

Título de la Tesis: "Clarificación de jugos de fruta por ultrafiltración"

Doctorado en Ingeniería Química

Autor: Constenla, Diana Teresita

Directores: Dr. Jorge Lozano

## Resumen

---

La República Argentina es uno de los principales productores de jugo de manzana concentrado del mundo, procesando casi 400000 toneladas por año. La clarificación del jugo, que se realiza antes de la etapa de concentración, en la industria nacional se efectúa utilizando agentes químicos y sucesivas etapas de filtrado. En otros países, en cambio, se está utilizando una tecnología relativamente nueva para la clarificación de jugos de fruta: *La Ultrafiltración*, que presenta una serie de ventajas potenciales como tecnología alternativa frente al método convencional.

La Ultrafiltración es un proceso de separación con membrana cuya fuerza impulsora es la diferencia de presión, separa partículas disueltas o en suspensión sin involucrar un cambio de fase; cuando una solución de macromoléculas es ultrafiltrada se generan dos corrientes, una rica en solvente, que atraviesa la membrana y se denomina permeado, la otra corriente rica en sustancias macromoleculares se denomina concentrado o retenido. Para el caso particular de la ultrafiltración de jugo de manzana, el permeado está constituido por agua y sólidos solubles de bajo peso molecular (azúcares, ácidos orgánicos, aromas, taninos) y el retenido está compuesto principalmente por sustancias coloidales (pectinas, almidones) y sólidos insolubles.

En la literatura se ha desarrollado poca información sobre esta tecnología de filtración con membrana aplicada a soluciones que contengan pectinas y almidones. El objetivo de esta tesis fue realizar un estudio sobre el proceso de ultrafiltración aplicado a la clarificación de jugos de frutas, observar la influencia de las variables operativas del proceso, determinar las propiedades del producto obtenido y comparar esta nueva tecnología con el proceso de clarificación convencional.

Con este fin se realizaron experiencias con jugo de manzana en un equipo de ultrafiltración AMICON escala piloto con membranas de fibras huecas de diferente poder de corte. La temperatura del proceso se fijó en 50°C, que es la temperatura a la cual se recibe el jugo que sale de las prensas y va a la etapa de clarificación. Se estudió la influencia de las principales variables operativas (presión, caudal de recirculación y concentración), así como también el efecto de los pretratamientos que se realizan sobre el jugo alimentado al sistema.

## Título de la Tesis: “Clarificación de jugos de fruta por ultrafiltración”

Doctorado en Ingeniería Química

Autor: Constenla, Diana Teresita

Directores: Dr. Jorge Lozano

En el Capítulo I se presenta una descripción general de los procesos de separación, especialmente de la ultrafiltración, los tipos de membranas existentes en el mercado y las diferentes configuraciones en que se comercializan. Luego se mencionan las principales variables del proceso para que el lector se familiarice con la terminología que se emplea en este trabajo y la descripción del equipo experimental. También se presenta una descripción general del proceso de fabricación de jugo de manzana concentrado, utilizando los dos métodos de clarificación (convencional y ultrafiltración) y se realiza un análisis económico comparativo de estas dos tecnologías.

En el Capítulo II, en primera instancia se estudiaron los efectos de la temperatura y la concentración sobre las propiedades termofísicas del jugo clarificado (permeado) y sobre el jugo retenido. Se determinaron la densidad, la viscosidad, la conductividad térmica y el calor específico del jugo clarificado en diferentes condiciones entre 20. y 90.°C y 12.0 a 70.0 °Brix. Los datos experimentales fueron descriptos en función de las correspondientes propiedades del agua pura y comparados con el comportamiento de soluciones de azúcares. Los resultados obtenidos se utilizaron para derivar modelos matemáticos y correlaciones para predecir estas propiedades como función de la temperatura y la concentración de sólidos solubles.

En cuanto al jugo retenido el estudio se enfocó principalmente en su comportamiento reológico, que es de suma importancia en el proceso de ultrafiltración. La densidad del jugo de manzana retenido, resultó ser prácticamente independiente de la concentración de macromoléculas en el mismo y su variación con la temperatura fue ajustada por medio de una ecuación lineal. El comportamiento reológico del retenido fue estudiado en un reómetro con geometría de cono y plato a diferentes temperaturas (entre 25 y 45°C). Se encontró que la viscosidad aparente está bien representada por la ley de la potencia,  $\eta_a = K \dot{\gamma}^{n-1}$ , el coeficiente de consistencia ( $K$ ) y el coeficiente de comportamiento al flujo ( $n$ ) fueron correlacionados en función de la concentración y la temperatura y se encontró una expresión general para la viscosidad aparente, válida para el rango de velocidades de deformación entre 100. y 1000.  $\text{seg}^{-1}$ .

Se observaron algunas pérdidas de pectina durante el proceso de ultrafiltración, probablemente debido a la adsorción de las mismas sobre la membrana o por quedar retenidas en la capa de polarización. Tanto las propiedades del jugo clarificado, que en este caso sería el permeado como las propiedades del jugo retenido se utilizaron en el modelamiento del proceso de ultrafiltración.

Título de la Tesis: “Clarificación de jugos de fruta por ultrafiltración”

Doctorado en Ingeniería Química

Autor: Constenla, Diana Teresita

Directores: Dr. Jorge Lozano

Para realizar el estudio de transferencia de masa y cantidad de movimiento en las fibras de ultrafiltración (Capítulo III) existen algunos parámetros que se deben determinar con antelación utilizando como solución recirculante el solvente (jugo clarificado). Es así que se realizaron experiencias en el equipo de ultrafiltración no permitiéndole filtrar (con las válvulas de permeado cerradas), para determinar longitud efectiva y radios efectivos de las fibras y con las válvulas de permeado abiertas, para determinar permeabilidad de cada una de las membranas. Estos valores fueron de utilidad para describir el comportamiento del flujo de permeado a través de los distintos modelos propuestos en la literatura.

Con los datos obtenidos se planteó el problema de ultrafiltración en una fibra utilizando las ecuaciones de continuidad y cantidad de movimiento y se aplicó una solución analítica (Terrill y col., 1963) para hallar los perfiles de velocidad y presión dentro de la fibra, la que luego fue corroborada con los resultados experimentales.

En el Capítulo IV se presenta un estudio del comportamiento del flujo de permeado límite estacionario en la ultrafiltración de jugo de manzana, definido como el flujo de permeado máximo que se alcanza al aumentar la presión, determinándose el efecto del caudal de recirculación y de la concentración del retenido en un rango de presiones entre 0.00 y 1.80 Kg/cm<sup>2</sup>. El flujo (J) muestra un incremento asintótico al aumentar la presión y se vuelve independiente de la misma cuando alcanza un determinado valor, que aumenta con la concentración y con el caudal de recirculación. Para analizar los resultados experimentales se utilizaron los modelos de resistencias en serie, teoría del film y superficie renovable, ampliamente discutidos en la literatura.

El ajuste de los datos experimentales del flujo en función de la presión, con el modelo para flujo laminar de Leveque fue aceptable en la zona donde hay control por transferencia de masa (presiones elevadas). El modelo semiempírico de superficie renovable (Koltuniewicz, 1982) describe en forma apropiada el comportamiento flujo-presión en toda la región de presiones.

En el Capítulo V se efectuó una revisión de los diferentes modelos matemáticos utilizados para describir el proceso de ultrafiltración en función del tiempo. Este capítulo cubre un área de importancia crucial en los procesos de membranas y especialmente en la ultrafiltración: el ensuciamiento de la membrana.

El ensuciamiento se manifiesta por la reducción del flujo de permeado con el tiempo de operación aún cuando la concentración del retenido y todos los parámetros

**Título de la Tesis: “Clarificación de jugos de fruta por ultrafiltración”**

**Doctorado en Ingeniería Química**

**Autor: Constenla, Diana Teresita**

**Directores: Dr. Jorge Lozano**

operativos permanezcan constantes. Se encontró que este comportamiento está bien representado por la ecuación exponencial del modelo de superficie renovable.

También se estudió en este capítulo la variación del flujo de permeado a medida que se incrementa la concentración del retenido y se encontraron modelos que describen el comportamiento de esta variable en función del tiempo (modelo de filtración sobre torta, Mietton-Peuchot y col., 1964) y la concentración (modelo de Heatherbell, 1977).

Para estudiar la formación de la capa de gel sobre las membranas se utilizó un microscopio electrónico de transmisión (TEM). Se pudo observar la estructura de la capa de gel y el espesor de la misma para diferentes concentraciones de la alimentación y en diferentes posiciones a lo largo de la fibra.

En el Capítulo VI se realizó la simulación del proceso de ultrafiltración a través de un programa de cómputo, utilizando la ecuación que relaciona al flujo de permeado con la concentración. De este estudio se concluye que el caudal de recirculación es la variable fundamental a tener en cuenta para aumentar la eficiencia del proceso de ultrafiltración.

Luego de estudiar la influencia de las variables operativas se optimizó el proceso a través de un programa de optimización GAMS, teniendo como objetivo principal maximizar el volumen de permeado y el flujo de permeado.

Por último (Capítulo VII) se efectuó un análisis de la calidad del producto obtenido por ultrafiltración con las distintas membranas comparándolo con el producto que se obtiene realizando la clarificación en forma convencional, para esto se llevaron a cabo estudios de color y turbiedad. También se determinó la velocidad de pardeamiento de los diferentes jugos almacenados en condiciones desfavorables de temperatura (37.5°C), durante un periodo de 33 semanas.

La calidad del jugo ultrafiltrado con las membranas de fibras huecas se comparó favorablemente con el jugo clarificado en forma convencional durante todo el periodo de conservación. El tratamiento con pectinasa previo a la ultrafiltración aumenta el color inicial del jugo y la velocidad de pardeamiento. En cambio no se encontraron diferencias significativas en los valores de turbiedad después del almacenaje para los diferentes tratamientos.