuals Sum of Squares 5.72341 57.02218 Deg. of Freedom 2 27 Residual standard error: 1.453249 Estimated effects may be unbalanced > anovacolor=aov(valorp~Tratamiento) > summary(anovacolor) Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F) Tratamiento 2 5.72 2.862 1.355 0.275 Residuals 27 57.02 2.112 > > #COMPROBACION ANOVA (TEST TUKEY) > TukeyHSD(anovacolor) Tukey multiple comparisons of means 95% family-wise confidence level Fit: aov(formula = valorp ~ Tratamiento) \$Tratamiento diff lwr upr p adj B-A 0.755 -0.856405 2.366405 0.4856597 C-A -0.279 -1.890405 1.332405 0.9037691 C-B -1.034 -2.645405 0.577405 0.2666949 </pre>	<pre> > #ANOVA > boxplot(valo~Tratamiento) > aov(valo~Tratamiento) Call: aov(formula = valo ~ Tratamiento) Terms: Tratamiento Residuals Sum of Squares 0.000187467 0.005611500 Deg. of Freedom 2 27 Residual standard error: 0.01441643 Estimated effects may be unbalanced > anovaacidez=aov(valo~Tratamiento) > summary(anovaacidez) Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F) Tratamiento 2 0.00402 0.0020100 2.105 0.141 Residuals 27 0.02578 0.0009548 > > #COMPROBACION ANOVA (TEST TUKEY) > TukeyHSD(anovaacidez) Tukey multiple comparisons of means 95% family-wise confidence level Fit: aov(formula = valo ~ Tratamiento) \$Tratamiento diff lwr upr p adj B-A 0.0012 -0.01478536 0.01718536 0.9810962 C-A -0.0046 -0.02058536 0.01138536 0.7576954 C-B -0.0058 -0.02178536 0.01018536 0.6451856 </pre>