

## RESUMEN

Se comparan tres técnicas de análisis de la viscosidad de cátsup (viscosímetro Brookfield, consistómetro Bostwick y Copa de Ford). Se realizó un muestreo con 15 batches de producción obtenidos de la fábrica Elpidio Aguilar, La Habana, Cuba. Por cada batch se tomaron 2kg de muestra en los que se determinó la viscosidad respectiva mediante los tres métodos. Los resultados demostraron que las mediciones de viscosidad utilizando el

viscosímetro Brookfield a 2,5rpm y temperatura ambiente (26-27°C) fueron las más confiables debido a su precisión y repetibilidad. La buena correlación entre el consistómetro y la viscosidad calculada predice valores confiables de viscosidad aparente mediante el consistómetro de Bostwick. El cátsup presenta esfuerzo de fluencia y el modelo de Herschel-Bulkley es adecuado para describir su comportamiento de flujo.

## Introducción

La viscosidad es un atributo fundamental para determinar la calidad de muchos alimentos, líquidos y semisólidos. En algunos alimentos, como el cátsup, este atributo es el más importante ya que define la aceptación por parte del consumidor. Este producto debe mantener su forma en condiciones de reposo, y solo bajo pequeñas fuerzas externas debe extenderse y fluir fácilmente (Bourne, 2002). Dentro de los parámetros que contribuyen a las propiedades de flujo del cátsup se destacan la calidad de la materia prima (madurez y variedad del fruto) y las condiciones del proceso de elaboración.

Las propiedades reológicas juegan un papel importante en el diseño, evaluación y simulación de procesos. En efecto, se requieren datos reológicos del producto para ser utilizados como indicadores de calidad, para los cálculos del transporte del fluido (sistemas de bombeo, mezclado, extracción) y para el análisis en

tiempo real (en línea) del proceso de evaporación, deshidratación, pasteurización y esterilización. La concentración y la temperatura influyen en el comportamiento reológico de las pastas alimenticias, por lo cual es necesario determinar la viscosidad aparente del producto (Mathur, 2011, Cevoli *et al.*, 2013, Zhang *et al.*, 2014). Así como la viscosidad en los alimentos, el comportamiento reológico ha sido estudiado (cuantificado) ampliamente con medidas obtenidas a partir de viscosímetros rotacionales (Saha y Bhattacharya, 2010; Boncinelli *et al.*, 2013), correlacionándolos con instrumentos prototipo como el transductorrotacional de torque propuesto por Tamborriño *et al.* (2014), la espectroscopia infrarroja (Scibisz *et al.*, 2011, Wilkerson *et al.*, 2013.), viscosímetros vibracionales (Cullen *et al.*, 2001), ultrasonido (Dogan *et al.*, 2003) y consistómetro de Bostwick (Sahin y Ozdemir, 2007, Bayod *et al.*, 2008, Zhang *et al.*, 2014).

La viscosidad del cátsup se puede estudiar utilizando métodos para determinar sus propiedades fundamentales con un reómetro rotacional, y sus propiedades empíricas mediante el consistómetro de Bostwick y la copa de Ford. En cuanto a las propiedades reológicas, se han encontrado dificultades para su control industrial debido, entre otros factores, a la variabilidad agronómica y las condiciones de proceso durante la elaboración del cátsup. Desde el punto de vista industrial, los modelos reológicos obtenidos podrían ser útiles para determinar la naturaleza y calcular los principales parámetros reológicos del producto, cuyos procedimientos tradicionales son complejos, costosos y usualmente requieren tiempo, dificultando el desarrollo y mantenimiento de las acciones industriales. El principal objetivo de esta investigación fue comparar tres técnicas de análisis de la viscosidad (viscosímetro Brookfield, consistómetro Bostwick y Copa de Ford) para determinar los

parámetros fundamentales en el cátsup.

## Materiales y Métodos

Las muestras de cátsup se obtuvieron en la Fábrica Elpidio Aguilar, La Habana, Cuba, siguiendo las normas de control de proceso productivo establecidas en la empresa (NEIAL 1645.227:2008). Aleatoriamente se seleccionaron 15 batches de producción para el muestreo. De cada batch se utilizaron 2kg de muestra a temperatura ambiente (26-27°C). Las muestras se caracterizaron mediante la determinación de cloruros, sólidos solubles, acidez y viscosidad. El contenido de cloruros se determinó según la norma cubana NC 77-22-5:1982, el índice de acidez según la norma cubana NC 77-22-7:1982 y los sólidos solubles mediante un refractómetro de mesa Abbe (NC-ISO 2173:2001).

Para la determinación del tiempo de flujo se utilizó una Copa Ford con un recipiente de 100ml y orificio de 8mm

## PALABRAS CLAVE / Consistómetro de Bostwick / Copa de Ford / Viscosidad / Viscosímetro de Brookfield /

Recibido: 21/10/2015. Modificado: 20/09/2016. Aceptado: 21/09/2016.

**Armando Alvis.** Ingeniero de Alimentos, Universidad INCCA de Colombia. Doctor en Ingeniería de Alimentos, Universidad del Valle, Colombia. Profesor, Universidad de Córdoba (UniCor), Colombia.

**Elvis J. Hernández.** Ingeniera de Alimentos, UniCor, Colombia. Doctora en Ciencia y Tecnología de Alimentos e Ingeniería Química, Universidad Autónoma de Madrid, España. Profesora, Universidad de

Sucre (UniSucre), Colombia. Dirección: Programa de Ingeniería Agroindustrial. Facultad de Ingeniería, UniSucre. Carrera 28 N° 5-267 Sincelejo - Sucre, Colombia. e-mail: elvis.hernandez@unisuc.edu.co

**Carlos García-Mogollón.** Ingeniero de Alimentos y Maestro en Ciencias Agroalimentarias, UniCor, Colombia. Profesor, UniSucre, Colombia

## TECHNIQUES OF KETCHUP VISCOSITY ANALYSIS

Armando Alvis, Elvis J. Hernández and Carlos García-Mogollón

### SUMMARY

Three techniques for the analysis of ketchup viscosity (Brookfield, consistometer Bostwick and Ford Cup viscometer) are compared. Fifteen production batches obtained from the Elpidio Aguilar factory, Havana, Cuba were sampled. Viscosity was determined in 2kg samples from each batch, using the three methods. Results showed that viscosity measurements using the

2.5rpm Brookfield viscometer at ambient temperature (26-27°C) are more reliable due to its precision and repetitiveness. The good correlation between consistometer and calculated viscosity predicts reliable values of apparent viscosity by Bostwick consistometer. The ketchup presents creep effort and the Herschel-Bulkley model is adequate to describe its flow behavior.

## TÉCNICAS DE ANÁLISE DE VISCOSIDADE EM KETCHUP

Armando Alvis, Elvis J. Hernández e Carlos García-Mogollón

### RESUMO

Comparam-se três técnicas de análise da viscosidade de ketchup (viscosímetro Brookfield, consistômetro Bostwick e Copo Ford). Foi realizada uma amostragem com 15 lotes de produção obtidos da fábrica Elpidio Aguilar, La Habana, Cuba. De cada lote se colheram 2kg de amostra nos quais foi determinada a viscosidade respectiva mediante os três métodos. Os resultados demonstraram que as medições de viscosidade utilizando o visco-

símetro Brookfield a 2,5rpm e temperatura ambiente (26-27°C) resultaram as más confiáveis devido à sua precisão e repetitividade. A boa correlação entre o consistômetro e a viscosidade calculada prediz valores confiáveis de viscosidade aparente mediante o consistômetro de Bostwick. O ketchup apresenta esforço de fluência e o modelo de Herschel-Bulkley é adequado para descrever seu comportamento de fluxo.

de diámetro, según la norma cubana NC 77-22-13:1982. Para evaluar la consistencia se empleó un consistómetro Bostwick con dimensiones del recipiente de 4,3×8,5×6,8cm y canal de flujo graduado en escala de 0,5cm tomando la lectura de distancia de flujo después de 15 y 30s. Finalmente, para la viscosidad se usó un viscosímetro Brookfield modelo HBT, con disco HB1 y se tomaron lecturas a 1, 2,5 y 5rpm.

Se tomaron dos muestras de 2kg de catsup del cada lote de producción, con 10 réplicas para cada uno de los instrumentos utilizados (Brookfield, Bostwick y Copa). Se calculó la media, desviación típica, coeficiente de variación y el intervalo de confianza según la norma cubana NCTS-368:2004. Dos de las producciones con valores de consistencia extremos se caracterizaron reológicamente utilizando un reoviscosímetro de cilindros concéntricos Haake Rotovisko modelo RV20 para obtener las curvas de flujo a 25°C.

La correlación entre la distancia D de Bostwick y la

viscosidad aparente del viscosímetro de Brookfield se ajustó a un modelo lineal ( $y = a + bx$ ). La viscosidad aparente  $\mu$  fue definida por el modelo que relaciona la tensión de cizalla  $\tau$  con la tasa de deformación  $\dot{\gamma}$  ( $\mu = \tau/\dot{\gamma}$ ) y las curvas fueron evaluadas usando los modelos reológicos de Ostwald-de Waele ( $\tau = K\dot{\gamma}^n$ ) y Herschel-Bulkley ( $\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n$ ), donde  $\tau_0$ : tensión de inicio, K: coeficiente de consistencia (Pas<sup>n</sup>) y n: índice de flujo. Para el ajuste de los modelo se usaron los datos de las 10 réplicas y no la media de dichos datos, con un nivel de significancia del 95%.

### Resultados y Discusión

En la Tabla I se muestra la caracterización físico-química del catsup. Todos los parámetros de calidad evaluados se encuentran dentro de los intervalos establecidos por la norma NEIAL 1645.209:2004. El coeficiente de variación para cada uno de los parámetros es bajo, lo cual indica que la producción de catsup se lleva a cabo mediante un proceso debidamente estandarizado.

Los parámetros del modelo de regresión y los coeficientes de determinación obtenidos en la regresión entre la distancia de Bostwick (D) y la viscosidad aparente del viscosímetro de Brookfield a 1; 2,5 y 5,0rpm mostraron una relación estadísticamente significativa ( $p < 0,05$ ). Coeficientes de determinación de 85,43; 88,06 y 87,4% respectivamente y la prueba de falta de ajuste determinaron que el modelo lineal es adecuado para describir los datos observados ( $0,2621 < p < 0,8663$ ).

La Figura 1 muestra los resultados de la relación entre las viscosidades aparentes y la distancia de flujo medidos al cabo de 30s. Como se observa, los datos obtenidos por el consistómetro se ajustan mejor a la recta del análisis de regresión (Figuras 1a, b y c) que los obtenidos mediante Copa

de Ford (Figura 1d). Las condiciones de 2,5rpm en el viscosímetro de Brookfield reportan el mayor ajuste de los datos experimentales a la línea de regresión (Figura 1b), lo que sugiere una mayor precisión y repetibilidad en la medida de la viscosidad mediante estas especificaciones. Para ambos se comprueba la relación inversa que existe entre la viscosidad aparente y la distancia de flujo (Sahin y Ozdemir, 2004).

Los valores obtenidos de la Copa Ford (Figura 1d) se ubican en el intervalo de 11-14s, el cual es mucho menor comparado con los otros. En un intervalo de 3s se encuentran todos los resultados de viscosidad, la que oscila aproximadamente entre 18000 y 32000 cp. Ello indica que la Copa de Ford no es capaz de discriminar diferencias entre viscosidades, por lo que

TABLA I  
RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICOS

	Índice de acidez (%)	Sólidos solubles (°Brix)	Cloruros (%)
Media	1,74 ±0,13	27,2 ±1,4	1,78 ±0,15
CV (%)	7,37	5,3	8,42

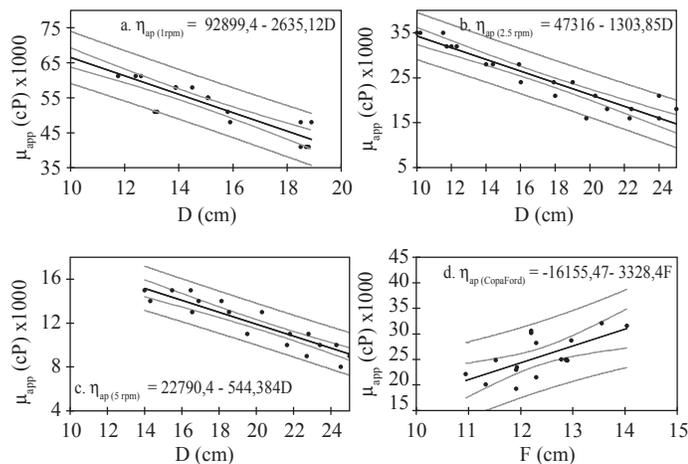


Figura 1. Relación entre viscosidad aparente, distancia (D) y tiempo flujo (F).

resulta poco sensible ( $R^2$  ajustado= 39,1%).

Los coeficientes de correlación >85% permiten reportar mediciones de viscosidad aparente con las lecturas del consistómetro de Bostwick; caso contrario con las lecturas de la Copa de Ford que resultaron no significativas ( $p>0,05$ ) y con coeficientes de correlación muy bajos. En consecuencia, el consistómetro de Bostwick es un instrumento que puede sustituir la medición de la viscosidad aparente por lecturas de la distancia de flujo obteniendo de esta manera resultados confiables de viscosidad o consistencia del producto. Resultados similares han sido reportados por McCarthy *et al.* (2008), quienes reportan un coeficiente de determinación de 0,94. Mazaheri (2007) correlacionó el efecto del cambio de temperatura y °Brix del cátsup con las distancia de Bostwick y obtuvo un  $R^2=0,94$ ; Cevoli *et al.* (2013) reportaron una correlación de 0,97-0,99 en los parámetros de los modelos exponencial, lineal y ley de potencia del comportamiento

reológico, obteniendo un modelo de la viscosidad aparente mediante la lectura de voltaje de un viscosímetro y validándolo con respecto a un reómetro cilíndrico coaxial a 25°. Otros autores han correlacionado medidas reológicas fundamentales empíricas mediante aplicación en línea. Tamborino *et al.* (2014) obtuvieron un modelo que relaciona el torque ( $T_0$ ) de un trasductor rotacional de torque con el índice de consistencia (K) y el índice de flujo (n), proponiendo un modelo que mostró predicción ( $R^2=0,61$ ) al correlacionarlo con un viscosímetro rotacional Brookfield. Zhang *et al.* (2014) correlacionaron un espectroscopio de microondas con un consistómetro de Bostwick y obtuvieron un buen ajuste para predecir con exactitud ( $R^2>0,92$ ,  $RMS<0,7cm$ ). De los resultados de esta investigación se concluye que es posible determinar la propiedad reológica del cátsup usando el consistómetro de Bostwick y el modelo que correlaciona la distancia con la viscosidad aparente.

TABLA II  
RESULTADOS DE LOS PARÁMETROS DE CONTROL

Parámetros	Brookfield (cp)			Bostwick (cm)		Copa Ford (s)
	(rpm)			Tiempo (s)		
	1	2,5	5	15	30	
Media	63200	31000	10240	15,2	17,1	12,2
Desviación típica	2252	790	626	0,7	0,5	1,0
Coefficiente de variación (%)	3,5	2,5	6,1	4,5	3,0	8,3
Intervalo de confianza	±6756	±2370	±1878	±2,1	±1,5	±3,0

TABLA III  
PARÁMETROS REOLÓGICOS  
DE LOS MODELOS APLICADOS

Ostwald-de Waele			Herschel-Bulkley			
$R^2$	K(Pas <sup>n</sup> )	n	$\tau_0$	$R^2$	K(Pas <sup>n</sup> )	n
0,974	12,07	0,33	22,67	0,963	1,47	0,64

#### Determinación de la precisión de los viscosímetros

En la Tabla II se presentan los resultados de la estadística descriptiva de la medición realizada. Se aprecia que las mediciones con el viscosímetro Brookfield, tomando las lecturas a 2,5rpm ofrecen los valores más bajos del coeficiente de variación, por lo que resulta la técnica más precisa entre todas. Las mediciones de la distancia de flujo con el consistómetro Bostwick tienen mayor precisión que las realizadas con la Copa de Ford (Tabla II). Las técnicas de Brookfield con lecturas a 2,5rpm y el consistómetro Bostwick a 30s de flujo son las más confiables y precisas para determinar la viscosidad del producto, debido a que con estas se logra menor error durante la medición.

#### Caracterización reológica del cátsup

Los parámetros reológicos se ajustaron acorde a los modelos de Ostwald de Waele y Herschel-Bulkley (Tabla III). Las curvas de flujo no son lineales sino que presentan concavidad, mostrando un rápido ascenso del esfuerzo de cizalla hasta alcanzar un determinado valor ( $\tau_0$ ) a partir del cual ocurre el flujo del material. Los coeficientes de determinación de los modelos reológicos fueron altamente significativos ( $p<0,05$ ).

El cátsup tuvo un comportamiento pseudoplástico y puede ser modelado reológicamente a través de la expresión de Herschel-Bulkley. Esto indica que se trata de un producto de estructura compleja con la presencia de una fase dispersante líquida donde se encuentran componentes total o parcialmente solubles (azúcares de baja masa molecular, proteínas, pectina y otros polisacáridos menores) y una fase dispersa compuesta por sólidos insolubles (fibra del tomate, polisacáridos de alta masa molecular). Estos componentes forman un gel débil con una tensión crítica baja, cuya concentración de las partículas, el tamaño y morfología controlan el comportamiento reológico de los derivados del tomate (Moelants *et al.*, 2014).

El cátsup en estudio presenta valores superiores a los reportados por Varela *et al.* (2003) para cátsup elaborado con diferentes gomas a una temperatura de 20°C (esfuerzo de fluencia  $\tau_0=7,5Pa$ , índice de consistencia  $K=0,25-0,47$ ). Para el caso específico de n, los valores reportados por Varela *et al.* (2003) son mayores ( $n=0,7-0,8$ ) a los encontrados en el presente estudio, lo cual tiende a un mayor acercamiento al comportamiento lineal (ideal) de la curva de flujo y por tanto, al modelo de Bingham.

Los valores de K y n obtenidos en este trabajo coinciden con aquellos reportados por Adhikari y Jindal (2001) para cátsup de la firma Heinz evaluados reológicamente mediante viscosimetría de tubo a la temperatura de 25°C los cuales oscilan para K entre 1,6 y 10,3 Pas<sup>n</sup> y para n entre 0,34 y 0,55.

#### Conclusiones

La buena correlación entre el consistómetro y la viscosidad

calculada predice valores confiables de viscosidad aparente en el cátsup mediante el consistómetro de Bostwick.

El método que utiliza la Copa de Ford para el análisis de la viscosidad aparente del cátsup no es capaz de establecer diferencias apreciables entre viscosidades de diferentes producciones, por lo que es poco sensible y menos preciso que los métodos antes citados.

El cátsup presenta propiedades de flujo que responden al modelo de Herschel-Bulkley con un valor del esfuerzo de fluencia de 22,67Pa.

#### REFERENCIAS

- Adhikari B, Jindal VK (2001) Fluid flow characterization with tube viscometer data. *J. Food Eng.* 50: 229-234.
- Bayod E, Willers E, Tornberg E (2008) Rheological and structural characterization of tomato paste and its influence on the quality of ketchup. *Food Sci. Technol.* 41: 1289-1300.
- Boncinelli P, Catalano P, Cini E (2013) Olive paste rheological analysis. *Am. Soc. Agric. Biol. Eng.* 56: 237-243.
- Cevoli Ch, Balestra F, Luigi Ragni L, Fabbri A (2013) Rheological characterisation of selected food hydrocolloids by traditional and simplified techniques. *Food Hydrocoll.* 33: 142-150.
- Cullen PJ, Duffy AP, O'Donnell CP (2001) In-line consistency monitoring of tomato based products using vibrational process viscometry. *J. Food. Proc. Preserv.* 25: 337-351.
- Dogan N, McCarthy MJ, Powell RL (2003) Comparison of in-line consistency measurement of tomato concentrates using ultrasonics and capillary methods. *J. Food Proc. Eng.* 25: 571-587.
- Mathur NK (2011) Rheology of hydrocolloids. En *Industrial Galactomannan Polysaccharides*. CRC Press. Londres, RU. pp. 41-48.
- McCarthy KL, Sacher RF, Garvey TC (2008) Relationship between rheological behavior and Bostwick measurement during manufacture of ketchup. *J. Text. Stud.* 39: 480-495.
- Mazaheri M, Ghandi A (2007) Modification of Bostwick method to determine tomato concentrate consistency. *J. Food Eng.* 79: 1483-1486.
- Moelants KRN, Cardinaels R, Jolie RP, Verrijssen TAJ, Van Buggenhout S, Van Loey AM, Moldenaers P, Hendrickx ME (2014) Rheology of concentrated tomato-derived suspensions: Effects of particle characteristics. *Food Bioproc. Technol.* 7: 248-264.
- NC 77-22-5 (1982) *Determinación del Contenido de Cloruro de Sodio del Cátsup*. Norma Cubana. La Habana, Cuba.
- NC 77-22-7 (1982) *Determinación de Acidez del Cátsup*. Norma Cubana. La Habana, Cuba.
- NC 77-22-13 (1982) *Determinación de la Viscosidad Aparente del Cátsup*. Norma Cubana. La Habana, Cuba.
- NC ISO 2173 (2001) *Determinación del Contenido de Sólidos Solubles. Código Refractométrico del Cátsup*. Norma Cubana. La Habana, Cuba.
- NEIAL 1645.209 (2004) Norma de Especificaciones de Calidad del Cátsup. IIIA. La Habana, Cuba.
- NEIAL 1645.227 (2008) Norma de Control de Proceso Productivo del Cátsup. IIIA. La Habana, Cuba.
- Saha D, Bhattacharya S (2010) Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. *J. Food Sci. Technol.* 47: 587-597.
- Sahin H, Ozdemir F (2004) Effect of some hydrocolloids on the rheological properties of different formulated ketchups. *Food Hydrocoll.* 18: 1015-1022.
- Sahin H, Özdemir F (2007) Effect of some hydrocolloids on the serum separation of different formulated ketchups. *J. Food Eng.* 81: 437-446.
- Scibisz I, Reich M, Bureau S, Gouble B, Causse M, Bertrand D, Renard CMGC (2011) Mid-infrared spectroscopy as a tool for rapid determination of internal quality parameters in tomato. *Food Chem.* 125: 1390-1397.
- Tamborrino A, Catalano P, Leone A (2014) Using an in-line rotating torque transducer to study the rheological aspects of malaxed olive paste. *J. Food Eng.* 126: 65-71.
- Varela P, Gámbaro A, Giménez AM, Durán I, Lema P (2003) Sensory and instrumental texture measures on ketchup made from different thickeners. *J. Text. Stud.* 34: 317-330.
- Wilkerson ED, Anthon GE, Barrett DM, Sayajon GFG, Santos AM, Rodríguez-Saona LE (2013) Rapid assessment of quality parameters in processing tomatoes using hand-held and benchtop infrared spectrometers and multivariate analysis. *J. Agric. Food Chem.* 61: 2088-2095.
- Zhang L, Schultz M, Cash R, Barrett D, McCarthy M (2014) Determination of quality parameters of tomato paste using guided microwave spectroscopy. *Food Contr.* 40: 214-223.