



Determinación y ajuste de los factores que inciden en la formación de un precipitado en el concentrado de la gaseosa de tamarindo de la empresa Postobón, por medio de un diseño de experimento factorial

Fabian Camilo Martínez Amorocho

Informe de práctica presentado como requisito para optar al título de:
Ingeniero Químico

Modalidad de Práctica Cursada
Semestre de Industria

Asesor

Diego Fernando Mendoza Muñoz, Ingeniero Químico PhD

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química
Ingeniería Química
Medellín, Colombia

2024

Cita	(Martínez Amorocho, 2024)
Referencia	(Martínez Amorocho, 2024). <i>Determinación y ajuste de las variables que inciden en la formación de un precipitado en el concentrado de la gaseosa de tamarindo de la empresa Postobón, por medio de un diseño de experimento factorial.</i>
Estilo APA 7 (2020)	[Semestre de industria]. Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

Repositorio Institucional: <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

Dedicatoria

A mi madre y abuela, que con todo su amor me han brindado todo para lograr ser profesional.

Agradecimientos

Agradezco a la empresa Postobón S.A, por confiar en mi para desarrollar estas prácticas.

Agradezco a todo el equipo de Investigación y desarrollo, en especial a Hugo Garzón, Paola Cardona y Juan Diego Opina, por brindarme un acompañamiento tan caluroso en mi proceso de prácticas. Agradezco a la señora Nora Barrero y toda su familia, por brindarme todo su apoyo para iniciar mi carrera.

Tabla de contenido

Resumen	9
Abstract	10
Introducción	11
1 Planteamiento del problema	12
1.1 Antecedentes	13
2 Objetivos	14
2.1 Objetivo general	14
2.2 Objetivos específicos.....	14
3 Marco teórico	15
3.1 Contextualización.....	15
3.2 Ingredientes del concentrado.....	15
3.3 Definición de la precipitación	16
4 Metodología	19
4.1 Definición de los instrumentos, herramientas, materiales a emplear y algoritmo de preparación del concentrado.....	20
4.2 Desarrollo diseño experimental.....	21
4.2.1 Análisis de factores incidentes en el fenómeno y definición de factores.	21
4.2.2 Modelación del Diseño experimental.	22
4.2.3 Ajuste y disminución de experimentos.	22
5 Resultados	23
5.1 Análisis de factores incidentes en el fenómeno y definición de niveles.	23
5.2 Desarrollo DOE factorial fraccionado $2^{(5-1)}$	26
5.3 Desarrollo DOE 2^3 , 1 replica y puntos centrales.....	31
7 Discusión	35

8 Conclusiones37

9 Recomendaciones.....38

Referencias39

Lista de tablas

Tabla 1 Niveles del DOE $2^{(5-1)}$.	26
Tabla 2 Diseño factorial completo $2^{(5-1)}$, con variable de respuesta para cada experimento.	27
Tabla 3 Análisis de suma de cuadrados en DOE $2^{(5-1)}$ de cada experimento.	29
Tabla 4 Anova DOE $2^{(5-1)}$, con error LOF conformado por las interacciones AC, AE, BC y CD, generado en Statgraphics.	29
Tabla 5 Niveles del DOE 2^3 , con replica y PC.	31
Tabla 6 Diseño factorial completo 2^3 con replica y PC, con variable de respuesta para cada experimento.	31
Tabla 7 Anova DOE 2^3 replicado y PC, generado en Statgraphics.	32
Tabla 8 Coeficientes de regresión lineal para el sólido precipitado, generada en Statgraphics.	33

Lista de figuras

Figura 1 Evidencia del fenómeno de precipitación en el concentrado de la gaseosa de tamarindo en planta de procesos Postobón.	12
Figura 2 Diagrama de flujo algoritmo de preparación y medición de variables en el concentrado.	21
Figura 3 Ejecución desarrollo experimental. a) concentrados preparados, b) filtración de solidos del precipitado, c) filtros secos para ser pesados.	23
Figura 4 Graficas de variables de respuesta para cada prueba. a) solido precipitado, b) acidez, c) conductividad.	24
Figura 5 Grafica de peso del precipitado vs composición del concentrado.	25
Figura 6 Grafica de pH vs composición del concentrado.	25
Figura 7 Grafica de conductividad vs composición del concentrado.	26
Figura 8 Ejecución DOE. a) concentrados preparados, b) montaje filtros, c) filtros y recipientes secos.	27
Figura 9 Diagrama de Pareto estandarizado para el sólido precipitado en DOE $2^{(5-1)}$, generado en Statgraphics.	30
Figura 10 Grafica de residuos para el sólido precipitado en DOE $2^{(5-1)}$, generada en Statgraphics.	30
Figura 11 Diagrama de Pareto para el sólido precipitado en DOE 2^3 con replica y PC, generado en Statgraphics.	32
Figura 12 Grafica de interacción para el sólido precipitado en DOE 2^3 con replica y PC, generado en Statgraphics.	33
Figura 13 Superficie de respuesta estimada para el sólido precipitado en DOE 2^3 con replica y PC, generado en Statgraphics.	34
Figura 14 Grafica de residuos para el sólido precipitado en DOE 2^3 con replica y PC, generado en Statgraphics.	34

Siglas, acrónimos y abreviaturas

DOE	Diseño de Experimentos
Anova	Análisis de Varianza
PC	Puntos Centrales
LOF	Lack of Fit

Resumen

Postobón S.A. es una empresa dedicada a la producción de bebidas de consumo masivo. Presenta una problemática en una línea de producción de una bebida gasificada sabor a tamarindo, durante la producción del concentrado de la bebida se presenta un precipitado el cual altera las condiciones del producto intermedio y por tanto incide en una pérdida de calidad de este. Por lo tanto, se realiza una revisión del estado del arte del fenómeno de precipitación, por medio de la cual se identifiquen los factores asociados a la inestabilidad del concentrado. Se propone como alternativa metodológica para la solución de la problemática un diseño experimental factorial con análisis de varianza de los factores incidentes seleccionados. Se realiza la experimentación en los laboratorios de investigación & desarrollo y Calidad de Postobón. A partir de la experimentación y la revisión realizada se formula una solución para la desaparición del precipitado por medio de una regresión, se lleva a cabo un análisis de las variables y factores presentes en el fenómeno.

Palabras clave: precipitado, alimentos, diseño experimental, bebida gasificada, regresión, Anova, conservantes.

Abstract

Postobón S.A. is a company dedicated to the production of mass consumption beverages. It presents a problem in a production line of a tamarind-flavored carbonated beverage, during the production of the beverage concentrate, a precipitate is present which alters the conditions of the intermediate product and therefore affects its quality loss. Therefore, a review of the state of the art of the precipitation phenomenon is carried out to identify the factors associated with the instability of the concentrate. A factorial experimental design with analysis of variance of the selected incident factors is proposed as a methodological alternative for the solution of the problem. The experimentation is carried out in Postobón's research & development and quality laboratories. Based on the experimentation and the review carried out, a solution for the disappearance of the precipitate is formulated by means of a regression, and an analysis of the variables and factors present in the phenomenon is carried out.

Keywords: precipitate, food, experimental design, carbonated beverage, regression, Anova, preservatives.

Introducción

En la empresa Postobón S.A. Existe la problemática de la aparición de un precipitado en una de las etapas de producción de la gaseosa de tamarindo, específicamente en el concentrado de la gaseosa. El propósito de este trabajo es abordar esta problemática desde los conocimientos de la ingeniería y plantear un marco explicativo del fenómeno en base a las variables del proceso. Además, se busca predecir el fenómeno del precipitado por medio de la correlación de las variables y factores en una regresión. Esto con el fin de solucionar la variabilidad de la calidad que experimenta el producto intermedio y que puede llegar a afectar el producto final que es la gaseosa de tamarindo.

Para satisfacer los objetivos planteados se emplea un enfoque experimental, en el cual se inicia con un primer acercamiento al fenómeno de precipitado por medio de la preparación del concentrado a nivel de laboratorio junto a una revisión bibliográfica del fenómeno. Posteriormente se realizan diluciones del concentrado para identificar puntos bajos y altos para la aparición del precipitado, con estos niveles definidos se ejecuta un diseño experimental factorial teniendo como factores las concentraciones de los componentes del concentrado problema, el diseño factorial se acota a partir de los factores identificadas como significativas, se repite el diseño con menos factores y haciendo análisis del tipo de regresión que mejor se ajusta a la variable de respuesta del fenómeno.

Como hallazgos de la experimentación se tiene la identificación de sustancias presentes en la composición del concentrado que no son incidentes en el fenómeno del precipitado, se identifican factores externos a la fórmula del concentrado que pueden incidir en la aparición del precipitado y se logra determinar una regresión que predice el fenómeno. A partir de este trabajo la empresa cuenta con una hoja de ruta para la implementación de diversos tipos de soluciones para abordar la problemática, como lo puede ser reformular el concentrado con la regresión obtenida, o ajustar factores externos que están presentes en la planta de preparación del concentrado.

1 Planteamiento del problema

En la empresa Postobón S.A. se ha identificado la aparición de un precipitado en el concentrado de la gaseosa de tamarindo, este concentrado es un jarabe que contiene saborizantes, colorantes y conservantes. El cual se produce y se transporta desde la planta de componentes de la empresa ubicada en Medellín (Figura 1) a las plantas de producción de gaseosas y refrescos de la empresa en todo el país. La formulación de este concentrado obedece a la implementación de la Unitización como parte de una estrategia de protección de fórmula del producto y de facilidad de la logística al interior de empresa. El precipitado se reporta por parte de las plantas de producción receptoras del concentrado, pasado un tiempo indeterminado después de su preparación, pero antes de la fecha de vencimiento del producto.

La aparición de esta discrepancia en el estado del concentrado durante su vida útil no ha sido abordada para tener una conceptualización del fenómeno, así como identificar factores del proceso generadores.

Figura 1 Evidencia del fenómeno de precipitación en el concentrado de la gaseosa de tamarindo en planta de procesos Postobón.



1.1 Antecedentes

Existen pocos antecedentes reportados de precipitados en bebidas alimenticias comerciales o en parte de su proceso productivo. Con respecto a bebidas carbonatadas solo se tiene como referencia el caso del Huangjiu o vino amarillo, el cual es una bebida fermentada popular en china, a la cual se le adiciona colorante caramelo tipo IV y llega a presentar precipitación en algunos casos, este colorante también es empleado en la formulación del concentrado de la gaseosa de tamarindo, permitiendo así determinar similitudes entre los casos para enfocar el desarrollo de una solución.

En su investigación (Zhou et al., 2024) presentan un estudio de los efectos del color caramelo en la calidad del Huangjiu en términos de color, propiedades fisicoquímicas, características sensoriales y liberación de compuestos orgánicos volátiles. Los resultados mostraron que los colores caramelo Clase IV, con mayor intensidad de color, tenían la capacidad colorante más baja en Huangjiu debido a la precipitación.

2 Objetivos

2.1 Objetivo general

Evaluar el efecto de las condiciones del proceso sobre la formación del precipitado en el concentrado de la gaseosa de tamarindo.

2.2 Objetivos específicos

- Establecer teóricamente las razones fisicoquímicas por las cuales se presenta el precipitado del concentrado.
- Obtener una correlación experimental que relacione el fenómeno de precipitación con las variables del proceso.

3 Marco teórico

3.1 Contextualización.

Un refresco carbonatado es una bebida no alcohólica que contiene gas carbonatado, típicamente dióxido de carbono (CO₂), que se disuelve bajo presión y temperaturas bajas. Esto produce burbujas de gas que dan al refresco su característica efervescencia. Los refrescos carbonatados suelen tener un sabor dulce y pueden contener una variedad de sabores, colorantes y edulcorantes. Comúnmente la producción de un refresco carbonatado cuenta con tres etapas, las cuales son (Garzón, 2024):

1. La producción del concentrado del refresco, el cual contiene los colorantes, saborizantes y algunos conservantes para la bebida.
2. Este concentrado es llevado a la planta de producción, donde se le adiciona azúcar, agua y algunos otros conservantes o edulcorantes.
3. Finalmente se realiza una dilución del jarabe por medio de la adición de agua, posterior a esto se adiciona la carbonatación, para así llegar al producto terminado.

El concentrado del refresco del tamarindo está conformado por agua, benzoato de sodio, sorbato de potasio, color caramelo tipo IV, color rojo punzo, color carmoisina y el sabor tamarindo. Este concentrado se prepara en la planta de componente de Postobón, allí se realiza la mezcla y homogenización de los componentes en las cantidades correspondientes a la formulación del producto. Este concentrado se deposita en bidones, los cuales se transportan a las plantas de todo el país. Es en este punto donde se evidencia la presencia de un precipitado al vaciar los bidones en la planta de destino.

3.2 Ingredientes del concentrado.

- Benzoato de sodio: es un conservante alimenticio ampliamente utilizado en la industria de alimentos y bebidas, para evitar el crecimiento de microorganismos, como bacterias, levaduras y mohos. Se utiliza comúnmente en bebidas carbonatadas, jugos entre otros. Evita la proliferación de microorganismo especialmente en productos que tienen un pH bajo o ácido. Esto se debe a que el benzoato de sodio es más efectivo en soluciones ácidas, donde se ioniza en benzoato de hidrógeno y iones de sodio, lo que inhibe el crecimiento de

microorganismos al alterar su metabolismo (Belitz et al., 2009). Se encuentra como pelets o polvo blanco, es completamente soluble en agua.

- Sorbato de potasio: actúa como conservante principalmente mediante la inhibición del crecimiento de hongos, levaduras y bacterias. El sorbato de potasio actúa sobre las membranas celulares de los microorganismos y en su metabolismo. Esto sucede por la disociación de los iones sorbato, los cuales tienen la capacidad de permear la membrana celular los microorganismos (Belitz et al., 2009). Se encuentra como Pellets o Cristales Grandes, es altamente soluble en agua.
- Caramelo tipo IV: Caramelo producido a base de la calcinación de sacarosa con material de Sulfito y Amoníaco. Se produce a base de Ácidos y álcalis. Se emplea en Refrescos, productos de panadería, snacks, cereales, confitería (Vollmuth, 2018), es soluble completamente en agua.
- Color rojo punzo y carmoisina: son colorantes azoderivados rojos de carácter sintético, se emplean ampliamente en la industria alimentaria, Suelen elaborarse como subproducto del alquitrán procedente de la industria del carbón o del petróleo, son solubles completamente en agua.

3.3 Definición de la precipitación

Un precipitado es la creación de un sólido que se forma a partir de una solución. Esto es cuando un sólido se forma en una solución de dos o más sustancias disueltas en una base acuosa, el sólido es el resultado de una reacción química entre sí. Esto ocurre cuando se mezclan dos o más soluciones y los iones presentes en las soluciones reaccionan para formar un compuesto que es insoluble. Cuando esto sucede, el compuesto insoluble se precipita fuera de la solución y se acumula como un sólido en el fondo del recipiente, (Dhara, 2007).

El comportamiento de las suspensiones de partículas finas depende en gran medida de la floculación de las partículas. El efecto general de la floculación es crear grandes conglomeraciones de partículas elementales con líquido ocluido. Los flóculos, que se deforman fácilmente, son en realidad partículas agrandadas de una densidad intermedia entre la de las partículas constituyentes y la del líquido. La tendencia de la fase particulada de las dispersiones coloidales a agregarse es una propiedad física importante que encuentra aplicación práctica en los procesos de separación sólido-líquido, como la sedimentación y la filtración. La agregación de coloides se conoce como

coagulación o floculación, (Coulson et al., 2002). Las partículas dispersas en medios líquidos colisionan debido a su movimiento relativo; y la estabilidad (es decir, la estabilidad frente a la agregación) de la dispersión viene determinada por la interacción entre las partículas durante estas colisiones. Entre las partículas pueden operar fuerzas de atracción y repulsión; estas fuerzas pueden reaccionar de distintas maneras en función de las condiciones ambientales, como la concentración de sales y el pH.

La coagulación es el proceso químico que desestabiliza las partículas en suspensión. Esto se logra neutralizando las cargas eléctricas que mantienen separadas a las partículas, permitiendo que se acerquen y se aglomeren. La coagulación prepara el medio líquido para la floculación. Es la desestabilización de un coloide producida por la eliminación de las dobles capas eléctricas que rodean a todas las partículas coloides, con la formación de núcleos microscópicos. La adición de sales con iones multivalentes (como Al^{3+} , Ca^{2+} , Fe^{3+}) es más eficaz por el efecto del número de carga, pero sales con iones simples también pueden ajustarse a este fenómeno (Coulson et al., 2002).

La floculación corresponde al aglomerado de partículas desestabilizadas primero en micro flóculos y más tarde en aglomerados voluminosos llamados flóculos. Estas partículas, generalmente coloidales, se encuentran en suspensión en el medio líquido y son demasiado pequeñas para sedimentar por sí solas. La floculación aumenta el tamaño de estas partículas, facilitando su posterior separación del líquido por sedimentación o filtración. El tipo de comportamiento de sedimentación que presentan las suspensiones floculadas depende en gran medida de la concentración inicial de sólidos y del entorno químico.

Cuando existen polímeros en una solución, la estabilidad de las dispersiones coloidales depende en gran medida de la presencia de polímeros adsorbidos. Las soluciones pueden estabilizarse o desestabilizarse en función de varios factores, como las cantidades relativas de polímero en la solución, el mecanismo de adsorción del polímero y el método de mezcla del polímero y la dispersión (Coulson et al., 2002). La floculación se produce fácilmente por homopolímeros lineales de alto peso molecular. Aunque pueden ser no iónicos, suelen ser polielectrolitos; las poliacrilamidas y sus derivados se utilizan ampliamente en situaciones prácticas.

La floculación por ciertos polímeros de alto peso molecular puede interpretarse en términos de un mecanismo de puente; las moléculas de polímero pueden ser lo suficientemente largas y

flexibles como para adsorberse en varias partículas. La naturaleza precisa de la unión entre el polímero y la superficie de la partícula depende de la naturaleza de las superficies de la partícula y del polímero, así como de las propiedades químicas de la solución. Pueden preverse varios tipos de interacción entre los segmentos poliméricos y las superficies de las partículas. En el caso de los polielectrolitos, la más fuerte de estas interacciones sería la asociación iónica entre un sitio cargado de la superficie y un segmento polimérico con carga opuesta, como el ácido poliacrílico y las partículas de yoduro de plata con carga positiva (Williams & Ottewill, 1971).

En su investigación sobre vino amarillo, (Zhou et al., 2024) determino como principal causante de la precipitación y pérdida de capacidad colorante en la bebida al color caramelo tipo IV. Esto debido a que los reactivos empleados para la producción del color caramelo IV que son sulfito y amoniaco, dotan al producto final de un cargas negativas y positivas (carácter polielectrico) que se combinan para formar sólidos macromoleculares neutros, lo que provoca floculación, turbidez y precipitación.

4 Metodología

Se emplea un enfoque mixto entre cualitativo y cuantitativo para desarrollar el trabajo, ya que se emplea una revisión bibliográfica para identificar y definir el fenómeno del precipitado en el concentrado y se emplea un enfoque de diseño experimental para identificar el fenómeno de precipitado a escala de laboratorio, así como para determinar los factores incidentes en la formación de este y llegar a predecir el fenómeno por medio de una regresión. La revisión bibliográfica y sus principales hallazgos se reportan en el marco teórico.

Se realiza un diseño de experimentos (DOE) para analizar los factores del proceso de producción del concentrado de la gaseosa de tamarindo, con el fin de determinar las causas del fenómeno de precipitación presente en este. Se toma este enfoque, ya que, al hacer una revisión de procesos de sedimentación, se observa que las leyes fundamentales del fenómeno de precipitación son de una alta complejidad e implican un conocimiento muy avanzado de fenómenos físicos y moleculares. Por lo cual, al emplear un enfoque de diseño experimental se logra acotar el fenómeno desde el punto de vista de variables de carácter macroscópico, como lo son la acidez, la temperatura o el nivel de agitación, que son de alto impacto a nivel industrial. Así mismo, el enfoque de análisis experimental permite rastrear y acotar las variables de trabajo que inciden sobre un fenómeno aleatorio, además de permitir un control de factores externos que incidan en la variabilidad de mediciones y posteriores tratamientos estadísticos (Haddaji et al., 2022).

El DOE se ha convertido en una de las técnicas estadísticas más útiles que pueden cubrir una amplia gama de estadísticas experimentales y obtener resultados inequívocos con un número mínimo de experimentos. Los diseños factoriales se aplican ampliamente en experimentos que tienen en cuenta varios factores donde es necesario estudiar el efecto de interacción de los factores sobre la respuesta. El diseño factorial 2^k se aplica particularmente en las etapas iniciales del trabajo experimental cuando hay varios factores que probablemente se deben investigar (Lee et al., 2012).

4.1 Definición de los instrumentos, herramientas, materiales a emplear y algoritmo de preparación del concentrado.

A continuación, se presentan los instrumentos, herramientas y materias primas necesarias para ejecutar el trabajo. En la Figura 2, se presenta el paso a paso para la preparación del concentrado y la cuantificación de variables de respuesta, entre las que se encuentra el sólido precipitado.

Para llevar a cabo la experimentación se emplean los siguientes instrumentos:

- Balanza analítica.
- PH metro
- Conductímetro
- Horno de secado
- Plancha de agitación

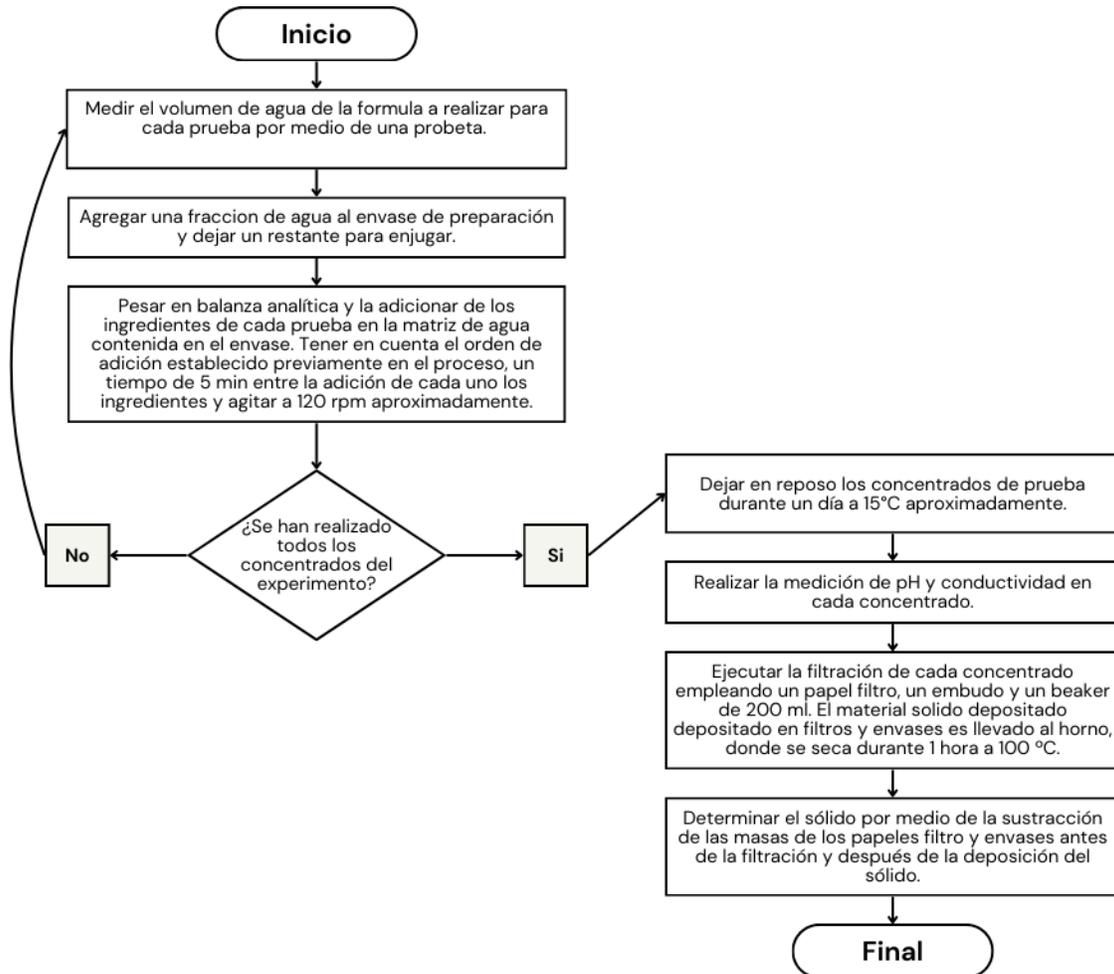
Se emplean las siguientes herramientas:

- Filtros de papel N°595.
- Beakers de vidrio de 100 ml.
- Probeta de 100 ml
- Papel aluminio.
- Embudo.
- Vidrios reloj.

Se emplean los siguientes materiales:

- Agua tratada.
- Benzoato de sodio.
- Sorbato de potasio.
- Color carmoisina.
- Color rojo punzo.
- Color caramelo tipo IV.
- Sabor tamarindo.
- Alcohol al 96%.

Figura 2 Diagrama de flujo algoritmo de preparación y medición de variables en el concentrado.



4.2 Desarrollo diseño experimental

4.2.1 Análisis de factores incidentes en el fenómeno y definición de factores.

Para el desarrollo experimental se define como factores incidentes en el fenómeno de precipitación la composición másica de los ingredientes de la formula del concentrado. Se realiza un primer acercamiento al fenómeno físico, con el fin de determinar las concentraciones de los ingredientes de la formula a la que se genera precipitado y a cuál no. se lleva a cabo la preparación del concentrado bajo diferentes condiciones de formulación, a su vez se mide la cantidad de solidos generados. Esta información se gráfica y es vital para establecer los niveles (bajos y altos de los factores) del DOE posterior. Se establece un gradiente de concentración para variar cada ingrediente en la formula en base al fraccionamiento de la formula original en cinco partes.

4.2.2 Modelación del Diseño experimental.

A partir de los datos recolectados anteriormente se puede establecer los niveles de operación del DOE. Al no tener factores significativos definidos en el fenómeno, se tomará la mayor cantidad de factores existentes, en este caso se delimita el diseño solo en tomar los componentes de la formula. Se empleará un diseño factorial fraccionado $2^{(5-1)}$, con el cual se puede cubrir la cantidad total de factores con un numero de 16 experimentos, se fracciona un factor. Como variables de respuesta se tiene la cantidad de solidos precipitados. La experimentación se realiza en el laboratorio de investigación y desarrollo. Para el tratamiento estadístico de los datos se emplea el programa computacional Statgraphics.

4.2.3 Ajuste y disminución de experimentos.

Después de tener los resultados y Anova del DOE $2^{(5-1)}$ previo, se ejecuta un segundo DOE para refinar el diseño, ya sea porque se pueda descartar factores insignificantes, lo que implique menor cantidad de pruebas experimentales, con lo que se puede facilitar replicar el experimento y reforzar el error total del diseño. Del mismo modo, se puede evaluar el mejor modelo de ajuste para los datos experimentales por medio de la inclusión de puntos centrales al diseño factorial $2^{(k-p)}$, con los cuales se puede definir mejor la superficie de respuesta del fenómeno. A partir de lo anterior se evalúa si es mejor una regresión lineal o cuadrática y si el DOE goza de replicabilidad.

5 Resultados

5.1 Análisis de factores incidentes en el fenómeno y definición de niveles.

En la Figura 4 se presentan los resultados de las mediciones de pH, conductividad y cantidad de sólidos depositados en filtro para cinco pruebas realizadas en la etapa de análisis de factores incidentes. Se observa que al aumentar las composiciones de cada componente en la fórmula se aumenta la medición de las tres variables de salida censadas. Como método de aleatorización de las variables para hacer la primera observación se decide preparar el concentrado por medio de disminuciones en las fracciones de los componentes de la fórmula, dejando la fracción original del agua en la fórmula fija, los componentes restantes se fraccionan en una quinta parte de su composición original, el peso total de concentrado preparado en cada prueba es de 100 gramos.

En la Figura 3 se representa el desarrollo de la preparación de los concentrados en el laboratorio, se observa de forma detallada como se deposita el precipitado en el papel filtro, el cual corresponde a la fórmula actual del concentrado.

Figura 3 Ejecución desarrollo experimental. a) concentrados preparados, b) filtración de sólidos del precipitado, c) filtros secos para ser pesados.

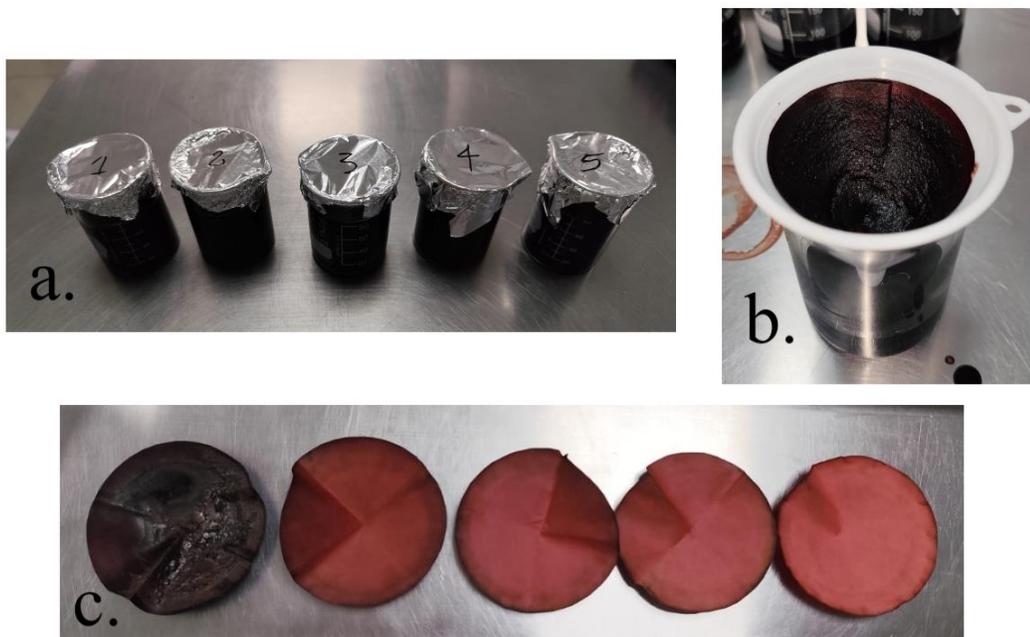
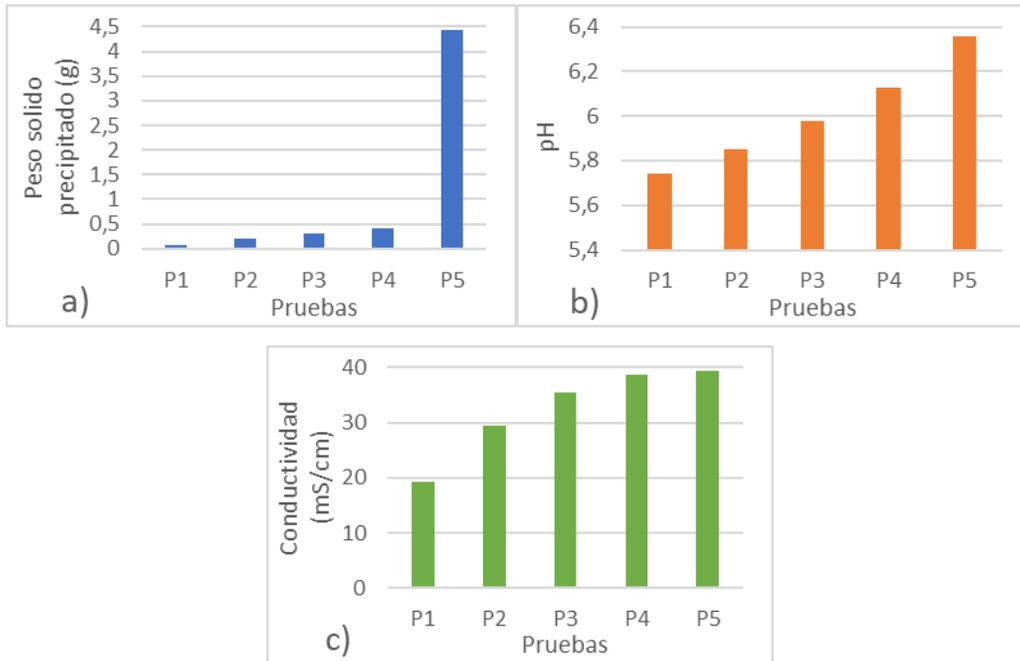


Figura 4 Graficas de variables de respuesta para cada prueba. a) solido precipitado, b) acidez, c) conductividad.



Al observar la Figura 4, los sólidos precipitados y depositados en las pruebas P1 a P4 son muy bajos, en estas pruebas visualmente no se observó la presencia de un precipitado o de partículas suspendidas al final de la experimentación, por lo que el material depositado en los filtros puede obedecer a una fracción de solidos coloides que se quedaron atrapados al pasar por el filtro, lo cual no es un indicio concluyente de la existencia de un precipitado. En la prueba P5 si se evidencia la presencia del precipitado, visualmente se observa depositado al fondo del beaker de preparación partículas sólidas, así mismo, se observan partículas de gran tamaño suspendidas en la solución del concentrado, al realizar la filtración y el secado de la muestra se observa una gran cantidad de material en estado sólido.

La acidez como variable de respuesta tiene una respuesta levemente acida en las pruebas P1 a P3, las pruebas P4 a P5 presentan un pH de carácter neutro, con baja variación entre las dos últimas pruebas, lo que puede indicar un punto de inflexión en el comportamiento del precipitado. La conductividad aumenta gradualmente desde la P1 a la P4, en la última muestra se observa una estabilización, lo que arroja un posible punto de saturación del seno acuosa con respecto a su capacidad de recibir material ionizable.

Figura 5 Grafica de peso del precipitado vs composición del concentrado.

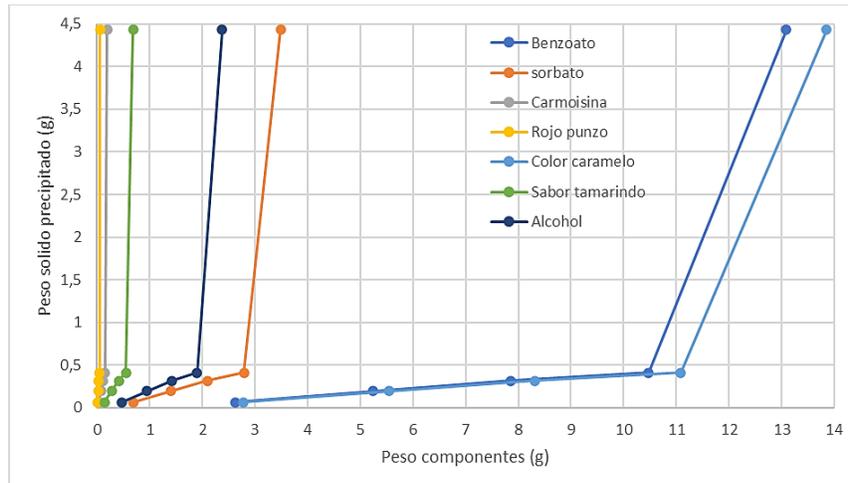
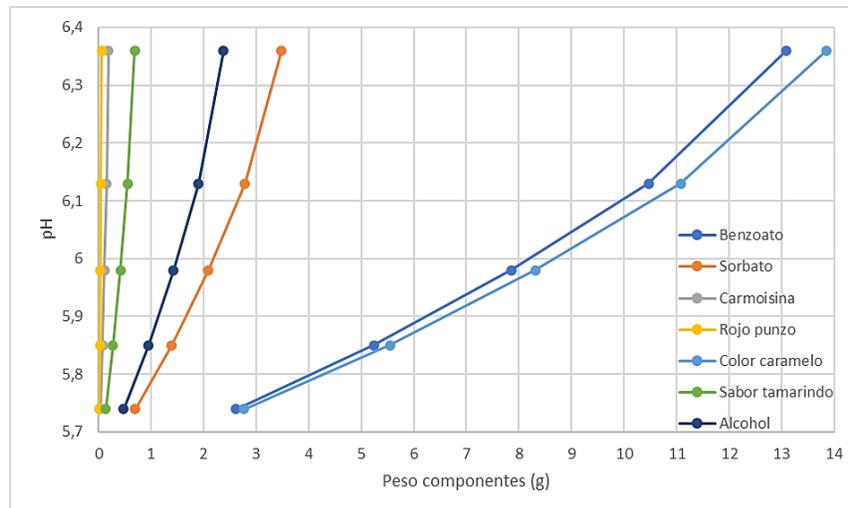
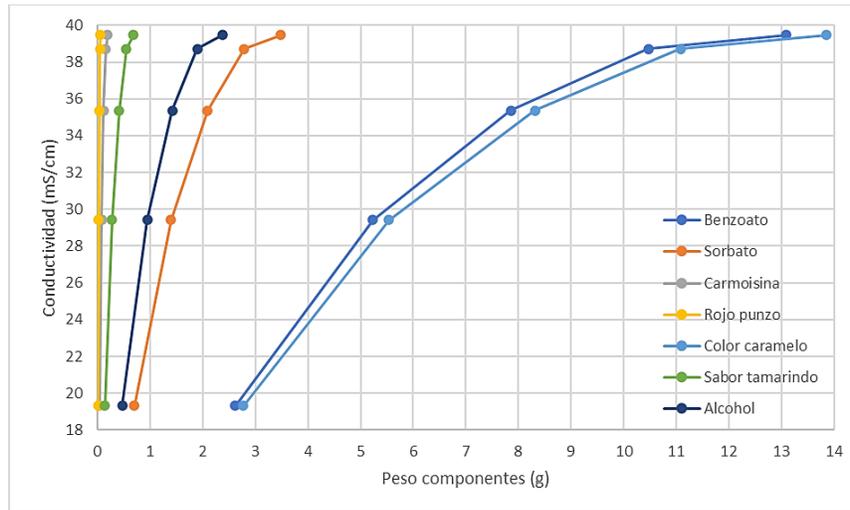


Figura 6 Grafica de pH vs composición del concentrado.



En las Figura 5 a Figura 7 se presentan los resultados de conductividad, acidez y solidos precipitados con relación a la composición fraccionada de concentrado en cada una de las cinco pruebas. Se observa que los cambios más significativos en el peso del solido precipitado provienen de las dos últimas pruebas, por lo tanto, estas fracciones son las que se establecerán para definir los niveles alto y bajo del diseño experimental posterior.

Figura 7 Grafica de conductividad vs composición del concentrado.



5.2 Desarrollo DOE factorial fraccionado $2^{(5-1)}$.

A continuación, se presentan los resultados del DOE $2^{(5-1)}$, en la Tabla 1 se adjuntan los niveles del DOE y en la Figura 8 se representa el desarrollo del DOE en el laboratorio.

Tabla 1 Niveles del DOE $2^{(5-1)}$.

Denominación	Factores	Nivel bajo (-1)	Nivel alto (+1)
A	Benzoato de sodio	10,47 g	13,08 g
B	Sorbato de potasio	2,78 g	3,48 g
C	Color carmoisina	0,15 g	0,19 g
D	Color caramelo IV	11,08 g	13,85 g
E	Color rojo punzo	0,046 g	0,057 g

En la Tabla 2 se presenta el diseño factorial completo, con el sólido precipitado medido de cada experimento y el fraccionamiento de un factor, el cual corresponde al color rojo punzo, se tomó este como el fraccionado debido a su baja fracción en la fórmula total, por lo cual se consideró que tendría poca incidencia en la significancia de las interacciones con los demás ingredientes de la fórmula.

Figura 8 Ejecución DOE. a) concentrados preparados, b) montaje filtros, c) filtros y recipientes secos.

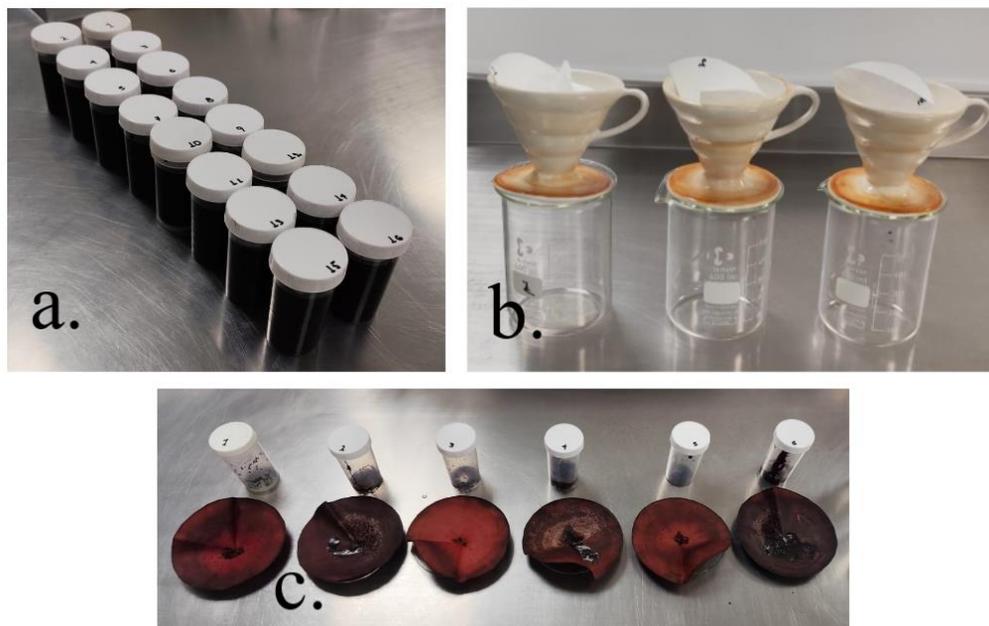


Tabla 2 Diseño factorial completo $2^{(5-1)}$, con variable de respuesta para cada experimento.

Experimento	A	B	C	D	E = ABCD	Precipitado (g)
1	-1	-1	-1	-1	1	0,4168
2	1	-1	-1	-1	-1	0,5377
3	-1	1	-1	-1	-1	0,4460
4	1	1	-1	-1	1	0,5007
5	-1	-1	1	-1	-1	0,4297
6	1	-1	1	-1	1	0,5110
7	-1	1	1	-1	1	0,4947
8	1	1	1	-1	-1	0,4806
9	-1	-1	-1	1	-1	0,5300
10	1	-1	-1	1	1	0,6131
11	-1	1	-1	1	1	0,5309
12	1	1	-1	1	-1	0,8511
13	-1	-1	1	1	1	0,4928
14	1	-1	1	1	-1	0,6670
15	-1	1	1	1	-1	0,5268
16	1	1	1	1	1	0,8914

Para la realización del Anova, se debe establecer un error para ejecutar la comparación correspondiente de la varianza, este error proviene de la comparación de un cúmulo de corridas base con respecto a una réplica de la experimentación o a la exclusión de ciertos experimentos provenientes de interacciones dobles o triples las cuales se consideran insignificantes para las variables de respuesta. En este caso se optó por conformar el error por corridas de factores dobles que se espera tienen baja incidencia sobre el fenómeno, a este tipo de error se conoce como LOF o de falta de ajuste. Se toma este tipo de error ya que para tener un error puro (proveniente de una réplica) se tendrían que realizar muchos experimentos y no se cuenta con los recursos suficientes para ello.

El criterio para definir el error LOF inicialmente, fue la variación de la suma de cuadrados de cada interacción de factores con respecto al total de la suma de cuadrados de todas las corridas. A partir de esto se excluyó las 4 interacciones con menor porcentaje y se ubicaron en el error, los resultados se muestran en la Tabla 3. El cálculo del porcentaje de la suma de cuadrados se calcula por medio de las Ecuación 1 a Ecuación 3.

$$\text{Contraste}_i = \sum_{i=1}^{2^k} C_i Y_i \quad \text{Ecuación 1}$$

$$\text{Suma de cuadrado: } SS_i = \frac{(\text{Contraste}_i)^2}{n2^{k-1-p}} \quad \text{Ecuación 2}$$

$$\%SS = \frac{SS_i}{SS_{Total}} * 100 \quad \text{Ecuación 3}$$

En la Tabla 4 se presenta en Anova realizado en Statgraphics, al observar que el valor-P para el color carmoisina y rojo punzo se concluye que no son factores significativos en el fenómeno. El R^2 del Anova es de 99.8562% y el R^2 ajustado es de 99.4607%, lo que implica un buen ajuste de la predicción de factores significativos en el fenómeno. En la Figura 9 se observa el diagrama de Pareto del Anova, así como las interacciones y factores significativos, en la Figura 10 se observa la gráfica de residuos para el Anova realizado, se observa una baja aleatoriedad entre las muestras, lo que implica una Heterocedasticidad.

Tabla 3 Análisis de suma de cuadrados en DOE $2^{(5-1)}$ de cada experimento.

Fuente de variación	Contraste	Suma de Cuadrados	% Suma de Cuadrados
A+BCDE	1,18498	0,0877611	0,30944
B+ACDE	0,52418	0,017172792	0,06055
C+ABDE	0,06762	0,000285779	0,00100
D+ABCE	1,28598	0,103359035	0,36443
E+ABCD	-0,01758	1,9316E-05	6,81E-05
AB	0,26598	0,004421585	0,01559
AC	0,02702	4,563E-05	0,00016
AD	0,69938	0,030570774	0,10779
AE	-0,02298	3,3005E-05	0,00011
BC	0,06182	0,000238857	0,00084
BD	0,47058	0,013840346	0,04880
BE	0,24382	0,003715512	0,01310
CD	0,03802	9,0345E-05	0,00031
CE	0,58918	0,021695817	0,07649
DE	-0,07598	0,00036081	0,00127
--	Total, Suma de cuadrados	0,283610703	--

Tabla 4 Anova DOE $2^{(5-1)}$, con error LOF conformado por las interacciones AC, AE, BC y CD, generado en Statgraphics.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: Benzoato	0,0877611	1	0,0877611	860,75	0,0000
B: Sorbato	0,0171728	1	0,0171728	168,43	0,0002
C: Carmoisina	0,000285779	1	0,000285779	2,80	0,1694
D: Caramelo	0,103359	1	0,103359	1013,73	0,0000
E: Rojo punzo	0,000019316	1	0,000019316	0,19	0,6858
AB	0,00442159	1	0,00442159	43,37	0,0028
AD	0,0305708	1	0,0305708	299,83	0,0001
BD	0,0138403	1	0,0138403	135,74	0,0003
BE	0,00371551	1	0,00371551	36,44	0,0038
CE	0,0216958	1	0,0216958	212,79	0,0001
DE	0,00036081	1	0,00036081	3,54	0,1331
Error total	0,000407837	4	0,000101959	--	--
Total (corr.)	0,283611	15	--	--	--

Figura 9 Diagrama de Pareto estandarizado para el sólido precipitado en DOE $2^{(5-1)}$, generado en Statgraphics.

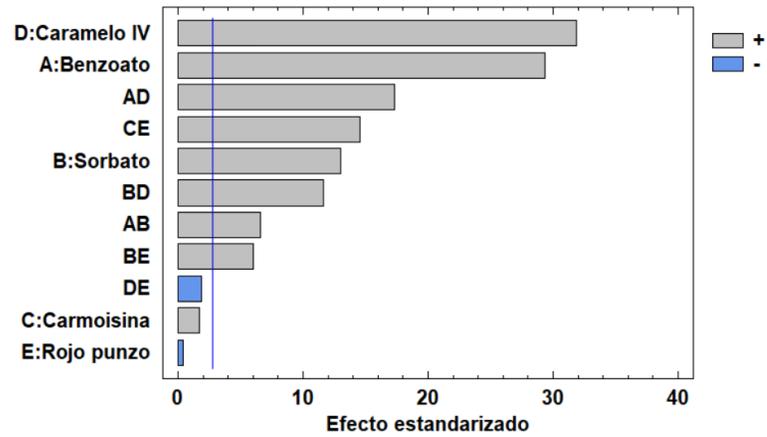
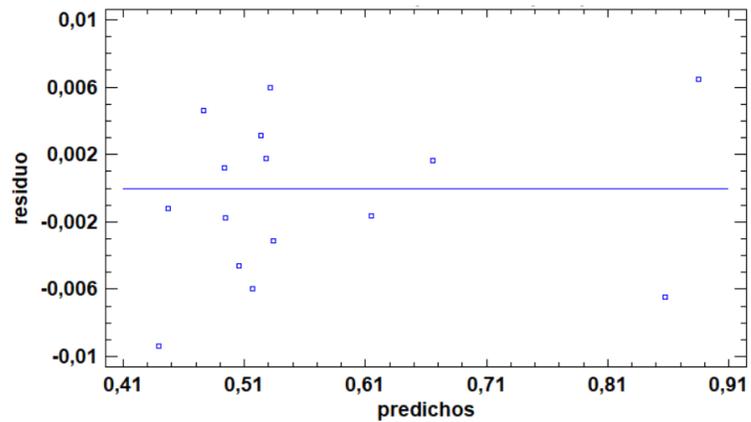


Figura 10 Grafica de residuos para el sólido precipitado en DOE $2^{(5-1)}$, generada en Statgraphics.



5.3 Desarrollo DOE 2³, 1 replica y puntos centrales.

Se ajusta el DOE a un 2³ ya que se pueden descartar 2 factores gracias al diseño 2⁽⁵⁻¹⁾ previo, ya que la significancia de los colores rojo punzo y carmoisina no fue optima. Al disminuir los factores se puede hacer con la misma cantidad de corridas experimentales una réplica, lo que es importante para estructurar el error del Anova total y darle más confiabilidad. Además, se incluye el análisis de la curvatura del DOE, con el cual se evalúa que tipo de regresión es mejor para predecir el fenómeno, para esto se toman puntos en un nivel intermedio de los factores que siguen vigentes de análisis, esto se observa en la Tabla 5.

Tabla 5 Niveles del DOE 2³, con replica y PC.

Denominación	Factores	Nivel bajo (-1)	Nivel base (0)	Nivel alto (+1)
A	Benzoato de sodio	10,47 g	11,77 g	13,08 g
B	Sorbato de potasio	2,78 g	3,135 g	3,48 g
C	Color caramelo IV	11,08 g	12,46 g	13,85 g

Tabla 6 Diseño factorial completo 2³ con replica y PC, con variable de respuesta para cada experimento.

Experimento	A	B	C	Precipitado (g)
1	-1	-1	-1	1,2709
2	1	-1	-1	3,2534
3	-1	1	-1	1,3331
4	1	1	-1	3,6889
5	-1	-1	1	1,4545
6	1	-1	1	3,8546
7	-1	1	1	2,2295
8	1	1	1	5,2593
9	-1	-1	-1	0,8365
10	1	-1	-1	3,6452
11	-1	1	-1	1,4576
12	1	1	-1	3,2701
13	-1	-1	1	1,4305
14	1	-1	1	3,9271
15	-1	1	1	1,5285
16	1	1	1	4,9131
17	0	0	0	2,3749
18	0	0	0	2,7621
19	0	0	0	2,6607
20	0	0	0	2,3001

En la Tabla 6 se presenta el diseño factorial 2^3 replicado y los PC junto al sólido precipitado medido en cada experimento. En la Tabla 7 se presenta el Anova del diseño optimizado, se evidencia que el valor-P de la curvatura y el bloque no son significativos, por cual una regresión lineal puede predecir de forma correcta el fenómeno y el bloque indica que el experimento tiene baja variación entre las réplicas y no interfirieron factores externos en el mismo. En las Figura 11 Figura 12 se representa el diagrama de Pareto y la gráfica de interacción para el DOE 2^3 , se observa que en las interacciones significativas son de tendencia paralela lo que significa que no hay interacción entre los factores o que el efecto de un factor sobre la variable de respuesta del fenómeno es constante a través de los niveles del otro factor.

Tabla 7 Anova DOE 2^3 replicado y PC, generado en Statgraphics.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: Benzoato	25,6812454	1	25,6812454	418,798442	1,7143E-09
B: Sorbato	2,1326708	1	2,1326708	34,7786563	0,0001516
C: Caramelo	1,00370342	1	1,00370342	16,3679534	0,00233956
AC	0,34560681	1	0,34560681	5,63600373	0,03900818
BC	0,3969	1	0,3969	6,47247043	0,0291572
AB	0,05004169	1	0,05004169	0,81605785	0,38757857
ABC	0,28638552	1	0,28638552	4,67024899	0,05600771
Curvatura	0,1096335	1	0,1096335	1,78785478	0,21080694
Bloque	0,11150034	1	0,11150034	1,81829845	0,20726208
Error total	0,61321254	10	0,06132125	--	--
Total (corr.)	30,6193997	19	--	--	--

Figura 11 Diagrama de Pareto para el sólido precipitado en DOE 2^3 con replica y PC, generado en Statgraphics.

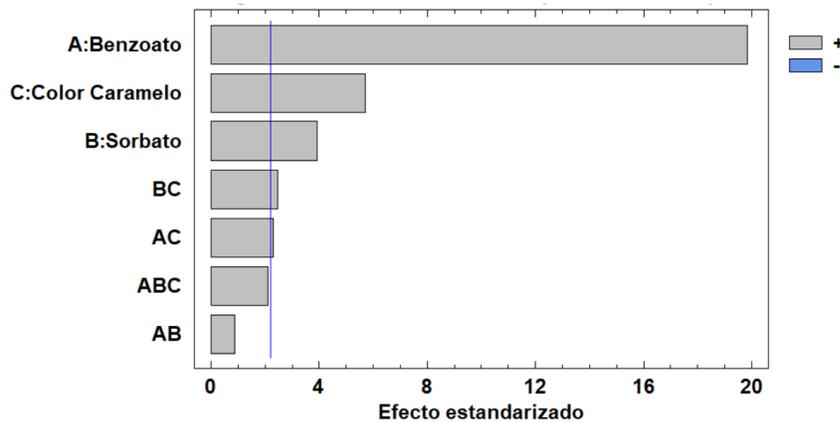
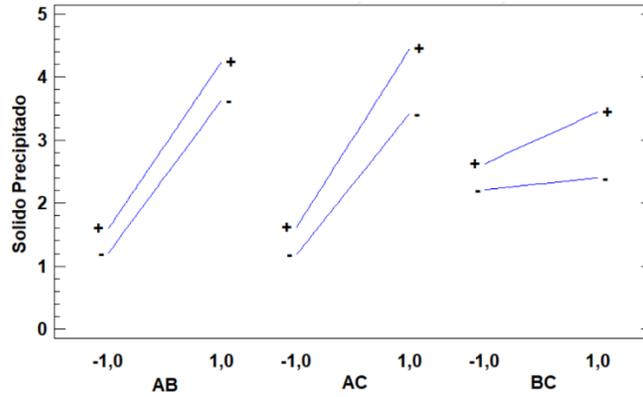


Figura 12 Grafica de interacción para el sólido precipitado en DOE 2³ con replica y PC, generado en Statgraphics.



Con el resultado de la evaluación de la curvatura en el Anova se puede confiar en la regresión lineal generada en Statgraphics para este DOE, el cual arrojo un R² de 97,6628 % y un R² ajustado de 95,963 %, lo cual indica que el modelo está ajustando de forma realista al fenómeno. A partir de esto se presenta en la Tabla 8 los coeficientes de la regresión para el sólido precipitado en función del benzoato de sodio, sorbato de potasio y color caramelo. La Ecuación 4 presenta la forma de la regresión, a esta deben ingresar los factores en unidades de gramos y el sólido precipitado se da en gramos. En la Figura 13 se presenta la superficie de respuesta que genera la regresión, por medio de Statgraphics, allí se muestra una superficie lineal a partir del nivel base para el color caramelo. Por último, se tiene la Figura 14 donde está la gráfica de residuos para el sólido precipitado en el DOE, se observa que no hay patrones evidentes y hay una dispersión uniforme de alrededor del cero, por lo cual se están cumpliendo los supuestos de independencia y homocedasticidad.

Tabla 8 Coeficientes de regresión lineal para el sólido precipitado, generada en Statgraphics.

Denominación Factores	Coefficientes factores	Estimado
--	constante	2,67253
X _a	A: Benzoato	1,26691
X _b	B: Sorbato	0,250463
X _c	C: Caramelo	0,365088
X _a X _c	AC	0,146975
X _b X _c	BC	0,1575

$$\text{Sólido Precipitado} = 2.67253 + 1.26691X_a + 0.250463X_b + 0.365088X_c + 0.146975X_aX_c + 0.1575X_bX_c$$

(g) Ecuación 4

Figura 13 Superficie de respuesta estimada para el sólido precipitado en DOE 2³ con replica y PC, generado en Statgraphics.

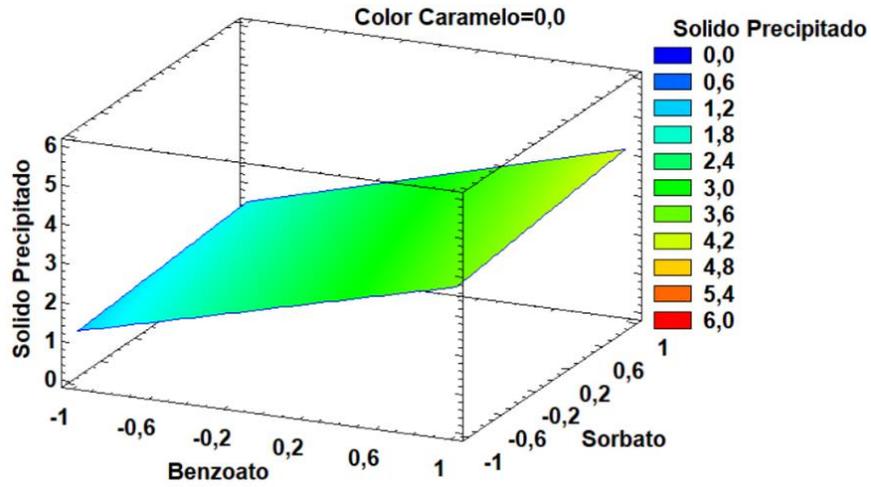
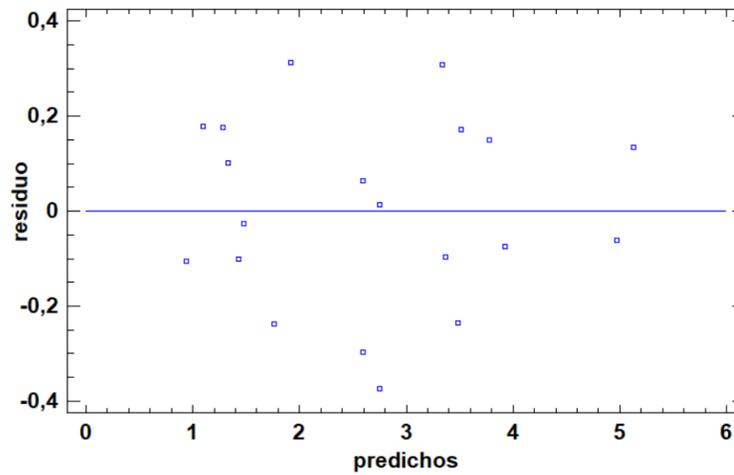


Figura 14 Grafica de residuos para el sólido precipitado en DOE 2³ con replica y PC, generado en Statgraphics.



7 Discusión

Cómo primer foco de interpretación de los resultados de este trabajo, se tienen los resultados del DOE $2^{(5-1)}$, El cual se ejecutó cómo diseño general que permitiera identificar tendencias de factores significativos. Al ver los resultados de la variable de respuesta en la Tabla 2, Se aprecia una diferencia drástica entre el sólido cuantificado del análisis previo y la corrida experimental número 16, lo cual indica una diferencia en la ejecución experimental. Al recapitular el desarrollo experimental se consideró que está diferencia se debe al nivel de agitación impuesto en el DOE, ya que se aumentaron los rpm de forma deliberada al no tener conocimientos previos de que este fuera importante para el fenómeno, pero se aprecia su importancia, ya que el sólido precipitado del DOE 2^3 se obtuvo después de tener el nivel de agitación asignado en la Figura 2, el cual es cercano al peso del sólido de prueba P5 del análisis previo. Con lo que se demuestra la significancia del nivel de agitación como factor en la preparación del concentrado para la formación del precipitado.

El primer DOE al ser un primer acercamiento careció de un error absoluto conformado por una réplica ya que era demasiado demandante replicar un experimento con 5 factores, su objetivo era poder capturar la mayor cantidad de factores del fenómeno. Por lo tanto, no se puede confiar en una regresión generada del mismo. Igualmente, al analizar la Figura 10 de residuos, se aprecia una baja aleatoriedad del DOE y un cúmulo de datos, lo que implica que puede haber una relación no capturada por el modelo, que se puede deber al nivel de agitación, junto a una varianza no constante.

Este DOE fue de gran importancia para identificar como factores significativos al benzoato de sodio, sorbato de potasio y color caramelo IV independiente de la baja confianza en su resultado. Ya que presenta una relación congruente con lo dispuesto en la revisión bibliográfica del fenómeno, en donde se apreciaba que el color caramelo tiene antecedentes de generar precipitados por su carácter poli electrolítico, que está reforzado por la acción del benzoato de sodio y el sorbato de potasio como sales que se ionizan en disoluciones acuosas y que pueden interactuar con el caramelo para generar el precipitado.

El DOE 2^3 revalida lo encontrado de forma teórica sobre el fenómeno de precipitación, ya que presenta al benzoato de sodio, sorbato de potasio y color caramelo IV como factores significativos en el fenómeno. Este diseño tiene una gran potencia de predicción ya que presenta una réplica, con la cual se garantiza un error absoluto y se evalúa la replicabilidad del diseño por

medio de la evaluación de la significancia del bloque en la Tabla 7, al no tener significancia en el bloque se garantiza que el algoritmo dispuesto en la Figura 2 se puede emplear con confianza. La inclusión de los PC garantiza la evaluación del mejor modelo de regresión para predecir el fenómeno y además enriquece con mas corridas al error absoluto. De este DOE se aprecia que la interacción del benzoato de sodio y el sorbato de potasio por si solos no son significativos en la aparición del precipitado lo que revalida la concordancia de los resultados del DOE con lo encontrado en la revisión bibliográfica. La Figura 14 de grafica de residuos de este DOE muestra un alto grado de aleatoriedad a lo largo de la línea del cero, lo que demuestra independencia de los factores, no hay ruido externo en la ejecución, esto muestra una gran garantía del diseño.

8 Conclusiones

A partir de este trabajo se puede asegurar que el color caramelo IV en interacción con el benzoato de sodio y el sorbato de potasio a las fracciones actuales de uso en el concentrado de la gaseosa de tamarindo son los causantes del fenómeno de precipitado. Esto con base en el carácter de polielectrolito de algunas moléculas complejas que pueden conformar el color caramelo IV y por su interacción en el seno del concentrado con iones de potasio y sodio provenientes de las dos sales restantes se genera una desestabilización del seno coloide que desemboca en un proceso de floculación - coagulación que provoca el precipitado. La interacción activa de estos tres compuestos es revalidada en el DOE 2³, donde obtienen una gran significancia del valor-P. Por medio de este DOE se obtiene a su vez una regresión lineal para predecir el fenómeno de precipitado, la cual se puede emplear para ajustar las dosis de los compuestos de la fórmula a un nivel donde el precipitado tienda a cero. La agitación al momento de preparar el concentrado tanto a nivel de laboratorio como a nivel de planta debe ser analizada en un futuro como un factor fuente de posibles trabajos de estudio.

Con el desarrollo de este trabajo se logró obtener un acercamiento y una visión a detalle del fenómeno de precipitado presente en el concentrado de la gaseosa de tamarindo que es de gran aporte para la empresa y les permitirá ejecutar acciones correctivas en la línea de producción del concentrado. El aprendizaje del enfoque estadístico del diseño de experimentos es de gran importancia para abordar problemáticas futuras en los procesos productivos de la empresa, gracias a su sencilla implementación y a que puede extenderse a cualquier fenómeno entendiéndose como una caja negra donde analizar factores y variables.

9 Recomendaciones

Como posibles líneas de trabajo futuro sobre esta problemática recomiendo evaluar por medio de un diseño de experimentos la significancia del nivel de agitación en el proceso de producción del concentrado, junto con el benzoato de sodio, sorbato de potasio y el color caramelo IV como factores de un diseño.

Implementar una caracterización de las propiedades físicas y reológicas de los componentes concentrado bajo las condiciones del proceso actuales para analizar la difusividad de los productos sólidos en el seno líquido.

Desarrollar una nueva formulación del concentrado de la gaseosa de tamarindo empleando la regresión obtenida en este trabajo e implementar las verificaciones correspondientes para asegurar la idoneidad del producto intermedio y final por medio de un análisis de estabilidad y sensorial.

Referencias

- Belitz, H.-D., Grosch, W., & Schieberle, P. (Eds.). (2009). Food Additives. En *Food Chemistry* (pp. 429-466). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-540-69934-7_9
- Coulson, J. M., Richardson, J. F., Harker, J. H., & Backhurst, J. R. (2002). *Coulson & Richardson's Chemical Engineering*. Elsevier Science.
- Dhara, S. (2007). Formation, Dynamics, and Characterization of Nanostructures by Ion Beam Irradiation. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 32(1-2), 1-50. <https://doi.org/10.1080/10408430601187624>
- Garzon, H. (2024, febrero). *Introduccion y explicacion fenomeno problema de practicas semestre de industria*. [Dialogo]. Postobon I+D.
- Haddaji, C., Ennaciri, K., Driouich, A., Digua, K., & Souabi, S. (2022). Optimization of the coagulation-flocculation process for vegetable oil refinery wastewater using a full factorial design. *Process Safety and Environmental Protection*, 160, 803-816. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2022.02.068>
- Lee, K. E., Morad, N., Teng, T. T., & Poh, B. T. (2012). Factorial Experimental Design for Reactive Dye Flocculation Using Inorganic-Organic Composite Polymer. *APCBEE Procedia*, 1, 59-65. <https://doi.org/10.1016/j.apcbee.2012.03.011>
- Vollmuth, T. A. (2018). Caramel color safety – An update. *Food and Chemical Toxicology*, 111, 578-596. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2017.12.004>
- Williams, D. J. A., & Ottewill, R. H. (1971). The stability of silver iodide sols in the presence of polyacrylic acids of various molecular weights. *Kolloid-Zeitschrift Und Zeitschrift Für Polymere*, 243(2), 141-147. <https://doi.org/10.1007/BF01521136>
- Zhou, Z., Liu, S., Zhu, Y., Liu, S., Ji, Z., Ren, Q., Pan, X., & Mao, J. (2024). Effect of caramel colors addition on the color, physicochemical properties, and flavor of Huangjiu. *Journal of Food Composition and Analysis*, 127, 105932. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2023.105932>