

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN - TACNA

Facultad de Ciencias Agropecuarias

Escuela Profesional de Ingeniería en Industrias Alimentarias

“DETERMINACIÓN DE LA CINÉTICA DE ADSORCIÓN DE FRUCTOOLIGOSACÁRIDOS, A PARTIR DEL EXTRACTO DE YACÓN (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl.), EMPLEANDO RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO (Ca^{++} , K^+ , Na^+) Y CARBÓN ACTIVADO”

TESIS

Presentada por:

BACH. EDITH DEL ROSARIO VILLANUEVA QUEJIA

Para optar el Título Profesional de:

INGENIERO EN INDUSTRIAS ALIMENTARIAS

TACNA - PERÚ

2017

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN

Facultad de Ciencias Agropecuarias

Escuela Profesional de Ingeniería en Industrias Alimentarias

TESIS

“DETERMINACIÓN DE LA CINÉTICA DE ADSORCIÓN DE FRUCTOOLIGOSACÁRIDOS, A PARTIR DEL EXTRACTO DE YACÓN (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl.), EMPLEANDO RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO (Ca⁺⁺, K⁺, Na⁺) Y CARBÓN ACTIVADO”

TESIS SUSTENTADA Y APROBADA EL 20 DE ENERO DEL 2017, SIENDO EL GRADO CALIFICADOR INTEGRADO POR:

PRESIDENTE



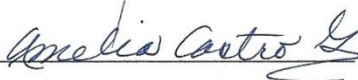
MSc. Magno Santos Robles Tello

SECRETARIO



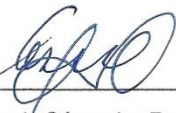
Mgr. Nicolás Guillermo Sequeiros Flores

VOCAL



Ing. Amelia Elena Castro Gamero

ASESOR



MSc. Rolando Céspedes Rossel

Dedicatoria

Dedico este trabajo de investigación a mis padres Luis Villanueva y Felicia Quejía, por darme la vida y en ella la capacidad para superarme y desear lo mejor en cada paso de mi vida. Gracias por ser como son, porque su presencia y persona han ayudado a construir y forjar la persona que ahora soy.

Los amo, Dios los bendiga por siempre.

Agradecimiento

A Dios, por permitirme llegar a este momento tan especial en mi vida. Por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobre todo felicidad.

A mis padres Luis y Felicia, por todo su amor y apoyo en todo momento, por los valores inculcados, y por haberme dado la oportunidad de tener una excelente educación en el transcurso de mi vida. Sobre todo por ser un excelente ejemplo de vida a seguir.

A mis hermanas: Elizabeth por ser un ejemplo de desarrollo profesional a seguir y a Fernandita por el apoyo que siempre me ha brindado. Gracias por su paciencia, por ser mi compañía, mi apoyo y mi fuerza para salir adelante

Al Dr. David Campos, por su paciencia, exigencia, orientación y haberme dado la oportunidad de seguir aprendiendo más y a mi asesor MSc. Rolando Céspedes Rossel por su invaluable apoyo, durante la realización del presente trabajo

A todos mis amigos del IBT: Adelaida, Martín, Liliá, Rocío, Kathya, Cinthya, Evelyn, Claudia y Miluska por su valiosa amistad y compañerismo.

A los docentes de la Escuela Académica Profesional de Ingeniería en Industrias Alimentarias por sus enseñanzas y motivación para la investigación.

Son muchas las personas que han formado parte de mi vida profesional a las que me encantaría agradecerles su amistad, consejos, apoyo, ánimo y compañía en los momentos más difíciles de mi vida. Algunas están aquí conmigo y otras en mis recuerdos y en mi corazón, sin importar en dónde estén quiero darles las gracias por formar parte de mí, por todo lo que me han brindado y por todas sus bendiciones. Para ellos: Muchas gracias y que Dios los bendiga

A todos ustedes, ¡ Gracias ¡

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN

INTRODUCCIÓN -----2

CAPÍTULO I. EL PROBLEMA -----3

1.1. Planteamiento del problema -----3

1.2. Formulación y sistematización del problema -----4

1.2.1. Problema central -----4

1.2.2. Problemas específicos -----5

1.3. Delimitación de la investigación -----5

1.3.1. Delimitación temporal -----5

1.3.2. Delimitación espacial -----6

1.3.3. Delimitación teórica -----6

1.4. Justificación -----7

1.5. Limitaciones -----8

1.6. Objetivos -----8

1.6.1. Objetivo general-----	8
1.6.2. Objetivos específicos -----	9
CAPÍTULO II. HIPÓTESIS Y VARIABLES-----	10
2.1. Hipótesis general y específicas -----	10
2.1.1. Hipótesis general -----	10
2.1.2. Hipótesis específica -----	10
2.2. Variables -----	11
2.2.1. Identificación de variables -----	11
2.3. Indicadores de variables-----	11
2.4. Operacionalización de variables-----	13
2.5. Matriz de consistencia-----	14
CAPÍTULO III. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA-----	15
3.1. Conceptos generales y definiciones-----	15
3.1.1. Generalidades sobre el yacón -----	15
3.1.2. Clasificación taxonómica -----	18
3.1.3. Descripción botánica y morfológica-----	19
3.1.4. Composición química del yacón -----	21
3.1.5. Propiedades funcionales del yacón-----	24

3.1.6. Formas de consumo y procesamiento -----	26
3.1.7. Los Fructooligosacáridos -----	27
3.1.8. Propiedades fisicoquímicas de fructooligosacáridos -----	30
3.1.9. Beneficios de los fructooligosacáridos en la salud humana--	32
3.2. Enfoques teórico-técnicos -----	35
3.2.1. Proceso de adsorción -----	35
3.2.2. Tipos de adsorción -----	37
3.2.3. Isotermas de adsorción -----	39
3.2.4. Modelos matemáticos de isotermas de adsorción -----	41
3.2.5. Cinética de adsorción-----	46
3.2.6. Materiales adsorbentes -----	49
3.2.7. Resinas de intercambio iónico -----	51
3.2.8. Propiedades de las resinas de intercambio iónico-----	53
3.2.9. Tipos de resina de intercambio iónico según su grupo funcional-----	56
3.2.10. Regeneración de resinas de intercambio iónico -----	58
3.2.11. Carbón activado-----	59
3.2.12. Características y estructura del carbón activado-----	60

3.2.13. Propiedades del carbón activado -----	61
3.2.14. Regeneración de carbón activado -----	65
3.3. Marco referencial -----	67
CAPÍTULO IV. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN-----	69
4.1. Tipo de investigación -----	69
4.2. Población y Muestra -----	69
4.3. Materiales y métodos -----	70
4.3.1. Materiales-----	70
4.3.2. Métodos de análisis-----	76
4.3.3. Metodología experimental-----	81
4.3.4. Diseño experimental -----	91
4.3.5. Análisis estadístico -----	100
CAPÍTULO V. TRATAMIENTO DE LOS RESULTADOS -----	101
5.1. Técnicas aplicadas en la recolección de información.-----	101
5.2. Resultados-----	102
5.2.1. Caracterización de la harina de yacón-----	102
5.2.2. Isotermas de adsorción, empleando resinas de intercambio iónico (Ca ⁺⁺ , K ⁺ , Na ⁺) -----	103

5.2.3. Determinación de las isothermas de adsorción para las resinas de intercambio iónico (Ca ⁺⁺ , K ⁺ , Na ⁺) -----	106
5.2.4. Curvas de adsorción de FOS, empleando Carbón Activado Granular-----	116
5.2.5. Determinación de la cinética de adsorción para el Carbón activado Granular-----	118
5.3. Discusión de los resultados-----	121
5.3.1. Caracterización de la harina de yacón-----	121
5.3.2. Determinación de la cinética de adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico (Ca ⁺⁺ , K ⁺ , Na ⁺)	122
5.3.3. Determinación de la cinética de adsorción de FOS, empleando carbón activado granular-----	125
CONCLUSIONES-----	126
RECOMENDACIONES-----	128
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS -----	129

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición química promedio de 10 muestras de yacón procedentes de Perú, Bolivia, Ecuador y Argentina-----	22
Tabla 2. Composición en carbohidratos de la raíz de yacón -----	23
Tabla 3. Valor calórico y poder edulcorante de los fructooligosacáridos en comparación con los azúcares más comunes y algunos edulcorantes sintéticos -----	32
Tabla 4. Propiedades fisicoquímicas de las resinas de intercambio iónico -----	57
Tabla 5. Linealización de las isothermas de Langmuir, Freundlich y Temkin -----	95
Tabla 6. Linealización de los modelos cinéticos de pseudo- primer orden y pseudo- segundo orden -----	98
Tabla 7. Características de la harina de yacón -----	103
Tabla 8. Cantidad de FOS adsorbida en el equilibrio (q FOS), en tres resinas de intercambio iónico -----	104

Tabla 9. Parámetros obtenidos de las isothermas de Langmuir, Freundlich y Temkin, en resinas de intercambio iónico -----	114
Tabla 10. Cantidad de FOS adsorbida en el equilibrio (q_{FOS}), en carbón activado granular -----	117
Tabla 11. Parámetros obtenidos de la cinética de adsorción del modelo pseudo-primer, pseudo-segundo orden y experimental; empleando carbón activado granular.-----	120

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Planta de yacón -----	20
Figura 2. Estructura química de los FOS-----	29
Figura 3. Estructura química de los FOS -----	29
Figura 4. Clasificación de los fructanos-----	30
Figura 5. Esquema del fenómeno de adsorción-----	36
Figura 6. Tipos básicos de isothermas -----	40
Figura 7. Clasificación para isothermas de adsorción -----	41
Figura 8. Resinas de intercambio catiónico y aniónico. -----	52
Figura 9. Vista ampliada de la resina de poliestireno -----	52
Figura 10. Representación esquemática de la estructura porosa del carbón activado -----	64
Figura 11. Flujo de operaciones para la obtención del extracto bruto a partir de la harina de yacón. -----	83
Figura 12. Flujo de operaciones para la obtención del extracto clarificado de yacón a partir del extracto bruto de yacón -----	86

Figura 13. Flujo de operaciones para la obtención del extracto decolorado de yacón a partir del extracto clarificado de yacón-----	88
Figura 14. Representación gráfica del diseño experimental para la presente investigación-----	99
Figura 15. Isotherma de adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+), en matraces agitados a 100 rpm y 60°C -----	106
Figura 16. Linealización de la isoterma Langmuir para la resina de UBK535 Ca^{++} , a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	108
Figura 17. Linealización de la isoterma Langmuir para la resina UBK530 Na^+ , a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	108
Figura 18. Linealización de la isoterma Langmuir para la resina PCR642 K^+ , a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	109
Figura 19. Linealización de la isoterma Freundlich para la resina UBK535 Ca^{++} , a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	110

Figura 20. Linealización de la isoterma Freundlich para la resina UBK530Na+, a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	111
Figura 21. Linealización de la isoterma Freundlich para la resina PCR642K+, a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	111
Figura 22. Linealización de la isoterma Temkin para la resina UBK535Ca++, a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	112
Figura 23. Linealización de la isoterma Temkin para la resina UBK530Na+, a partir de un extracto de yacón desmineralizado-----	113
Figura 24. Linealización de la isoterma Temkin para la resina PCR642K+, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.-----	113
Figura 25. Isotermas de adsorción de FOS, empleando carbón activado, en matraces agitados a 100 rpm y 25°C -----	118

Figura 26. Linealización del modelo cinético de pseudo-primer orden

(♦) FOS, empleando carbón activado. ----- 119

Figura 27. Linealización del modelo cinético de pseudo-segundo

orden para (♦) FOS, empleando carbón activado. ----- 120

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO 1. Determinación de materia seca de las resinas de intercambio iónico (Ca ⁺⁺ , K ⁺ y Na ⁺) y carbón activado-----	146
ANEXO 2. Determinación de sólidos solubles -----	146
ANEXO 3. Determinación de pH-----	148
ANEXO 4. Determinación de conductividad -----	148
ANEXO 5. Determinación de azúcares por DNS-----	149
ANEXO 6. Determinación de azúcares reductores (Miller, 1959) -----	150
ANEXO 7. Determinación de FOS por hidrólisis ácida -----	153
ANEXO 8. Determinación del contenido de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS por UPLC -----	154
ANEXO 9. Procedimiento para la determinación del contenido de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS por UPLC -----	156
ANEXO 10. Procedimiento de obtención del extracto bruto a partir de la harina de yacón -----	157

ANEXO 11. Procedimiento de obtención del extracto clarificado a partir del extracto bruto-----	157
ANEXO 12. Especificaciones del hidróxido de calcio Merck. -----	158
ANEXO 13. Procedimiento de obtención del extracto decolorado a partir del extracto clarificado -----	160
ANEXO 14. Especificaciones del carbón activado en polvo Clarimex--	160
ANEXO 15. Procedimiento de obtención del extracto desmineralizado a partir del extracto decolorado -----	162
ANEXO 16. Especificaciones técnicas de las resinas DIAION (UBK 535Ca ⁺⁺ , UBK530Na ⁺)-----	163
ANEXO 17. Especificaciones técnicas de las resina PUROLITE (PCR642K ⁺)-----	164
ANEXO 18. Proceso de adsorción con resinas de intercambio iónico (Ca ⁺⁺ , K ⁺ y Na ⁺) -----	165
ANEXO 19. Especificaciones del carbón activado NORIT -----	166
ANEXO 20. Procedimiento de acondicionado del carbón activado -----	167
ANEXO 21. Procedimiento de adsorción con carbón activado granular	168
ANEXO 22. Datos obtenidos de la lectura del UPLC y cálculos de FOS-----	169

ANEXO 23. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando resina de intercambio iónico UBK 535 Ca ⁺⁺ -----	175
ANEXO 24. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando resina de intercambio iónico UBK 530 Na ⁺ -----	176
ANEXO 25. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando resina de intercambio iónico PCR 642 K ⁺ -----	177
ANEXO 26. Análisis de varianza en la adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico: UBK535Ca ⁺⁺ , UBK530Na ⁺ y PCR642K ⁺ -----	178
ANEXO 27. Comparación de medias (TUKEY), para q FOS, empleando resinas de intercambio iónico: UBK 535Ca ⁺⁺ , UBK530Na ⁺ y PCR642K ⁺ -----	179
ANEXO 28. Resultados de C/Co, empleando carbón activado granular	180
ANEXO 29. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando carbón activado granular -----	181
ANEXO 30. Análisis de varianza (ANVA) en la adsorción de FOS, empleando carbón activado granular-----	182

ANEXO 31. Pruebas de múltiple rangos (TUKEY), en la adsorción de FOS, empleando carbón activado granular -----	183
ANEXO 32. Constancia de asesoramiento y ejecución para el desarrollo del trabajo de investigación -----	185
ANEXO 33. Isotermas de adsorción de azúcares, partir de un extracto de yacón, en DIAION UBK535Ca++ -----	186
ANEXO 34. Isotermas de adsorción de azúcares, a partir de un extracto de yacón, en DIAION UBK530Na+ -----	187
ANEXO 35. Isotermas de adsorción de azúcares, a partir de un extracto de yacón, en PUROLITE PCR642K+ -----	188

RESUMEN

El yacón (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl) es una raíz cuyo consumo aporta beneficios a la salud debido a su alto contenido de fructooligosacáridos (FOS), los cuales actúan como prebióticos en el tracto digestivo. El objetivo de este trabajo fue determinar la cinética de adsorción de FOS, a partir de un extracto de yacón, en la cual se emplearon distintos adsorbentes, entre ellas tres resinas de intercambio iónico: DIAION 535Ca⁺⁺, DIAION 530Na⁺, PUROLITE PCR642 K⁺ y CARBÓN ACTIVADO GRANULAR. En la cinética de adsorción de FOS empleando resinas de intercambio iónico (Ca⁺⁺, Na⁺ y K⁺), se evaluó las concentraciones de azúcares de 5 hasta 40 °brix expresados en g.L⁻¹ y en carbón activado se evaluó los tiempos de adsorción de 15 hasta 360 minutos. Asimismo se realizaron los análisis de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS mediante cromatografía líquida de alta performance (UPLC) utilizando como solvente Acetona 77% con 0.05% de Triethylamine y un detector de índice de refracción, para obtener la cantidad de azúcar adsorbido en el equilibrio (q_{FOS}). Se empleó un diseño completamente al azar (DCA) y comparación de medias (TUKEY) obteniendo como resultados:

La adsorción de FOS sobre resinas de intercambio iónico alcanzó su máxima adsorción a concentraciones de 300 g.L^{-1} , la máxima adsorción se da entre las resinas DIAION 535Ca⁺⁺ y DIAION 530Na⁺, obteniendo la cantidad máxima de FOS adsorbido en el equilibrio de 0,462 g de FOS/g de adsorbente y de 0,343 g de FOS/g de adsorbente respectivamente. Las isothermas de Freundlich y Temkin fueron las que mejor se ajustaron a la información experimental. Para la adsorción de FOS sobre carbón activado llega al equilibrio a los 120 min, obteniendo la cantidad máxima de FOS adsorbida en el equilibrio de 0,620 g de FOS/g de carbón activado. Y el modelo de pseudo- segundo orden fue el que mejor se ajustó a la información experimental.

Palabras clave: *Smallanthus sonchifolius*, fructooligosacáridos, cinética de adsorción, carbón activado, resinas de intercambio iónico.

ABSTRACT

Yacón (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl) is a root whose consumption brings health benefits due to its high content of fructooligosaccharides (FOS), which act as prebiotics in the digestive tract. The objective of this work was to determine the adsorption kinetics of FOS from a yacón extract, in which different adsorbents were used, including three ion exchange resins: DIAION 535Ca⁺⁺, DIAION 530Na⁺, PUROLITE PCR642K⁺ and CARBON ACTIVATED GRANULAR. In the adsorption kinetics of FOS using ion exchange resins (Ca⁺⁺, Na⁺ and K⁺), concentrations of sugars 5 to 40 °brix expressed in g.L⁻¹ were evaluated and in activated charcoal the adsorption times 15 to 360 minutes. Glucose, fructose, sucrose and FOS were also analyzed using high performance liquid chromatography (UPLC) using 77% acetone with 0.05% Triethylamine and a refractive index detector to obtain the amount of sugar adsorbed in the equilibrium (q_{FOS}). A completely randomized design (DCA) and means comparison (TUKEY) were used, obtaining as results:

The adsorption of FOS on ion exchange resins reached its maximum adsorption at concentrations of 300 g.L⁻¹, the maximum adsorption occurs

between the resins DIAION 535Ca⁺⁺ and DIAION 530Na⁺, obtaining the maximum amount of FOS adsorbed at the equilibrium of 0.462 g FOS/g adsorbent and 0.343 g FOS/g adsorbent respectively. The isotherms of Freundlich and Temkin were the best fit to the experimental information. For the adsorption of FOS on activated carbon reaches the equilibrium at 120 min, obtaining the maximum amount of FOS adsorbed at the equilibrium of 0.620 g of FOS/g of activated carbon. And the pseudo-second order model was the one that best fit the experimental information.

Keywords: *Smallanthus sonchifolius*, fructooligosaccharides, adsorption kinetics, activated carbon, ion exchange resins.

INTRODUCCIÓN

La investigación referida a un producto nacional como lo es el yacón, ha permitido demostrar que es un alimento rico en fructooligosacáridos (FOS). Los FOS son un tipo de azúcar compuesto por fructosas, unidas con un enlace β (2 \rightarrow 1) a una sacarosa y que son capaces de resistir la hidrólisis por las enzimas del sistema digestivo humano. Son además compuestos prebióticos que alivian los desórdenes alimenticios. Además fortalece el sistema inmunológico, aumenta la absorción de calcio, reduce el nivel de colesterol y su consumo no aporta calorías ni causa alteración del nivel de la glucosa en la sangre (Seminario *et al.*, 2003).

El yacón también tiene otros azúcares como la glucosa, fructosa y sacarosa pero lo encontramos en bajas concentraciones. Los azúcares mencionados no son prebióticos, ya que son metabolizados por el ser humano. Por lo tanto, para obtener una mezcla con alta actividad prebiótica estas azúcares, deben ser eliminadas o reducidas.

Por otro lado para purificar FOS de otros azúcares existen distintos métodos: tratamiento microbiano, ultrafiltración, nanofiltración, sistemas de carbón activado y cromatografía de intercambio iónico, para ello es importante tener el conocimiento de equilibrio y la cinética de adsorción, para poder predecir el rendimiento y seleccionar el material más adecuado.

Por lo antes mencionado, el presente trabajo de investigación consiste en la determinación de la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, empleando resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+) y carbón activado granular, a partir de un extracto de yacón, con este propósito se plantearon los siguientes objetivos:

- Analizar la interacción entre el adsorbato y el adsorbente.
- Identificar el equilibrio de adsorción de fructooligosacáridos en carbón activado y resinas de intercambio iónico.
- Determinar el adsorbente de mayor adsorción de fructooligosacáridos.

CAPÍTULO I. EL PROBLEMA

1.1. Planteamiento del problema

Los alimentos funcionales, son alimentos que pueden mejorar la salud, el rendimiento físico, la capacidad mental, además de su valor nutricional (Bekers *et al.*, 2004).

En la actualidad, los oligosacáridos han atraído la atención de los investigadores, debido a que pueden ser utilizados como ingredientes funcionales, además del uso tradicional como fuente de energía y edulcorante. La ingesta diaria de fructooligosacáridos (FOS), han demostrado, alterar el equilibrio de las bacterias del colon hacia una microflora saludable (Bouhnik *et al.*, 2006).

Por lo tanto, a través de la modulación de las funciones gastrointestinales, la ingesta de FOS, reduce y previene muchas enfermedades crónicas como enfermedad cardíaca, el cáncer de colon, síndrome metabólico, osteoporosis y la diabetes (Kelly, 2009).

Los FOS han demostrado tener excelentes propiedades tecnológicas que permiten la incorporación de fibra en los alimentos líquidos, mejoran el sabor, sensación en la boca, la textura y el tiempo de conservación de alimentos (Frank, 2002)

Los sacáridos más pequeños como: fructosa (F), glucosa (G) y sacarosa (GF) son cariogénicos, calórica y no tienen actividad prebiótica, reduciendo el valor económico del producto final. Para permitir el uso de la mezcla obtenida en alimentos para diabéticos y dietética F, G y GF tienen que ser eliminados.

Aprovechando los estudios en la purificación de fructooligosacáridos, en el presente trabajo de investigación se propone determinar la cinética de adsorción de FOS, a partir del extracto de yacón.

1.2. Formulación y sistematización del problema

1.2.1. Problema central

¿Será posible la determinación de la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir del extracto de

yación (*Smallanthus sonchifolius* Poepp & Endl), empleando resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+) y carbón activado?

1.2.2. Problemas específicos

- ¿Cuál es la interacción entre el adsorbato y adsorbente en la cinética de adsorción de fructooligosacáridos?
- ¿Cuál será el equilibrio de adsorción de fructooligosacáridos en carbón activado y resinas de intercambio iónico?
- ¿Cuál será el adsorbente de mayor adsorción de fructooligosacáridos?

1.3. Delimitación de la investigación

1.3.1. Delimitación temporal

La presente investigación de la determinación de cinética de adsorción de fructooligosacáridos, se realizó en un tiempo de 7 meses, iniciando en febrero del 2016 y finalizando en septiembre del 2016, lo que viene a ser una delimitación transversal.

1.3.2. Delimitación espacial

La presente investigación se realizó en Perú, departamento de Lima, provincia de Lima, distrito La Molina y en las instalaciones del laboratorio del Instituto de Biotecnología Industrial, de la Universidad Nacional Agraria la Molina, la cual cuenta con los equipos necesarios para determinar la cinética de adsorción de fructooligosacáridos.

1.3.3. Delimitación teórica

El presente trabajo de investigación se centró en el estudio de la cinética de adsorción de fructooligosacáridos presentes en el extracto de yacón, para lo cual se usó resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ y Na^+) y carbón activado. Para ello se realizaron tratamientos con siete concentraciones de azúcar del extracto desmineralizado sobre resinas de intercambio iónico y para la adsorción con carbón activado se realizaron 9 tratamientos con variantes de tiempos (min) y se analizó la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio mediante la cuantificación de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS.

1.4. Justificación

Los FOS se requieren en los alimentos de la dieta humana, por sus grandes beneficios, el organismo no es capaz de digerir estos compuestos ni de asimilarlos, aunque sí se usan como sustrato energético por las bacterias del intestino grueso. Ésta es la particularidad de la que derivan los efectos positivos de los fructooligosacáridos sobre la salud del sistema digestivo, la función inmunológica y su papel relevante en la prevención de cáncer de colon.

En consideración a estos beneficios fisiológicos, la industria alimentaria apuesta por crear productos enriquecidos en fructooligosacáridos que sirvan de apoyo a la dieta. Es el caso de los preparados lácteos, bebidas, alimentos infantiles y productos de repostería, es por eso que hoy se encuentran varios estudios de purificación de FOS para poder incorporarlos en los alimentos.

Teniendo en cuenta las experiencias que otros investigadores han desarrollado, surge la necesidad de determinar la cinética de adsorción de FOS en diferentes adsorbentes usados en la

purificación, ya que a través de ella se puede comprender la interacción y seleccionar el adsorbente más adecuado.

Se eligió como adsorbentes: resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , Na^+ y K^+) y carbón activado granular debido a que ya han sido estudiados y se puede encontrar información de ellos.

1.5. Limitaciones

Considerando el contexto en el cual se va a desarrollar el presente trabajo de investigación y dado que se trata de que sea posible su ejecución, no se han encontrado limitantes ya sea bibliográfica, de requerimiento de materia prima o adsorbente.

1.6. Objetivos

1.6.1. Objetivo general

Determinar la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, empleando resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+) y carbón activado granular, a partir de un extracto de yacón (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl.).

1.6.2. Objetivos específicos

- Analizar la interacción entre el adsorbato y el adsorbente.
- Identificar el equilibrio de adsorción de fructooligosacáridos en carbón activado y resinas de intercambio iónico.
- Determinar el adsorbente de mayor adsorción de fructooligosacáridos.

CAPÍTULO II. HIPÓTESIS Y VARIABLES

2.1. Hipótesis general y específicas

2.1.1. Hipótesis general

Es posible determinar la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir de un extracto de yacón (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl.), empleando resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+) y carbón activado granular.

2.1.2. Hipótesis específica

- Es posible analizar la interacción entre el adsorbato y el adsorbente.
- Se podrá identificar el equilibrio de adsorción de fructooligosacáridos en carbón activado y resinas de intercambio iónico.
- Será posible determinar el adsorbente de mayor adsorción.

2.2. Variables

2.2.1. Identificación de variables

a. Variables independiente

- Concentración de azúcares
- Tiempo de adsorción
- Cantidad de adsorbentes

b. Variables dependientes

- Cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q_{FOS})

2.3. Indicadores de variables

a. Indicador de la variable concentración de azúcares:

Concentración de azúcares presentes en el extracto desmineralizado de yacón (°brix), expresado en $g.L^{-1}$.

b. Indicador de la variable tiempo de adsorción: Tiempo de

los tratamientos expresado en minutos.

c. Indicador de la variable cantidad de adsorbentes:

Adsorbentes usados para realizar la adsorción con resinas de intercambio iónico y carbón activado, expresado en gramos.

d. Indicador de la variable cantidad de azúcar adsorbida en

el equilibrio (q_{FOS}): Cantidad de FOS presente en el extracto de yacón después de haber realizado la adsorción, expresados en g de FOS/g de adsorbente.

2.4. Operacionalización de variables

TÍTULO: " Determinación de la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir del extracto de yacón (<i>Smallanthus sonchifolius Poepp. & Endl.</i>), empleando resinas de intercambio iónico (Ca ⁺⁺ ,K ⁺ , Na ⁺) y carbón activado"							
VARIABLES	DEFINICIÓN CONCEPTUAL	DEFINICIÓN OPERACIONAL	DIMENSIONES	INDICADORES	UNIDADES DE MEDIDA	ESCALA	VALOR FINAL
INDEPENDIENTE							
Concentración de azúcares	Cantidad aproximada de azúcar (°brix), es el porcentaje de sólidos solubles presentes en el extracto desmineralizado.	Concentración del extracto desmineralizado de yacón, que se añadió a cada muestra para la adsorción con resinas de intercambio iónico.	°brix	C _o : Concentración de azúcares, presentes antes del proceso de adsorción	g.L ⁻¹ .	De proporción	5, 10, 15, 20, 25, 30 y 40 °brix.
Tiempo de adsorción	Magnitud física con la que medimos el proceso de adsorción.	Tiempo en el cual se realizaron las pruebas de adsorción	Tiempo	Tiempo de los tratamientos	min.	De proporción	15, 30, 45, 60, 120, 180, 240, 300 y 360 min.
Cantidad de adsorbentes	Sólido que tiene la capacidad de retener sobre su superficie un adsorbato.	Materiales usados para realizar las pruebas de adsorción de FOS	Peso	Adsorbentes usados para realizar la adsorción	Gramos	De proporción	Resinas: 2 g. Carbón: 4 g.
DEPENDIENTES							
Azúcar adsorbida en el equilibrio (q _{FOS})	Cantidad de FOS presente en el extracto de yacón después de haber realizado la adsorción	Evaluación que se hizo después de la adsorción para evaluar los FOS adsorbidos.	FOS presente en el extracto después de la adsorción.	C _e : Cantidad de FOS presentes después del proceso de adsorción	g de FOS/g de adsorbente.	De proporción	Mín. 0,220 g/g Máx. 0.920 g/g

Fuente: Elaboración propia (2016)

2.5. Matriz de consistencia

TÍTULO: " Determinación de la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir del extracto de yacón (<i>Smallanthus sonchifolius</i> Poepp. & Endl.), empleando resinas de intercambio iónico (Ca ⁺⁺ ,K ⁺ , Na ⁺) y carbón activado "							
PROBLEMA	OBJETIVO	HIPÓTESIS	VARIABLE	POBLACIÓN Y MUESTRA	DISEÑO	TÉCNICAS E INSTRUMENTOS	ESTADÍSTICO
<p>PRINCIPAL: ¿Será posible la determinación de la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir del extracto de yacón empleando resinas de intercambio iónico y carbón activado?</p> <p>SUBPROBLEMA:</p> <p>a) ¿Cuál es la interacción entre el adsorbato y adsorbente en la cinética de adsorción de fructooligosacáridos?</p> <p>b) ¿Cuál será el equilibrio de adsorción de fructooligosacáridos en carbón activado y resinas de intercambio iónico?</p> <p>c) ¿Cuál será el adsorbente de mayor adsorción de fructooligosacáridos?</p>	<p>GENERAL: Determinar la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir de un extracto de yacón (<i>Smallanthus sonchifolius</i> Poepp. & Endl.), empleando resinas de intercambio iónico (Ca⁺⁺, K⁺, Na⁺) y carbón activado granular.</p> <p>ESPECÍFICO:</p> <p>a) Analizar la interacción entre el adsorbato y el adsorbente.</p> <p>b) Identificar el equilibrio de adsorción de fructooligosacáridos en carbón activado y resinas de intercambio iónico</p> <p>c) Determinar el adsorbente de mayor adsorción de fructooligosacáridos</p>	<p>GENERAL: Es posible determinar la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir de un extracto de yacón (<i>Smallanthus sonchifolius</i> Poepp. & Endl.), empleando resinas de intercambio iónico (Ca⁺⁺, K⁺, Na⁺) y carbón activado granular.</p> <p>ESPECÍFICO:</p> <p>a) Es posible analizar la interacción entre el adsorbato y el adsorbente</p> <p>b) Se podrá identificar el equilibrio de adsorción de fructooligosacáridos en carbón activado y resinas de intercambio iónico.</p> <p>c) Será posible determinar el adsorbente de mayor adsorción.</p>	<p>V₁: Tiempo de adsorción</p> <p>V₂: Concentración de azúcares</p> <p>V₃: Cantidad de adsorbentes</p> <p>V₄: Azúcar adsorbido en el equilibrio (q_{FOS})</p>	<p>POBLACIÓN : Harina de yacón(200 g)</p> <p>MUESTRA: Extracto desionizado (63 ml) Y extracto decolorado (207 ml)</p>	<p>MÉTODO: Aplicada</p> <p>NIVEL DE INVESTIGACIÓN: Experimental</p>	<p>Cronómetro</p> <p>Refractómetro</p> <p>Balanza analítica</p> <p>Cromatógrafo líquido de alta performance</p>	<p>Diseño completamente al azar y comparación de medias</p>

Fuente: Elaboración propia (2016)

CAPÍTULO III. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

3.1. Conceptos generales y definiciones

3.1.1. Generalidades sobre el yacón

El yacón (*Smallanthus sonchifolius Poepp & Endl*), está considerada dentro de las nueve especies de plantas que integran el grupo de las raíces y tubérculos andinos (RTA), grupo que también incluye a la achira, la achipa, la arracacha, la maca, la mauca, la mashua, la oca y el olluco (Seminario *et al.*, 2003).

Su habitat natural va desde las tierras altas de los Andes y se extiende desde el sur de Colombia, suroeste de Venezuela hasta el centro de Chile y noroeste de Argentina, entre los 1800 y 2800 msnm, sin embargo, se adapta a diversidad amplia desde el nivel del mar hasta los 3500 (Manrique *et al.*, 2004)

El yacón es referido con diferentes nombres en los idiomas andinos dominantes. Al provenir del vocablo quichua llaqum o yacu que significa 'acuoso o insípido, es conocido en el Perú, Argentina y otros países europeos como Japón, Nueva Zelanda y Brasil como "Yacón" o "Llacon". En Bolivia son utilizados términos aymaras como "aricona". "Arboloco" es el término con el que se le nombra en Colombia. En el Ecuador se le nombra como "jicama", "chicama", "shicama", "jíquima" o "jiquimilla" (Ynouye, 2005). El yacón también es nombrado en idiomas europeos, en inglés se le denomina: "yacónstrawberry" nombrado así en Estados Unidos, en Francia como "poir de terreCochet", en Italia como "polimnia" y en alemán "Erdbirne" (Coronado, 2013).

Según Córdova (1969) citado por Chirinos (1999), el cultivo de yacón es simple, se propaga vegetativamente, esto es del tallo subterráneo se arranca uno de los brotes aéreos, jóvenes, de 10-20 cm de largo, en cuya base se hallan formando raíces, al crecer el brote por su punto inferior se engruesa aumentando su tamaño de 5 a más veces del original, saliendo de él, numerosas raíces

cilíndricas. Las raíces al comienzo son rectas, poco ramificadas y con picos agudos, luego comienzan a aumentar en largo y diámetro llegando a obtener finalmente una forma elipsoidal o esférica. Los principales nichos de producción en el Perú se encuentran en: Amazonas (Utcubamba, Bongará, Chachapoyas); Ancash (Huaraz, Caraz, Yungay); Apurímac (Andahuaylas y Abancay); Arequipa (Arequipa); Ayacucho (Huamanga, Huanta); Cajamarca (Cajamarca, Contumazá, San Marcos, San Ignacio y Jaén); Cerro de Pasco (Oxapampa); Cusco (Urubamba, Cusco, Calca, Paucartambo, La Convención); Huánuco (Huánuco); Junín (Huancayo, Concepción, Jauja y Tarma); La Libertad (Otuzco, Santiago de Chuco, Sánchez Carrión); Lambayeque (Incahuasi); Lima (Pachacamac y Yauyos); Piura (Ayabaca y Huancabamba) y Puno (Sandía y Carabaya). De todos estos nichos de producción, los que más destacan son Cajamarca, Puno, Oxapampa, Huánuco, Ancash y Junín (Coronado, 2013).

3.1.2. Clasificación taxonómica

Taxonómicamente el yacón pertenece a la familia Astereaceae. Otros miembros de la familia de las Astereaceae incluyen a la achicoria (*Cichorium intybus*), la alcachofa de Jerusalén (*Helianthus tuberosus*) y la dalia (*Dahlia* sp.): los órganos de almacenamiento de todas estas especies acumulan un tipo de fructano conocido como inulina, que es similar a los Fructooligosacáridos (FOS) excepto por un alto grado de polimerización (Manrique *et al.*, 2005).

A continuación se presentan la clasificación taxonómica (Machuca, 2007).

- Dominio : Eukaryota
- Reino : Plantae
- División : Magnoliopsida
- Orden : Asterales
- Familia : Astereaceae
- Género : *Smallanthus*
- Especie : *Smallanthus sonchifolius*

3.1.3. Descripción botánica y morfológica

El yacón cuyo periodo vegetativo dura alrededor de siete meses, ha demostrado ser un cultivo muy adaptable, pudiendo sembrarse en cualquier época del año, tanto en la costa como en la selva del Perú. Sin embargo las mejores condiciones para el desarrollo del yacón se encuentra entre el piso alto de la Región Yunga y el piso medio de la Región Quechua, región que según la clasificación de Pulgar Vidal en 1996 estaría en el rango de 1,100 a 2,500 msnm. (Coronado, 2013).

El yacón es una planta perenne de 1,5 a 3,0 metros de altura (figura 1), que forma raíces fusiformes y subterráneas de sabor dulce (pudiendo variar en tamaño, forma y color). La planta posee dos tipos de raíces: tuberosas o reservantes y fibrosas (que se componen principalmente de agua y carbohidratos), estas raíces tienen una cáscara delgada y muy adherida a la pulpa y varía de color canela a marrón. Comúnmente son de 15-20 cm de largo y 10 cm de espesor (Chacón, 2006).

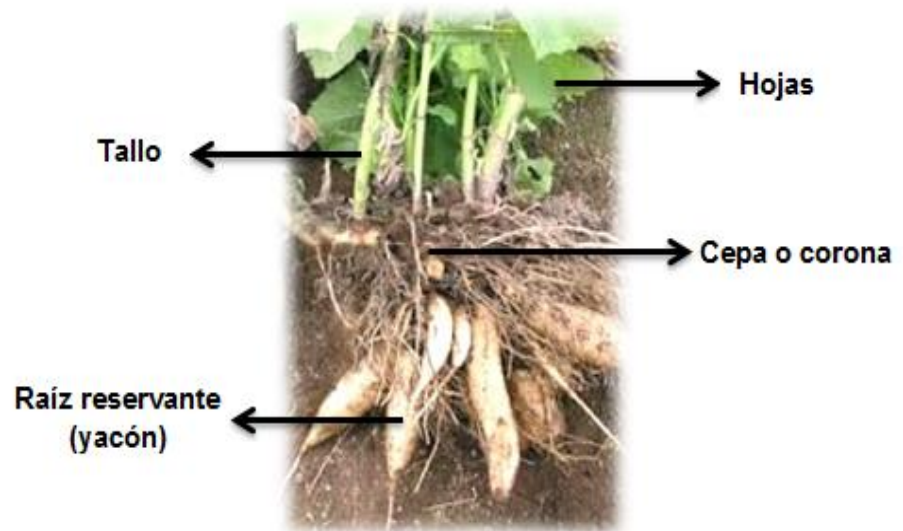


Figura 1. Planta de yacón

Fuente: Seminario *et al.* (2003)

Diferentes factores como la variedad, el tipo de suelo, la localidad entre otros, pueden influenciar en el tamaño y forma de las raíces, su peso puede fluctuar fácilmente entre los 50 y 1000 gramos, pero mayormente lo hacen entre los 300 y los 600 gramos (Seminario *et al.*, 2003).

Las hojas del yacón por lo general son triangulares o acorazonadas y tienen un tamaño que varía y alcanza fácilmente los 30 cm de longitud (Manrique *et al.*, 2004).

Hasta la floración en cada tallo se producen entre 13 a 16 pares de hojas, después de la floración la planta solo produce hojas pequeñas (Seminario *et al.*, 2003).

3.1.4. Composición química del yacón

Gran parte de la raíz se compone de agua, la cual excede el 70% del peso fresco. Esto contribuye a su bajo valor energético, sin embargo, su vida en anaquel queda significativamente reducida a un máximo de siete días en condiciones no refrigeradas puesto que sus tejidos internos son delicados (Santana y Cardoso, 2008).

Estudios realizados por Hermann *et al.* (1999) en diez muestras de yacón provenientes de Perú (5), Argentina (1), y Bolivia (3); muestran la composición química de las raíces las cuales se presenta en la tabla 1.

En términos generales, los carbohidratos representan alrededor del 90% del peso seco de las raíces recién cosechadas, de los cuales entre 50 y 70 % son FOS. El

resto de carbohidratos lo conforman la sacarosa, fructosa y glucosa (Ohyama *et al.*, 1990; Hermann *et al.*, 1999).

Tabla 1. *Composición química promedio de 10 muestras de yacón procedentes de Perú, Bolivia, Ecuador y Argentina (en relación a 1 Kg. de materia comestible de raíz fresca)*

Compuesto	Promedio	Rango
Materia seca (g)	115	98-136
Carbohidratos totales (g)	106	89-127
FOS (g)	62	31-89
Sacarosa libre (g)	14	10-19
Fructosa (g)	8,5	3,9-21,1
Glucosa libre (g)	3,5	2,3-5,9
Proteína (g)	3,7	2,7-4,9
Fibra (g)	3,6	3,1-4,1
Lípidos (g)	244	112-464
Calcio (mg)	87	56-131
Fósforo (mg)	240	182-309
Potasio (mg)	2282	1843-2946

Fuente: Hermann *et al.* (1999)

En la tabla 2 se presenta la concentración relativa porcentual de sacáridos y su concentración en peso seco reportados por Pereira (2009)

Tabla 2. *Composición en carbohidratos de la raíz de yacón*

Azúcar	Contenido en carbohidratos (%)
FOS	46,1
Sacarosa	9,7
Glucosa	14,5
Fructosa	29,6

Fuente: Pereira (2009)

Takenaka *et al.* (2003) citados por Campos *et al.* (2009), encontraron que las raíces de yacón, son ricas en compuestos fenólicos (con propiedades antioxidantes), al encontrar cinco derivados diferentes del ácido cafeico en las raíces de yacón. Siendo dos de ellos el ácido clorogénico (caffeoil-quinico) y otros derivados del ácido cafeico. También, se han identificado diferentes ácidos fenólicos a partir de extractos de hojas de yacón: protocatéquico, clorogénico, cafeico y ácidos ferúlico.

Según Adan *et al.* (2003) y Ventura (2005) citados por Ojamsivu *et al.* (2010), se analizó los aceites esenciales en las hojas de yacón y se identificó como aceites esenciales predominantes: β -pineno, cariofileno y γ -cadineno.

3.1.5. Propiedades funcionales del yacón

El término “funcional”, implica que el alimento tiene algún valor identificado que conduce a beneficios para la salud, incluyendo la reducción del riesgo de enfermedad, para la persona que lo consume (Palencia, 2000).

Los componentes funcionales del Yacón son: Fructooligosacáridos (FOS), polifenoles, triptófano, ácido gálico y ferúlico. Recientemente, los fructooligosacáridos (FOS) han sido clasificados como prebióticos. Éstos no se digieren, debido a que presenta en su estructura enlace β (2-1), y el organismo no posee ninguna enzima capaz de hidrolizarlo es por eso que también se les denomina como fibra dietética, pero cuando llega a la altura del colon es ahí donde se fermentan específicamente por las especies *Bifidobacterium* y *Lactobacillus*, los que provocan una

disminución del pH, imposibilitando la multiplicación de bacterias putrefactivas en el colón (Valentová *et al.*, 2003).

El efecto prebiótico del extracto de tubérculo de yacón se ha demostrado por su fermentación por varias bacterias del intestino comunes: el *Lactobacillus plantarum*, *acidophilus* y *Bifidobacterium bifidum* (Pedreschi, 2003).

Los polifenoles, que presenta el yacón como el ácido clorogénico y derivados del ácido cafeico y otros como triptófano, ácido gálico y ferúlico, que ejercen actividad antioxidante, tienen la capacidad de neutralizar la actividad oxidante de moléculas inestables (radicales libres) que ingresan a nuestro cuerpo como contaminantes externos (humo de cigarro, contaminación atmosférica, pesticidas, ciertas grasas que ingerimos en nuestra dieta, etc), los cuales dañan las membranas de las células, llegando a destruir y mutar su información genética, facilitando así el camino para que se desarrollen diversos tipos de cánceres y algunas enfermedades degenerativas (Valentová *et al.*, 2003; Manrique *et al.*, 2003).

3.1.6. Formas de consumo y procesamiento

El yacón tradicionalmente se consume como fruta fresca (Seminario *et al.*, 2003) pero, al ser perecible, los productos procesados son una alternativa a la comercialización tradicional de raíces frescas, dando como resultado productos con mayor tiempo de vida. Algunos productos que se pueden obtener son:

- Pasas, como resultado de un proceso de deshidratación de las raíces al medio ambiente (Seminario *et al.*, 2003).
- Hojuelas, deshidratadas en horno a temperatura controlada orientadas hacia el mercado de consumo de snacks (Seminario *et al.*, 2003).
- Jarabe, mediante el siguiente proceso: extracción mecánica del jugo de las raíces, tratamiento térmico (a temperaturas mayores a 60 °C) o adición de ácido cítrico o ácido ascórbico y, finalmente, concentración a 72 – 73 °Brix (Manrique *et al.*, 2005).
- Harina, a partir de las raíces previamente seleccionadas y deshidratadas, las cuales sufren un proceso de

molienda, obteniendo partículas finas que conforman la harina (Hermann *et al.*, 1999).

- Infusión, como producto del secado de las hojas, el cual se puede realizar al medio ambiente, siempre y cuando la humedad relativa sea baja. Si esto no es posible, entonces se pueden usar hornos; posteriormente, se realiza la molienda, el tamizado y el envasado en papel filtro (Seminario *et al.*, 2003).
- Otros productos a partir de raíces de yacón son la mermelada, galletas, etc.

3.1.7. Los Fructooligosacáridos

Los FOS, conocidos como oligofructanos u oligofructosa, pertenecen a una clase particular de azúcares conocidos con el nombre de fructanos (Niness, 1999). Son cadenas de unidades de fructosa con una unidad de glucosa terminal unidas por enlace glucosídico β (2 \rightarrow 1) (figura 2), característica que lo define como oligosacáridos no digestibles (OND). Como consecuencia, estos no pueden ser degradados por las enzimas digestivas humanas que son específicas para uniones α -glucosídicas, de tal forma que

todos los OND pueden actuar como sustratos para la fermentación por bacterias beneficiosas en el colon (*Bifidobacterium* y *Lactobacillus*), aportando energía para el crecimiento microbiano.

Los FOS más comunes en la naturaleza son: 1-kestosa (GF₂), nistosa (GF₃) y 1-β-Fructofuranosil nistosa (GF₄) (figura 3) (Lachmann *et al.*, 2003).

La National Research Council (1989) menciona que las raíces de yacón contienen inulina; sin embargo, Ohyama *et al.* (1990) demostraron que en realidad las raíces contienen FOS. A pesar de ello, muchos artículos científicos, revistas, entre otros, mencionan que las raíces de yacón contienen inulina como componente principal. Por ello, es importante distinguir la diferencia entre inulina y FOS ya que sus propiedades físicas y sus aplicaciones son distintas. Esta diferencia radica en el número de moléculas de fructosa en la cadena; en la inulina, este número varía entre 2 y 60, mientras que en los FOS, entre 2 y 10 (figura 4). Por otro lado, la inulina casi no tiene sabor dulce, su consistencia y

su baja solubilidad relativa en agua la convierten en un sustituto excelente de la grasa para la elaboración de varios tipos de alimentos, como helados y postres. Los FOS, en cambio, son muy solubles en agua, tienen un ligero sabor dulce y eventualmente pueden ser utilizados como sustitutos hipocalóricos del azúcar (Niness, 1999).

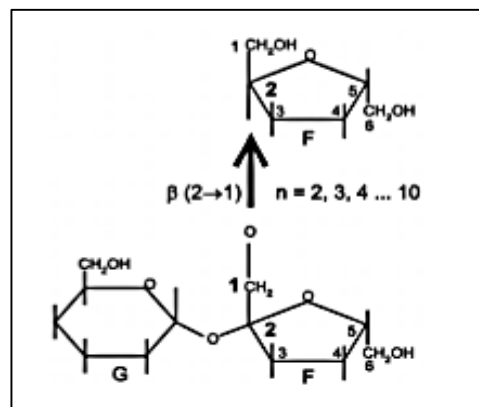


Figura 2. Estructura química de los FOS

G: Glucosa, **F:** Fructosa, **n** = número de moléculas de fructosa

Fuente: Seminario *et al.* (2003).

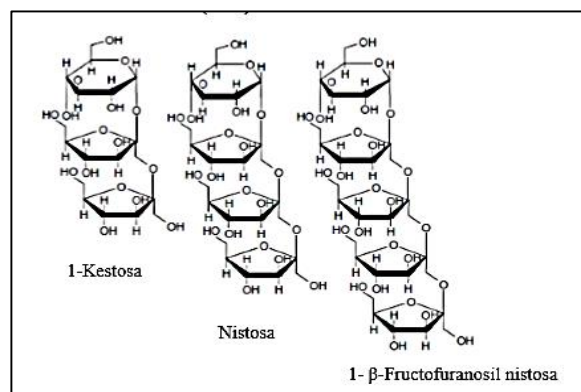


Figura 3. Estructura química de los FOS más comunes en la naturaleza

Fuente: Lachmann *et al.* (2003).

Carbohidratos

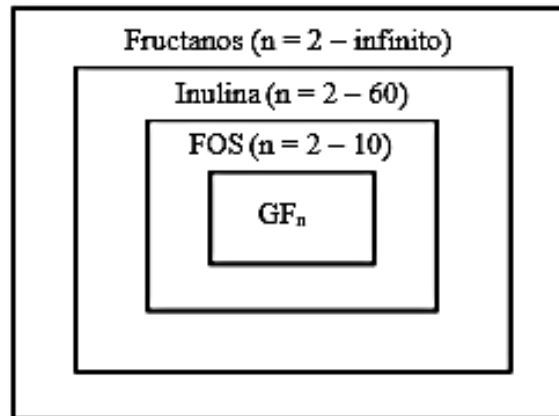


Figura 4. Clasificación de los fructanos

n: Numero de moléculas de Fructosa

Fuente: Seminario *et al.* (2003).

3.1.8. Propiedades fisicoquímicas de fructooligosacáridos

Los FOS son totalmente solubles en agua y son muy estables en un rango de pH de 4,0 – 7,0, así como estables a temperaturas de refrigeración. Estas propiedades hacen que los oligosacáridos puedan usarse para alterar la temperatura de congelación de los alimentos y controlar la intensidad de caramelización en las comidas preparadas debido a reacciones de Maillard (Chacón, 2006; Mussato y Mancilla, 2007).

En la tabla 3, se muestra el valor calórico y poder edulcorante de los FOS en comparación con los azúcares más comunes y algunos edulcorantes sintéticos. El poder edulcorante de los FOS oscila de 0,3 – 0,6 veces al de la sacarosa, dependiendo de la estructura química y el grado de polimerización de los oligosacáridos. El poder edulcorante disminuye con la longitud de la cadena de oligosacáridos; esta propiedad hace que los FOS sean muy usados en comidas donde el uso de la sacarosa está restringido por su alta capacidad edulcorante. (Seminario *et al.*, 2003).

Los FOS son altamente higroscópicos y su capacidad de retención de agua es mayor que la de la sacarosa e igual a la del sorbitol (Bornet, 1994). Además, la viscosidad de una solución de FOS es relativamente mayor que una de sacarosa a la misma concentración debido al mayor peso molecular de estos compuestos, lo que hace que aumente su viscosidad, mejorando el cuerpo y la textura (Sabater, 2008).

Tabla 3. Valor calórico y poder edulcorante de los fructooligosacáridos en comparación con los azúcares más comunes y algunos edulcorantes sintéticos.

	Origen	Calorías (Kcal/g)	Poder edulcorante(*)
FOS	Natural	1-1,5	0,3
Glucosa	Natural	4	0,7
Fructosa	Natural	4	1,7
Sacarosa	Natural	4	1
Esteviósidos	Natural	0	30-320
Aspartame	Natural	0	200
Sacarina	Natural	0	300-500
Sucralosa	Natural	0	600

(*)Con la finalidad de comparación, se asigna el valor de uno al poder edulcorante de la sacarosa o azúcar de mesa.

Fuente: Seminario *et al.* (2003)

3.1.9. Beneficios de los fructooligosacáridos en la salud humana

a. Bajo aporte calórico

Según Chambilla (2010) y McCrea *et al.* (2009), citados por Urango (2012), los FOS, por tener uniones beta que unen los monómeros de fructosa, son resistentes a la hidrólisis realizada por las enzimas digestivas humanas, por lo cual pasan al intestino delgado

sin ser metabolizados. Por esta razón, los FOS no tienen incidencia en la elevación de los niveles de glucosa en la sangre. Debido a esto y a su reducido contenido calórico, su consumo es recomendado como sustituto del azúcar común o sacarosa (Seminario *et al.*, 2003), pudiendo ser incluido en los regímenes dietéticos para bajar de peso (Manrique y Hermann, 2004).

b. Regularización del metabolismo lipídico

Estudios realizados utilizando inulina y oligofruktosa han dado como resultado la reducción de los niveles de lípidos sanguíneos en animales, aunque son necesarias altas dosis de estos compuestos para producir los efectos deseados. Estudios en ratones muestran que la inulina y los FOS pueden inhibir la acumulación de triglicéridos en el hígado y tienen efectos favorables sobre la esteatosis hepática (retención anormal de lípidos en células hepáticas) (Beylot, 2005; Delzenne *et al.*, 2002).

c. Efecto prebiótico

Una dieta rica en FOS promueve el crecimiento de bifidobacterias y lactobacilos, resultando en altos niveles de ácidos grasos de cadena corta (AGCC) en el material fecal, la mejora de la densidad celular y la formación de criptas en el tejido ciego, siendo indicativos de beneficios para la salud del colon (Campos *et al.*, 2012).

La proliferación de estas bacterias genera una serie de efectos benéficos en la salud, pero además inhibe el crecimiento de otro grupo de bacterias de la microflora que habitualmente produce toxinas o propicia el desarrollo de enfermedades en el tracto gastrointestinal; esta propiedad es conocida como efecto prebiótico (Manrique y Hermann, 2004).

d. Mejora de la absorción de minerales

Otro de los beneficios es la mejora de la absorción de minerales como el Ca y el Mg. El intestino delgado es la zona donde normalmente estos minerales se absorben pero gracias a los ácidos grasos de cadena corta

generados como productos de la flora intestinal tras la ingesta de prebióticos, el colon también es capaz de absorberlos de manera eficiente (Bornet et al., 2002; Tokunaga, 2004).

e. Regularización de hábitos intestinales

Los FOS y la inulina incrementan la biomasa fecal y el contenido en agua de las heces, de modo que se estimula el peristaltismo intestinal (es el proceso por el cual se producen una serie de contracciones y relajaciones radialmente simétricas en sentido anterógrado a lo largo del tubo digestivo y los uréteres, llamadas ondas peristálticas) y se consigue una mejora en los hábitos intestinales (Roberfroid, 2005).

3.2. Enfoques teórico-técnicos

3.2.1. Proceso de adsorción

La adsorción es un fenómeno físico-químico que resulta de la atracción entre las moléculas de la superficie del sólido (adsorbente) y las del soluto retenido (adsorbato). Implica la

separación de una sustancia de una fase, acompañado de su acumulación o concentración en la superficie de la fase de adsorción (figura 5).

Este proceso de transferencia se lleva a cabo hasta que se alcanzan las condiciones de equilibrio dinámico, que se da después de que la concentración de la solución se mantiene constante (Izquierdo *et al.*, 2004; Carabasa *et al.*, 1998).

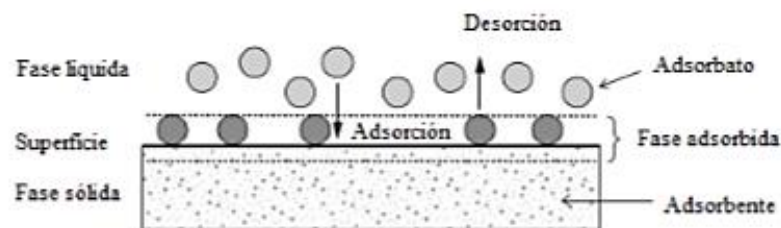


Figura 5. Esquema del fenómeno de adsorción

Fuente: Worch (2012)

Si la interacción entre el adsorbato y la superficie del adsorbente se debe solo a las fuerzas de Van der Waals, se trata de una adsorción física; pero si involucra un intercambio o una transferencia de electrones, dando como

resultado una reacción química, se trata de una adsorción química (Izquierdo *et al.*, 2004).

Como adsorbentes se utilizan sólidos que presentan una gran superficie de contacto y, en general, suelen ser porosos (Ibarz y Barbosa, 2005). Entre los más utilizados están el carbón activado, zeolitas naturales y sintéticas, arcillas, resinas de intercambio iónico, gel de sílice y algunos polímeros sintéticos (Carabasa *et al.*, 1998).

El análisis de la operación de adsorción se realiza basándose en las relaciones de equilibrio, la cinética de adsorción, los balances de materia y en las condiciones iniciales y de frontera del sistema (Toneli *et al.*, 2008).

3.2.2. Tipos de adsorción

Glasstone (1979), menciona que podemos diferenciar tres tipos de adsorción, dependiendo de qué tipos de fuerzas existan entre el soluto y el adsorbente. Estas fuerzas pueden ser de tipo eléctrico, de fuerzas de Van der Waals o de tipo químico.

- Adsorción por intercambio. En este proceso el soluto y el adsorbente se atraen por fuerzas electrostáticas. Dicho de otra manera, los iones del soluto se concentran en la superficie del sorbente, que se halla cargada eléctricamente con signo contrario a los iones del soluto.
- Adsorción por fuerzas de Van der Waals. También llamada adsorción física o fisisorción. En este tipo de adsorción, el adsorbato no está fijo en la superficie del adsorbente, sino que tiene movilidad en la interfase. Ejemplo de este tipo de adsorción es el de la mayoría de las sustancias orgánicas en agua con carbón activado. En este tipo de adsorción el adsorbato conserva su naturaleza química.
- Adsorción química. Sucede cuando hay interacción química entre adsorbato y adsorbente. También llamada quimisorción. La fuerza de la interacción entre adsorbato y adsorbente es fuerte, casi como un enlace químico. En este tipo de adsorción el adsorbato sufre una transformación, más o menos intensa, de su naturaleza química.

3.2.3. Isotermas de adsorción

La adsorción de una sustancia en solución sobre la superficie de un sólido conlleva a la distribución de esta entre las dos fases en equilibrio. Generalmente esta distribución se expresa como la cantidad de sustancia adsorbida por unidad de masa del adsorbente (q) ; y en función de la concentración del adsorbato en solución (C) .Para el proceso de adsorción , solo existe una isoterma a determinada temperatura, de allí su nombre (Dabrowki, 2001) .

Los tipos básicos de isotermas se muestran en la figura 6. Generalmente las isotermas son favorables cuando la curva es convexa y desfavorable si es cóncava. Además, según Inglezakis y Pouloupulos (2007), se pueden presentar casos de adsorción irreversible cuando la isoterma es muy favorable , lo cual se observaría como una línea recta paralela al eje de la abscisas ; y en donde la cantidad adsorbida es independiente de la disminución de la concentración hasta valores muy bajos.

Asimismo existe otro tipo de clasificación para las isothermas de adsorción de solutos orgánicos e inorgánicos, la cual se presenta en la figura 7. Esta clasificación se realiza en 4 grupos fundamentales, en función de la forma inicial de la pendiente de las isothermas, mientras que los subgrupos se basan en las posibles formas de la parte superior de la curva (meseta) que describe la isoterma de cada adsorbato (Rodríguez *et al.*, 2009).

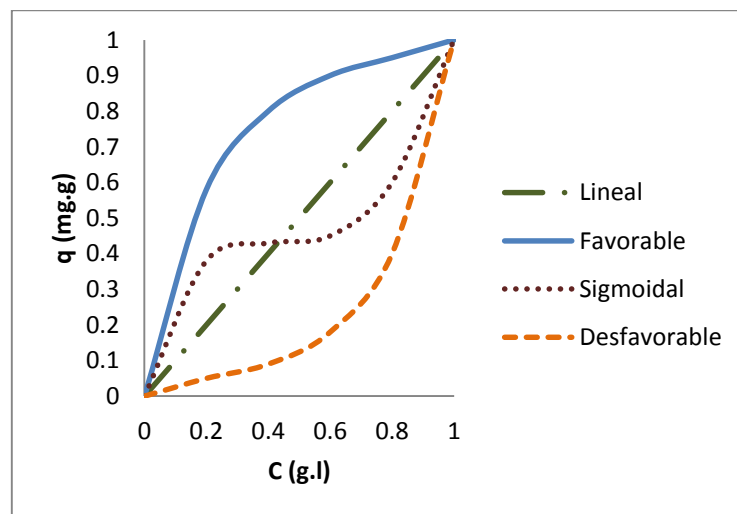


Figura 6. Tipos básicos de isothermas
Fuente: Inglezakis y Pouloupulos (2007).

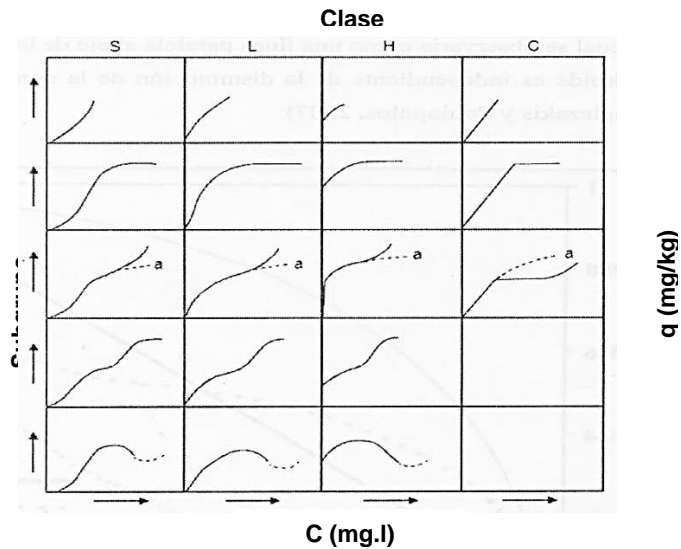


Figura 7. Clasificación para isothermas de adsorción

Fuente: Rodríguez *et al.* (2009).

3.2.4. Modelos matemáticos de isothermas de adsorción

Los datos de adsorción pueden ser representados por varios modelos de isothermas que se utilizan a menudo para describir el equilibrio de adsorción sobre una base cuantitativa (Arslanoğlu *et al.*, 2005).

a. Isotherma de Langmuir

La teoría de la isoterma de Langmuir (Ibarz *et al.*, 2011) es válida para la adsorción de solutos en una solución líquida, como una monocapa de adsorción sobre una superficie con una cantidad finita de sitios iguales. El modelo de la isoterma de Langmuir asume

energías uniforme de adsorción en la superficie sin migración del adsorbato en el plano de la superficie (Dogan *et al.*, 2000) es decir, que cada sitio puede retener solo una molécula y que no hay fuerzas de interacción entre moléculas adyacente de las especies adsorbidas.

Por ello la isoterma de Langmuir se utiliza para estimar la capacidad máxima de adsorción correspondiente a una completa cubierta monolaminar en la superficie del adsorbente.

La ecuación no lineal de Langmuir se expresa en la ecuación 1 (Nemr *et al.*, 2008).

$$q_e = \frac{Q_m K_a C_e}{1 + K_a C_e} \dots\dots\dots \text{Ecuación 1}$$

Dónde:

- Q_m : Es una constante que refleja una monocapa completa (g.g^{-1})
- K_a : Constante de equilibrio de adsorción (ml.g^{-1}) relacionada con la energía de adsorción.

- q_e : Es la cantidad de azúcar adsorbida por gramo de adsorbente ($\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)
- C_e : Es la concentración inicial ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)

La isoterma de Langmuir puede ser linealizada como (ecuación 2):

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_m K_a} + \frac{1}{Q_m} \times C_e \dots\dots\dots\text{Ecuación 2}$$

Una gráfica de $\frac{C_e}{q_e}$ versus C_e debe indicar una línea recta de pendiente $\frac{1}{Q_m}$ y un intercepto de $\frac{1}{Q_m K_a}$

b. Isotherma de Freundlich

El modelo de la isoterma de Freundlich (Ibarz *et al.*, 2011) describe el proceso de adsorción, mediante una ecuación empírica que puede ser usada para una sorción no ideal que involucre sorción heterogénea. El modelo de Freundlich usa suposiciones similares a las de Langmuir; pero no tiene requerimientos sobre el tamaño de la capa de soluto que cubre el sólido adsorbente.

Esta isoterma puede derivarse, asumiendo un decrecimiento logarítmico en la entalpia de sorcion con un incremento en la fracción de los sitios ocupados y es comúnmente expresada como la siguiente ecuación no lineal, ecuación 3 (Nemr *et al.*, 2008)

$$q_e = K_F C_e^{1/n} \dots\dots\dots\text{Ecuación 3}$$

Dónde:

- K_F : Es una constante para el sistema, relacionada con las uniones energéticas. puede ser definida como el coeficiente de adsorción o distribución y representa la cantidad de soluto adsorbido en el adsorbente por unidad de concentración en el equilibrio (g.g⁻¹)
- n : Indica la intensidad de adsorción del soluto en el adsorbente o superficie heterogénea cuando este valor se acerca a cero.

La isoterma de Freundlich puede ser linealizada como (ecuación 4):

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \dots \dots \dots \text{Ecuación 4}$$

c. Isoterma de Temkin

Es útil para representar un gran intervalo de concentraciones. Este modelo asume lo siguiente: (i) el calor de adsorción disminuye de manera lineal con la ocupación superficial y que (ii) la adsorción se caracteriza por una distribución uniforme de las energías de enlace, hasta en cierta energía de enlace máxima (Kim *et al.*, 2004 citados por Rubinos, 2007). La isoterma de Temkin puede ser descrita por la siguiente ecuación 5:

$$q_e = n_T \ln(K_T C_o) \dots \dots \dots \text{Ecuación 5}$$

Dónde:

- q_e : Cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (g.g^{-1})
- n_T : Constante de Temkin.
- K_T : Constante de Temkin.
- C_o : Concentración de equilibrio (g.L^{-1}).

3.2.5. Cinética de adsorción

La cinética estudia la velocidad y el mecanismo de las reacciones. En el caso particular de las reacciones en medio acuosos esta tiene vital importancia, dado que en muchos casos es la velocidad a la que una reacción avanza hacia el equilibrio, más que la condición de equilibrio, la que determina los criterios de diseño y/o el funcionamiento de los procesos de tratamiento de aguas residuales; así como el comportamiento de los sistemas de aguas naturales. El objetivo de la cinética química es medir las velocidades de reacciones con el fin de elaborar ecuaciones que representen la interrelación entre la velocidad de reacción con variables experimentales. A continuación se presentan los tipos de modelos cinéticos empleados frecuentemente en el análisis de procesos de tratamiento por adsorción de medios acuosos. (Snoeyink y Jenkins, 1987)

a. Pseudo-primer orden

El modelo cinético de pseudo –primer orden, descrito por Lagergren, se basa en la premisa de que cada ion metálico es adsorbido por un sitio de adsorción del

material adsorbente (Pinzón *et al.*, 2009). Tal modelo se muestra en la siguiente ecuación 6 (Nwabanne y Igbokwe, 2008)

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_1 - q_t) \dots\dots\dots\text{Ecuación 6}$$

Dónde:

- q_1 y q_t son las capacidades de adsorción ($\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$) en el equilibrio y en el momento t , respectivamente:
- k_1 es la constante de adsorción de pseudo-primer orden ($\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$)

La ecuación 6, luego de ser integrada y de aplicársele condiciones límite, es decir, de $t=0$ a $t=t$ y de $q_t=0$ a $q_t = q_t$; se obtiene la expresión linealizada presentada en la ecuación 7 (Nwabanne e Igbokwe, 2008):

$$\ln(q_1 - q_t) = \ln q_e - \frac{k_1}{2,303} t \dots\dots\dots\text{Ecuación 7}$$

b. Pseudo-segundo orden

El modelo cinético de pseudo-segundo orden, descrito por Ho y McKay (1999), asume que el adsorbato

es adsorbido en dos sitios activos del material adsorbente, con lo cual se obtiene una mayor correlación del modelo en relación con la representación de los datos experimentales; en comparación con otros modelos cinéticos (Pinzón *et al.*, 2009), este modelo se presenta en la siguiente ecuación 8 (Nemr *et al.*, 2008)

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_2 - q_t)^2 \dots\dots\dots\text{Ecuación 8}$$

Dónde:

- k_2 es la constante de adsorción de pseudo-segundo orden (g/g.min)

La ecuación 8, luego de ser integrada y de aplicársele condiciones límite, es decir de $t=0$ a $t=t$ y de $q_t=0$ a $q_t = q_t$; se obtiene la expresión linealizada presentada en la ecuación 9 (Nemr *et al.*, 2008):

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_2^2} + \frac{1}{q_2} t \dots\dots\dots\text{Ecuación 9}$$

La constante de pseudo-segundo orden (k_2) se utiliza para calcular la tasa de adsorción inicial, tal como se muestra en la siguiente expresión (ecuación 10):

$$h = k_2 q_2^2 \dots\dots\dots \text{Ecuación 10}$$

Dónde:

- h es la tasa de adsorción inicial (g/g.min)

3.2.6. Materiales adsorbentes

Según Geankoplis (2006), existen varios adsorbentes comerciales y algunos de los principales se describen enseguida. Todos se caracterizan por grandes áreas superficiales de los poros, que van desde 100 hasta más de 2000 m²/g.

- Carbón activado: Este es un material microcristalino que proviene de la descomposición térmica de madera, cortezas vegetales, carbón, etc., y tiene áreas superficiales de 300 a 1200m²/g con un promedio de diámetro de poro de 10 a 60 Å., las sustancias

orgánicas generalmente se adsorben por carbón activado.

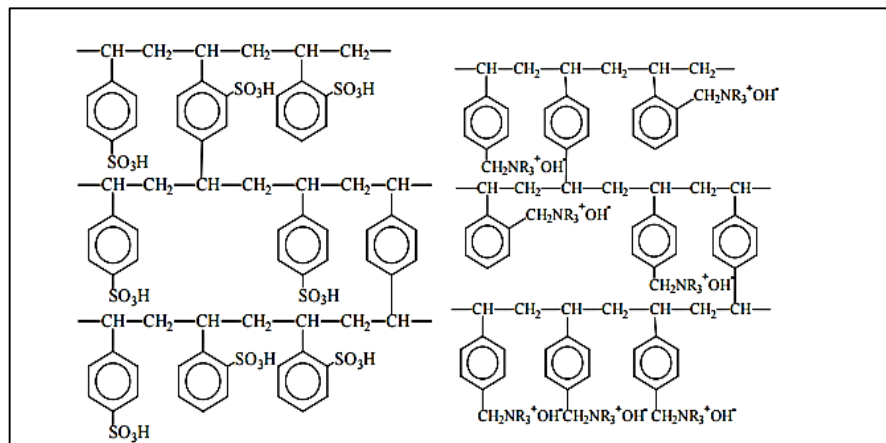
- Gel de sílice: Este adsorbente se fabrica tratando con ácido una solución de silicato de sodio y luego secándola. Tiene un área superficial de 600 a 800 m²/g y un promedio de diámetro de poro de 20 a 50 Å. Se utiliza principalmente para deshidratar gases líquidos y para fraccionar hidrocarburos.
- Alúmina activada: Para preparar este material se activa el óxido de aluminio hidratado calentándolo para extraer el agua. Se usa ante todo para secar gases y líquidos. las áreas superficiales fluctúan entre 200 y 500 m²/g con un promedio de diámetro de poro de 20 a 140 Å.
- Zeolitas tipo tamiz molecular: Estas zeolitas son aluminosilicatos cristalinos porosos que forman una red cristalina abierta que tiene poros de uniformidad precisa. por tanto, el tamaño uniforme del poro es diferente al de otros tipos de adsorbentes que tiene una gama de tamaños de poro. Las diversas zeolitas tienen tamaño de poro que van cerca de 3 a 10 Å.

- Polímeros o resinas sintéticas: Se fabrican polimerizando dos tipos principales de monómeros. Los que se generan a partir de compuestos aromáticos como el estireno y divinilbenceno se usan para adsorber compuestos orgánicos de soluciones acuosas. Los que provienen de esteres acrílicos se utilizan para solutos más polares en soluciones acuosas.

3.2.7. Resinas de intercambio iónico

Las primeras resinas se prepararon por condensación de ácidos fenol-sulfónicos con formaldehído. El producto contiene grupos reactivos, como $-OH$ y $-COOH$ además de los grupos cambiadores $-SO_3H$ más importantes, la experiencia ha demostrado que muy a menudo pueden conseguirse mejores resultados con resinas que solo posean un grupo reactivo. Las resinas de poliestireno se fabrican polimerizando estireno junto a un reactivo que una las cadenas de polímero, como el divinilbenceno, introduciendo a continuación el grupo apropiado tal como se muestra en la figura 8. Lederer y Lederer (1990).

Las resinas de intercambio iónico son como perlas esféricas de 0,5 a 1,0 mm de diámetro. Estos aparecen de forma sólida incluso bajo el microscopio, pero en una escala molecular la estructura es bastante abierta (figura 9).



Una resina de intercambio catiónico de poliestireno sulfonado fuertemente ácido

Una resina de intercambio aniónico fuertemente básica de amonio cuaternario

Figura 8. Resinas de intercambio catiónico y aniónico.

Fuente: Lederer y Lederer (1990)

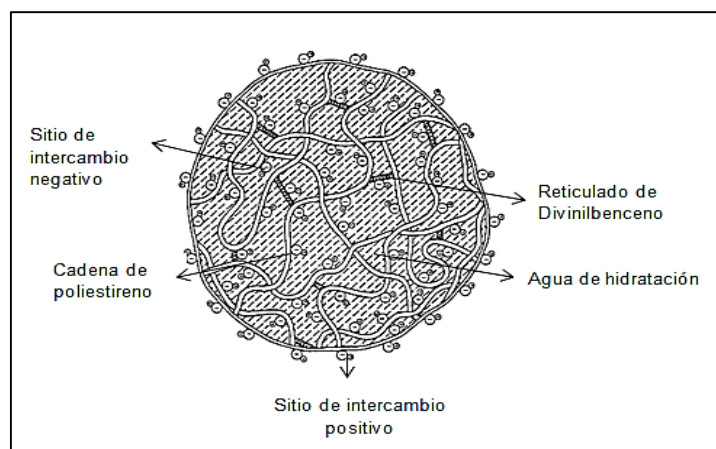


Figura 9. Vista ampliada de la resina de poliestireno.

Fuente: Sangeetha *et al.*, 1997

3.2.8. Propiedades de las resinas de intercambio iónico

a. Distribución de tamaño de partícula.

La distribución del tamaño de la partícula de resina es importante no sólo debido a su influencia en la pérdida de presión al pasar el disolvente a través del adsorbente y de columnas de intercambio iónico, sino también debido a su efecto sobre las tasas de transferencia de masa (Bathen y Breitbach, 2001; Kummel y Worch, 1990).

b. Área de la superficie interior o específico.

El área de superficie interior o específica por lo general es un múltiplo de la superficie exterior de un adsorbente y es el sitio donde se produce la adsorción. En consecuencia, este parámetro merece especial atención en la toma de decisiones al momento de elegir una resina particular, y las áreas de superficie interiores máximas.

Debido al hecho de que el área de superficie interna es inversamente proporcional al diámetro de los poros, el tamaño molecular del adsorbente constituye una importante limitación de su aplicación, ya que si el diámetro de poro es demasiado pequeño, la adsorción no puede difundirse en el adsorbente (Bathen y Breitbach, 2001; Kummel y Worch, 1990)

c. La porosidad o tamaño de los poros de distribución.

De acuerdo con la definición de la densidad, la porosidad puede ser también más subdividido en la porosidad de partícula y la porosidad de material a granel.

Por lo tanto, la porosidad interna de las partículas individuales, se define como la proporción del volumen de poros, la cual se refiere al volumen total de la partícula adsorbente. En contraste, la porosidad mayor o porosidad externa es una medida de los espacios intermedios entre las partículas adsorbentes (Bathen y Breitbach, 2001; Kummel y Worch, 1990).

d. Distribución de radio de poro

La distribución de los radios de poro es otro factor importante que afecta a las tasas de adsorción e intercambio de iones. La variabilidad del radio de los poros tiene un impacto importante en la difusión de los solutos en la resina.

Los radios de poro son clasificados de acuerdo con la Unión Internacional de Pura y Aplicada Chemistry estándares (IUPAC).

En consecuencia, los poros con un diámetro de $< 0,4$ nm se denominan submicroporos, mientras que el de diámetro de microporos varía de 0,1 a 2,0 nm, el de mesoporos de 2,0 a 50 nm, y la de macroporos por encima de 50 nm. Los macro y mesoporos permiten el transporte de moléculas del soluto, mientras que en los microporos se produce el intercambio de iones (Bathen y Breitbach, 2001; Kummel y Worch, 1990).

3.2.9. Tipos de resina de intercambio iónico según su grupo funcional

- Resinas Catiónicas de Ácido Fuerte

Se producen por sulfonación del polímero con ácido sulfúrico, el grupo funcional es el ácido sulfónico (-SO₃H) que es altamente ionizable, intercambian iones positivos (cationes). Estas resinas operan a cualquier pH (Nevárez, 2009).

- Resinas Catiónicas de Ácido Débil

El grupo funcional es un ácido carboxílico (COOH) presente en uno de los componentes del copolímero principalmente el ácido acrílico o metacrílico. Son resinas altamente eficientes, tienen menor capacidad de intercambio, no son funcionales a pH bajos, elevado hinchamiento y contracción lo que hace aumentar las pérdidas de carga o provocar roturas en la columna. (Nevárez, 2009).

- Resinas Aniónicas de Base Fuerte

Se obtienen a partir de la reacción de copolímeros de estireno divinilbenceno clorometilados con aminas terciarias. El grupo funcional es una sal de amonio cuaternario, (R_4N^+). Intercambian iones negativos y necesitan una gran cantidad de regenerante, (Nevárez, 2009).

En la tabla 4 se muestran las propiedades fisicoquímicas de las resinas de intercambio iónico usadas en la presente investigación.

Tabla 4. *Propiedades fisicoquímicas de las resinas de intercambio iónico.*

	Diaion^a 535L Ca	Diaion^a 530 Na	Purolite^c 642 K
Forma Iónica	Ca ⁺²	Na ⁺	K ⁺
Capacidad total eq/L (Forma de H⁺)	> 1.6	> 1.6	1.5
Retención de agua (%)	48-52	52-56	59-62
Tamaño de partícula (um)	320	220	295-335
Reticulación (%)	6	6	Tipo Gel

Fuente: Diaion (2015); Purolite (2016).

3.2.10. Regeneración de resinas de intercambio iónico

La etapa de regeneración consiste en devolver el intercambiador saturado a su forma iónica inicial, empleando una disolución concentrada en el ión originalmente asociado al intercambiador. Esta etapa es importante en el proceso de intercambio iónico ya que el buen funcionamiento del intercambiador en sucesivos procesos de carga depende de una regeneración eficiente. Para obtener el máximo rendimiento de esta etapa es importante optimizar parámetros como la concentración y volumen de disolución regenerante así como la velocidad de flujo.

Para ello la resina se lava alrededor de 30 veces el volumen de agua por volumen de resina. La regeneración se realiza con 1,5 L de solución de ácido sulfúrico al 7% por cada L de resina, la que se hace pasar a un flujo de 6 veces el volumen de resina por h. Después de cada regeneración la resina se lava 6 veces su volumen de agua destilada a un flujo de 8 veces el volumen de resina por hora. Finalmente se deja escurrir el exceso de agua (Hernández y Minguez, 1997).

3.2.11. Carbón activado

Luna *et al.* (2007), indica que el termino carbón activado, se aplica a una serie de carbones obtenidos artificialmente con alta porosidad y superficie interna.

El carbón activado es un sólido compuesto de hidrogeno, oxígeno y principalmente de carbono. Cuando este material se expone a altas temperaturas, se liberan las sustancia volátiles albergadas en su interior, aumentando así su superficie interna o específica (Gonzales, 2004), llegando a alcanzar un área superficial de 500 a 1500 m²/g (IPROCOR, 2009, convirtiéndose en un producto de alta porosidad (Gonzales, 2004) capaz de adsorber una cantidad de diferentes compuestos, tanto en fase gaseosa como en fase líquida

Todos los átomos de carbón en la superficie de un cristal son capaces de atraer moléculas de compuestos que causan color, olor o sabor indeseables; la diferencia con un carbón activado consiste en la cantidad de átomos en la superficie disponibles para realizar la adsorción. En otras

palabras, la activación de cualquier carbón consiste en "multiplicar" el área superficial creando una estructura porosa. Es importante mencionar que el área superficial del carbón activado es interna (Hung *et al.*, 2005).

3.2.12. Características y estructura del carbón activado

La estructura fundamental de los carbones activados es aproximadamente de un 75 -80 por ciento de carbono, 5-10 por ciento de cenizas, 60 por ciento de oxígeno y 0,5 por ciento de hidrogeno(La chira, 2010).

En cuanto a sus estructura molecular, el carbón activado tiene una estructura microcristalina que comienza a formarse durante el proceso de carbonización. Sin embargo la estructura microcristalina difiere de la del grafito por el espacio entre capas, la cuales son de 0,335 nm en el grafito y entre 0,34 y 0,35 nm en los carbones activados. La orientación de dichas capas también es diferente, siendo más desordenado en los carbones activados, dicho desorden en las capas microcristalinas es causado por la presencia de heteroátomos como H y O, por defectos como

espacios vacíos en la estructura enrejada (Bansal y Goyal, 2005).

Las características fundamentales del carbón activado son su elevada capacidad de eliminación de sustancias y baja selectividad de retención. La primera se debe a la alta superficie interna que posee, pues la porosidad y la distribución del tamaño de poros favorecen el acceso y la rápida difusión de las moléculas a la superficie interna del sólido, la segunda la baja selectividad de retención. Sin embargo debido a su naturaleza apolar, retendrá mayormente moléculas apolares y de alto volumen molecular (Fombuena, 2009)

3.2.13. Propiedades del carbón activado

a. Capacidad de adsorción:

Según Manaham (2007) citado por Zamora (2010), el carbón activado es un compuesto formado por carbono amorfo (IPROCOR, 2006), hidrogeno, oxigeno, cenizas; cuyos átomos de carbonos siempre buscan formar sus

cuatro enlaces distribuidos idealmente en el espacio, mas eso no sucede en la superficie sólida, de manera que se genera un desequilibrio de fuerzas, formándose enlaces de tipo Vander Waals con las moléculas del fluido adyacente.

Rodríguez y Reynoso (2005), indican que los poros del carbón activado poseen intensas fuerzas de Van der Waals, las cuales son responsables de la capacidad de adsorción.

La gran capacidad de adsorción del carbón activado es selectiva pues favorece las moléculas apolares que las polares (IPROCOR, 2006), de mayor peso molecular, poco solubles en agua y muy ramificadas (Manaham, 2007 citado por Zamora, 2010).

b. Tamaño de partícula o granulometría:

Según NTP (1982) y ASTM (1976), existen dos tipos de carbón activado de acuerdo su granulometría: en polvo y granular, teniendo:

Tipo I: CAP, de partículas menores a la malla N°80 (Abertura 0,180 mm 0 0,070 pulg.) para fase líquida. Estos son polvos ligeros y sedosos usados principalmente para decoloración de líquidos, refinación de azúcar, tratamiento de aguas (Earl, 1975 citado por Gonzales, 2004) y presentan superficies internas de hasta 100 m²/g

Tipo II: CAG, denso, de partículas de mayor tamaño a la malla N°80, para fase gaseosa, presenta una superficie específica entre 1000 y 2000 m²/g. Cabe resaltar los grupos o tipos mencionados no son intercambiables (Schanz, 1962 citado por Layseca, 2005).

c. Porosidad:

La estructura del carbón activado está constituido por un conjunto irregular de capas de carbono, los espacios entre ellas constituyen la porosidad (Huallpacuna, 2008), los poros son pequeñas cavidades o túneles, constituyendo la parte más importante en la estructura

de los carbones activados, pues determina sus propiedades texturales como adsorptividad y superficie específica facilitando la adsorción y difusión (Giraldo, 2007).

La porosidad y la distribución del tamaño de los poros tiene un papel importante en la capacidad de eliminación de sustancias, de manera que la IUPAC, ha clasificado a los poros de acuerdo a su tamaño (figura10), macroporos ($r > 25$ nm), mesoporos ($25 > r > 1$ nm) y microporos ($r < 1$ nm).

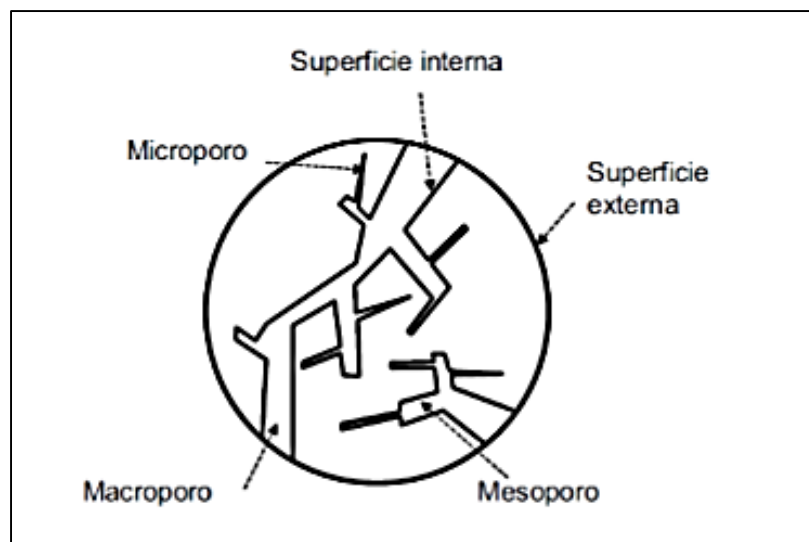


Figura 10. Representación esquemática de la estructura porosa del carbón activado

Fuente: Gómez *et al.* (2010)

d. pH:

El carbón activo tiene naturaleza anfotérea, lo que significa que en su superficie coexisten grupos superficiales de carácter ácido y otros de carácter básico, que un carbón sea ácido o básico dependerá de la concentración de los grupos, de manera que un carbón de tipo básico será preferible para la adsorción de compuestos ácidos y viceversa (Fombuena, 2009).

3.2.14. Regeneración de carbón activado

a. Reactivación con vapor de agua:

Consiste en hacer circular vapor de agua a través de la cama de carbón, sin permitir que éste se condense. De esta manera se desorben moléculas orgánicas con una volatilidad menor o aproximadamente igual a la del agua -es decir, con temperatura de ebullición menor a 100°C a nivel del mar-, y que habían sido retenidas por adsorción física. (Ng *et al.*, 2002).

b. Reactivación con gases calientes:

Es igual a la anterior, pero se utilizan gases de combustión. En el caso de algunos estudios científicos a nivel laboratorio, en los que se requiere reactivar sin la interferencia de algún gas oxidante, la desorción se lleva a cabo mediante un gas inerte que se calienta de manera indirecta. También puede lograrse un resultado más rápido o eficiente mediante vacío. (Ng *et al.*, 2002).

c. Reactivación mediante la modificación del pH en solución acuosa

Cuando la capacidad de retención de un adsorbato específico depende del valor del pH, puede aprovecharse esta condición para desorberlo, regenerando así al carbón. (Ng *et al.*, 2002).

d. Reactivación térmica

La reactivación térmica consiste en la eliminación de los adsorbatos de un carbón agotado mediante un horno igual al utilizado para la activación térmica de CA, pero a

una menor temperatura y con una concentración más baja de vapor de agua. (Ng *et al.*, 2002).

3.3. Marco referencial

Gramblicka y Polakovic (2007), “Equilibrios de adsorción de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS en resinas de intercambio catiónico”, en esta investigación se estudiaron las isotermas de un solo componente de glucosa, fructosa, sacarosa e isotermas de multicomponentes de FOS (cestosa, nistosa, y fructofuranosil nistosa); se obtuvieron a una temperatura de 60°C a concentraciones de 0 - 45 °brix.

Kuhn y Maugeri (2010), “Purificación de Fructooligosacáridos en una columna de lecho de carbón activado fijo”, en este trabajo de investigación se evaluó la purificación de Fructooligosacáridos en una mezcla de azúcares, obtenido por síntesis enzimática, que contiene fructooligosacáridos, glucosa, fructosa y sacarosa utilizando una columna de lecho de carbón vegetal activado fijo en donde los efectos de la temperatura y la concentración de etanol, se analizaron mediante un diseño central compuesto.

Nobre *et al.* (2012), “Los Fructooligosacáridos, purificación, a partir de un caldo de fermentación utilizando una columna de carbón vegetal activado”, en el presente estudio se evaluó un proceso sencillo y eficiente para purificar fructooligosacáridos (FOS) a partir de un caldo fermentativo se propuso utilizando una columna de carbón activado solo. Se estudiaron varios volúmenes y concentraciones de agua / etanol para optimizar la desorción selectiva de azúcares a partir de la mezcla de caldo a 25°C. Las mezclas que contenían 50.6% de FOS, se purificaron hasta 92.9% con una recuperación del 74.5% FOS y se obtuvieron fracciones con pureza del 97 %.

Vankova *et al.* (2010), “Equilibrio de adsorción de FOS, Glucosa, fructosa, y sacarosa en un intercambiador de cationes Ca^{++} ”. En la presente investigación se hizo un estudio de adsorción de Fructooligosacáridos , estos se obtuvieron por adsorción , separando la fructosa, glucosa y sacarosa, se hace la investigación en la resina de intercambio catiónico Amberlite CR1320 Ca^{++} a una temperatura de 60°C y una concentración de sacárido hasta 40°brix.

CAPÍTULO IV. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

4.1. Tipo de investigación y nivel de investigación

- **Tipo de investigación:** Es de tipo aplicada.
- **Nivel de investigación:** El nivel es de tipo experimental, ya que permitió analizar el efecto en la cantidad de azúcar adsorbida en equilibrio, producido por la manipulación de las concentraciones de azúcares y tiempos de adsorción, es decir un estudio de causa y efecto.

4.2. Población y Muestra

Para la obtención del extracto de yacón, la población fue conformada por harina de yacón (200 g), la cual fue brindada por el Instituto de Biotecnología (IBT) de la Universidad Nacional Agraria la Molina, obtenido a una velocidad de aire de 2,1 m/s a 65°C, humedad de 5% y FOS 35,11 % ms.

Las muestras para el análisis fueron extractos de yacón decolorado y desmineralizado, de 10 ml y 3 ml respectivamente por cada tratamiento, las cuales se realizaron por duplicado, para el presente estudio se utilizó el diseño completamente al azar (DCA con $p < 0,05$) y comparación de medias (TUKEY).

4.3. Materiales y métodos

La presente investigación se realizó en el área de Biotecnología Industrial del Instituto de Biotecnología (IBT) de la Universidad Nacional Agraria la Molina (UNALM).

4.3.1. Materiales

a. Materia prima

- Harina de yacón: Brindada el área de Biotecnología Industrial del Instituto de Biotecnología (IBT) de la Universidad Nacional Agraria la Molina (UNALM).

b. Materiales de laboratorio

- Materiales de vidrio: Probetas, matraces de Erlen Meyer, matraz Kitasato, vaso precipitado, tubos de

ensayo, termómetro , viales , placas Petri, baguetas, embudo Buchner ,fiolas, pipetas ,termómetros , tubos de ensayo.

- Columnas (13 cm de longitud por 2,5 cm de diámetro).
- Filtro Millipore de 0,22 μm . tipo GV (Millipore, Bedford, MA, USA).
- Gradillas.
- Jeringas de 1,0 ml.
- Mangueras (para desmineralización del extracto).
- Membrana para diálisis (Sigma –Aldrich).
- Micropipetas de 20-200 μl , 100-1000 μl y 0,5 ml -5 ml (Brand Transferpette, Alemania).
- Papel filtro de paso rápido.
- Piceta de agua destilada.
- Pipetas volumétricas de 1ml, 5ml y 10 ml.
- Soporte universal.
- Tamiz N° 35 y N° 18(W.S. Tyler, ASTM Specification E-11,EEUU).
- Otros : ollas ,cucharas , pinzas, bolsas de polipropileno de alta densidad ,magnetos, tubos

ependorf, tubos falcón , malla , papel filtro Whatman
N°1.

c. Reactivos

- 3-5 Dinitrosalicílico (DNS) (p.a. Sigma, USA).
- Acetato de sodio (p.a. Merck, Germany).
- Acetona (grado HPLC p.a. Tedia).
- Acetonitrilo (grado HPLC.J.T. Baker, USA).
- Ácido 3,5- Dinitrosalicílico. (p.a. Sigma).
- Ácido acético glacial (p.a. J.T. Baker, USA).
- Ácido clorhídrico al 37 % (Merck).
- Ácido fosfórico 85 por ciento (p.a. J.T. Baker, USA)
- Ácido sulfúrico al 99% (Merck).
- Agua destilada.
- Agua Milli-Q.
- Alcohol etílico de 96° (p.a. J.T. Baker, USA).
- Bisulfito de sodio (Mallinckrodt, México).
- Carbón activado en polvo (Clarimex, México).
- Carbón activado granular (Cabot Norit).
- Cloruro de calcio (p.a. Merck, Germany).
- Cloruro de potasio (Merck, Germany).

- Cloruro de sodio. (Merck, Germany).
- Enzima invertasa (M6130, Sigma, USA).
- Fenol (p.a. Mallinckrodt, USA).
- Hidróxido de calcio (p.a. Merck, Germany).
- Hidróxido de potasio (p.a. Merck, Germany).
- Hidróxido de sodio en perlas (p.a. J.T. Baker, México).
- Inulinasa (I6285, Sigma, USA).
- Resina PCR642K+ (Purolite, Japan).
- Resina UBK530Na+ (Diaion, Japan).
- Resina UBK535Ca++ (Diaion, Japan).
- Tartrato de sodio y potasio. (Scharlau, Spain).
- Tryethylamine (grado HPLC p.a. Tedia)

d. Equipos

- Agitador magnético (CAT®, modelo M6, rango de temperatura: 40°C – 400°C, Alemania).
- Agitador Vortex (VELP Scientifica®, modelo F202A0175, España).
- Balanza analítica (OHAUS®, modelo AR2140, capacidad 210 g + 0,1 mg. EE.UU.)

- Balanza de precisión (OHAUS®, modelo Scout, capacidad 400 g + 0,1 g. China)
- Balanza analítica (SARTORIUS, modelo 224-1S, capacidad 210 g + 0,1 g. Alemania)
- Baño maría con agitación (GFL®, modelo 1083, rango de temperatura 3 °C a 99,9°C + 5 °C. Alemania).
- Bomba de vacío (Vacuumbrand®, modelo ME2C, Alemania).
- Bomba peristáltica (MasterflexR L/S, Rango de flujo 0,0006 a 3400 ml / min).
- Campana desecadora.
- Campana extractora (Esco Frontier Duo™, modelo EDFD-4B, EEUU.)
- Centrífuga (Hettich®, modelo Rotofix 32, velocidad 100 rpm Alemania)
- Centrífuga (Hettich®, modelo Rotofix 420, velocidad 8000 rpm Alemania)
- Cocina eléctrica (Ingresa, Perú).
- Conductímetro (Thermo Orion®, modelo A2120, conductividad 0,001 μ s hasta 300 ms. EE.UU.)

- Congelador (Electrolux®, modelo H300, Brasil).
- Cromatógrafo de fase líquida de alta performance (UPLC) (Waters Ireland®, modelo 2695, EE.UU.) con detector de índice de refracción (Waters Ireland. Modelo 2414)
- Espectrofotómetro (Thermo Spectronic™, modelo Genesys 20 UV, longitud de onda de 325 - 1100 + 2,0 nm, EE.UU)
- Estufa al vacío (Shellab®, modelo 1400 E-2, EE.UU)
- Incubador de laboratorio (Jeiotech®, modelo SI 300, rango de velocidad de 10 a 300 rpm, temperatura 0 °C a 100 °C, Corea del sur).
- Potenciómetro digital (Thermo Orion®, modelo 410, EE.UU.)
- Purificador de agua (Simplicity® Water purification System, EEUU.)
- Refractómetro de mano 0-32 °Brix (VWR®, BX Series, EE.UU.)
- Refractómetro de mano 30-60 °Brix (VWR®, BX Series, EE.UU.)
- Refrigerador (LG®, modelo GR-482BEF, Corea).

- Rotavapor (Heidolph®, modelo Heizbad HB, Alemania)
- Selladora (Machintek®, modelo KF-300H, EE.UU.)

4.3.2. Métodos de análisis

a. Determinación de materia seca

Se determinó el contenido de materia seca en la harina de yacón y adsorbentes usados (resinas de intercambio iónico y carbón activado), por desecación en estufa entre 70-80°C, hasta obtener un peso constante. Se hicieron tres repeticiones por muestra (ANEXO 1). Para hallar el porcentaje de materia seca se usó la siguiente ecuación (AOAC, 1993):

$$\text{porcentaje de } Ms = \frac{\text{peso final de la muestra}}{\text{peso inicial de la muestra}} \times 100$$

b. Determinación de Sólidos Solubles

Se determinó el contenido de sólidos solubles en el extracto concentrado, decolorado y desmineralizado a partir de la harina de yacón usando un refractómetro de mano, previamente calibrado (ANEXO 2).

Se empleó el método 932.14-C de la AOAC (1997), reportándose los resultado en grados Brix expresándose en (g.L⁻¹).

c. Determinación de pH

El pH se determinó por el método 981.12 de la AOAC (1995) usando un potenciómetro, el cual fue previamente calibrado con soluciones buffer 4,7 y 10. La medición se realizó directamente sobre los extractos a temperatura ambiente (ANEXO 3).

d. Determinación de conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica del extracto, se determinó usando un conductímetro, el cual fue previamente calibrado con solución de NaCl (692 ppm) 1413 $\mu\text{s}/\text{cm}$. La medición se realizó directamente sobre el extracto a temperatura ambiente (ANEXO 4).

e. Determinación de azúcares reductores

Se usó el método del ácido Dinitrosalicílico (DNS) (Miller, 1959), expresándose el resultado en porcentaje de

azúcares reductores (AR), como una forma de determinación rápida, después del proceso de adsorción. El cual se basa en la reacción entre el ácido 3,5 Dinitrosalicílico y el grupo reductor de la glucosa o fructosa en medio alcalino, formando un compuesto de color marrón cuya intensidad es proporcional a la cantidad de azúcares presentes (ANEXO 5). El procedimiento empleado para la determinación del contenido de AR se presenta en el ANEXO 6.

f. Determinación de FOS por hidrólisis ácida

La determinación de FOS por medio de la hidrólisis ácida se realizó como una forma de determinación rápida pero aproximada para la cuantificación de FOS (Chirinos *et al.*, 1999). El procedimiento se basa en que la hidrólisis ácida libera glucosa y fructosa de las moléculas de sacarosa y FOS los que fueron cuantificados como azúcares reductores mediante el método DNS (Miller, 1959). El procedimiento empleado para la determinación de FOS por hidrólisis ácida se presenta en el ANEXO 7.

g. Determinación del contenido de Glucosa, Fructosa, Sacarosa y FOS

Los FOS y azúcares fueron analizados de acuerdo a los protocolos de Jaime *et al.* (2001) y Pedreschi *et al.* (2003) con pequeñas modificaciones. El procedimiento empleado para la determinación del contenido de Glucosa, Fructosa, Sacarosa y FOS se presenta en el ANEXO 8.

Para ello, las muestras fueron diluidas al 50% con Acetonitrilo y los azúcares serán cuantificados por UPLC usando Waters Separation Module (Waters, Ireland) equipado con un auto-inyector, un detector de índice de refracción (Waters, Ireland) y el software Empower.

Se utilizará una columna ACQUITY UPLC® BEH Amide 1,7 μm y una columna de seguridad VANGUARD™ BEH Amide 1,7 μm . La fase móvil será compuesta por acetona: agua (77:23, v/v) y 0,05% Triethylamine, con una razón de flujo de 0,15 $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$. Las muestras serán filtradas a través de un filtro Millipore

de 0,22 μm tipo GV (Millipore, Bedford, MA, USA) previo a la inyección en el UPLC. 3 μL de muestra será inyectada y corrida de 5 a 15 min a 5°C (ANEXO 9).

Los azúcares serán identificados y cuantificados al comparar los tiempos de retención con los de los estándares conocidos previamente inyectados (glucosa, fructosa y sacarosa).

También, las cantidades iniciales de glucosa, fructosa y sacarosa serán analizadas por UPLC- IR para conocer la concentración de FOS que presenta los extractos provenientes de la harina de yacón , y la cantidad de FOS que presentan después de la adsorción , éstos serán calculados de acuerdo a Pedreschi *et al.* (2003) y Campos *et al.* (2009).

Los resultados serán expresados cómo % FOS y %Fructosa, %Glucosa, % Sacarosa. La cantidad de FOS se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$Gt = \left(Gh - Gi - \frac{S}{1,9} \right) * \frac{3}{2,8} \dots\dots\dots\text{Ecuación 11}$$

$$Ft = \left(Fh - Fi - \frac{S}{1,9} \right) * \frac{3}{2,8} \dots\dots\dots\text{Ecuación 12}$$

$$FOS_{\text{Totales}} (\%) = K * (Gt + Ft) \dots\dots\dots\text{Ecuación 13}$$

Dónde:

- Gt : Glucosa total
- Gh: Glucosa hidrolizada
- Gi : Glucosa inicial
- $\frac{S}{1,9}$: Glucosa o Fructosa proveniente de la sacarosa
- K : 0,925 (para oligómeros).

4.3.3. Metodología experimental

a. Obtención del extracto bruto a partir dela harina de yacón

Para la extracción de los FOS, se utilizó harina de yacón, la cual se obtuvo según el siguiente procedimiento: las raíces de yacón fueron seleccionadas, lavadas, cortadas en rodajas de cinco milímetros de espesor,

sometidas a un blanqueado en agua a ebullición por seis minutos, acondicionado en una solución fría de solución de cloruro de calcio al uno por ciento durante cinco minutos y secadas a una temperatura de 65°C hasta alcanzar un contenido de una humedad constante (cinco por ciento).

Luego fueron molidas y la harina obtenida fue tamizada utilizando una malla N°60, empacada en bolsa de polietileno de alta densidad de 88,88 g/m².

En la figura 11, se presenta la secuencia de operaciones llevada a cabo para la obtención del extracto bruto a partir de la harina de yacón (ANEXO 10).

A continuación se describen dichas operaciones mencionadas por Mejía (2015).

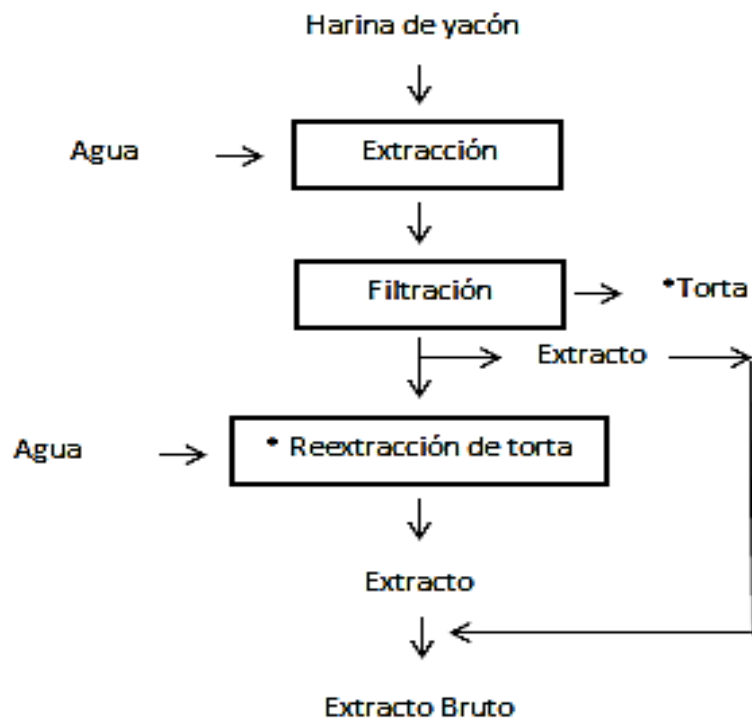


Figura 11. Flujo de operaciones para la obtención del Extracto Bruto a partir de la harina de yacón.

Fuente: Mejía (2015)

a.1 Extracción

Se adicionó agua destilada a la harina de yacón en una proporción harina: agua destilada de 1:20 (p/v).

Luego se calentó hasta una temperatura de 80°C y se mantuvo a esta temperatura, durante 10 min, con la finalidad de extraer la mayor cantidad de FOS.

a.2 Filtración

Se realizó una filtración empleando papel Whatman N°1 al vacío obteniéndose así una torta y el primer sobrenadante.

a.3 Re-extracción de torta (*)

A la torta se le añadió un 30 % del volumen de agua añadida inicialmente y nuevamente se calentó a 80 °C por 10 min. Se filtró con papel Whatman N°1 y la torta remanente fue descartada .Se mezcló el segundo sobrenadante obtenido con el primero, siendo una mezcla la que recibió el nombre de extracto bruto, finalmente se concentró a 20°brix.

b. Obtención del extracto clarificado de yacón

En la figura 12, se presenta la secuencia de operaciones llevada a cabo para la obtención del extracto clarificado a partir del Extracto Bruto (ANEXO 11). A continuación se describen dichas operaciones mencionadas por Mejía (2015).

b.1 Clarificación

Se colocó el extracto bruto concentrado en una matraz y se adiciono lechada de cal al 50% (p/V), para lo cual se empleó hidróxido de calcio (p.a. Merck, Germany), cuya especificaciones se encuentran en el ANEXO 12, hasta ajustar el pH requerido (11), ya que la cal participa en la formación de sales insolubles que luego son floculados por acción del calor.

Posteriormente el extracto se calentó a 40°C por 5 minutos.

b.2 Centrifugación

El extracto se centrifugó a 4000 rpm por 10 minutos para la separación de los flóculos formados y se recogió el sobrenadante.

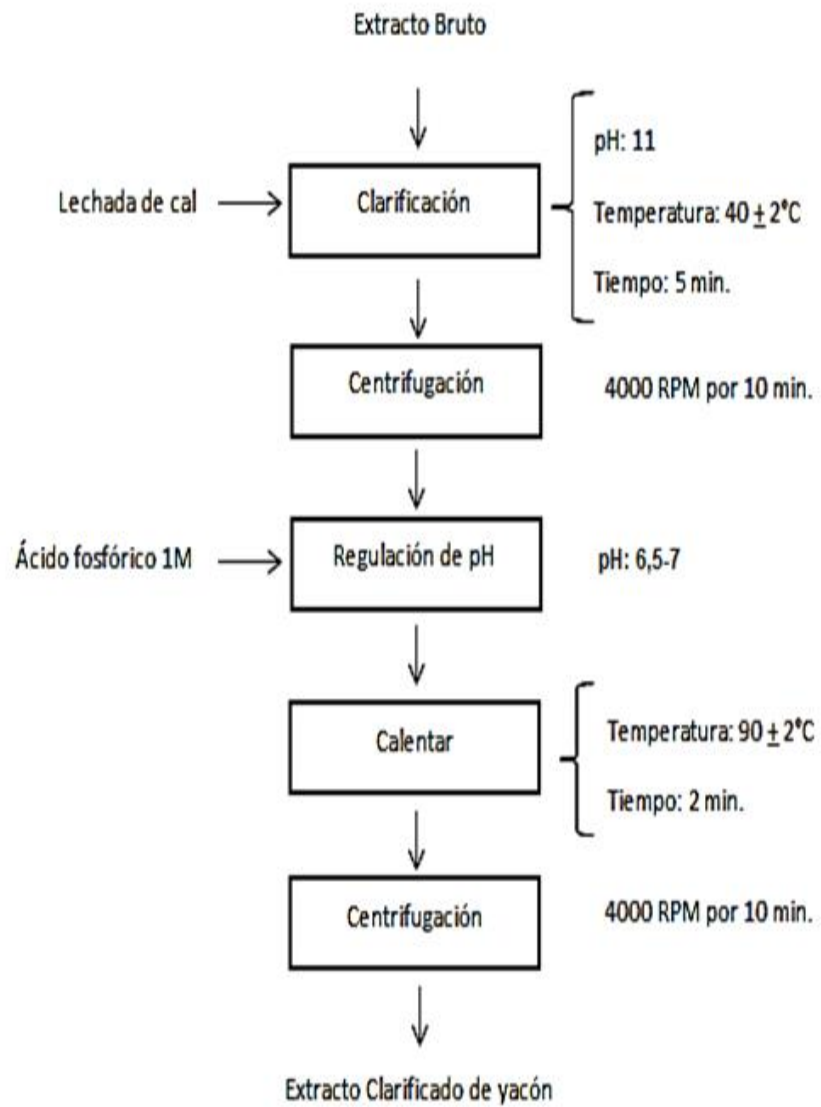


Figura 12. Flujo de operaciones para la obtención del extracto clarificado de yacón a partir del extracto bruto de yacón.

Fuente: Mejía (2015)

b.3 Regulación de pH

Se empleó ácido fosfórico 1 M hasta ajustar el pH del extracto anterior (6,5-7), el extracto se calentó a 90°C por 2 minutos.

b.4 Centrifugación

El extracto se centrifugó a 4000 rpm. por 10 minutos para la separación de los flóculos formados y se recogió el sobrenadante.

c. Obtención del extracto decolorado de yacón

En la figura 13, se presenta la secuencia de operaciones llevada a cabo para la obtención del Extracto Decolorado a partir del Extracto Clarificado (ANEXO 13).

A continuación se describen dichas operaciones mencionadas por Mejía (2015)

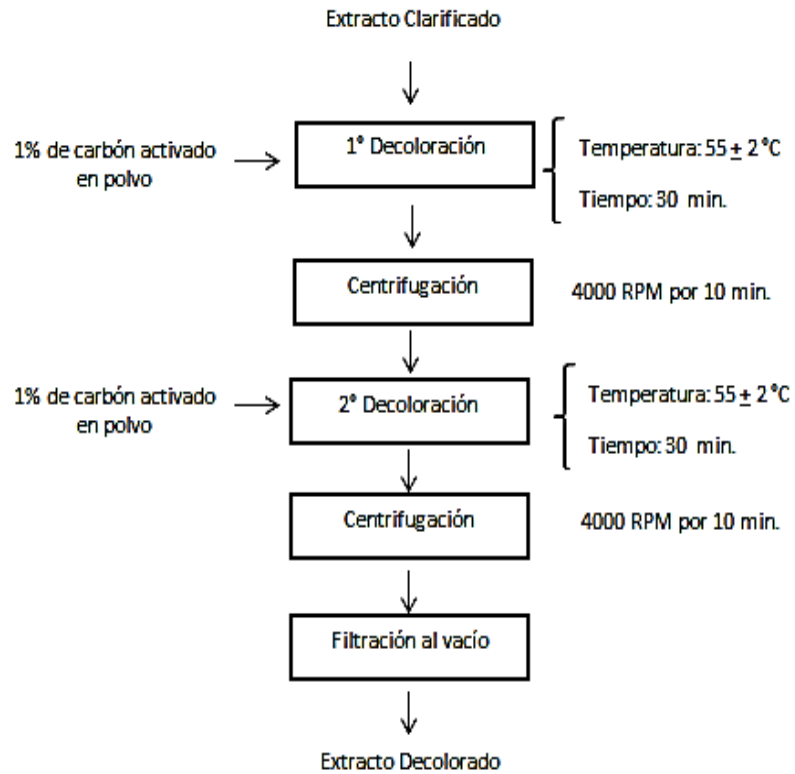


Figura 13. Flujo de operaciones para la obtención del extracto decolorado de yacón a partir del extracto clarificado de yacón.

Fuente: Mejía (2015)

c.1 Primera decoloración

Se colocó el sobrenadante obtenido de la etapa anterior en un matraz y se procedió a adicionar carbón activado en polvo (CAP) (1 por ciento, Clarimex®, México), cuyas especificaciones se encuentran en el ANEXO 14. Seguidamente, se

calentó, con agitación constante, a una temperatura de 55°C, por un tiempo de 30 minutos.

c.2 Centrifugación

El extracto se centrifugó a 4000 rpm por 10 minutos para la separación del carbón activado y se recogió el sobrenadante.

c.3 Segunda decoloración

se decoloró el extracto obtenido de la etapa anterior, nuevamente con carbón activado en polvo al 1% (p/v) respecto al extracto de yacón .Esta operación se realizó a 55°C por 30 minutos con agitación constante.

c.4 Centrifugación

El extracto se centrifugó a 4000 rpm por 10 minutos para la separación del carbón activado y se recogió el sobrenadante.

c.5 Filtración a vacío

Se filtró el extracto empleando papel Whatman® N°1 para eliminar restos de carbón activado, garantizar la eliminación de impurezas y obtener finalmente un extracto de yacón decolorado. Finalmente el extracto fue conservado a -20°C hasta su uso.

d. Obtención del desmineralizado de yacón

La obtención del extracto desmineralizado se realizó según la metodología descrita por Nobre *et al.* (2014). A partir del extracto decolorado se obtuvo el extracto desmineralizado (ANEXO 15). Para esta etapa se emplearon dos resinas: aniónica Lewatit Monoplus M600 en forma de Cl⁻ y catiónica Lewatit Monoplus S108 en forma de Na⁺ en proporción de 5:4, respectivamente, a un flujo de 2,5 ml / min, se hizo colectas de 12,5 ml para medición de conductividad. El proceso termino cuando las colectas presentaron una conductividad menor o igual a 100 μ S/cm, el extracto fue conservado a -20°C hasta su uso.

Estas resinas previamente se lavaron con agua pura y fueron intercambiadas a la forma de OH^- a H^+ de manera independiente, para esto se usa NaOH (40 g/L) para llevarlo a la forma de OH^- a la resina aniónica y H_2SO_4 (80 g/L) para tenerlo en forma de H^+ a la resina catiónica, esto se realizó en una columna de 13 cm de longitud por 2,5 cm de diámetro a flujo de 1 ml/min. El proceso de acondicionamiento finalizó cuando la conductividad de salida de la columna fue igual a la conductividad del inicio de la solución. Seguidamente las resinas se lavaron con abundante agua pura hasta llegar a la conductividad del agua.

4.3.4. Diseño experimental

a. Adsorción de FOS empleando resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ y Na^+)

Los adsorbentes usados fueron las resinas UBK535LCa^{++} , UBK530Na^+ y PCR642K^+ cuyas especificaciones se encuentran en el ANEXO 16 y 17.

Activación de la resina UBK535LCa⁺⁺

Se lavó la resina con agua destilada hasta que el pH sea similar al del agua destilada, pasar con CaCl₂ 0,01 M a un flujo de 1 ml/min (aprox. 100 ml) hasta que el pH de la colecta sea similar al de la solución, se eliminó el exceso de la solución con ayuda de la bomba peristáltica y determinar humedad a la resina.

Activación de la resina UBK530Na⁺

Se lavó la resina con agua destilada hasta que el pH sea similar al del agua destilada, pasar con NaCl 0,01 M a un flujo de 1 ml/min (aprox. 100 ml) hasta que el pH de la colecta sea similar al de la solución, se eliminó el exceso de la solución con ayuda de la bomba peristáltica y determinar humedad de la resina.

Activación de la resina PCR624K⁺

Se lavó la resina con agua destilada hasta que el pH sea similar al del agua destilada, luego pasar con KCl 0,01 M a un flujo de 1 ml/min (aprox. 100 ml) hasta que el pH de la colecta sea similar al de la

solución, se eliminó el exceso de la solución con ayuda de la bomba peristáltica y se determinó humedad.

Para la obtención de los datos de adsorción de FOS, se hicieron pruebas preliminares para determinar la cantidad de resina a usar (ANEXO 18), finalmente se siguió el método descrito por Gramblicka y Polakovic (2007):

- Se colocaron 1,5 g. de resina en 3 ml de extracto desmineralizado, proporción 1:2 (p/v), en matraces herméticamente cerrados para evitar evaporación de la muestra, con diferentes concentraciones (5,10, 15, 20, 25,30 y 40°brix).
- Se llevaron las matraces al Incubador de laboratorio con agitación de 100 rpm. a temperatura ($60 \pm 2^\circ\text{C}$), considerando un tiempo de contacto adsorbente-adsorbato de 7 horas a fin de asegurar de que la condición fuera alcanzada.

- Luego de ese tiempo, se retiraron los matraces del incubador de laboratorio y se procedió extraer el adsorbente.
- Se procedió a realizar lecturas de azúcares reductores y FOS por hidrólisis, como una forma de cuantificar rápidamente, posteriormente se cuantificó por el método del contenido de glucosa, fructosa, sacarosa y fructooligosacáridos.
- Con los resultados obtenidos se realizaron las isothermas de adsorción.

La determinación de los valores de las constantes de los modelos matemáticos de las isothermas de adsorción, se realizaron empleando la técnica de regresión lineal, para lo cual se empleó MS Excel.

La expresión matemática de los modelos estudiados (isothermas de Langmuir, Freundlich y Temkin) se muestra en la tabla 5.

Tabla 5. Linealización de las isotermas de Langmuir, Freundlich y Temkin.

Isoterma	Forma lineal	Gráfico	Parámetros del modelo
Langmuir	$\frac{C_e}{q_e} = \left(\frac{1}{Q_m K_a} \right) + \frac{1}{Q_m} x C_e$	$\frac{C_e}{q_e}$ vs C_e	<p>q_e: Cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (g.g⁻¹).</p> <p>C_e: Concentración de equilibrio (g.L⁻¹)</p> <p>Q_m:(g.g-1) constante que denota la capacidad máxima de adsorción</p> <p>K_a:(L.g-1) afinidad del adsorbato por el adsorbente.</p>
Freundlich	$\ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e$	$\ln q_e$ vs $\ln C_e$	<p>q_e: Cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (g.g⁻¹).</p> <p>C_e: Concentración de equilibrio (g.L⁻¹).</p> <p>n: intensidad de adsorción.</p> <p>K_F: Constante de Freundlich</p>
Temkin	$q_e = n_T \ln K_T + n_T \ln C$	q_e vs. $\ln C$	<p>q_e: Cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (g.g⁻¹).</p> <p>C: Concentración de equilibrio (g.L⁻¹).</p> <p>n_T: Constante de Temkin</p> <p>K_T: Constante de Temkin</p>

Fuente: Nemr *et al.* (2008) y Rubinos (2007)

b. Adsorción de FOS en carbón activado granular

El adsorbente que se usó para la cinética de adsorción fue carbón activado granular, suministrado por Cabot-Norit con tamaño de partícula entre 0,425 y 1,7 mm (12 x 40), cuyas especificaciones se encuentran en el ANEXO 19. Antes de realizar la adsorción, el carbón activado granular se lavó con agua destilada y se colocó a ebullición por 10 min, para eliminar el aire de los poros. Luego se lavó varias veces con agua destilada caliente para retirar los polvos finos, finalmente se llevó a secar en estufa y se determinó humedad (ANEXO 20).

En la obtención de los datos de adsorción de FOS, se realizaron pruebas preliminares, para determinar la cantidad de carbón activado para la adsorción, para la cual se siguió el método descrito por Nobre *et al.* (2014) con algunas modificaciones (ANEXO 21):

- Se colocaron 4 g de carbón activado en 10 ml de extracto decolorado de yacón, proporción 2:5 (p/v), en matraces herméticamente cerrados para evitar

evaporación de la muestra, con variación de tiempos (15, 30, 45, 60, 120, 180, 240, 300 y 360 minutos).

- Se llevaron los matraces al Incubador de laboratorio con agitación de 100 rpm. a temperatura ($25 \pm 2^{\circ}\text{C}$).
- Luego de ese tiempo, se retiraron los matraces del incubador de laboratorio y se procedió a extraer el adsorbato (extracto decolorado de yacón).
- Se procedió a realizar lecturas de azúcares reductores y FOS por hidrólisis, como una forma de cuantificar rápidamente, posteriormente se cuantifico por el método del contenido de glucosa, fructosa, sacarosa y fructooligosacáridos. Con los resultados obtenidos se realizaron las isothermas de adsorción.

La determinación de los valores de las constantes, se realizaron empleando la técnica de regresión lineal, para lo cual se empleó MS Excel. La expresión matemática de los modelos estudiados (pseudo-primer orden y pseudo-segundo orden) se muestra en la tabla 6. En la figura 14, se representa el diseño experimental para la presente investigación.

Tabla 6. Linealización de los modelos cinéticos de pseudo- primer orden y pseudo- segundo orden.

Modelo cinético	Forma lineal	Gráfico	Parámetros del modelo
Pseudo-Primer orden	$\ln(q_1 - q_t) = \ln q_e - \frac{k_1}{2.303} t$	$\ln(q_1 - q_t)$ Vs t	q_1 y q_t : Capacidad de adsorción (g/g) en el equilibrio y en el momento t . k_1 : Constante de adsorción del Pseudo-Primer orden
Pseudo-segundo orden	$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_2^2} + \frac{1}{q_2} t$	$\frac{t}{q_t}$ Vs t	q_2 y q_t : Capacidad de adsorción (g/g) en el equilibrio y en el momento t . k_1 : Constante de adsorción del Pseudo-Segundo orden

Fuente: Nwabanne e Igbokwe (2008) y Nemr *et al.* (2008)

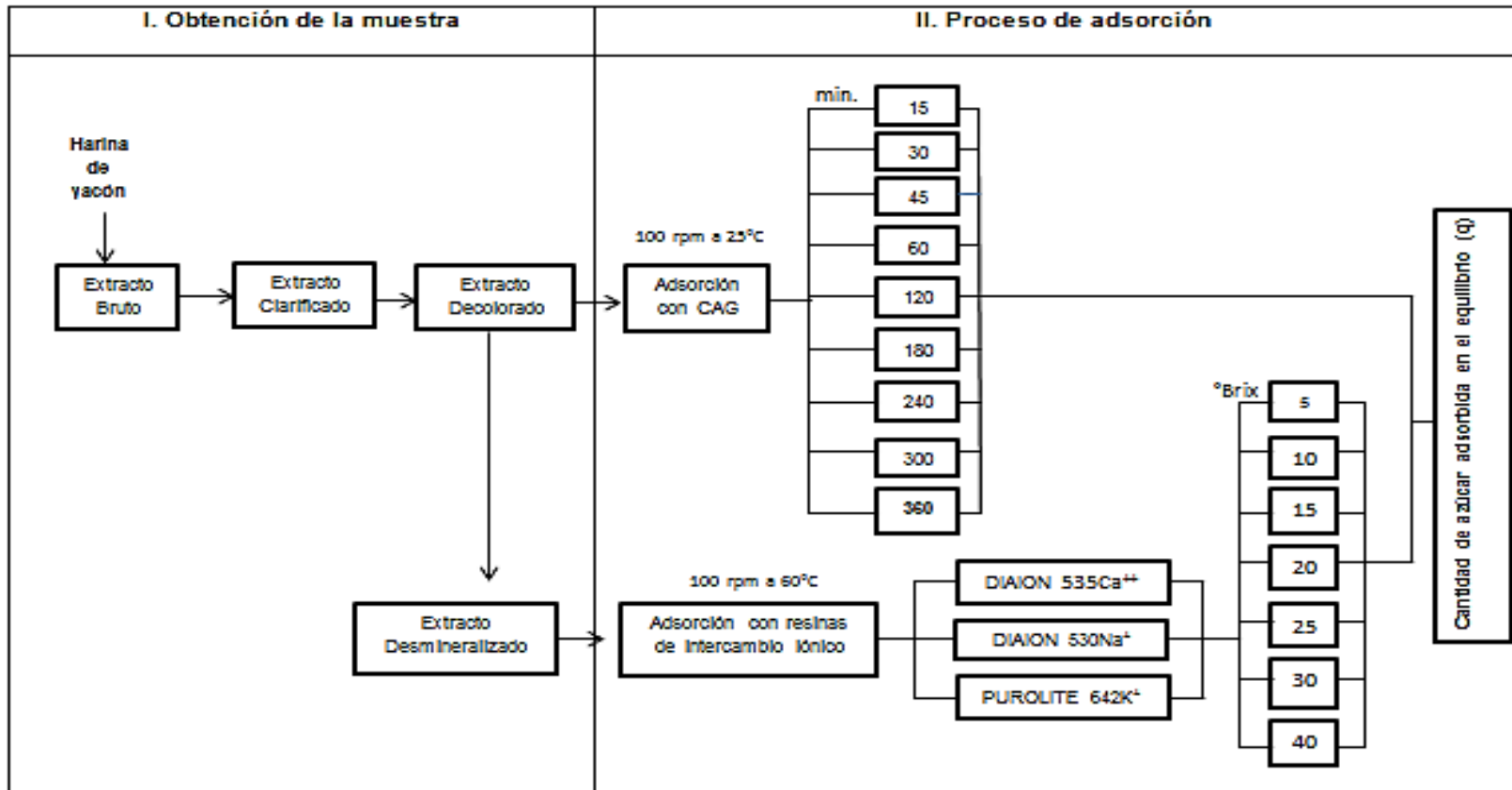


Figura 14. Representación gráfica del diseño experimental para la presente investigación.

Fuente: Elaboración propia (2016)

4.3.5. Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó con el *software* Statgraphics Centurion XVI versión 16.2.04 y Minitab 16.

En la adsorción con carbón activado granular, se analizó el tiempo que permita adsorber la mayor cantidad de FOS. Esta evaluación se realizó utilizándose un Diseño Completamente al Azar (DCA) ($p < 0,05$), si es que existen diferencias significativas en las muestras. Se aplicó una comparación de medias a través de las pruebas de TUKEY para determinar el tiempo en el que la adsorción se hace constante.

En la adsorción con resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , Na^+ , K^+), se analizó la concentración que permita adsorber la mayor cantidad de FOS, en el extracto desmineralizado de yacón. Esta evaluación se realizó mediante un DCA ($p < 0,05$), si es que existen diferencias significativas en las muestras. Se aplicó una comparación de medias a través de las pruebas de TUKEY para determinar la resina de máxima adsorción.

CAPÍTULO V. TRATAMIENTO DE LOS RESULTADOS

5.1. Técnicas aplicadas en la recolección de información.

La técnica utilizada para obtener el contenido azúcares presentes en los extractos obtenidos de la harina de yacón, antes y después de la adsorción, fue la de cuantificación de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS. Los datos se obtuvieron de la lectura del Cromatógrafo Líquido de Alta Performance (UPLC), productos de los tiempos de retención que conocidos previamente por los estándares inyectados (glucosa, fructosa y sacarosa) de cada una de las muestras y tratamientos. Los datos obtenidos fueron recolectados (ANEXO 22), para calcular el azúcar adsorbido en el equilibrio (q) mediante la Ecuación 14.

$$q = (C_o - C_e) \times \frac{V}{m} \dots \dots \dots \text{Ecuación 14}$$

Dónde: C_o y C_e son los valores de la concentración inicial y de equilibrio, V es el volumen del extracto (ml) y m es el peso seco del adsorbente (g).

Los datos obtenidos de azúcar adsorbida en el equilibrio, se calcularon con el programa Microsoft Excel 2010, con los cuales se realizaron isothermas de adsorción para cada una de las resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , Na^+ y K^+) y carbón activado granular.

Posteriormente lo datos obtenidos en la adsorción con resinas de intercambio iónico, se procedieron a evaluar la bondad de ajuste de los modelos cinéticos de adsorción (Langmuir, Freundlich y Temkin); y los obtenidos de la adsorción con carbón activado se evaluaron con pseudo-primer orden y Pseudo-segundo orden, determinando así el modelo de mejor ajuste a la información experimental.

5.2. Resultados

5.2.1. Caracterización de la harina de yacón

En la tabla 7, se presentan las características de la harina de yacón destinado para la determinación de la cinética de adsorción de FOS.

Tabla 7. Características de la harina de yacón (*)

Componente	Contenido
Humedad (%)	5,86 ± 0,071
FOS (% b.s)	35,11 ± 0,67
Azúcares reductores (% b.s)	31,13 ± 0,80
Sacarosa (% b.s)	5,23 ± 0,08

(*) Promedio de tres repeticiones ± DS

Fuente: Elaboración propia (2016)

5.2.2. Isotermas de adsorción, empleando resinas de intercambio iónico (Ca⁺⁺, K⁺, Na⁺)

En el proceso de adsorción, tres resinas comerciales se estudiaron para determinar la cinética de adsorción de FOS, se usó extracto desmineralizado de yacón libre de sales y algunos azúcares no prebióticos que se redujeron en el proceso de desmineralización, luego se siguió lo descrito según el acápite 4.3.4(a). Después del tiempo de adsorción se evaluó (q) la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (ANEXO 23).

En la tabla 8, se muestran las cantidades de FOS adsorbido en el equilibrio (q_{FOS}), en tres resinas de intercambio iónico a 60 °C, para las concentraciones iniciales de 50 hasta 400 g.L⁻¹ y en un tiempo de 7 horas.

Tabla 8. Cantidad de FOS adsorbida en el equilibrio (q_{FOS}), en tres resinas de intercambio iónico.

Diaion UBK535Ca ⁺⁺		Diaion UBK530Na ⁺		Purolite 642K ⁺	
C_o (g.L ⁻¹)	q_{FOS} (g/g)	C_o (g.L ⁻¹)	q_{FOS} (g/g)	C_o (g.L ⁻¹)	q_{FOS} (g/g)
0	0,000 ± 0,000	0	0,000 ± 0,000	0	0,000 ± 0,000
50	0,034 ± 0,001	50	0,015 ± 0,001	50	0,026 ± 0,001
100	0,058 ± 0,001	100	0,137 ± 0,012	100	0,110 ± 0,009
150	0,070 ± 0,006	150	0,142 ± 0,001	150	0,121 ± 0,005
200	0,198 ± 0,003	200	0,201 ± 0,002	200	0,135 ± 0,006
250	0,264 ± 0,011	250	0,286 ± 0,004	250	0,184 ± 0,008
300	0,462 ± 0,013	300	0,343 ± 0,003	300	0,205 ± 0,006
400	0,418 ± 0,002	400	0,350 ± 0,005	400	0,195 ± 0,008

(q_{FOS}) Promedio de tres repeticiones ± DS

Fuente: Elaboración propia (2016)

La figura 15, muestra las isotermas de adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico (Ca⁺⁺, K⁺, Na⁺), las cuales fueron obtenidas a partir del extracto desmineralizado de yacón, la misma que fue obtenida a partir de los datos de la tabla 8.

Observando la gráfica los azúcares adsorbidos aumentan linealmente con el aumento de la concentración inicial de la solución, indicando que a medida que se va aumentando la concentración de azúcares, aumenta la adsorción de FOS. Sin embargo después de la concentración de 300 g.L^{-1} empiezan a ser convexas, en la cual se logra el equilibrio de la concentración de la fase líquida, esto se debe a la máxima saturación de resinas.

El análisis estadístico ANVA (ANEXO 24), indica que existen diferencias significativas ($p < 0,05$), entre la concentración inicial de azúcares y la cantidad de FOS adsorbido en el equilibrio.

Asimismo, la cantidad de FOS adsorbida en el equilibrio entre las diferentes resinas de intercambio iónico (TUKEY) con un 95% de nivel de confianza (ANEXO 25), indican que la máxima adsorción se dan entre las resinas de DIAION UBK535Ca⁺⁺ y UBK530Na⁺, obteniendo como la máxima cantidad de FOS adsorbido en el equilibrio de 0,462 y 0,343 (g de FOS/ g de adsorbente) respectivamente

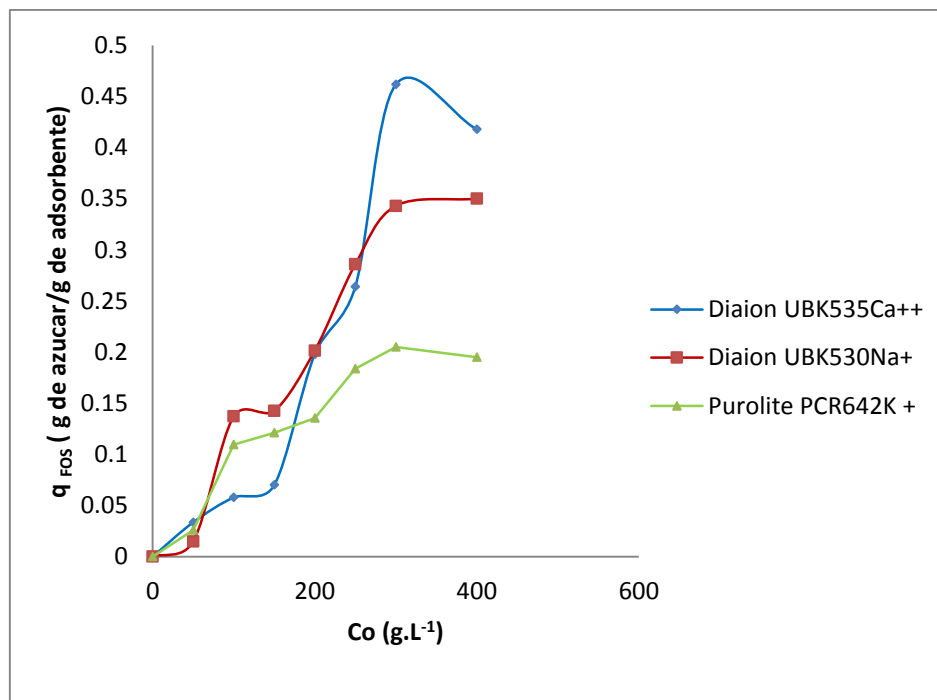


Figura 15. Isoterma de adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico (Ca⁺⁺, K⁺, Na⁺), en matraces agitados a 100 rpm y 60°C

Fuente: Elaboración propia (2016)

5.2.3. Determinación de las isotermas de adsorción para las resinas de intercambio iónico (Ca⁺⁺, K⁺, Na⁺)

Con los datos experimentales de la tabla 8, y empleando los modelos matemáticos de isotermas de adsorción con resinas de intercambio iónico (isoterma de Langmuir, Freundlich y Temkin), descritos en la tabla 5; se determinó los modelos matemáticos que mejor se ajustan, para lo cual se construyeron las figuras 16 al 24, de las cuales se obtuvieron el coeficiente de correlación (R^2) y los parámetros

de las isothermas estudiadas, cuyos resultado se muestran en la tabla 9.

La figura 16,17 y 18 muestra la forma lineal de la isoterma de Langmuir para la adsorción en resina UBK535Ca⁺⁺, UBK530Na⁺ y PCR642K⁺ respectivamente. Donde la capacidad máxima de adsorción (Qm) para la resina UBK535Ca⁺⁺ (figura 16) fue -0,331 y la constante de equilibrio de adsorción (Ka) -0,0016, para la resina UBK530Na⁺ (figura 17) fue (Qm) -0,258 y (Ka) -0.0019 y para PCR642K⁺ (figura 18) fue (Qm) 0,819 y (Ka) 0,00099. Al respecto, Paredes (2011) indica que cuando los valores de Qm y Ka son negativos, los resultados experimentales no se ajustan adecuadamente con el modelo.

Para la forma lineal de la isoterma de Freundlich, se muestran las figuras 19, 20 y 21 para la adsorción en resina UBK535Ca⁺⁺, UBK530Na⁺ y PCR642K⁺, respectivamente. Los valores de la pendiente (1/n) y la intersección (Log K_F) se muestran en las figuras 19, 20 y 21.

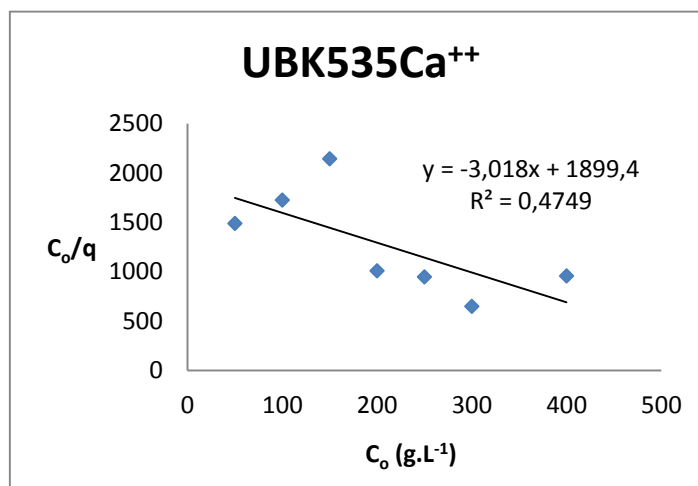


Figura 16. Linealización de la isoterma Langmuir para la resina UBK535Ca⁺⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

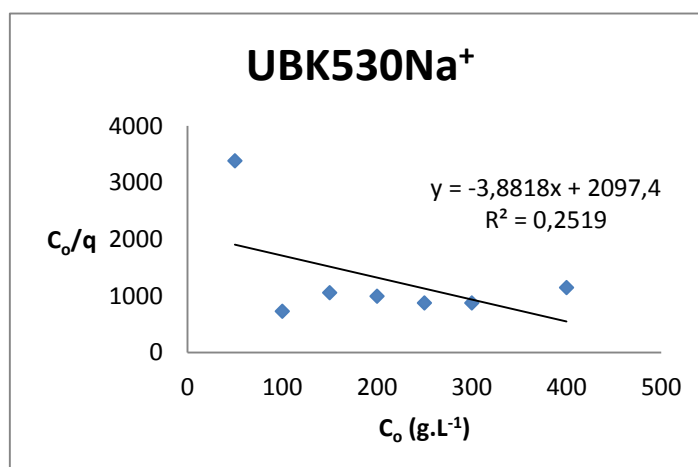


Figura 17. Linealización de la isoterma Langmuir para la resina UBK530Na⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

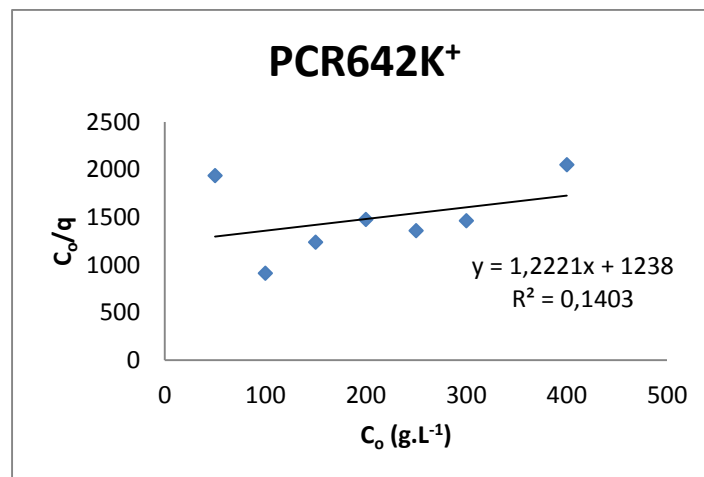


Figura 18. Linealización de la isoterma Langmuir para la resina PCR642K⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.
Fuente: Elaboración propia (2016)

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 9, donde K_F representa la constante de Freundlich y según Arslanoğlu *et al.* (2005), es tomada como un indicador de la capacidad de adsorción. En la presente investigación el valor de K_F para UBK535Ca⁺⁺ fue 0,00011; para UBK530Na⁺ 0,000088 y PCR642K⁺ 0,000960 L.g⁻¹.

En cuanto al valor de n (intensidad de adsorción), para UBK535Ca⁺⁺ fue 0,7176; UBK530Na⁺ fue 0,6902 y PCR642K⁺ fue 1,0679.

Al respecto, Ahdno y Jafarizadeh (2015), señalan que si el valor de n se encuentra entre 0 y 1, indica que la intensidad de adsorción es favorable en toda la gama de temperatura estudiada, tal como sucede con los datos obtenidos y cabe señalar que en la presente investigación la temperatura estudiada fue de 60°C.

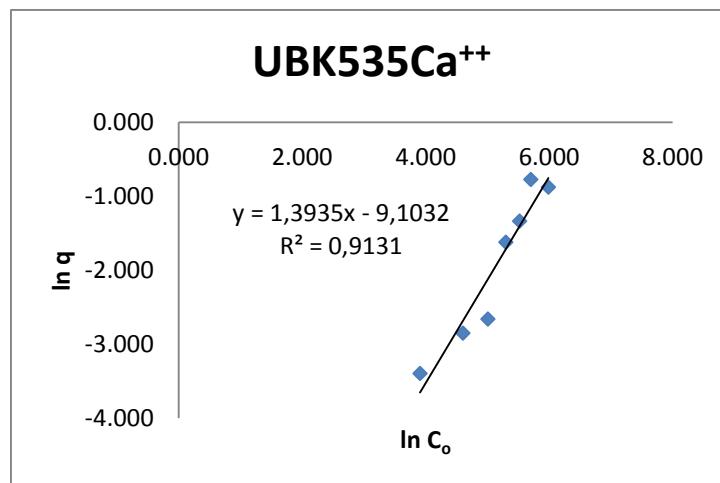


Figura 19. Linealización de la isoterma Freundlich para la resina UBK535Ca⁺⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

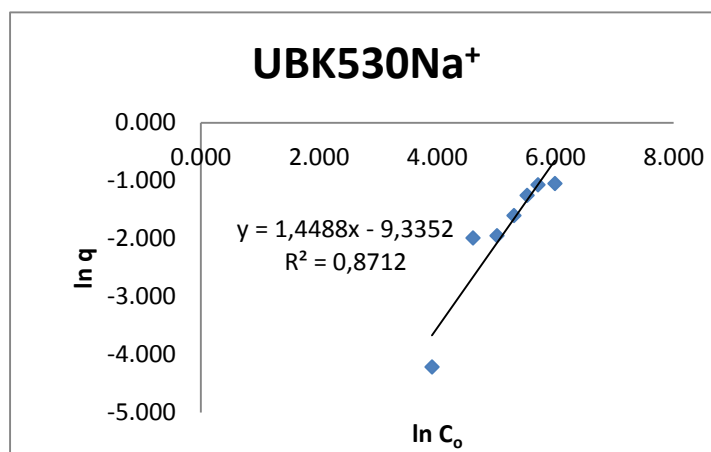


Figura 20. Linealización de la isoterma Freundlich para la resina UBK530Na⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

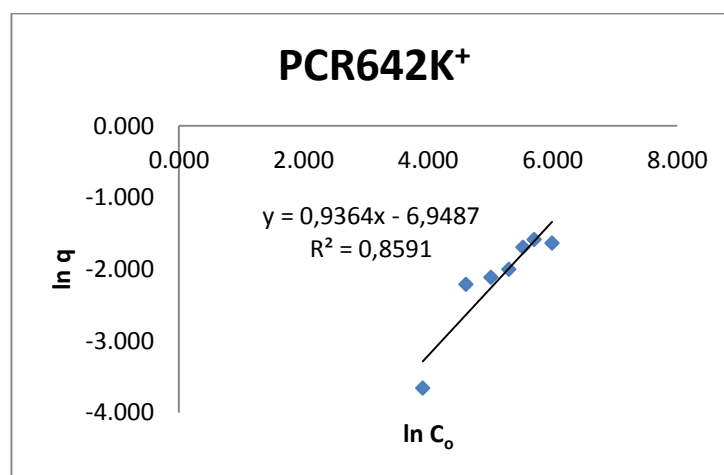


Figura 21. Linealización de la isoterma Freundlich para la resina PCR642K⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

En la Figura 22, para la adsorción en resina UBK535Ca⁺⁺, figura 23 para UBK530Na⁺ y figura 26 para PCR642K⁺. Se observa la gráfica de la isoterma de adsorción de Temkin y los parámetros del modelo se encuentran en la tabla 9. Los valores bajos de nT en este estudio indican una interacción débil entre adsorbente y adsorbato que soporta un mecanismo de intercambio iónico.

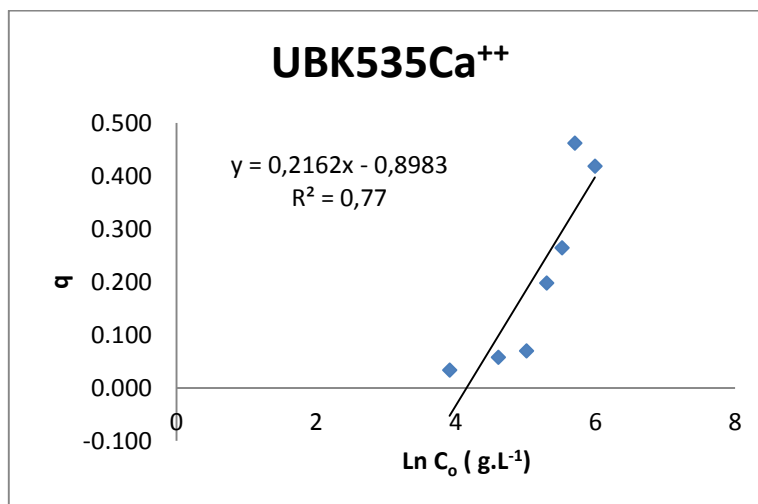


Figura 22. Linealización de la isoterma Temkin para la resina UBK535Ca⁺⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

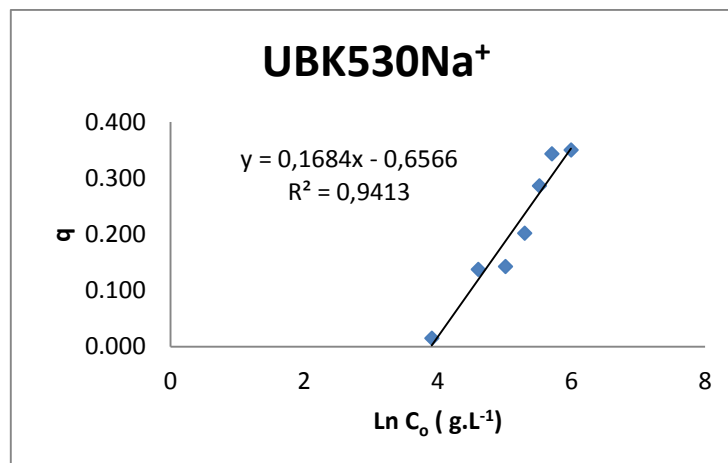


Figura 23. Linealización de la isoterma Temkin para la resina UBK530Na⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

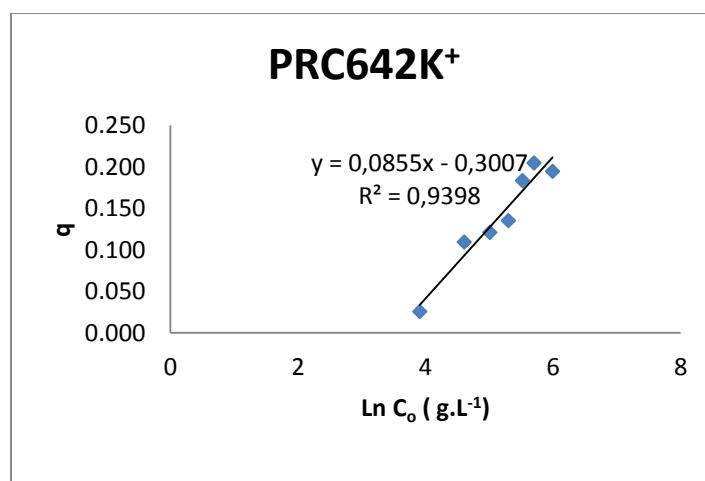


Figura 24. Linealización de la isoterma Temkin para la resina PRC642K⁺, a partir de un extracto de yacón desmineralizado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

Asimismo en la tabla 9, se muestra que las isothermas de Freundlich y Temkin tienen un mayor coeficiente de correlación que la de Langmuir para el proceso de adsorción con resinas de intercambio iónico, es decir, que la ecuación linealizada de los modelos representa de forma más exacta los resultados experimentales (ver figuras 19-24).

Tabla 9. *Parámetros obtenidos de las isothermas de Langmuir, Freundlich y Temkin, empleando resinas de intercambio iónico.*

Isothermas de adsorción		Parámetros de adsorción			
		K_a (L.g ⁻¹)	Q_m (g.g ⁻¹)	R^2	RMS
Langmuir	Diaion UBK535Ca ⁺⁺	-0,0016	-0,331	0,4749	0,089
	Diaion UBK530Na ⁺	-0,0019	-0,258	0,2519	0,152
	Purolite PCR642K ⁺	0,00099	0,819	0,1403	0,023
		K_F (g.g ⁻¹)	n	R^2	RMS
Freundlich	Diaion UBK535Ca ⁺⁺	0,000111	0,7176	0,9131	0,0632
	Diaion UBK530Na ⁺	0,000088	0,6902	0,8712	0,0707
	Purolite PCR642K ⁺	0,000960	1,0679	0,8591	0,0310
		K_T	nT	R^2	RMS
Temkin	Diaion UBK535Ca ⁺⁺	0,0157	0,2162	0,77	0,077
	Diaion UBK530Na ⁺	0,0203	0,1684	0,94	0,032
	Purolite PCR642K ⁺	0,02969	0,0855	0,9398	0,014

Fuente: Elaboración propia (2016)

De acuerdo a los datos mostrados en la tabla 9, los valores de R^2 (coeficiente de correlación) de los modelos estudiados para el caso de la resina UBK535Ca⁺⁺, UBK 530Na⁺ y PCR642K⁺ descienden en el orden:

- Langmuir>Temkin > Freundlich.
- Langmuir > Freundlich > Temkin.
- Langmuir>Freundlich > Temkin.

Asimismo cuanto mayor es el valor de R^2 y cuanto menor es el valor de RMS (raíz del cuadrado medio), mejor será la calidad de ajuste.

En este caso el modelo de Freundlich para la adsorción con resina UBK535Ca⁺⁺ obtuvo el menor valor de la RMS (0,063), para UBK530Na⁺ el modelo de Temkin obtuvo el menor valor RMS (0,032) y para la adsorción con resina PCR642K⁺ el modelo de Freundlich obtuvo el valor de RMS (0,014).

5.2.4. Curvas de adsorción de FOS, empleando Carbón Activado Granular

Para realizar la adsorción con carbón activado granular, se usó extracto decolorado, ya que este extracto está libre de sustancias orgánicas e inorgánicas, la presencia de ellos interfieren en la adsorción y se siguió lo descrito según el acápite 4.3.4 (b). Después de los tiempos de adsorción se evaluó (q) la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio, la misma que se observa en el ANEXO 26.

En la tabla 10, se muestran las cantidades de FOS adsorbido en el equilibrio (q_{FOS}), en carbón activado granular a 25°C y concentración de 17±1 °brix.

En la figura 25, se observa las curvas de adsorción de FOS obtenida del extracto decolorado de yacón, la misma que fue obtenida a partir de los datos de la tabla 10. En dicha figura, se observa que al inicio, conforme va avanzando el tiempo se incrementa la adsorción hasta alcanzar valores casi estables (meseta), lo que indica que se ha alcanzado el equilibrio

Tabla 10. Cantidad de FOS adsorbida en el equilibrio (q_{FOS}), en carbón activado granular.

Tiempo (min)	q_{FOS}
0	0 ± 0
15	$0,537 \pm 0,0014$
30	$0,573 \pm 0,0018$
45	$0,577 \pm 0,0062$
60	$0,608 \pm 0,003$
120	$0,620 \pm 0,0024$
180	$0,618 \pm 0,0052$
240	$0,625 \pm 0,0001$
300	$0,619 \pm 0,0025$
360	$0,621 \pm 0,0006$

(q_{FOS}) Promedio de tres repeticiones \pm DS

Fuente: Elaboración propia (2016)

Los FOS a partir de los 120 minutos, según la comparación de medias TUKEY (ANEXO 28) con un 95% de nivel de confianza obteniendo como q_{FOS} 0,620 g de FOS / g de adsorbente; por lo que este tiempo se considera como un criterio de diseño fundamental para una purificación de FOS, para llegar a este valor se realizó el ANVA (ANEXO 27), con un $p < 0,05$, lo que indica que existe una diferencia significativa entre la media q_{FOS} y tiempo.

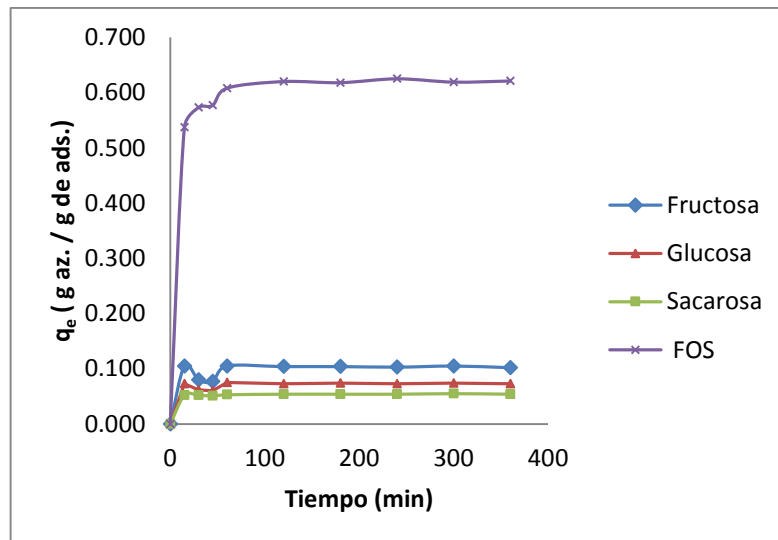


Figura 25. Isotermas de adsorción de FOS, empleando carbón activado, en matraces agitados a 100 rpm y 25°C

Fuente: Elaboración propia (2016).

5.2.5. Determinación de la cinética de adsorción para el Carbón activado Granular

Con los datos experimentales de la tabla 10, y empleando los modelos matemáticos de pseudo- primer orden y pseudo- segundo orden, descritos en la tabla 6, se construyeron las figuras 26 y 27, que representan la linealización de modelos cinéticos, de los cuales se obtuvieron los valores de las constantes de adsorción (k_1 y k_2) y el equilibrio de carga (q_1 y q_2), que se calcularon a partir

de las pendientes e intersecciones de los modelos linealizados de dichas figuras, las mismas que se muestran en la tabla 11.

Asimismo en la tabla 11, se observa que el coeficiente de correlación es muy alto 0,99. La capacidad de adsorción calculada con el modelo (q_2) es similar a la capacidad de adsorción determinada experimentalmente (q_e), indicando que el modelo de pseudo segundo orden se ajustó mejor a los datos experimentales (figura 27).

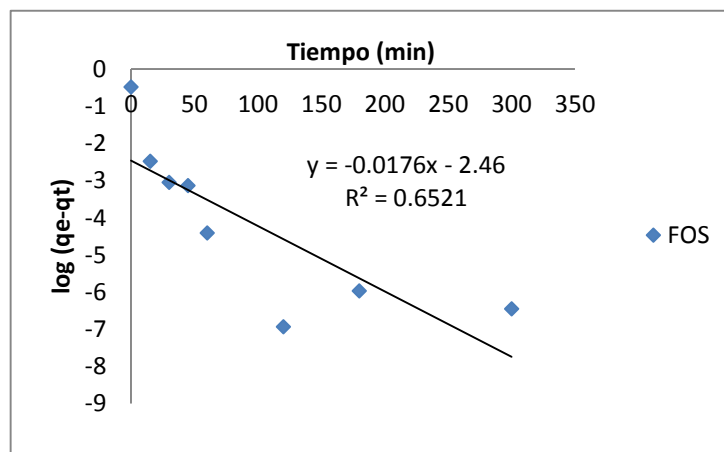


Figura 26. Linealización del modelo cinético de pseudo-primer orden (◆) FOS, empleando carbón activado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

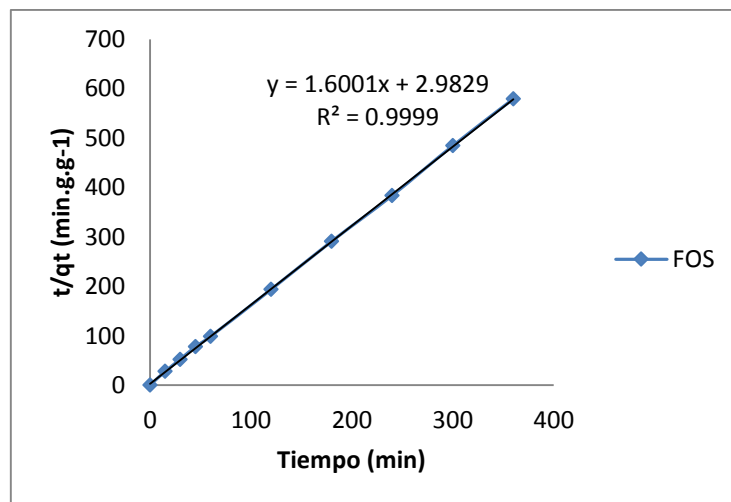


Figura 27. Linealización del modelo cinético de pseudo-segundo orden para (♦) FOS, empleando carbón activado.

Fuente: Elaboración propia (2016)

Tabla 11. *Parámetros obtenidos de la cinética de adsorción del modelo pseudo-primero, pseudo-segundo orden y experimental; empleando carbón activado granular.*

Azúcar	Pseudo-primero orden			Pseudo-segundo orden			Exp. q_e ($g \cdot g^{-1}$)
	q_1 ($g \cdot g^{-1}$)	k_1 ($ml \cdot min^{-1}$)	R^2	q_2 ($g \cdot g^{-1}$)	k_2 ($g \cdot g^{-1} \cdot min^{-1}$)	R^2	
FOS	0,085	4,05E-02	0.652	0,625	8,58E-01	0,999	0,620

Fuente: Elaboración propia (2016)

5.3. Discusión de los resultados

5.3.1. Caracterización de la harina de yacón

Los resultados que se muestran en la tabla N°8, indican que la harina de yacón contiene principalmente FOS (35,11 por ciento b.s.), azúcares reductores (31,13 por ciento b.s.) y sacarosa (5,23 por ciento b.s.), los cuales son valores inferiores a los obtenidos por Kina (2016), quien reportó valores de 37,9 por ciento de FOS , 33,14 por ciento de AR y 7,11 por ciento de sacarosa para la harina de yacón y Juárez (2015), quien obtuvo 49,2 por ciento de FOS, 24,7 por ciento de azúcares reductores para la harina de yacón.

Asimismo cabe indicar que dichas investigaciones se realizaron bajo las mismas condiciones del presente trabajo (todos los valores reportados en b.s.). El contenido de humedad obtenida fue de 5,86 por ciento, estos no contrastan con los reportados por Moscatto *et al.* (2004), Kina (2016) y Mejía (2015), con los valores de 3,37, 3,55 y 2,90 por ciento de humedad en harina de yacón, respectivamente.

Estas variaciones puede deberse a diferencias en el estado de madurez y zona geográfica de procedencia. Otro aspecto a considerar es la perecibilidad de esta raíz; estudios han demostrado que luego de la cosecha las raíces empiezan un rápido proceso de cambio en la composición química: los FOS son hidrolizados en azúcares simples por la acción de la enzima fructanohidrolasa, que los convierte en fructosa, sacarosa y glucosa. La forma de almacenamiento es determinante.

5.3.2. Determinación de la cinética de adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+).

Los resultados que se muestran en la tabla 9 y observando la figura 15, indican que a medida que se va aumentando la concentración de azúcares, aumenta la adsorción de FOS, llegando a la meseta a los 300 g.L^{-1} y por encima de esta concentración empiezan a decrecer; este comportamiento es similar a los obtenidos por Gramblicka y Polakovic (2007), indicando que la concentración de saturación de la fase sólida se dio aproximadamente a 300 g.L^{-1} , a dicha concentración se logra el equilibrio de la

concentración en la fase líquida; asimismo Vankova *et al.* (2010), indican que las isotermas fueron lineales por debajo de la concentración de 30 °brix pero ligeramente convexa por encima de este umbral.

Según los datos reportados por Nobre *et al.* (2014), la resina de potasio, en comparación con la resina de calcio y sodio, demostró ser la menos eficiente, pero resulta tener más afinidad con los sacáridos; dando como resultado a la resina de calcio con mejor rendimiento de separación y mayor adsorción de FOS. Gramblicka y Polakovic (2007), indican a la resina de calcio, como la más adecuada para la separación de glucosa, fructosa, sacarosa y fructooligosacáridos, teniendo mayor afinidad con los FOS. Asimismo Vankova *et al.* (2010), señalan a la resina de calcio como el adsorbente más adecuado para la separación cromatográfica de FOS.

En la presente investigación, se obtuvo mediante la comparación de medias (TUKEY), que no existe diferencia significativa entre las resinas de calcio y sodio, indicando a

estas resinas como adsorbentes de mayor adsorción de FOS. Estos resultados obtenidos contrastan con los nombrados anteriormente.

Las isothermas de Freundlich y de Temkin tienen dos parámetros ajustables, mientras que la isoterma de Langmuir tiene solo uno. Por ello las dos primeras pueden ajustarse con éxito a numerosos sistemas (Izquierdo *et al.*, 2004).

Ng *et al.* (2002), mencionan que la ecuación de Freundlich se ajusta a los datos con intermedias y altas concentraciones y puede proporcionar un mal ajuste a los datos a bajas concentraciones.

En el presente estudio, la cinética de adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico, tuvo mejor ajuste con las isothermas de Freundlich y Temkin indicando que las resinas de intercambio iónico tiene una adsorción heterogénea.

5.3.3. Determinación de la cinética de adsorción de FOS , empleando carbón activado granular

Los resultados mostrados en la tabla 10 y observando la figura 27, indican que el equilibrio se estableció después de los 120 min, y la cantidad máxima de FOS adsorbida fue de 0,620 g de FOS/ g de carbón activado, este tiempo de equilibrio es similar al obtenido por Kuhn y Maugeri (2010), en su investigación de la raíz de achicoria, indican que el equilibrio se estableció después de los 120 min, mas no contrasta con la cantidad máxima de FOS adsorbida la que fue de 0,92 g de FOS/ g de carbón activado. Asimismo Nobre *et al.* (2012), encontraron que el equilibrio se estableció después de los 180 min, y la cantidad máxima de FOS adsorbida fue de 0,22 g de FOS/ g de carbón activado, estas variaciones se debe a la composición inicial y al origen del extracto usado en la investigación.

Además Nobre *et al.* (2012), mencionan que el modelo cinético de pseudo-segundo orden describe perfectamente el proceso de adsorción con carbón activado, lo cual contrasta con el ajuste del modelo cinético.

CONCLUSIONES

1. En función a los resultados obtenidos de la presente investigación, queda demostrado que es posible determinar la cinética de adsorción de FOS, empleando distintos adsorbentes: la adsorción con carbón activado se ajustó a una cinética de Pseudo segundo orden y la adsorción con resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+) son similares al comportamiento de las isothermas de Freundlich y Temkin.
2. En la adsorción de FOS; la interacción entre el extracto desmineralizado de yacón y las resinas de intercambio iónico (figura 15), son directamente proporcionales a la concentración inicial del soluto, y para el caso de carbón activado como adsorbente (figura 25), la interacción máxima se da a los 120 min.
3. Para el equilibrio de adsorción de FOS, se concluyó que se necesitó una concentración inicial de 300 g.L^{-1} para alcanzar la máxima adsorción, entre las resinas de intercambio iónico y el

extracto desmineralizado de yacón y en el caso del carbón activado se necesitó un tiempo de contacto de 120 min, entre el carbón activado y el extracto decolorado de yacón, para que se alcance la máxima adsorción.

4. Los adsorbentes de mayor adsorción de FOS son: carbón activado ($q_{FOS} 0,620$), resinas de calcio ($q_{FOS} 0,462$), y sodio ($q_{FOS} 0,343$); sin embargo al evaluar el proceso de regeneración del carbón activado es muy costoso en comparación con las resinas de intercambio iónico, las cuales son más fáciles de regenerar, más eficientes y menos costosas, por lo que se recomiendan para su uso como los adsorbentes más adecuados.

RECOMENDACIONES

1. Realizar un estudio de tiempo de vida útil de la harina de yacón en diferentes tipos de empaques y evaluar sus propiedades fisicoquímicas y saludables durante el almacenamiento.
2. Estudiar procesos de purificación de FOS como: técnicas cromatografía y de filtración por membranas.
3. Evaluar la posibilidad del aprovechamiento de los azúcares libres presentes en el extracto de yacón, como fructosa y sacarosa, para la síntesis de FOS mediante biotransformación enzimática.
4. Estudiar el proceso de cristalización de FOS para la obtención de un producto en polvo a partir de extracto purificado.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ahdno, H. y Jafarizadeh, H. (2015). Clarification of Date Syrup by Activated Carbon: Investigation on Kinetics, Equilibrium Isotherm, and Thermodynamics of Interactions. *International Journal of Food Engineering*, 11(5): 651 – 658.
2. Ahmedna, M. (2000). Surface properties of granular active carbons from agricultural by products and their effects on raw sugar decolorization. *Bioresour Technol*, 71, 103-112.
3. Arslanoğlu, F.N., Kar, F., y Arslan, N. (2005). Adsorption of dark coloured compounds from peach pulp by using powdered-activated carbon. *Journal of Food Engineering*, 71(2): 156 – 163.
4. ASTM (American Society for testing and materials, EEUU), (1976). Standard Recommended Practice For Liquid Phase Evaluation of Active Charcoal. [en línea]. Consultado el 23 de Julio del 2016. Disponible en: <http://www.crcnetbase.c> 978-0-8247-5344-3

5. Bathen, D. y Breitbach, M. (2001). Application of continuous chromatographic separation in sugar processing. *Journal of Food Engineering*, 61, 509-513.
6. Bekers, M., Marausca, M., Grube, M., karklina, D. y Duma, M. (2004). New Prebiotics For Functional Food. *Acta Alimentaria*, 33, 31–37.
7. Beste, Y., Lisso, M. y Wozny, W. (2000). Optimization of simulated moving bed plants with low efficient stationary phases: separation of fructose and glucose. *J. Chromatogram. A.*, 71-79
8. Beylot, M. (2005). Effects of inulin-type fructans on lipid metabolism in man and in animal models. *Br. J. Nutr*, 93: 163 – 168.
9. Bornet, F. (1994). Undigestible sugars in food products. *Am J Clin Nutr*, 59: 769.
10. Bornet, F., Brouns, F., Tashiro, Y. y Duvillier, V. (2002). Nutritional aspects of shortchain fructooligosaccharides: natural occurrence, chemistry, physiology and health implications. *Dig. Liver Dis*, 34: 111 – 120.
11. Bouhnik, Y., Raskine, L., Simoneau, G., Paineau, D. y Bornet F. (2006). The capacity of shortchain fructooligosaccharides to

stimulate fecal bifidobacteria: a dose–response relationship study in healthy humans, *Nutr J*, 5.

12. Campos, D., Betalleluz, I., Tauquino, R., Chirinos, R. y Pedreschi, R. (2009). Nutritional and functional characterisation of Andean chicuru (*Stangea rhizanta*). *Food Chemistry*, 112, 63–70.
13. Campos, D.; Betalleluz, I., Chirinos, R., Aguilar, A., Noratto, G. y Pedreschi R. (2012). Prebiotic effects of yacón (*Smallanthus sonchifolius Poepp. & Endl*), a source of fructooligosaccharides and phenolic compounds with antioxidant activity. *Food Chem.*, 135: 1592- 1599
14. Carabasa, M., Ibarz, A., Garza, S., y Barbosa, G. (1998). Removal of dark compounds from clarified fruit juices by adsorption processes. *Journal of Food Engineering*, 37: 25-41.
15. Chacón, A. (2006). *Perspectiva agroindustriales actuales de los oligofructosacáridos (FOS)*. [Tesis de grado]. Costa Rica: Universidad de Costa Rica Agronomía Mesoamericana, Facultad de Agronomía.
16. Chacón, A. (2006). Perspectivas agroindustriales actuales de los oligofructosacáridos (FOS). *Agronomía Mesoamericana* 17(2): 265-286.

17. Chen J. (1991). *Manual de la caña de azúcar*. (1ra ed.) México: Editorial Limusa. 1200p.
18. Chirinos, R. (1999). *Obtención y caracterización de los oligofruktanos a partir de la raíz del yacón (Smallanthus sonchifolius Poepp. &Endl.)*. [Tesis Magister Scientiae]. Lima: Universidad Nacional Agraria La Molina, Facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias.
19. Churms, S. C. (1996). Handbook of Chromatography Series: Carbohydrates. *J. Chromatogr A.*, 720, 75–91.
20. Coronado, A. (2013). *Elaboración De la harina de yacón (Smallanthus sonchifolius) y su influencia en el crecimiento de dos bacterias probióticas*. [Tesis de grado]. Lima: Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de ingeniería Química.
21. Crittenden, R. y Playne, M. (1996). J. Production, properties and applications of food-grade oligosaccharides. *Trends Food Sci. Technol.*, 7, 353–361
22. Dabrowki, A. (2001) .Advances in Colloid and Interface Science. *Trends Food Sci. Technol.*, 93(13)
23. Delzenne, N., Daubioul, C., Neyrinck, A., Lasa, M. y Taper, H. (2002). Inulin and oligofruktose modulate lipid metabolism in

animals: review of biochemical events and future prospects.
Br.J.Nutr., 87, 255 – 259.

24. Dogan, M., Alkam, M. y Ongamer, Y. (2000). Adsorption of methylene blue from aqueous solution onto perlite. *Water air Soil Pollut.*120, 229-249.
25. Fombuena, M. (2009). *Manual del carbón activo* [en línea]. Tesis MSc ingeniería del agua .España, Universidad Politécnica de Sevilla 89 p .Consultado el 28 de junio del 2016. Disponible: http://prueba2.aguapedia.org/master/presencial/pfm/proyecto_manual_carbon_activo/pfm_manual_carbon_activo.html.
26. Franck, A. (2002). Technological functionality of inulin and oligofructose. *Br J Nutr*, 87, 287–91.
27. Geankoplis C. (2006). *Procesos de transporte y principios de procesos de separación* (Cuarta edición) México, D. F.: Thomson.
28. Giles, C., MacEwan, T., Nakhwa, S. y Smith, D. (1960). A system of classification of solution absorption Isotherms, and its use in diagnosis of adsorption mechanisms and measurement of specific surface areas of solids. *J.Chem .Soc.*, 3973-3993.

29. Giovanelli, G. y Ravasini, G. (1993). Apple juice stabilization by combined enzymemembrane filtration process. *Lebensmittel-Wissenschaft and Technologie*, 26, 1–7.
30. Giraldo, L., García, V. y Moreno, C. (2007). Caracterización superficial en fase gas y líquida de carbones activados [en línea]. Consultado el 19 de julio del 2016. Disponible en: <http://revistaing.uniandes.edu.co/pdf/271.pdf>.
31. Glasstone, S. (1979). *Tratado de química física*. España: Editorial Aguilar.
32. Glorio, P. (2010). *Técnicas modernas de investigación en Ciencia de Alimentos*. Obra de año sabático. [Tesis Magister Scientiae]. Lima: Universidad Nacional Agraria La Molina, Facultad de Industrias Alimentarias.
33. Gonzales, E. (2004). *Estudio de proceso de carbón activado: obtención por método químico asociación trópicos*. Perú
34. Grambicka, M. y Polakovic, M. (2004). Adsorption equilibria of glucose, fructose, sucrose, and fructooligosaccharides on cation exchange resins. *J. Chem.*, 52, 345–350.
35. Gritti, F., Felinger, A. y Guiochon, G. (2004). Properties of the adsorption equilibrium isotherms used and measured in RPLC. *Chromatographia*, 60, S3-S12.

36. Hermann, M., Freire, I. y Pazos, C. (1999). Compositional diversity of the yacón storage root. In: Impact on a changing world: Program report 1997-98. *Internacional Potato Center (CIP)*, Lima (Peru), p. 425-432.
37. Huallcapuna, G. (2008). *Preparación y caracterización de carbón activado a partir de un material lignocelulosico y su estudio en la adsorción de Cromo(III)*. [Tesis de grado]. Lima: Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de ingeniería Química.
38. Hung, H., Kay, A. y Weber, F. (2005). HSP90, a Capacitor of Behavioral Variation. *J. Biol. Rhythms*, 24(3), 183-192.
39. Ibarz, A. y Barbosa, G. (2005). *Operaciones unitarias en la ingeniería de alimentos*. Madrid, España : Mundi-Prensa. 865 p.
40. Ibarz, A., Gustavo, V. y Barbosa, G. (2011). *Operaciones unitarias en la ingeniería de alimentos*. Madrid,España: Mundi-Prensa.817 p.
41. Inglezakis, V. y Pouloupoulos, S. (2007). Adsorption,Ion Exchange and Catalysis-Desing of Operations and Enviromental Applications. *El sevier*.Chapters2 and 4.

42. Ion Exchange resin (s. f.). *Types of DIAION™ ion exchange resins*. Consultado el 20 de marzo del 2016 , en <http://www.diaion.com/>
43. *IPROCOR (investigación del corcho, la madera y el carbón vegetal)*, [en línea]. Consultado el 5 de julio del 2016. Disponible en: <http://iprocor.gobes.es>
44. Izquierdo, J.P., Cunill, F., Tejero, J., Iborra, M. & Fité, C. (2004). *Cinética de las reacciones químicas*. España: Graficas Rey, 307 p.
45. Jaime, L., Martín, M., Mollá, E., López, F. & Esteban, R. (2001). Effect of storage on Fructan and Fructooligosaccharide of Onion (*Allium cepa* L.). *J. Agric. Food Chem.*, 49, 982 – 988.
46. Juárez, S. (2015). *Influencia del blanqueado y secado de yacón (Smallanthus sonchifolius Poepp. & Endl) en el contenido de azúcares*. [Tesis Magister Scientiae]. Lima: Universidad Nacional Agraria La Molina, Facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias.
47. Kelly, G. (2009). Inulin-type prebiotics: a review (Part 2). *Alternat Med Rev* ,14: 36–55.
48. Kina, M. (2016). *Optimización de los procesos de extracción de fructooligosacáridos y clarificación del extracto acuoso de yacón*

- (*Smallanthus sonchifolius* Poepp & Endl.). [Tesis Magister Scientiae]. Lima: Universidad Nacional Agraria La Molina, Facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias.
49. Kuhn, R. y Maugeri, F. (2010). Purification of fructooligosaccharides in active carbon fixed-bed column. *New Biotechnol.*, 25, S182.
 50. Kummel, R. y Worch. E. (1990). Separation fructooligosaccharide isomers by anion-exchange. *Agric. Biol. Chem*, 55, 1427-1428.
 51. La Chira, R. (2010). *Carbón activado*. [en línea]. Consultado el 15 de julio del 2016. Disponible en: <http://www.slideshare.net/renatolachira/carbn-activado>.
 52. Lachman, J., Fernandez, E.C. y Orsák; M. (2003). Yacón (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl.) chemical composition and use – a review. *Plant Soil Environ*, 49, 283 – 290.
 53. Layseca, M. (2005). *Obtención de carbón activado a partir de aserrín de tornillo, mediante el método químico (ZnCl₂)*. [Tesis de grado]. Lima: Universidad Nacional Agraria La Molina, Facultad de Ingeniería forestal.
 54. Lederer, E. y Lederer, M. (1990). *Cromatografía revisión de sus principios y aplicaciones*. Paris: El ateneo.

55. Luna, D., Gonzales, A., Gordon, M. y Martin, N. (2007). *Obtención de carbón activado a partir de cáscara de coco*. [en línea]. Consultado el 23 de julio del 2016. Disponible en: http://www.izt.uam.mx/newpage/contactos/anterior/n64ne/carbon_v2.pdf.
56. Machuca, F. (2007). *Análisis y recomendaciones en la cadena de valor de yacón en la región de Cajamarca*. [en línea]. Consultado el 10 de julio del 2016. Disponible en <http://perubiodiverso.pe/assets/Analisis-y-recomendaciones-en-la-cadena-yacón-Cajamarca-F1.pdf>.
57. Manrique, I. & Hermann, L. (2005). *Post-harvest compositional changes of yacón roots (Smallanthus sonchifolius poepp. & endl.) as affected by storage conditions and cultivar Sophie Graefe, and Andreas Buerkert Institute of Crop Science, University of Kassel, Witzenhausen, Germany and International Potato Center (CIP), Lima, Peru.*
58. Manrique, J., Hermann, M. y Bernet, T. (2004). *Yacón: Ficha Técnica*. Centro Internacional de la Papa (CIP). Lima – Perú.
59. Mejía, R. (2015). *Impregnación al vacío de fructooligosacáridos de yacón (Smallanthus sonchifolius Poepp & Endl.) en*

- manzana*. [Tesis de grado]. Lima: Universidad Nacional Agraria La Molina, Facultad de Ingeniería en Industrias alimentarias.
60. Miller, G. (1959). Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. *Analytical Chemistry*. 31, 426-428.
 61. Moscatto, J., Prudencio, S. y Haully, M. (2004). Farinha de yacón e inulina como ingredientes na formulacao de bolo de chocolate. *Ciencia e Tecnologia de Alimentos*, 24(4), 634 – 640
 62. Mussato, S. y Mancilha, I. (2007). Non – digestible oligosaccharides: A review. *Carbohydrates Polymers*. 68 (3), 587 – 597.
 63. Nemr, A., Abdelwahab, O., El-sikaily, A. y Khaled, A. (2008). Removal of direct blue-86 from aqueous solution by new activated carbon developed from orange peel. *Journal of Hazardous. Enviroments*, 21-81.
 64. Nevarez, J. (2009). *Resinas de intercambio iónico*. [en línea]. Consultado el 15 de julio del 2016. Disponible en: <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/22193/Capitulo3.pdf>
 65. Ng, C., Losso, J., Marshall, W. y Rao, R. (2002). Freundlich adsorption isotherms of agricultural by-product-based powdered

- activated carbons in a geosmin – water system. *Bioresource Technology*. 85, 131 – 135
66. Niness, K. (1999). Inulin and Oligofructose: What Are They? *J. Nutr.* 129, 1402S-1406S.
67. Nobre, C., Suvarov, P. y Weireld, G. (2014). Evaluation of commercial resins for fructo-oligosaccharide separation. *J. Nutr.* 143, 45-60.
68. Nwabanne, J. y Igbokwe, P. (2008). Kinetics and equilibrium modeling of nickel adsorption by cassava peel. *J.Eng.Applied Sci.*, 3(11), 824-834
69. Ohyama, T., Ito, O., Yasuyoshi, S., Igarashi, T., Minamisawa, K., Kubota, M. y Asami, T. (1990). Composition of storage carbohydrate in tubers of yacón (*Polimnia sonchifolia*). *Soil Sci. Plant Nutr.*, 36, 167-171.
70. Ovin, M. (2003). *Depuración de efluentes industriales con carbón activado. Adsorción de contaminantes y regeneración del adsorbente*. [Tesis de PhD]. España: Universidad de Oviedo, Facultad de Ingeniería Físico-química.
71. Palencia, Y. (2000). *Alimentos funcionales*. [en línea]. Consultado el 20 de marzo del 2016. Disponible en: http://www.unizar.es/med_naturista/Alimentos%20funcional.pdf.

72. Paredes, A. (2011). *Estudio de la adsorción de compuestos aromáticos mediante carbón activado preparado a partir de la cáscara de castaña*. [Tesis de licenciatura]. Lima: Universidad Pontificia Católica del Perú, Facultad de Ingeniería Química.
73. Pedreschi, R., Campos, D., Noratto, G., Chirinos, R. y Cisneros, L. (2003). Andean yacón root (*Smallanthus sonchifolius Poepp. Endl*) fructooligosaccharides as a potential novel source of prebiotics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 5278–5284.
74. Pereira, R. (2009). *Extracao e utilizacao de frutanos de yacón (Polymnia sonchifolia) na funcionalizacao de alimentos*. [Tese Ph. D.]. Brasil: Universidad estatal Paulista” Julio de Mesquita Filho”.
75. Pinelo, M., Jonsson, G. y Meyer A. (2009). Membrane technology for purification of enzymatically produced oligosaccharides: molecular and operational features affecting performance. *Sep Purif Technol*, 70(1), 1-11.
76. Pinzón, M., Vera, R. y Villamizar, L. (2009). Modelamiento de la cinética de bioadsorción de Cr (III) usando cáscara de naranja. *Dyna*. 76(160), 95-106.

77. Purolite (s.f.). *Food y Beverage*. [en línea]. Consultado el 17 de abril del 2016. Disponible en: <http://purolite.com/Relld/606842/ISvars/default/Food>
78. Roberfroid, M. (2005). Introducing inulin-type fructans. *Br.J.Nutr.*, 93, 13 – 25.
79. Rodriguez, G. y Reinoso , F.(2005). *Carbón activado : estructura , preparación y aplicaciones*. [en línea]. Consultado el 10 de agosto del 2016. Disponible en : <http://www.ua.es/grupo/lma/web%20cyted/publicaciones/cyted%20librotallerV/II.3%20Rodrigues%20Reinoso.pdf>
80. Rodríguez, R., Linares, R. y Guadalupe, E. (2009). Adsorción y desorción de cromo hexavalente en relaves mineros .*FIGMMG.*, 12(24),108-117).
81. Rubinos, D. (2007). *Utilización de lodos rojos de bauxita en la contención e inactivación de residuos tóxicos y peligrosos*. [Tesis Doctoral]. España: Universidad de Santiago de Compostela.
82. Sabater, M. (2008). *Efectos de las poliaminas y los fructooligosacáridos de la dieta sobre la maduración intestinal*

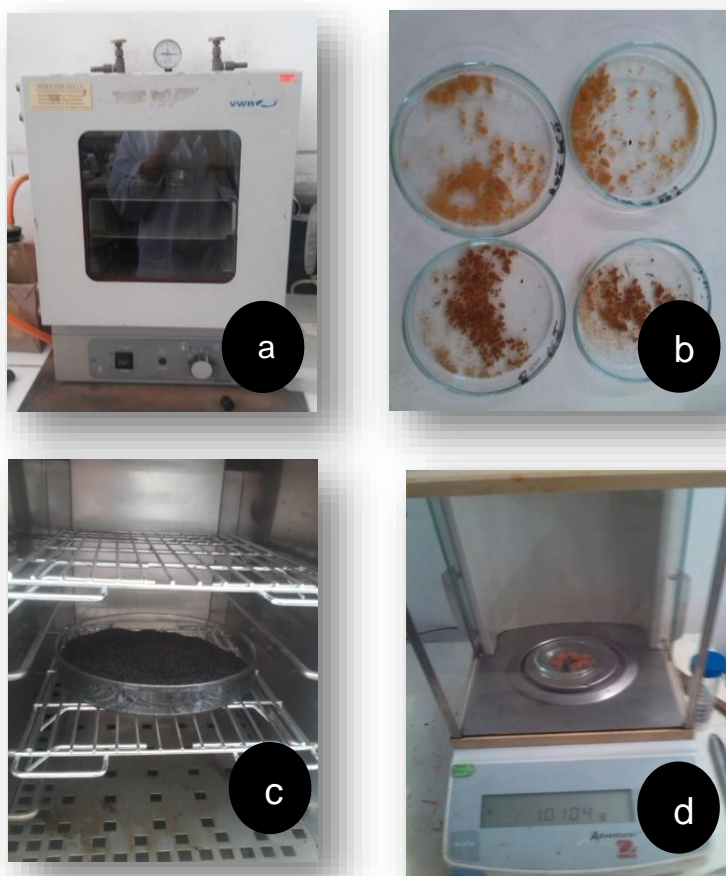
en cerdos destetados precozmente. [Tesis Doctoral]. España: Universidad de Murcia, Facultad de Biología.

83. Sangeetha, P., Ramesh, M. y Prapulla, S. (2005). Maximization of fructooligosaccharide production by two stage continuous process and its scale. *Journal of Food Engineering*, 68, 57-64.
84. Santana, I. y Cardoso, M. (2008) . Raíz tuberosa de yacón (*Smallanthus sonchifolius*); potencialidad de cultivo, aspectos tecnológicos e nutricionais . *Ciencia Rural*, 38(3), 898-905.
85. Seminario, J., Valderrama, M. y Manrique, I. (2003). *El yacón: Fundamentos para el aprobó de un recurso promisorio*. Centro Internacional de la Papa (CIP), Universidad Nacional de Cajamarca, Agencia Suiza para el Desarrollo y la Cooperación (COSUDE), Lima, Perú. 61 p.
86. Snoeyink, V. y Jenkins, D. (1987). *Química del agua*. (5ta ed.) México, D.F.: McGraw.
87. Stefansson, M. y Westerlund, D. (1996). Fundamentals of Ion Exchang. *J. Chromatogr. A*, 720, 127–136.
88. Sundari, C. y Balasubramanian, D. (1997). Hydrophobic surface in saccharide chains. *Prog. Biophys. Mol. Biol.*, 67, 183-216.
89. Tokunaga, T. (2004). Novel physiological function of fructooligosaccharides. *Biofactors*, 21, 89 – 94

90. Toneli, J., Park, K., Murr, F. y Negreiros, A. (2008). Effect of moisture on the microstructure of inulin powder. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 28 (1), 122 – 131.
91. Urango, L. (2012). *Elaboración de un queso fresco semigraso, adicionado con fructooligosacáridos (FOS)*. [Tesis de Magister]. Colombia: Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín, Facultad de Ingeniería de los Alimentos.
92. Valentová, A. y Ulrichová, J. (2003). *Smallanthus sonchifolius and Lepidium meyenii* - prospective Andean crops for the prevention of chronic diseases. *Biomed Papers*, 147, 119–130.
93. Vankova, K. y Polakovic, M. (2010). Optimization of single-column chromatographic separation of fructooligosaccharides. *Revista Process Biochemistry* 45(8),1325-1329.
94. Zamora, G. (2010) .Obtención de carbón activado a partir del endocarpio de frutos d dos palmeras de la Amazonia peruana, "Shapaja" (*Attalea phalerata*) y "aguaje" (*Mauritia flexuosa*). [Tesis de Ingeniero]. Perú: Universidad Nacional Agraria la Molina , Facultad de ingeniería Forestal

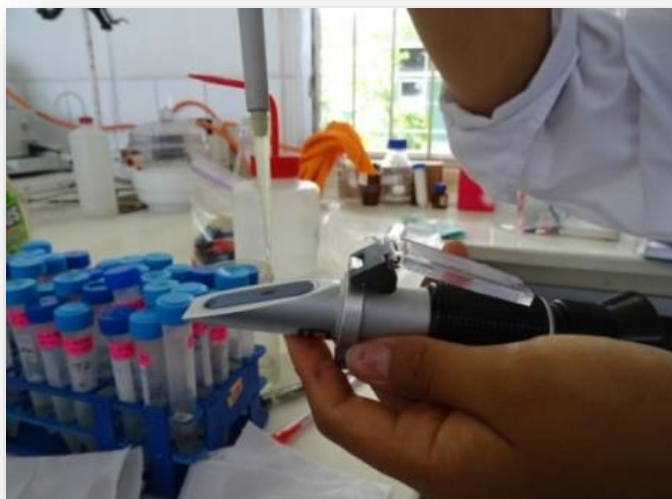
ANEXOS

ANEXO 1. Determinación de materia seca de las resinas de intercambio iónico (Ca^{++} , K^+ y Na^+) y carbón activado



a) Secado en estufa de resinas (Ca^{++} , K^+ y Na^+) **b)** Placas con resinas después del secado **c)** Secado en estufa del carbón activado **d)** Pesado de placas después del secado.

ANEXO 2. Determinación de solidos solubles



a) Muestra de los extractos decolorado y desmineralizado antes y después de la adsorción, en el refractómetro



b) Lectura de °brix en los extractos decolorado y desmineralizado

ANEXO 3. Determinación de pH



a) pHmetro



b) Lectura de pH de los extractos (Bruto, clarificado, decolorado y desmineralizado)

ANEXO 4. Determinación de conductividad



a) Resinas aniónica y catiónica



b) Lectura de conductividad eléctrica en las resinas y extracto desmineralizado

ANEXO 5. Determinación de azúcares por DNS



a



b



c

a y b) Reacción DNS a las muestras de los extracto decolorado y desmineralizado después del proceso de adsorción.

c) Lectura en el espectrofotómetro de las muestras

ANEXO 6. Determinación de azúcares reductores (Miller, 1959)

➤ **Preparación de reactivos**

- **DNS**

1. Disolver 11 g de hidróxido de sodio, 10 g de DNS, 2 g de Fenol y 0,5 g de bisulfito de sodio y llevar a un litro de agua destilada.

- **Sal de Rochelle**

2. Preparar una solución al 40% de tartrato de sodio y potasio.

➤ **Procedimiento**

1. Tomar 0,5 ml de muestra a analizar.
2. Adicionar 3 ml de solución de DNS.
3. Calentar a baño maría a 100°C por 5 minutos.
4. Adicionar 1 ml de sal de Rochelle, seguido de 10 ml de agua destilada.
5. Agitar y leer la absorbancia a 550 nm.

En la siguiente figura A se muestra la curva estándar con soluciones de fructosa. Los resultados se expresan como g de Fructosa/100 ml.

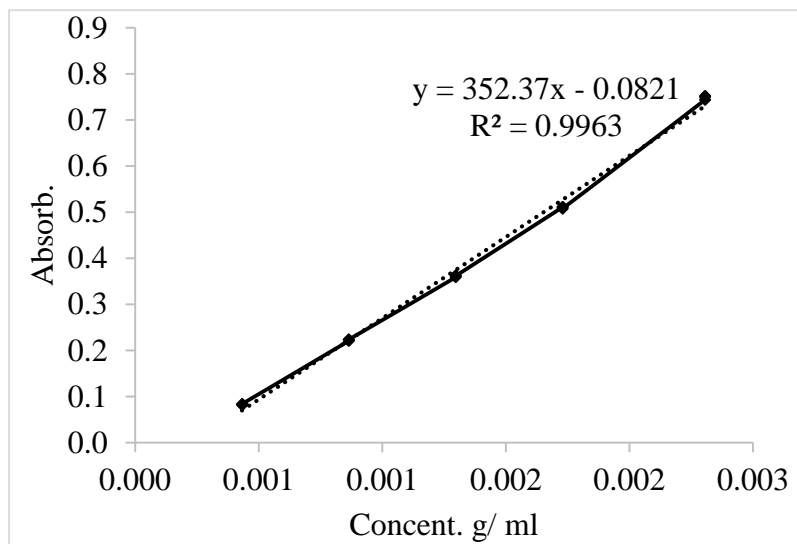


Figura A: Curva estándar de fructosa Curva estándar de fructosa

Ecuación: $y = 352,37 x - 0,0821$

Dónde:

y: Absorbancia a 550 nm

x: g de Fructosa/100 ml.

ANEXO 7. Determinación de FOS por hidrólisis acida (Chirinos *et al*, 1999).

➤ **Preparación de reactivos**

• **DNS**

1. Disolver 11 g de hidróxido de sodio, 10 g de DNS, 2 g de Fenol y 0,5 g de bisulfito de sodio y llevar a un litro de agua destilada.

• **Sal de Rochelle**

2. Preparar una solución al 40 % de tartrato de sodio y potasio.

• **Ácido Clorhídrico**

3. Preparar una solución de HCl a 2N.

➤ **Procedimiento**

1. Tomar 400 µl de muestra a analizar.
2. Adicionar 100 µl de solución de HCl 2N
3. Calentar a baño maría a 100 °C por 5 minutos.
4. Proseguir con la reacción de DNS
5. Agitar y leer la absorbancia a 550 nm.

Ecuación: %FOS = Azúcares reductores – FOS por hidrólisis* *K*

Dónde:

K: 0,925 (para oligómeros)

ANEXO 8. Determinación del contenido de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS por UPLC

➤ **Preparación de reactivos**

- **Buffer acetato (pH=4,5):** Pesar 4,102 g de acetato de sodio. Se procede a enrasar a 50 ml en fiola con agua destilada. Tomar 20 ml de agua de esta solución y enrasar con ácido acético 1M a 50 ml hasta llegar a pH 4,5.
- **Solución de enzima inulinasa activa:** 0,5 ml de enzima inulinasa (Sigma) se diluye en 9,5 ml de buffer acetato.
- **Solución de enzima inulinasa inactiva:** La solución de enzima inulinasa activa, se lleva a ebullición por 5 minutos.

➤ **Procedimiento de preparación de la muestra (seca)**

1. Se toma 1 g de muestra seca (harina de yacón) y se homogeniza con 100 ml de solución de etanol al 70%.
2. El homogenizado se lleva a ebullición durante 10 minutos y luego se centrifuga a 4000 rpm por 10 minutos para recolectar el sobrenadante y nuevamente se realiza la extracción de la torta.
3. El proceso anterior se repite dos veces más y todos los sobrenadantes se mezclan.

4. El sobrenadante recolectado se filtran con papel Whatman N°1.
5. Se concentra a vacío hasta alcanzar un volumen de 25 ml aproximadamente.
6. Los extractos concentrados son sometidos a hidrólisis enzimática.

Nota: En el caso de muestras líquidas (extracto bruto, clarificado y decolorado) se realiza la hidrólisis directamente previa dilución.

➤ **Procedimiento de hidrólisis**

1. El extracto proveniente de la muestra seca (harina de yacón) y de las muestras líquidas, deben diluirse de acuerdo a la concentración de °Brix, para que estos puedan ser leídos en el UPLC.
2. Por cada muestra debe realizarse dos extractos:
 - a. **Extracto hidrolizado:** 2,8 ml de extracto más 0,2 ml de solución enzimática.
 - b. **Extracto no hidrolizado:** 2,8 ml de extracto más 0,2 ml de solución enzimática inactiva.
3. Incubar a 60°C por 3 horas (agitación lenta).
4. Diluir las muestras al 50% con Acetonitrilo, la muestras deben tener °brix entre 2,5 – 3,5 para ser leídas por el UPLC.
5. Centrifugar y filtrar en el vial.
6. Correr en el UPLC.

ANEXO 9. Procedimiento para la determinación del contenido de glucosa, fructosa, sacarosa y FOS por UPLC



a



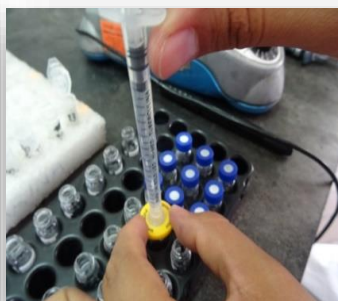
b



c



d



e



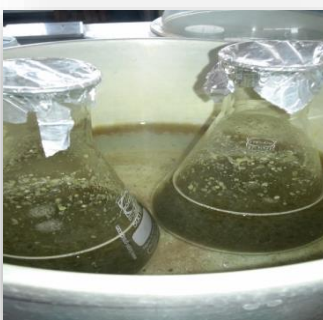
f

- a) Falcon con muestras del extracto decolorado y desmineralizado después de los procesos de adsorción.
- b) Hidrólisis de FOS en el baño maría.
- c) Tubos de ensayo después de la hidrólisis de FOS.
- d) Extracción de las muestras para la lectura en el UPLC.
- e) Inyección de la muestra en viales.
- f) Lectura en el UPLC

ANEXO 10. Procedimiento de obtención del extracto bruto a partir de la harina de yacón



a



b



c



d



e

- a) Harina de yacón.
- b) Extracción de FOS de la harina de yacón
- c) Filtración del extracto
- d) Concentración del extracto
- e) Extracto bruto

ANEXO 11. Procedimiento de obtención del extracto clarificado a partir del extracto bruto



a



b



c



d



e

- a)** Extracto bruto.
- b)** Clarificación del extracto bruto
- c)** Muestra del extracto para la centrifugación
- d)** Centrifugación del extracto.
- e)** Extracto clarificado

ANEXO 12. Especificaciones del hidróxido de calcio Merck.

INFORMACIÓN DEL PRODUCTO	
Fórmula química	Ca(OH) ₂
Masa Molar	74,09 g/mol
Marca	Merck®
INFORMACIÓN FISICOQUÍMICA	
Punto de ebullición	2850 °C (1013 hPa) (descomposición)
Densidad	2,24 g/cm ³ (20 °C)
Punto de fusión	550 °C (descomposición)
Valor de Ph	12,6 (H ₂ O, 20 °C) (solución saturada)
Presión de vapor	(20 °C)
Solubilidad	1,7 g/l (20 °C)
ESPECIFICACIONES	
Ensayo (ácido métrico)	≥ 96,0 %
Sustancias insolubles en ácido clorhídrico	≤ 0,03
% Carbonato (como CaCO ₃)	≤ 3,0 %
Cloro (Cl)	≤ 0,005
% Compuesto de azufre (como SO ₄)	≤ 0,1 %
Metales pesados (Pb)	≤ 0,003
% Hierro (Fe)	≤ 0,05
% Potasio (K)	≤ 0,05
% Magnesio (Mg)	≤ 0,5
% Sodio	≤ 0,05

Fuente: Merck (2016)

ANEXO 13. Procedimiento de obtención del extracto decolorado a partir del extracto clarificado



a



b



c



d

- a)** Extracto clarificado.
- b)** Decoloración del extracto clarificado.
- c)** Filtración del extracto.
- d)** Extracto decolorado

ANEXO 14. Especificaciones del carbón activado en polvo Clarimex

Parámetro	Valor
pH	2-4
Humedad (%)	Máximo 8
Actividad relativa en melazas	Mínimo 103
Adsorción de azul de metileno (g AM/100g)	Mínimo 23
Granulometría (% que pasa malla 325)	60-80
Densidad aparente (g/cc)	0.3
Adsorción de lodo (mg I2/g)	700-850
Cenizas (%)	10

Fuente: Clarimex (2016)

**ANEXO 15. Procedimiento de obtención del extracto desmineralizado
a partir del extracto decolorado**



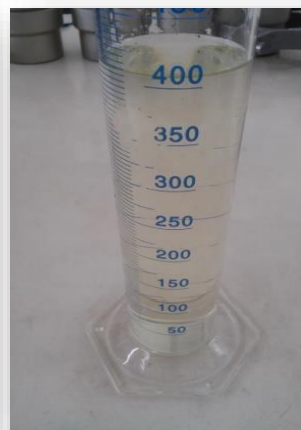
a



b



c



d

- a)** Extracto decolorado
- b)** Colecta de muestras con la bomba peristáltica.
- c)** Lectura de conductividad eléctrica del extracto.
- d)** Extracto desmineralizado

**ANEXO 16. Especificaciones técnicas de las resinas DIAION
(UBK535Ca⁺⁺, UBK530Na⁺)**

Product	DIAION™ UBK530	DIAION™ UBK550	DIAION™ UBK535	DIAION™ UBK555
Ionic form	Na		Ca	
Appearance index	> 95			
Apparent density (g/L-R)	810	825		855
Ion-exchange capacity (meq/mL)	> 1.6	> 1.9		> 2.0
Water content (%)	52.0-55.0	46.0-49.5		42.0-46.0
Particle size distribution	200-240 μm > 85 %		190-240 μm > 85 %	

Fuente: DIAION (2016)

**ANEXO 17. Especificaciones técnicas de las resina PUROLITE
(PCR642K⁺)**

PUROLITE	TIPO	CAPACIDAD TOTAL (mg/l)	DIAMETRO MEDIO (µm)	RETENCION DE HUMEDAD (Forma Na+) (%)	HUMEDAD RETENIDA (Forma H+) (%)	OBSERVACION Y APLICACIONES
PCR642	Catiónica Fuertemente acida	1.6	295-335	52-56	57-61	Resinas catiónicas para la separación cromatográfica. Separación en forma de K+: Melaza de remolacha, Fructooligosacári dos, fibra soluble.

Fuente: PUROLITE (2016)

**ANEXO 18. Proceso de adsorción con resinas de intercambio iónico
(Ca⁺⁺, K⁺ y Na⁺)**



a



b



c



d



e

- a)** Resinas de Ca, K y Na.
- b)** Pesado de resina para la adsorción 1:2 (p/v).
- c)** Adsorción con resinas de intercambio iónico.
- d)** Matraces con muestras después del proceso de adsorción. **e)** Eppendorf con el adsorbato (extracto desmineralizado) después de la adsorción.

ANEXO 19. Especificaciones del carbón activado NORIT

Norit[®] GAC 1240 W

WHY CABOT

Cabot Norit Activated Carbon is a premier activated carbon manufacturer respected for experienced people, diverse products and strong customer relationships. Cabot's history of innovation, product performance, technical expertise and customer focus ensure that you receive the right products and solutions for your specific purification needs.



Norit GAC 1240 W is a granular activated carbon, which is suitable in a wide range of applications such as purification of (potable) water and industrial process liquids. Norit GAC 1240 W is very suitable for removal of f.i. natural organics, pesticides, detergents, chlorinated solvents and compounds causing taste and odour problems. Norit GAC 1240 W is produced by steam activation of coal; its superior hardness makes it particularly suited for thermal reactivation.

Norit GAC 1240 W meets the requirements of the latest version of the U.S. Food Chemicals Codex and the Drinking Water Standard EN 12915 (European Normalisation, 2009).

SPECIFICATIONS

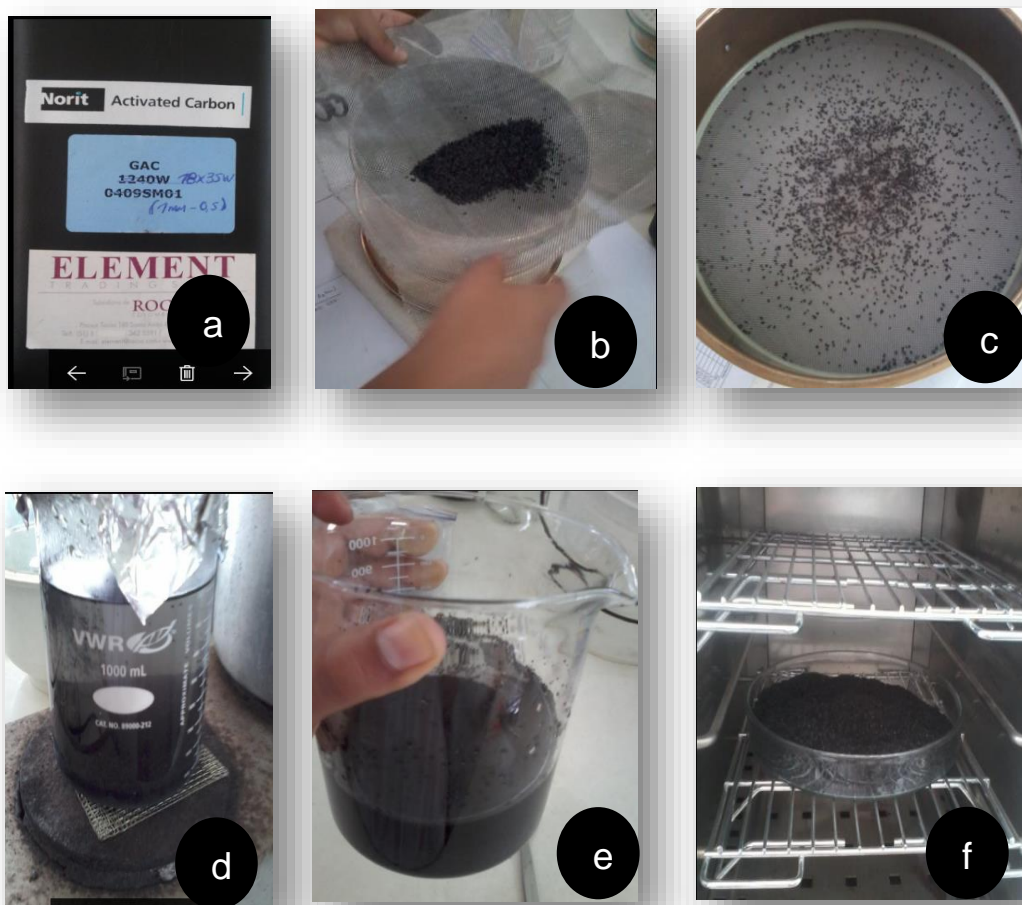
Iodine number	min. 950	-
Particle size > 12 mesh (1.70 mm)	max. 10	mass-%
Particle size < 40 mesh (0.425 mm)	max. 5	mass-%
Moisture (as packed)	max. 5	mass-%

GENERAL CHARACTERISTICS

Iodine number	975	-
Methylene blue adsorption	20	g/100 g
Total surface area (B.E.T.)	1100	m ² /g
Apparent density	500	kg/m ³
Density backwashed and drained	445	kg/m ³
Ball-pan hardness	97	-
Effective Size D ₁₀	0.6-0.7	mm
Uniformity coefficient	1.7	-
Ash content	12	mass-%
Water soluble Ash	0.1	mass-%
pH	alkaline	-
Dechlorination halving value	2.5	cm

Fuente: NORIT (2016)

ANEXO 20. Procedimiento de acondicionamiento del carbón activado



- a) Carbón activado NORIT.
- b) Tamizado del carbón en malla #18.
- c) Tamizado del carbón en malla #35.
- d) Extracción de partículas de aire y polvos finos del carbón activado.
- e) Lavado con agua destilada del carbón activado.
- f) Secado del carbón activado para su uso.

ANEXO 21. Procedimiento de adsorción con carbón activado granular



a



b



c



d



e

- a) Matracas con carbón activado para la adsorción 2:5 (p/v).
- b) Matracas acondicionadas para la adsorción.
- c) Adsorción con carbón activado.
- d) Matracas con muestras después del proceso de adsorción.
- e) Tubos de ensayo con el adsorbato (extracto decolorado) después de la adsorción.

ANEXO 22. Datos obtenidos de la lectura del UPLC y cálculos de FOS

Adsorción con carbón activado granular									
Trat.	UPLC (g/100 ml)					Calculo de FOS por UPLC			
	Hidrolizada		No hidrolizada						
	Fructosa	Glucosa	Fructosa	Glucosa	Sacarosa	Sacarosa	Fructosa	Glucosa	FOS (%)
Ti	1,593	0,642	0,678	0,462	0,303	2,273	6,463	0,475	6,418
Ti	1,593	0,642	0,678	0,462	0,303	2,273	6,463	0,475	6,418
T15	1,362	0,498	0,306	0,191	0,086	0,369	4,721	1,264	5,536
T15	1,364	0,452	0,310	0,197	0,057	0,244	4,778	1,093	5,431
T30	1,285	0,478	0,614	0,322	0,025	0,107	3,186	0,749	3,640
T30	1,318	0,501	0,605	0,314	0,129	0,553	3,141	0,654	3,510
T45	1,293	0,495	0,678	0,374	0,060	0,257	2,870	0,525	3,140
T45	1,375	0,454	0,603	0,320	0,114	0,489	3,444	0,447	3,599
T60	0,859	0,355	0,400	0,229	0,080	0,257	1,524	0,346	1,730
T60	0,850	0,375	0,415	0,225	0,073	0,235	1,457	0,439	1,754
T120	0,671	0,389	0,412	0,233	0,063	0,203	0,870	0,478	1,247
T120	0,652	0,381	0,420	0,257	0,063	0,203	0,779	0,374	1,066
T180	0,770	0,343	0,434	0,205	0,063	0,203	1,138	0,410	1,433
T180	0,721	0,325	0,417	0,265	0,078	0,251	1,000	0,131	1,045

Adsorción con resinas de intercambio iónico										
Trat.	°Brix	HPLC (g/100 ml)					Cálculo de FOS por UPLC			
		Hidrolizada		No hidrolizada			Sacarosa	Fructosa	Glucosa	FOS (%)
		Fructosa	Glucosa	Fructosa	Glucosa	Sacarosa				
7-Ca-INI-1	40	1,910	0,809	0,455	0,318	0,218	3,737	22,976	6,450	27,219
7-Ca-ADS-1	35	1,898	0,661	0,553	0,258	0,251	3,765	18,193	4,063	20,588
7-Ca-INI-2	40	1,910	0,809	0,455	0,318	0,218	3,737	22,976	6,450	27,219
7-Ca-ADS-2	34,6	1,877	0,662	0,546	0,260	0,241	3,615	18,062	4,127	20,526
6-Ca-INI-1	30	1,926	0,822	0,439	0,341	0,238	3,060	17,508	4,574	20,426
6-Ca-ADS-1	26	1,673	0,648	0,516	0,333	0,270	2,893	10,874	1,852	11,772
6-Ca-INI-2	30	1,926	0,822	0,439	0,341	0,238	3,060	17,508	4,574	20,426
6-Ca-ADS-2	25,8	1,698	0,651	0,506	0,343	0,256	2,743	11,328	1,856	12,195
5-Ca-INI-1	25	1,592	0,671	0,405	0,305	0,189	2,025	11,652	2,856	13,420
5-Ca-ADS-1	21,6	1,583	0,624	0,504	0,362	0,200	1,714	8,346	1,343	8,963
5-Ca-INI-2	25	1,592	0,671	0,405	0,305	0,189	2,025	11,652	2,856	13,420
5-Ca-ADS-2	21,6	1,596	0,618	0,51	0,387	0,220	1,886	8,316	0,988	8,606
4-Ca-INI-1	20	1,671	0,701	0,364	0,266	0,167	1,431	10,449	2,975	12,418
4-Ca-ADS-1	17,4	1,638	0,576	0,409	0,294	0,180	1,350	8,507	1,404	9,168
4-Ca-INI-2	20	1,671	0,701	0,364	0,266	0,167	1,431	10,449	2,975	12,418
4-Ca-ADS-2	17,2	1,662	0,564	0,405	0,290	0,187	1,403	8,689	1,317	9,256

(Continuación...)

3-Ca-INI-1	15	1,253	0,526	0,273	0,200	0,125	0,804	5,877	1,673	6,984
3-Ca-ADS-1	13,6	1,345	0,623	0,337	0,230	0,135	0,723	5,019	1,725	6,238
3-Ca-INI-2	15	1,253	0,526	0,273	0,200	0,125	0,804	5,877	1,673	6,984
3-Ca-ADS-2	13,4	1,326	0,623	0,346	0,236	0,142	0,761	4,850	1,673	6,033
2-Ca-INI-1	10	1,689	0,711	0,483	0,364	0,238	1,020	4,632	0,950	5,163
2-Ca-ADS-1	9	2,334	0,644	0,668	0,499	0,321	1,032	4,812	-0,077	4,380
2-Ca-INI-2	10	1,689	0,711	0,483	0,364	0,238	1,020	4,632	0,950	5,163
2-Ca-ADS-2	9	2,340	0,634	0,673	0,482	0,322	1,035	4,813	-0,056	4,401
1-Ca-INI-1	5	1,718	0,725	0,479	0,330	0,199	0,426	2,431	0,622	2,824
1-Ca-ADS-1	4,7	1,670	0,465	0,509	0,219	0,201	0,431	2,261	0,300	2,369
1-Ca-INI-2	5	1,718	0,725	0,479	0,330	0,199	0,426	2,431	0,622	2,824
1-Ca-ADS-2	4,7	1,690	0,507	0,523	0,256	0,222	0,476	2,250	0,287	2,347
7-Na-INI-1	40	1,910	0,809	0,455	0,318	0,218	3,737	22,976	6,450	27,219
7-Na-ADS-1	35	1,621	0,798	0,35	0,276	0,190	2,850	17,565	6,330	22,103
7-Na-INI-2	40	1,910	0,809	0,455	0,318	0,218	3,737	22,976	6,450	27,219
7-Na-ADS-2	34	1,628	0,782	0,341	0,280	0,200	3,000	17,726	5,951	21,901
6-Na-INI-1	30	1,926	0,822	0,439	0,341	0,238	3,060	17,508	4,574	20,426
6-Na-ADS-1	26	1,615	0,7	0,386	0,300	0,166	1,779	12,232	3,350	14,413
6-Na-INI-2	30	1,926	0,822	0,439	0,341	0,238	3,060	17,508	4,574	20,426

(Continuación...)

6-Na-ADS-2	26,2	1,608	0,682	0,393	0,288	0,157	1,682	12,133	3,336	14,308
5-Na-INI-1	25	1,592	0,671	0,405	0,305	0,189	2,025	11,652	2,856	13,420
5-Na-ADS-1	22,2	1,273	0,537	0,426	0,247	0,153	1,311	6,570	1,795	7,738
5-Na-INI-2	25	1,592	0,671	0,405	0,305	0,189	2,025	11,652	2,856	13,420
5-Na-ADS-2	22,2	1,296	0,544	0,416	0,248	0,172	1,474	6,767	1,761	7,889
4-Na-INI-1	20	1,671	0,701	0,364	0,266	0,167	1,431	10,449	2,975	12,418
4-Na-ADS-1	17,4	1,398	0,567	0,35	0,209	0,120	0,900	7,386	2,211	8,878
4-Na-INI-2	20	1,671	0,701	0,364	0,266	0,167	1,431	10,449	2,975	12,418
4-Na-ADS-2	17,2	1,394	0,57	0,345	0,204	0,116	0,870	7,410	2,287	8,969
3-Na-INI-1	15	1,253	0,526	0,273	0,200	0,125	0,804	5,877	1,673	6,984
3-Na-ADS-1	13,3	0,924	0,438	0,228	0,167	0,107	0,573	3,427	1,150	4,234
3-Na-INI-2	15	1,253	0,526	0,273	0,200	0,125	0,804	5,877	1,673	6,984
3-Na-ADS-2	13,2	0,932	0,435	0,225	0,163	0,118	0,632	3,455	1,124	4,236
2-Na-INI-1	10	1,689	0,711	0,483	0,364	0,238	1,020	4,632	0,950	5,163
2-Na-ADS-1	9	1,548	0,64	0,58	0,432	0,314	1,009	2,580	0,137	2,514
2-Na-INI-2	9	1,689	0,711	0,483	0,364	0,238	1,020	4,632	0,950	5,163
2-Na-ADS-2	9	1,354	0,688	0,567	0,439	0,329	1,058	1,973	0,244	2,051
1-Na-INI-1	5	1,718	0,725	0,479	0,330	0,199	0,426	2,431	0,622	2,824
1-Na-ADS-1	5	1,716	0,723	0,477	0,326	0,187	0,401	2,444	0,640	2,853
1-Na-INI-2	5	1,718	0,725	0,479	0,330	0,199	0,426	2,431	0,622	2,824

(Continuación...)

1-Na-ADS-2	5	1,709	0,718	0,47	0,313	0,186	0,399	2,445	0,658	2,871
7-K-INI-1	40	1,910	0,809	0,455	0,318	0,218	3,737	22,976	6,450	27,219
7-K-ADS-1	35,4	1,780	0,716	0,311	0,312	0,022	0,330	21,861	5,886	25,667
7-K-INI-2	40	1,910	0,809	0,455	0,318	0,218	3,737	22,976	6,450	27,219
7-K-ADS-2	35,5	1,800	0,721	0,317	0,310	0,024	0,360	22,056	5,976	25,929
6-K-INI-1	30	1,926	0,822	0,439	0,341	0,238	3,060	17,508	4,574	20,426
6-K-ADS-1	26	2,016	0,711	0,346	0,382	0,162	1,736	16,979	2,611	18,121
6-K-INI-2	30	1,926	0,822	0,439	0,341	0,238	3,060	17,508	4,574	20,426
6-K-ADS-2	26	2,011	0,713	0,352	0,388	0,165	1,768	16,845	2,552	17,942
5-K-INI-1	25	1,592	0,671	0,405	0,305	0,189	2,025	11,652	2,856	13,420
5-K-ADS-1	22,2	1,583	0,614	0,362	0,362	0,099	0,849	10,019	1,713	10,853
5-K-INI-2	25	1,592	0,671	0,405	0,305	0,189	2,025	11,652	2,856	13,420
5-K-ADS-2	22	1,558	0,605	0,348	0,375	0,097	0,831	9,934	1,534	10,608
4-K-INI-1	20	1,671	0,701	0,364	0,266	0,167	1,431	10,449	2,975	12,418
4-K-ADS-1	18,1	1,607	0,606	0,291	0,290	0,097	0,728	9,487	1,987	10,614
4-K-INI-2	20	1,671	0,701	0,364	0,266	0,167	1,431	10,449	2,975	12,418
4-K-ADS-2	18	1,602	0,612	0,284	0,284	0,082	0,615	9,561	2,136	10,820
3-K-INI-1	15	1,253	0,526	0,273	0,200	0,125	0,804	5,877	1,673	6,984
3-K-ADS-1	14,2	1,196	0,278	0,168	0,219	0,058	0,311	5,344	0,153	5,084
3-K-INI-2	15	1,253	0,526	0,273	0,200	0,125	0,804	5,877	1,673	6,984

(Continuación...)

3-K-ADS-2	14	1,183	0,269	0,165	0,228	0,062	0,332	5,279	0,045	4,924
2-K-INI-1	10	1,689	0,711	0,483	0,364	0,238	1,020	4,632	0,950	5,163
2-K-ADS-1	9,1	1,391	0,8	0,468	0,469	0,198	0,636	2,632	0,729	3,109
2-K-INI-2	10	1,689	0,711	0,483	0,364	0,238	1,020	4,632	0,950	5,163
2-K-ADS-2	9	1,396	0,887	0,466	0,476	0,193	0,620	2,663	0,995	3,383
1-K-INI-1	5	1,718	0,725	0,479	0,330	0,199	0,426	2,431	0,622	2,824
1-K-ADS-1	4,2	1,665	0,68	0,525	0,316	0,212	0,454	2,204	0,541	2,539
1-K-INI-2	5	1,718	0,725	0,479	0,330	0,199	0,426	2,431	0,622	2,824
1-Na-ADS-2	4,2	1,665	0,675	0,514	0,313	0,210	0,450	2,230	0,539	2,561

Fuente: Elaboración propia (2016)

ANEXO 23. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando resina de intercambio iónico UBK 535 Ca⁺⁺

tratamiento	°Brix	Calculo de q							
		Fructosa		Glucosa		Sacarosa		FOS	
		Q	Desv. Estan	q	Desv. Estan	q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan
7-Ca	40	0,018	0,003	0,094	0,001	0,020	0,005	0,418	0,002
6-Ca	30	0,034	0,003	0,054	0,003	0,025	0,005	0,462	0,013
5-Ca	25	0,021	0,002	0,018	0,007	0,019	0,005	0,264	0,011
4-Ca	20	0,018	0,001	0,015	0,001	0,009	0,002	0,198	0,003
3-Ca	15	0,005	0,001	0,008	0,001	0,007	0,001	0,070	0,006
2-Ca	10	0,006	0,000	0,007	0,002	0,004	0,000	0,058	0,001
1-Ca	5	0,001	0,001	0,012	0,002	0,001	0,001	0,034	0,001
0	0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: Elaboración propia (2016)

ANEXO 24. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando resina de intercambio iónico UBK 530 Na⁺

Tt	°Brix	Calculo de q							
		Fructosa		Glucosa		Sacarosa		FOS	
		Q	Desv. Estan	q	Desv. Estan	q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan
7-Na	40	0,142	0,0036	0,079	0,0016	0,052	0,0040	0,350	0,0053
6-Na	30	0,087	0,0020	0,071	0,0034	0,067	0,0025	0,343	0,0027
5-Na	25	0,052	0,0023	0,061	0,0002	0,035	0,0043	0,286	0,0040
4-Na	20	0,037	0,0010	0,040	0,0010	0,029	0,0008	0,201	0,0024
3-Na	15	0,030	0,0004	0,022	0,0006	0,012	0,0016	0,142	0,0001
2-Na	10	0,020	0,0011	0,015	0,0006	0,005	0,0013	0,137	0,0122
1-Na	5	0,006	0,0004	0,005	0,0007	0,003	0,0001	0,015	0,0005
0	0	0	0,0000	0	0,0000	0	0,0000	0	0,0000

Fuente: Elaboración propia (2016)

ANEXO 25. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando resina de intercambio iónico PCR 642 K⁺

Tt	°Brix	Calculo de Q							
		Fructosa		Glucosa		Sacarosa		FOS	
		Q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan
7-K	40	0,174	0,003	0,061	0,001	0,167	0,001	0,195	0,008
6-K	30	0,111	0,002	0,033	0,002	0,072	0,001	0,205	0,006
5-K	25	0,078	0,004	0,021	0,003	0,062	0,001	0,184	0,008
4-K	20	0,058	0,002	0,017	0,001	0,040	0,003	0,135	0,006
3-K	15	0,047	0,000	0,010	0,001	0,025	0,001	0,121	0,005
2-K	10	0,035	0,000	0,009	0,001	0,022	0,000	0,110	0,009
1-K	5	0,001	0,001	0,005	0,000	0,001	0,000	0,026	0,001
0	0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000

ANEXO 26. Análisis de varianza en la adsorción de FOS, empleando resinas de intercambio iónico: UBK535Ca⁺⁺, UBK530Na⁺ y PCR642K⁺

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
EFFECTOS PRINCIPALES					
A:Resinas	0,0502923	2	0,0251462	616,54	0,0000
B:°Brix	0,499102	6	0,0831836	2039,53	0,0000
INTERACCIONES					
AB	0,0971823	12	0,00809853	198,56	0,0000
RESIDUOS	0,0008565	21	0,0000407857		
TOTAL (CORREGIDO)	0,647433	41			

Todas las razones-F se basan en el cuadrado medio del error residual

**ANEXO 27. Comparación de medias (TUKEY), para q FOS,
empleando resinas de intercambio iónico: UBK
535Ca⁺⁺, UBKK530Na⁺ y PCR642K⁺**

Método: 95.0 porcentaje Tukey HSD

<i>Resinas</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
Potasio	14	0,139429	0,00170683	X
Sodio	14	0,210714	0,00170683	X
Calcio	14	0,214786	0,00170683	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
Calcio - Potasio	*	0,0753571	0,00608654
Calcio - Sodio		0,00407143	0,00608654
Potasio - Sodio	*	-0,0712857	0,00608654

* indica una diferencia significativa.

ANEXO 28. Resultados de C/Co, empleando carbón activado granular

Tt	Tiempo(min)	CALCULO DE C/Co							
		Fructosa		Glucosa		Sacarosa		FOS	
		C/Co	Desv. Estan	C/Co	Desv. Estan	C/Co	Desv. Estan	C/Co	Desv. Estan
Ti	0	1,000	0,000	1,000	0,000	1,000	0,000	1,000	0,000
T15	15	0,260	0,002	0,240	0,005	0,135	0,039	0,854	0,012
T30	30	0,514	0,005	0,393	0,007	0,145	0,139	0,557	0,014
T45	45	0,540	0,045	0,429	0,047	0,164	0,072	0,525	0,051
T60	60	0,258	0,007	0,211	0,003	0,108	0,007	0,271	0,003
T120	120	0,263	0,004	0,227	0,016	0,089	0,000	0,180	0,020
T180	180	0,269	0,013	0,218	0,039	0,100	0,015	0,193	0,043
T20	240	0,277	0,005	0,227	0,007	0,088	0,002	0,136	0,000
T300	300	0,256	0,020	0,214	0,008	0,079	0,006	0,185	0,020
T360	360	0,282	0,000	0,229	0,001	0,086	0,002	0,167	0,005

Fuente: Elaboración propia (2016)

ANEXO 29. Resultados de la cantidad de azúcar adsorbida en el equilibrio (q), empleando carbón activado granular

Tt	Tiempo(min)	CALCULO DE q							
		Fructosa		Glucosa		Sacarosa		FOS	
		Q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan	Q	Desv. Estan
Ti	0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
T15	15	0,105	0,000	0,073	0,000	0,052	0,002	0,537	0,001
T30	30	0,080	0,001	0,062	0,000	0,052	0,006	0,573	0,002
T45	45	0,077	0,004	0,060	0,003	0,051	0,003	0,577	0,006
T60	60	0,105	0,001	0,075	0,000	0,053	0,000	0,608	0,000
T120	120	0,104	0,000	0,073	0,001	0,054	0,000	0,620	0,002
T180	180	0,104	0,001	0,074	0,003	0,054	0,001	0,618	0,005
T240	240	0,103	0,000	0,073	0,000	0,054	0,000	0,625	0,000
T300	300	0,105	0,002	0,074	0,001	0,055	0,000	0,619	0,003
T360	360	0,102	0,000	0,073	0,000	0,054	0,000	0,621	0,001

Fuente: Elaboración propia (2016)

**ANEXO 30. Análisis de varianza (ANVA) en la adsorción de FOS,
empleando carbón activado granular**

Fuente	Suma de Cuadrados	GI	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	0,662684	9	0,0736316	7960,17	0,0000
Intra grupos	0,0000925	10	0,00000925		
Total (Corr.)	0,662777	19			

La tabla ANOVA descompone la varianza de q FOS en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 7960,17, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de q FOS entre un nivel de TIEMPO y otro, con un nivel del 95,0% de confianza.

**ANEXO 31. Pruebas de múltiple rangos (TUKEY), en la adsorción de
FOS, empleando carbón activado granular**

<i>TIEMPO</i>	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
0	2	0	X
15	2	0,537	X
30	2	0,5735	X
45	2	0,5775	X
60	2	0,6085	X
180	2	0,618	XX
300	2	0,619	XX
120	2	0,6195	XX
360	2	0,6215	X
240	2	0,625	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
0 - 15	*	-0,537	0,012052
0 - 30	*	-0,5735	0,012052
0 - 45	*	-0,5775	0,012052
0 - 60	*	-0,6085	0,012052
0 - 120	*	-0,6195	0,012052
0 - 180	*	-0,618	0,012052
0 - 240	*	-0,625	0,012052
0 - 300	*	-0,619	0,012052
0 - 360	*	-0,6215	0,012052
15 - 30	*	-0,0365	0,012052
15 - 45	*	-0,0405	0,012052
15 - 60	*	-0,0715	0,012052
15 - 120	*	-0,0825	0,012052
15 - 180	*	-0,081	0,012052
15 - 240	*	-0,088	0,012052
15 - 300	*	-0,082	0,012052
15 - 360	*	-0,0845	0,012052
30 - 45		-0,004	0,012052
30 - 60	*	-0,035	0,012052
30 - 120	*	-0,046	0,012052
30 - 180	*	-0,0445	0,012052

30 - 240	*	-0,0515	0,012052
30 - 300	*	-0,0455	0,012052
30 - 360	*	-0,048	0,012052
45 - 60	*	-0,031	0,012052
45 - 120	*	-0,042	0,012052
45 - 180	*	-0,0405	0,012052
45 - 240	*	-0,0475	0,012052
45 - 300	*	-0,0415	0,012052
45 - 360	*	-0,044	0,012052
60 - 120		-0,011	0,012052
60 - 180		-0,0095	0,012052
60 - 240	*	-0,0165	0,012052
60 - 300		-0,0105	0,012052
60 - 360	*	-0,013	0,012052
120 - 180		0,0015	0,012052
120 - 240		-0,0055	0,012052
120 - 300		0,0005	0,012052
120 - 360		-0,002	0,012052
180 - 240		-0,007	0,012052
180 - 300		-0,001	0,012052
180 - 360		-0,0035	0,012052
240 - 300		0,006	0,012052
240 - 360		0,0035	0,012052
300 - 360		-0,0025	0,012052

* indica una diferencia significativa.

ANEXO 32. Constancia de asesoramiento y ejecución para el desarrollo del trabajo de investigación



Universidad Nacional Agraria La Molina



Instituto de Biotecnología - Biotecnología Industrial
Jr. La Molina s/n. La Molina s/dpto. 15508 Lima-Perú. Telf. 614-7100 Anexo 426
<http://www.lamolina.edu.pe/instituto/ib/>
ib@lamolina.edu.pe

CONSTANCIA

El líder del laboratorio de Biotecnología Industrial del Instituto de Biotecnología de la UNALM, Dr. David Campos Gutiérrez deja constancia que la Sra:

Edith del Rosario Villanueva

Ha realizado el trabajo de investigación "Determinación de la cinética de adsorción de fructooligosacáridos, a partir del extracto de yacón (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl.), empleando resinas de Intercambio Iónico (Ca^{++} , K^+ , Na^+) y carbón activado", desde febrero del 2016 a Septiembre del 2016, demostrando durante este periodo responsabilidad y profesionalismo.

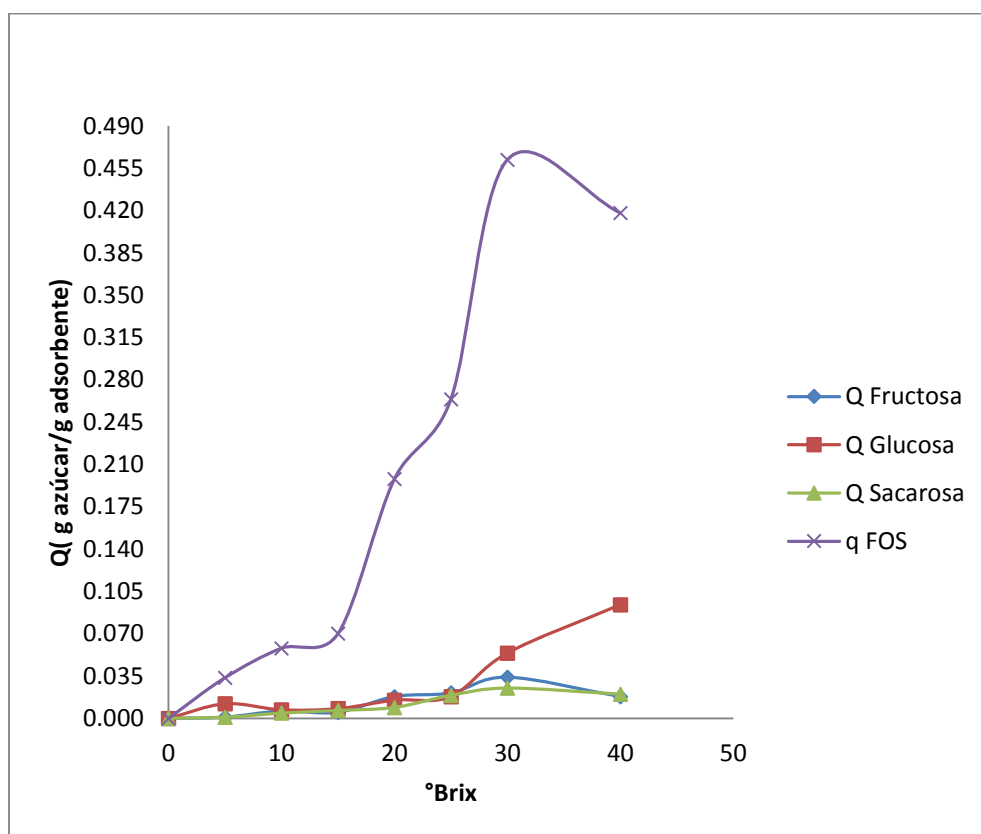
Se hace extensiva la presente y a solicitud de la Interesada y para los fines que estime conveniente.

La Molina 25 de Septiembre del 2016



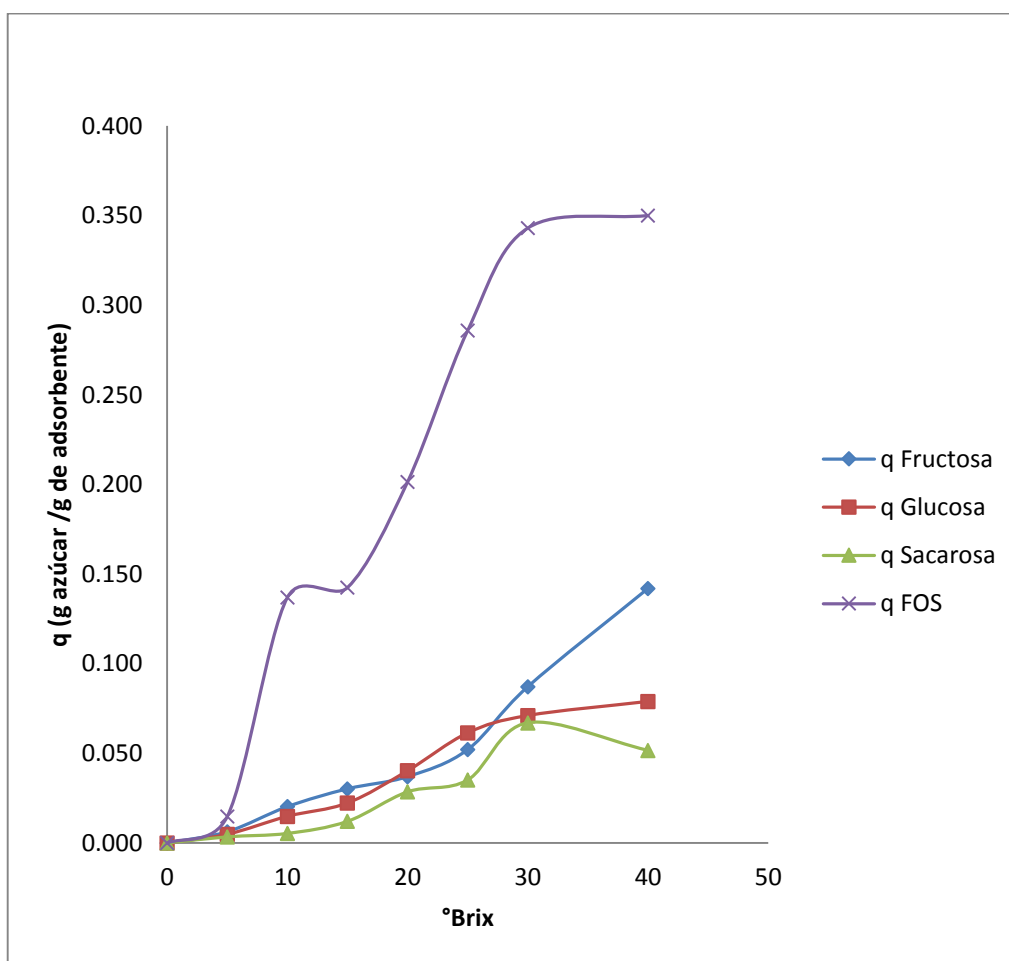
Dr. David Campos Gutiérrez
Biotecnología Industrial, Instituto de Biotecnología
Universidad Nacional Agraria La Molina

ANEXO 33. Isotermas de adsorción de azúcares, partir de un extracto de yacón, en DIAION UBK535Ca⁺⁺



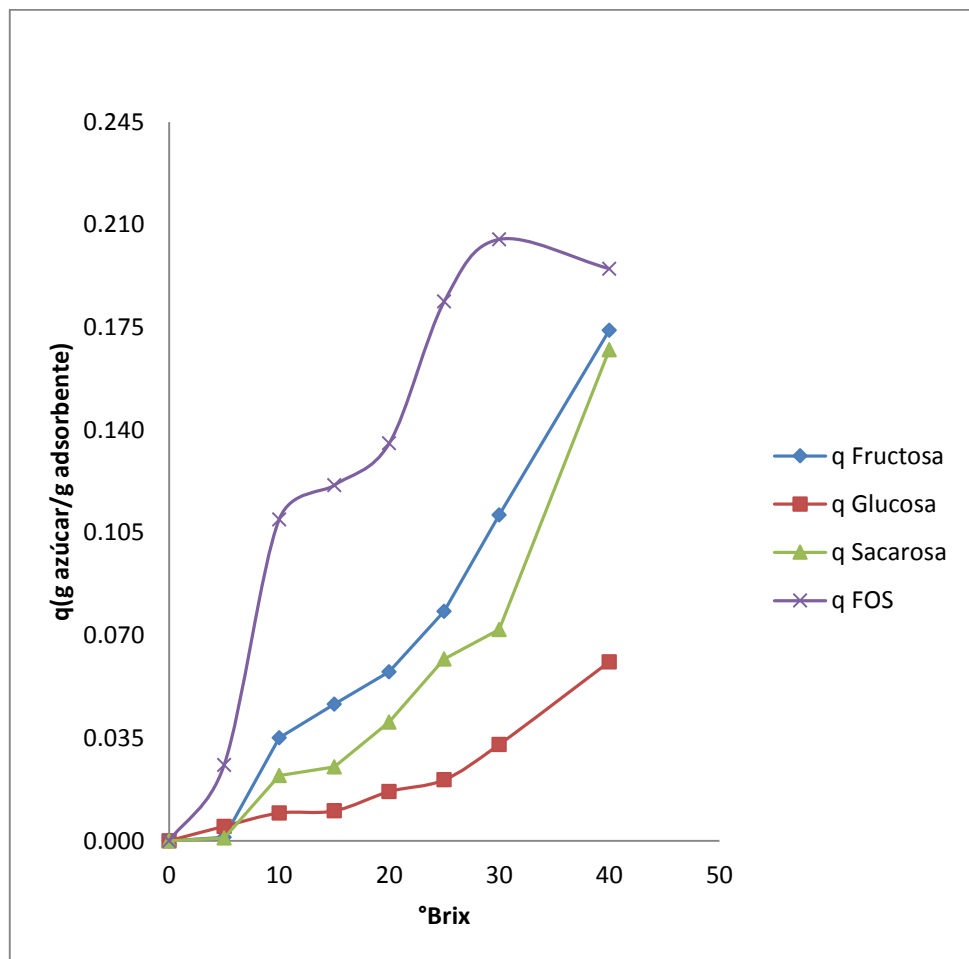
Fuente: Elaboración propia (2016)

ANEXO 34. Isothermas de adsorción de azúcares, a partir de un extracto de yacón, en DIAION UBK530Na⁺



Fuente: Elaboración propia (2016)

ANEXO 35. Isothermas de adsorción de azúcares, a partir de un extracto de yacón, en PUROLITE PCR642K⁺



Fuente: Elaboración propia (2016)