

# **UNIVERSIDAD NACIONAL DEL LITORAL**

## **FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**

Tesis presentada como parte de los requisitos de la Universidad Nacional del Litoral, para la obtención del grado académico de:

**MAGISTER**

En el campo de:

**CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS**

Título de la Tesis:

**ESTUDIOS DE OBTENCIÓN DE PECTINA APLICANDO PROCESOS DE MEMBRANA**

Institución donde se realizó:

- **Instituto de Tecnología de Alimentos – Facultad de Ingeniería Química (U.N.L.)**
- **Facultad de Ciencias de la Alimentación (UNER)**

Nombre y Apellido del autor:

**DAMIAN ELISEO STECHINA**

Nombre y Apellido del Director de Tesis:

**Dr.: MIGUEL SALVADOR PAULETTI**

Nombre y Apellido de los miembros del Jurado de la Tesis:

\* **Ing. RAUL GARROTE**

\* **Dr. ROQUE HOURS**

\* **Ing. DANIEL GUEMES**

Año de presentación:

**2005**

## Agradecimientos

Deseo expresar un profundo agradecimiento a todos los que hicieron posible la concreción de esta Tesis de Maestría

- A las Autoridades de la U.N.E.R. por la Beca de Cuarto Nivel otorgada para solventar parcialmente los gastos ocasionados en la concreción de este objetivo.
- A las Autoridades del I.N.T.I. - C.I.T.I.L. quienes me facilitaron, en préstamo, un equipo de ultrafiltración LAB DDS 20 para la realización de las actividades experimentales.
- A Nicolás Stechina por su colaboración en la concreción de las actividades experimentales.
- A los organizadores de los siguientes Eventos Científicos donde se expusieron aspectos parciales de este trabajo:
  - V Jornadas de Ingeniería en Alimentos. F.C.A. U.N.E.R. Concordia, 2002. *“Ultrafiltración de extracto pectínico. Influencia de la temperatura, factor de concentración y diafiltración en el flujo de permeación”*
  - XIII Seminario Latinoamericano y del Caribe de Ciencia & Tecnología de alimentos. Montevideo, República Oriental del Uruguay. 2004 *“Determinación de la resistencia hidráulica de membrana de ultrafiltración e influencia de variables operativas en el flujo de permeado de extracto Pectínico”*.
  - X Congreso Argentino de Ciencia y Tecnología de Alimentos. Mar Del Plata. 2005. *“Ultrafiltración de extracto pectínico. Influencia de variables operativas en el flujo de permeado”*.
  - II Jornadas de Difusión de Proyectos de Investigación - Extensión – U.N.E.R. 2005. *“Ultrafiltración de extracto pectínico. Influencia de variables operativas en el flujo de permeado”*.

---

**INDICE DE CONTENIDOS**

	Página
<b>Resumen</b>	1
<b>Capítulo 1.- Introducción</b>	3
1.1 – Cítricos. Antecedentes históricos	3
1.1.1 - Regiones productoras de citrus	3
1.1.2 - Origen y producción de limón	6
1.1.3 - Botánica y variedades	8
1.1.4 – Importancia del mesocarpio	13
1.2 - Utilización del residuo cítrico	14
1.2.1 - Potenciales usos del residuo cítrico	14
1.2.2 - Pectina. Aspectos químicos	15
1.2.2.1 – Propiedades químicas	17
1.2.2.2 – Propiedades físicas	20
1.2.3 - Procesos de elaboración de pectina	23
1.3 - Procesos de membrana	25
1.3.1 - Aspectos generales	25
1.3.2 - Propiedades de las membranas semipermeables	31
1.3.3 – Variables de proceso	36
1.4 – Procesos de deshidratación	37
1.4.1 – Secado por atomización	39
1.4.1.1 – Fundamento y clasificación de los atomizadores	40
1.4.4.2 – Microestructura y reconstitución de los productos atomizados	41
1.5 – Discusión de técnicas analíticas utilizadas	42
1.5.1 - Métodos de detección de pectinas	43
1.5.2 - Métodos de medida del grado de esterificación	43
1.5.3 - Métodos de metilación	44
1.5.4 - Métodos eléctricos	44

---

	Página
1.5.5 - Métodos espectroscópicos	45
1.5.6 - Métodos cromatográficos	46
1.5.7 - Osmometría de membrana	47
1.5.8 – Viscosimetría	47
1.6 – Caracterización reológica de geles de pectina	48
<b>Capítulo 2.- Objetivos</b>	51
<b>Capítulo 3.- Materiales y métodos</b>	52
3.1 - Materiales	52
3.2- Análisis estadístico	52
3.3 – Descripción del método de obtención de pectina y diagrama de flujo	52
3.3.1 – Experiencias de acondicionamiento de cáscara de limón.	52
3.3.2 – Experiencias de extracción de pectina.	53
3.3.3 – Experiencia de obtención de pectina por el método convencional	54
3.3.4 – Experiencias de concentración por ultrafiltración	54
3.3.4.1 - Experiencias previas	57
3.3.4.1.1 - Protocolo de limpieza y acondicionamiento del equipo de ultrafiltración	57
3.3.4.1.2 - Determinación de la resistencia intrínseca de membrana	58
3.3.4.1.2.1 – Cálculo de la resistencia intrínseca de la membrana	58
3.3.4.2 – Concentración de extracto pectínico	60
3.3.5 - Experiencias de secado por atomización	62
3.3.6 – Experiencias de gelificación	63
3.4 – Métodos analíticos	64
3.4.1 - Determinaciones analíticas fisicoquímicas	64

---

	Página
3.4.2 - Determinaciones reológicas. Análisis texturómetro (Método Comparativo de Fuerzas de Ruptura y Fragilidad / Elasticidad de Geles Formulados)	69
<b>Capítulo 4.- Resultados y discusión</b>	72
4.1 – Experiencias de acondicionamiento	72
4.2 – Experiencias de extracción	75
4.3 – Experiencias de ultrafiltración	77
4.3.1 – Evaluación del flujo de permeado instantáneo	77
4.3.2 – Evaluación del flujo de permeado promedio	79
4.3.3 – Determinación de la eficiencia de concentración	86
4.3.3.1 – Evaluación de la retención de AGA	87
4.3.3.2 - Influencia de las variables operativas en el rendimiento del AGA	87
4.4 – Experiencias de secado	89
4.5 – Experiencias reológicas	90
<b>Capítulo 5.- Conclusiones</b>	97
<b>Bibliografía</b>	99

---

**INDICE DE TABLAS INCORPORADAS AL TEXTO**

	Página
❖ Tabla 1-1. Producción, calculada en toneladas, de los frutos agrios cosechados en 1949 por los principales países	4
❖ Tabla 1-2. Destino de la producción de cítricos argentinos del año 2000 (en %)	6
❖ Tabla 1-3. Comercialización de cítricos en 2001 (en toneladas)	7
❖ Tabla 1-4. Situación productiva por regiones en el año 2001	7
❖ Tabla 1-5. Evolución de la Producción Industrial de limón (t.)	8
❖ Tabla 1-6. Cuadro taxonómico de la clasificación de las principales especies de los géneros “Citrus”, “Fortunella” y “Poncitus”. (Según W.T. Swingle)	10
❖ Tabla 1-7. Métodos de separación	27
❖ Tabla 1-8. Filtración tangencial vs. convencional	28
❖ Tabla 1-9. Características de procesos de membrana ideal	29
❖ Tabla 1-10. Membranas disponibles para aplicaciones específicas	30
❖ Tabla 1-11. Propiedades de las membranas de ultrafiltración	32
❖ Tabla 3-1. Protocolo de limpieza	57
❖ Tabla 4-1. Valores promedios de las determinaciones de S.I.A. (B.S.) y AGA (B.S.) de cada muestra antes y después de la lixiviación; pH y ° Brix del filtrado de la última etapa del proceso.	73
❖ Tabla 4-2. Contenido de SIA y AGA (en gramos) en cáscara antes y después del proceso de lixiviación	74

---

	Página
❖ Tabla 4-3. Contenido de S.I.A. (B.S.) y AGA (B.S.) en los residuos sólidos de cada extracción y en el extracto líquido y su correspondiente valor pH, y °Brix.	76
❖ Tabla 4-4. Contenido de SIA y AGA (en gramos) en cáscara, residuo final y extracto	77
❖ Tabla 4-5. Efectos estimados y análisis de varianza para el flujo de permeado promedio	81
❖ Tabla 4-6. Evaluación de la concentración de AGA (B.H.) durante la ultrafiltración y coeficiente de retención obtenido ( $R_{AGA}$ )	88
❖ Tabla 4-7. Resultados de Experiencias de ultrafiltración	89
❖ Tabla 4-8. Efectos estimados y análisis de varianza para sólidos insolubles en alcohol	91
❖ Tabla 4-9. Efectos estimados y análisis de varianza para AGA	92
❖ Tabla 4-10. Valores promedios en la temperatura del aire en el secador	92
❖ Tabla 4-11. Datos experimentales del proceso de deshidratación por atomización	93
❖ Tabla 4-12. Parámetros de rendimiento en deshidratación por atomización	94
❖ Tabla 4-13. Valores de SIA, AGA e Índice de saponificación de los productos deshidratados y sus correspondientes determinaciones de textura	95

---

**INDICE DE FIGURAS INCORPORADAS AL TEXTO**

	Página
❖ Figura 1-1. Esquema del proceso de ultrafiltración	36
❖ Figura 3-1. Equipo experimental inversa	55
❖ Figura 3-2. Esquema constructivo y de flujo del módulo	56
❖ Figura 3-3. Variación de la permeabilidad de la membrana al agua con la viscosidad	61
❖ Figura 3-4. Curva de calibrado para la determinación de ácido galacturónico	67
❖ Figura 3-5. Determinación de fuerza Bloom y distancia para una muestra de gel del diseño experimental	70
❖ Figura 3-6. Determinación de fuerza Bloom y distancia para una muestra duplicada de gel del diseño experimental	70
❖ Figura 3-7. Determinación de fuerza de rotura de gel y distancia a la que se produce en una muestra del diseño experimental	71
❖ Figura 3-8. Determinación de fuerza de rotura de gel y distancia a la que se produce en un duplicado de muestra del diseño experimental	71
❖ Figura 4-1. Influencia del F.C. en la variación del flujo de permeado instantáneo	78
❖ Figura 4-2. Influencia del F.C. en la variación de la presión transmembrana	79
❖ Figura 4-3. Superficie de respuesta para el flujo de permeado en función de temperatura-F.C.	82
❖ Figura 4-4. Contorno de superficie de respuesta para el $F_{pp}$ ( $\text{kg}/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$ ) en función del F.C. y la temperatura	83
❖ Figura 4-5. Superficie de respuesta para el flujo de permeado en función de temperatura-% de diafiltración	84

---

	Página
❖ Figura 4-6. Contorno de superficie de respuesta para el $F_{Pp}$ (kg/(h*m <sup>2</sup> )) en función de la temperatura y % de diafiltración	84
❖ Figura 4-7. Superficie de respuesta para el flujo de permeado en función de F.C.-% de diafiltración	85
❖ Figura 4-8. Contorno de superficie de respuesta para el $F_{Pp}$ (kg/(h*m <sup>2</sup> )) en función del F.C. y % de diafiltración	86
❖ Figura 4-9. Influencia del Índice de saponificación en los parámetros reológicos	96

---

**INDICE DE ANEXOS**

	Página
<b>Anexos</b>	102
❖ <b>Antecedentes propios</b>	
* Extracción de pectina a partir de cáscara de limón. (1994)	103
* Determinación del tiempo óptimo de contacto de la muestra con el solvente en el análisis del contenido de pectina en cáscara de citrus por el método del carbazol modificado(1997)	113
* Ultrafiltración de extracto pectínico. Influencia de la temperatura, factor de concentración y diafiltración en el flujo de permeado (2002)	124
❖ <b>Experiencias de lixiviación y extracción</b>	
• Tabla 1. Experiencia de fecha 06/08/01	127
• Tabla 2. Experiencia de fecha 21/08/01	128
• Tabla 3. Experiencia de fecha 17/09/01	129
• Tabla 4. Experiencia de fecha 01/10/01	130
• Tabla 5. Experiencia de fecha 15/10/01	131
• Tabla 6. Experiencia de fecha 29/10/01	132
• Tabla 7. Experiencia de fecha 12/11/01	133
• Tabla 8. Experiencia de fecha 25/02/02	134
• Tabla 9. Experiencia de fecha 11/03/02	135
• Tabla 10. Experiencia de fecha 25/03/02	136
• Tabla 11. Experiencia de fecha 15/04/02	137
• Tabla 12. Experiencia de fecha 29/04/02	138
• Tabla 13. Experiencia de fecha 20/05/02	139
• Tabla 14. Experiencia de fecha 10/06/02	140
• Tabla 15. Experiencia de fecha 24/06/02	141
• Tabla 16. Experiencia de fecha 12/08/02	142
• Tabla 17. Experiencia de fecha 12/05/04	143

---

	Página
<b>❖ Experiencias previas</b>	
• Tabla 18. Variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_P$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas para caudal de alimentación de 206 lts / hora.	144
• Tabla 19. Variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_P$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas para caudal de alimentación de 285 lts / hora.	145
• Tabla 20. Variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_P$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas para caudal de alimentación de 372 lts/hora.	146
• Tabla 21. Ecuaciones de regresión correspondientes a los datos de las planillas de variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_P$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas, para los tres caudales de alimentación ( $J_A$ ) (kilogramos / hora)	147
• Tabla 22. Variación de la viscosidad del agua y de la permeabilidad de la membrana con la temperatura	148
<b>❖ Experiencias de ultrafiltración</b>	
• Tabla 23. Diseño estadístico rotacional centrado aplicado al proceso de ultrafiltración de pectina, y flujo de permeado promedio ( $F_{Pprom}$ )	149
• Tabla 24. Planilla de ultrafiltración N° 1	150
• Tabla 25. Planilla de ultrafiltración N° 2	151
• Tabla 26. Planilla de ultrafiltración N° 3	152
• Tabla 27. Planilla de ultrafiltración N° 4	153
• Tabla 28. Planilla de ultrafiltración N° 5	154

---

	Página
• Tabla 29. Planilla de ultrafiltración N° 6	155
• Tabla 30. Planilla de ultrafiltración N° 7	156
• Tabla 31. Planilla de ultrafiltración N° 8	157
• Tabla 32. Planilla de ultrafiltración N° 9	158
• Tabla 33. Planilla de ultrafiltración N° 10	159
• Tabla 34. Planilla de ultrafiltración N° 11	160
• Tabla 35. Planilla de ultrafiltración N° 12	161
• Tabla 36. Planilla de ultrafiltración N° 13	162
• Tabla 37. Planilla de ultrafiltración N° 14	163
• Tabla 38. Planilla de ultrafiltración N° 15	164
• Tabla 39. Planilla de ultrafiltración N° 16	165

---

## Resumen

La producción de limón en Argentina superó, a fines de la década del 90, el millón de toneladas, destinándose el 77 % de la misma a satisfacer las necesidades industriales.

La cáscara de limón o mesocarpio, que representa más del 40 % de la fruta, no es aprovechada industrialmente sino comercializada directamente como producto deshidratado.

La tercera parte de los sólidos del mesocarpio está constituido por sustancias pécticas, un producto que tiene un atractivo comercial fundamentado en sus propiedades reológicas y que ha promovido el interés en su utilización de industriales conserveros, lácteos y aún cosmetólogos.

En este trabajo se propone una alternativa tecnológica de obtención de pectina en polvo, que involucre la utilización de los procesos de membrana en la concentración del extracto pectínico y la deshidratación posterior por atomización.

Para ello se plantea como objetivo evaluar las variables de proceso involucradas en la obtención de pectina cítrica, incluyendo ensayos reológicos del producto deshidratado obtenido.

En primer lugar se realizan ensayos de acondicionamiento de la cáscara usando agua fría con el propósito de reducir las sustancias solubles del mesocarpio. El incremento de los sólidos insolubles en alcohol, como resultado de esta actividad fue del 25 %, en tanto que el ácido galacturónico anhidro aumentó en el mesocarpio el 34 %, ambos parámetros referidos en base seca de la muestra analizada.

La extracción térmica en medio ácido permite obtener un extracto pectínico que, una vez filtrado, será concentrado por ultrafiltración. Los resultados experimentales muestran que el 75 % de las sustancias pécticas no fueron extraídas del mesocarpio

---

En el proceso de concentración por ultrafiltración se determinó, en primer lugar, la resistencia intrínseca de la membrana resultando ésta de  $3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$ .

En segundo lugar se evalúa la influencia del factor de concentración y la temperatura en la variación del flujo de permeado instantáneo y la presión transmembrana. Las representaciones están dadas por regresión logarítmica y lineal respectivamente, cuyos factores independientes aumentan con la temperatura.

Por último se analiza la influencia de la temperatura, factor de concentración e intensidad de diafiltración en el flujo másico de permeado promedio mediante un diseño estadístico rotacional centrado. El flujo máximo, en el intervalo fijado para las variables es de  $43,87 \text{ kg/h}\cdot\text{m}^2$  cuando la temperatura es  $53,4 \text{ }^\circ\text{C}$ , el F.C. es  $8,67$  y el % de diafiltración es  $121$

El concentrado se deshidrata por atomización y al producto obtenido se le determina índice de saponificación, como una medida del grado de metoxilación, y se utiliza en la formación de estándares de geles a los que se ensayan reológicamente con el método comparativo de fuerza de rotura y fragilidad.

Como conclusión final se sugiere avanzar en la evaluación reológica de la cáscara, para caracterizar el material seleccionado para la extracción de pectina, como así también evaluar la degradación de estas propiedades en cada etapa del procesamiento y, en todo caso, decidir respecto a modificaciones en las variables de alguna etapa del proceso.

Por último es recomendable avanzar en la modelización del procesos de ultrafiltración.

---

## Capítulo 1.- INTRODUCCIÓN

### 1.1 - Cítricos. Antecedentes históricos

#### 1.1.1 - Regiones productoras de citrus.

La palabra agrios es un término genérico colectivo que abarca un cierto número de especies y variedades de frutos conocidos por sus brillantes colores y perfume característico. Los frutos de los agrios son apreciados no sólo por su hermosa apariencia y olor penetrante de la corteza, sino también por sus excelentes cualidades como alimento. La gruesa capa esponjosa que cubre el fruto protege la delicada pulpa interior contra el ataque de los insectos y de las lesiones conservándola en estado sano.

Aunque el cultivo de los agrios tiene tanta antigüedad como los primeros recuerdos se tiene de la civilización, el origen del género *Citrus* es aún una incógnita. Se ha establecido actualmente de forma definitiva que los frutos agrios fueron cultivados durante muchos años en China antes de ser conocido por los europeos. Hacia el año 300 a. d. C, la cidra fue el primer miembro del género *Citrus* que conoció la civilización europea, llegado desde Palestina a Italia, Grecia y otros países de la región mediterránea, cuyo clima es suave y especialmente apto para los frutos agrios.

Durante el siglo X, debido a la expansión del Imperio Árabe, otros miembros de la familia de los agrios como la naranja amarga y el limón son llevados desde la India a Persia y Palestina y de ahí al norte de África, Sicilia, Cerdeña y España. Los Cruzados fueron excelentes comerciantes que extendieron la distribución de éstas y de otras variedades sobre la ruta genovesa. Se atribuye a los portugueses la popularización del cultivo de la naranja introduciendo

variedades superiores. La naranja dulce fue una de las últimas especies que se ingresaron a Europa aproximadamente en el siglo XV.

Ninguna fruta del grupo de los agrios fue indígena del Nuevo Mundo ya que se difundió después de 1493; en primer lugar en Florida por los españoles, y más tarde las misiones religiosas las introdujeron en California.

Durante el siglo pasado, el cultivo, producción e industrialización de los agrios se ha extendido enormemente en todo el mundo, como lo indica la tabla 1-1, marcando a Estados Unidos y Brasil como los países con mayor producción.

**TABLA 1-1. Producción, calculada en toneladas, de los frutos agrios cosechados en 1949 por los principales países**

<b>PAÍS</b>	<b>Naranjas y mandarinas</b>	<b>Pomelos y Toronjas</b>	<b>Limones</b>	<b>Limas</b>
Estados Unidos	3.316.605	1.334.471	379.500	9.075
Méjico	419.989	--	--	55.030
España	737.139	--	30.015	--
Brasil	1.143.000	--	--	--
Italia	276.288	--	209.760	--
Japón	260.350	--	--	--
Palestina	158.750	27.225	3.450	--
Argelia	184.277	3.811	1.897	--
Marruecos Francés	157.734	3.412	2.104	--
Unión Sudafricana	206.375	32.670	6.900	--

Fuente: Institut des Fruits et Agrumes Coloniaux

El centro más antiguo de la fabricación de derivados de los agrios fue durante muchos años Italia. En California, Estados Unidos, se instala la primera industria en 1899, colocando a este país como

---

el referente entre los que más aceleradamente se desarrolló en la utilización de los agrios. En segundo lugar en importancia se ubica Palestina, donde la primera fábrica se estableció en 1921.

No se conocen datos sobre la existencia de una fruta cítrica indígena en América; sino que se desarrolló desde Haití a partir del cultivo de semillas traídas en las expediciones colombinas. Actualmente se cultiva ampliamente en regiones subtropicales de Europa Mediterránea, y países de América.

En la actualidad, de acuerdo a al FAO, hay más de 80 países de diferentes condiciones climáticas y agronómicas que producen fruta cítrica.

La producción global de cítricos que en 1993 era de 75 millones de toneladas alcanzó 90 millones de toneladas en el año 2000 (FAO).

A principios de la década del '70 más del 75% de la producción cítrica mundial estaba localizada en el hemisferio Norte; al comienzo de la década del '90, ese porcentaje se redujo a las dos terceras partes. Esto estuvo determinado por una mayor tasa de crecimiento en el hemisferio Sur, especialmente por la gran expansión de la citricultura brasileña.

En el hemisferio norte se destaca dos grandes regiones productoras: la región Mediterránea y la región de América del Norte. A ello se debe agregar la región asiática con China y Japón y últimamente América Central, donde el cultivo de cítricos registró un importante desarrollo durante los últimos años, especialmente por el apoyo que recibió la actividad en Cuba.

La región mediterránea es la abastecedora de todo el mercado europeo, donde se concentra la mayor parte de la demanda de fruta fresca. En toda la región hay más de 11 países donde es importante la producción de naranja y mandarina. Entre esos países cabe mencionar: España, Italia, Israel, Marruecos, Egipto y Turquía.

En el hemisferio sur son tres las principales zonas productoras: América del Sur, Oceanía y África. Los principales países citrícolas de estas zonas son Brasil, Argentina y Uruguay para la primera y Australia y Sudáfrica para la segunda y la tercera respectivamente.

Anderson C y Casafus C. (2002) señalan que la producción argentina de cítricos del año 2000 fue de 2.579.227 toneladas y está compuesta en un 31% por naranja, un 17% por mandarina, un 45% por limón y un 7% por pomelo. En la tabla 1-2 se indica el destino de la producción de cítricos de ese mismo año.

**TABLA 1-2. Destino de la producción de cítricos Argentinos del año 2000 (en %).**

	<b>Limón</b>	<b>Naranja</b>	<b>Mandarina</b>	<b>Pomelo</b>
Industria	70	25	12	45
Mercado Interno	10	70	75	45
Exportación	20	5	13	10

Fuente Tradinter Marketing

En la tabla 1-3 se visualiza los destinos finales de comercialización de cítricos argentinos del año 2001.

### **1.1.2 - Origen y producción de limón.**

En particular, el origen del limón generó muchas controversias entre historiadores y taxonomistas (Sinclair W. B., 1984). Las investigaciones históricas acuerdan que es de origen Indio, cultivándose primitivamente en la región este del Himalaya y sur de China. En la década de 1970, rigurosos estudios taxonómicos volvieron a plantear dudas sobre el origen del limón, en vista de que los primeros recursos históricos carecen de precisas descripciones morfológicas y pueden referirse solamente a frutos que son híbridos

y se asemejan al limón. A partir de referencias literarias, Tolkowsky, S. (1938) afirmó que el cultivo de limón se estableció en Irak alrededor del año 900 a. d. C. Fueron los árabes quienes propagaron su cultivo en Persia y Palestina y posteriormente en los países del norte de África, Portugal y España.

**TABLA 1-3. Comercialización de cítricos en 2001 (en toneladas)**

	<b>Limón</b>	<b>Mandarina</b>	<b>Naranja</b>	<b>Pomelo</b>	<b>Otros</b>
Europa occidental	150.894	23.716	81.807	20.646	441
Europa del Este	63.748	5501	21.141	1.172	
Países Árabes	912	516	62		
Países del Pacífico	5.573	3274	96	246	
América del Norte	27.990	4.037	3.645	2.268	
Latinoamérica			392	256	
Otros	1.139	138	94	1	
Total 2001	250.456	37.182	107.240	24.589	441

Fuente: Senasa

**Tabla 1-4. Situación productiva por regiones en el año 2001**

<b>Región</b>	<b>Producción (Toneladas)</b>	<b>\$ / t en Industria</b>	<b>\$ / t en Fr. Fresca</b>	<b>Destino % Industria</b>
Buenos Aires	10640	S / d	S / d	S / d
Corrientes	74200	30	40 – 80	40
Entre Ríos	36938	S / d	S / d	S / d
Jujuy	50344	50	75 – 120	30
Misiones	9000	45	60	93
Salta	55500	S / d	S / d	30
Tucumán	891000	50 - 70	45 - 70	72

Fuente: INTA.

Argentina se ubica, en la década 1970–1980, dentro de los cinco países de mayor producción de limón, y el segundo en importancia en América Latina. En el año 2001 la producción de limón supera ampliamente el millón de toneladas cuyo destino principal es el industrial como lo indican las tablas 1–2 y 1–4.

Tomando en cuenta que la Provincia de Tucumán es la que más ha desarrollado la industrialización del limón, en la tabla 1–5 se visualiza esa evolución en el período de una década.

**Tabla 1–5. Evolución de la Producción Industrial de limón (t)**

<b>Año</b>	<b>Aceite Esencial</b>	<b>Jugo Concentrado</b>	<b>Cáscara Deshidratada</b>
1991	1.520	22.800	20.900
1992	1.560	23.400	21.450
1993	1.438	21.568	19.771
1994	1.513	22.698	20.807
1995	1.794	26.906	24.664
1996	1.815	27.226	24.957
1997	2.199	32.980	30.232
1998	2.659	39.879	36.556
1999	2.733	40.989	37.574
2000	3.204	48.060	44.055

Fuente: Asociación Tucumana de Citrus

### **1.1.3 - Botánica y variedades**

---

Botánicamente los frutos agrios que se cultivan se clasifican dentro de los géneros *Citrus*, *Fortunella* y *Poncirus*, de la subfamilia Aurantioideas, incluida a su vez en la familia Rutáceas (ver tabla 1–6).

La *Fortunella margarita* (o kumquat oval) y la *Fortunella japonica* (o kumquat redondo) son las dos especies representantes del género *Fortunella*. Su pulpa es ácida y su corteza dulce y comestible.

El *Poncirus trifoliata* (o naranja trifoliada) es la especie principal del género *Poncirus*. Se cultiva ampliamente en Europa, América del Norte y Japón, como plantón de otras variedades de agrios y como planta ornamental.

El género *Citrus* está representado por varias especies que constituyen asimismo numerosas variedades cultivadas y comercializadas por sus diferentes propiedades, como:

- *Citrus aurantium* (*naranja amarga*), nativa del sudeste de Asia y cultivada ampliamente en la región mediterránea, donde se la conoce como *naranja de Sevilla* (en España), o *brigadier* (en Francia), o *melangolo* (en Italia). El árbol se usa como plantón a causa de su gran resistencia a las enfermedades y el fruto, por su gran acidez no es comestible en fresco sino usado en la elaboración de mermeladas. Su corteza es empleada en la fabricación de licores y esencias y las flores y ramas verdes son apreciadas en perfumería.
- *Citrus bergamia* (*bergamota*), cultivada ampliamente en la provincia de Calabria, en el sur de Italia. Su fruto es esférico y amargo, por lo que se usa exclusivamente para ser industrializado, obteniéndose de la corteza aceites esenciales para perfumería; del zumo, citrato de calcio y de los subproductos pienso para ganado.
- *Citrus sinensis* (*naranja dulce*), es la más desarrollada por su preferencia para el consumo en fresco. Sus diferentes variedades



---

se pueden clasificar en tres grandes grupos: las que presentan frutos normales redondos (*naranjas españolas o Valencias*) u ovales (*naranjas del Mediterráneo*); las que presentan frutos anormales con ombligo (*Washington navel*); y las que tienen pulpa roja (*naranjas sanguíneas*).

- *Citrus reticulata* Blanco o *Citrus nobilis* Andrews (*naranjas mandarinas y tarenjinas*), constituyen el grupo de naranjas fáciles de mondar, debido a lo suelto que se halla su corteza. Entre sus variedades tenemos las tarenjinas Dancy y Beauty, las naranjas King y Satsuma; todas cultivadas para ser consumidas en fresco. Su escasa industrialización consiste en la elaboración de zumo de mandarina; obtención de gajos o segmentos envasados con jarabe; y la utilización de la esencia de corteza.
- *Citrus paradisi* Macfadyen o *Citrus máxima* Merr (*toronja*). Es de forma esférica, algo achatada por los polos, crecen en racimos, presentan color amarillo y poseen un sabor refrescante ligeramente amargo. Una elevada proporción del fruto que se cultiva en Estados Unidos se envasa en latas o en forma de segmentos o como zumo. La toronja es una fuente excelente para la fabricación de pectina.
- *Citrus grandis* (*pomelo*). Los frutos son mucho mayores que la toronja y su corteza mucho más gruesa. Es una fuente excelente para la fabricación de pectina.
- *Citrus aurantifolia* (*lima*). Es una especie muy delicada, propensa a sufrir daños por heladas. Tiene un fruto ácido, de bajo contenido en azúcar y muy aromático. No resulta atractivo su explotación para exportación, sino que donde se produce (principalmente en Méjico, Estados Unidos y Antillas) se utiliza para consumo local.
- *Citrus médica* (*cidra*). Fue el primer fruto agrio conocido por los europeos, probablemente traído desde Palestina. Es muy sensible al frío, por lo que solo se cultiva en regiones cálidas. El fruto es de forma elíptica de color amarillo y su corteza es rugosa y

---

gruesa; y su pulpa sólida, dulce con poco zumo sin acidez. La principal aplicación del fruto es para la elaboración de corteza confitada o para la conserva en salmuera.

- Citrus limón Burmann (*limón*) es nativo de Birmania septentrional y China meridional. Desde Palestina se introdujo en Europa, primeramente en Italia y Sicilia. Por su sensibilidad el cultivo comercial de limón está limitado a regiones subtropicales semiáridas o áridas de España, Estados Unidos y Palestina. Las variedades más importantes de citrus limón son Eureka (originaria de California), Lisbon (de origen Portugués) y Villafranca. El fruto es más pequeño que la naranja, de color amarillo "limón", de forma oval o elíptica y, generalmente, de superficie ligeramente rugosa. Si bien no se consume como fruto, tiene una amplia variedad de usos para aplicaciones culinarias e industriales, para fabricación de mermeladas, bebidas refrescantes, ácido cítrico, pectina, aceite esencial, etc.

La toronja, el pomelo y el limón son las frutas que se pueden utilizar como materia prima en la elaboración de pectina.

El esquema de una sección transversal de un fruto agrio nos indica que está compuesto de:

- a) Una capa continua de células epidérmicas con una gruesa cutícula que contiene los estomas.
- b) El epicarpio o flavedo es la parte exterior de la piel. Es una capa parenquimatosa compuesta principalmente de pigmentos carotenoides, vitaminas y aceites esenciales.
- c) Penetrando más allá de la parte coloreada de la corteza de los frutos agrios, se llega a una capa interna de la piel, de color blanco, esponjosa y parenquimatosa (mesocarpio) que se conoce con el nombre de albedo. Esta capa contiene celulosa, carbohidratos solubles, flavonoides, aminoácidos, vitaminas y sustancias pécticas (protopectina y pectina).

---

d) Más interiormente encontramos los carpelos conteniendo las celdillas con el zumo y las semillas (endocarpio). Las celdillas están compuestas de celulosa, hemicelulosa, protopectina, pectina, azúcares, flavonoides, aminoácidos, vitamina C, sales minerales y otros nutrientes, en tanto que los constituyentes solubles en el jugo están compuestos de carbohidratos (glucosa, fructosa y sacarosa), ácidos orgánicos (principalmente ácido cítrico, vitaminas C y B, sales minerales y una pequeña concentración de materiales pécticos y otros nutrientes.

#### **1.1.4 - Importancia de la utilización del mesocarpio**

El albedo fresco contiene un 75–80 % de agua, mientras que sus principales componentes, en base seca, están distribuidos aproximadamente de la siguiente manera: azúcares en frutos maduros 44 %; celulosa 33 %, y sustancias pécticas 20 %.

El término sustancias pécticas designa a unos hidratos de carbono coloidales y complejos que comúnmente se encuentran en todos los tejidos de las plantas y en especial en los frutos. Estos están compuestos en su mayor parte por ácidos poligalacturónicos de diferentes grados de esterificación y neutralización, y muestran grandes variaciones en cuanto a su solubilidad en agua (Owen R. Fenema, 1993). . La propiedad característica de la pectina es la formación de jaleas con el azúcar y los ácidos.

Desde el punto de vista comercial, la pectina es el componente más importante del albedo, y de él se obtiene ahora en grandes cantidades en forma de polvo, para usarla como ingrediente de gran utilidad en la fabricación de mermeladas, jaleas, compotas y muchos otros productos.

La producción de limón en Argentina superó, en la década del 90, las 700.000 toneladas, incrementándose a 900.000 en el año 2000. El 75 % de esta producción se deriva a industrialización,

---

básicamente destinado a la obtención de jugo pasteurizado concentrado. Si tenemos en cuenta que el 40–45 % de la fruta que ingresa a una planta fabril está formada por cáscara y semilla que en la actualidad tiene un mínimo aprovechamiento, tenemos como residuo del limón 270.000 toneladas anuales.

## **1.2 – Utilización del residuo cítrico**

### **1.2.1 - Potenciales usos del residuo cítrico.**

La corteza agotada del fruto, que representa el 20 al 60 %, es el residuo que queda una vez extraído el jugo del endocarpio y las esencias del epicarpio de los frutos cítricos.

Este material presenta un gran inconveniente en las plantas elaboradoras de jugos, a no ser que se utilice o retire diariamente del lugar, por la rapidez con que entra en putrefacción generando serios problemas sanitarios en la propia fábrica y en el vecindario.

Entre sus potenciales aplicaciones, podemos destacar:

- Cortezas deshidratadas: La cáscara, limpia y trozada, de frutos cítricos se puede impregnar en jarabes de azúcar y deshidratar, obteniendo un producto de diversas aplicaciones alimenticias.
- Cortezas en salmuera: Las cáscaras de naranjas y toronjas se curan en salmuera de 3 a 4 % de sales hasta obtener un producto firme, transparente y sin amargor. Después de un profundo lavado con agua fría se impregnan con jarabes de azúcar para obtener productos de confituras.
- Fibra alimentaria: Cuando la cantidad de corteza agotada proviene de una gran fábrica, esta aplicación aparece como la más beneficiosa para utilizar todo el residuo existente.
- Extracción de pectina: Uno de los principales constituyentes del albedo es la protopectina, insoluble en agua y precursora de pectina. El producto de hidrólisis de este polisacárido de la

---

corteza agotada es la pectina que, por ser soluble en agua, tiene propiedades espesantes, gelificantes, emulgentes, aglutinante de la sangre (antihemorrágico), estabilizante de ungüentos farmacéuticos, etc. Pilgrim, G. W. y otros (1991), describen la aplicación tecnológica de la pectina, bajo condiciones adecuadas, en la formulación de jaleas, compotas, conservas, productos de panadería, confitería, helados, productos dietéticos, yogurt, bebidas lácteas, postres basándose en leche, etc.

De lo anteriormente expuesto, la relevancia que tiene la utilización de corteza de los cítricos, como pomelo o limón, en la obtención de pectina consiste en la diversidad de aplicaciones de la misma, las que hasta la fecha no están todas explotadas. Además, dependiendo del diseño de extracción de pectina que se adopte, es posible obtener un residuo agotado rico en celulosa que es factible utilizarlo como fibra para alimentación humana o animal.

### **1.2.2 – Pectina. Aspectos químicos**

La pectina es una mezcla de polisacáridos generado en la pared celular del tejido vegetal, compuesto de polímeros esencialmente lineal de unidades ácidas de  $\alpha$ -D-galactopiranosilurónico unidas por enlace  $\alpha$ -D(1-4) glicosídicos, de estructura química heterogénea y peso molecular variable, esterificado parcialmente con metanol. (BeMiller, J.M., 1986; Eskin N. A. Michael, 1990 y Van Buren, J. P., 1991).

La estructura regular se interrumpe con unidades de L-ramnopiranosil como  $0-\alpha$ -D-Galp A-(1 $\rightarrow$ 2)-0-L-Rhap-(1-4)-0- $\alpha$ -D-Galp A, posiblemente en configuración  $\beta$  para garantizar el grado de ensortijamiento en la estructura, y con cadenas laterales que contienen otros azúcares neutros, como arabinosa y D-xilosa, los cuales ejercen una función importante en la formación de una red tridimensional a través de uniones hidrógenos, enlaces cruzados de

cationes bivalentes y/o interacciones hidrofóbicas. De cualquier manera las interrupciones de azúcar en la cadena lineal de  $\alpha$ -D-ácido galactopiranosilurónico, como unidad simple o bloques de unidades ocurren cada 25 unidades de longitud de cada pectina.

Dependiendo del origen y del proceso de extracción y purificación, el grupo carboxílico, del carbono 6, puede tener distinto grado de esterificación con alcohol metílico o neutralización con cationes polivalentes, lo que le confiere propiedades físicas específicas.

Para comprender las denominaciones químicas que usaremos en este trabajo nos basaremos en la terminología establecida en 1944 por el Comité de revisión de nomenclatura de sustancias pécticas, y que define:

- Ácido péctico: Ácido poli  $\alpha$ -D-galactopiranosilurónico
- Sales de ácidos pécticos: Pectatos
- Ácido pectínico: Ácido poli  $\alpha$ -D-galactopiranosilurónico esterificado con grupos metil ester. De acuerdo al grado de esterificación, pueden ser:
  - \* Pectinas de alto metoxilo: son aquellas que tienen más del 50 % de los grupos carboxílicos esterificados con metanol.
  - \* Pectinas de bajo metoxilo: son las que tienen menos del 50 % de los grupos carboxílicos esterificados con metanol.
- Sales de ácidos pectínicos: Pectinatos.

Además, las cadenas de ácido poli  $\alpha$ -D-galactopiranosilurónico pueden estar:

- parcialmente acetilados como O-2 ó O-3 acetatos (estorban la gelificación)
- parcialmente neutralizados como carboxilatos de amonio, sodio o potasio.
- parcialmente amidadas (grupos carboxílicos esterificados con amidas)

---

La composición promedio y distribución de pesos moleculares varía con el origen, las condiciones de aislamiento y cualquier tratamiento subsiguiente. Seleccionando el origen y controlando los procedimientos se puede obtener pectinas de solubilidad y propiedades de gelificación específicas.

Según Van Buren (1991) la adhesión intercelular, del tejido vegetal responsable de la textura de los frutos corresponde a la mayor proporción de pectina soluble en quelato y protopectina. El ablandamiento que ocurre durante el madurado o calentamiento es acompañado por una pérdida de protopectina y un incremento en pectina soluble en agua, por lo tanto no toda fruta cítrica es apropiada para la obtención de este gelificante ya que su cotización depende del peso molecular de las sustancias pécticas, del grado de esterificación, y de la cantidad y características del compuesto inerte que acompaña como lastre al producto final. Además, el procedimiento de aislación y tratamientos subsiguientes también influyen las propiedades físicas, ya que los grupos carboxílicos libres pueden neutralizarse parcial o totalmente como sales de potasio o sodio.

Las esterificaciones con acetatos que tienen ciertas pectinas, como la de girasol, papa y remolacha azucarera, no son adecuadas para gelificar.

Por lo expuesto es conveniente resaltar las propiedades químicas y físicas más importantes de las sustancias pécticas para poder analizar con más claridad las características reológicas de este material.

#### **1.2.2.1 - Propiedades químicas**

Entre las propiedades químicas más relevantes podemos mencionar:

- 
- Las pectinas disueltas aguantan en sistemas acuosos la deesterificación y depolimerización.
  - El pH de mayor estabilidad es alrededor de 4.
  - A pH mayores o menores de 4 ocurren la deesterificación y depolimerización, aunque la deesterificación tiene mayor velocidad.
  - La disminución del  $a_w$  (presencia de solutos) reduce las velocidades de ambas reacciones.
  - La deesterificación ocurre por mecanismos de hidrólisis de ésteres catalizados por ácidos o bases normales.
  - La depolimerización a bajos valores de pH ocurre por medio de hidrólisis catalítica ácida de uniones glicosídicas, preferentemente ramnopiranosil y L-arabinofuranosil.
  - La hidrólisis de estas uniones produce cadenas galacturonoglicanos con un grado de polimerización de alrededor de 25.
  - A valores de pH de 5-6 las soluciones de pectina son estables solamente a temperatura ambiente.
  - A valores de pH superiores a 6 la deesterificación y depolimerización son reacciones rápidas aún a temperatura ambiente.
  - Si, a partir de pectina de alto metoxilo se usa amonio para preparar pectina de bajo metoxilo, algunos de los grupos carboxilatos metílicos se convierten en grupos carboxiamidas, produciendo pectina amidada. La presencia de grupos amida en una pectina de bajo metoxilo hace la molécula menos hidrofílica lo que incrementa su tendencia a formar geles, aún con menor concentración de iones calcio.
  - La temperatura de gelificación se incrementa con el aumento del grado de amidación.
  - La amidación también se provoca por reacción de pectinas con alquilamidas primarias y secundarias.

- 
- Preparaciones de enzimas fungal tienen un rol importante sobre las moléculas de pectinas.
  - Las pectinesterasas catalizan la hidrólisis de los grupos metil ester.
  - Las pectinesterasas generalmente actúan sobre una unidad metil  $\alpha$ -D galactopiranosil uronato adyacente a una unidad ácida  $\alpha$ -D galactopiranosil urónico no esterificado produciendo pectinas con alto grado de impedimentos de los grupos carboxílicos, en consecuencia son indeseables para uso comercial.

Es conveniente analizar los dos tipos de interacciones moleculares posibles:

- Interacción intracadena: Los geles se forman cuando las moléculas de polímeros interactúan sobre una porción de su longitud para formar un retículo que atrapa solvente y moléculas de soluto. Las zonas de unión que resultan de esas interacciones de cadenas deben ser de tamaño limitado, ya que si son demasiado grandes resulta un precipitado. Las unidades insertadas de L-ramnopiranosil pueden proveer las irregularidades necesarias (retorcimientos) en la estructura y limitar el tamaño de las zonas de unión
- Interacción intercadena: En cadenas de pectina no ramificadas o regulares, cuando se eliminan las cargas negativas sobre los grupos carboxílicos (adición de ácidos), se reduce la hidratación de las moléculas (adición de un cosoluto) y/o cadenas de polímeros se puentean por cationes divalentes (iones calcio)

Los modelos matemáticos construidos a partir de la lectura de resultados analíticos sugieren que el ácido  $\alpha$ -D-galactopiranosilurónico tiene una conformación C1 donde los pectatos de sodio o calcio, el ácido péctico y el ácido pectínico aparecen como hélices de tres dobladuras (repetición trisacárido). El polímero del ácido pectínico forma cadenas paralelas (una pila columnaria de grupos éster metílico para formar áreas hidrofóbicas

cilíndricas paralelas a los ejes de las hélices), y los pectatos se empaquetan como láminas corrugadas de cadenas antiparalelas. Según una propuesta existe agregación de cadenas por una vinculación en cruz de aniones carboxilatos con iones calcio para formar una estructura similar a lámina corrugada de hélices antiparalelas o el modelo de caja de huevo usado para describir la formación de geles de alginato de calcio.

### **1.2.2.2 - Propiedades físicas.**

Algunas propiedades físicas más relevantes de las sustancias pécticas son:

- Las pectinas son solubles en agua pura.
- Son insolubles en soluciones acuosas, donde gelificarían por enfriamiento si se disuelven a mayor temperatura.
- Las sales de cationes monovalentes de ácidos pécticos o pectínicos son generalmente solubles en agua
- Las sales de cationes di o trivalentes son débilmente solubles o insolubles
- Las soluciones de pectinas exhiben generalmente comportamiento no-newtoniano, pseudo plástico.
- La solubilidad y viscosidad de una pectina está relacionada al peso molecular, al grado de esterificación, a la concentración de preparación, al pH, y a la presencia de iones opuestos en la solución.
- La adición de cationes monovalentes conduce a una reducción de viscosidad, que se acentúa con decreciente grado de esterificación.
- La adición de sales de cationes di y trivalentes tiene un efecto opuesto
- La viscosidad, solubilidad y gelificación, están referidos a factores que incrementan la fuerza del gel. Si aumenta la tendencia a

---

gelificar, disminuye la solubilidad, e incrementará la viscosidad. Esta propiedad es una función de su estructura policarboxílica (polianión lineal). Las sales de cationes monovalentes son sumamente ionizadas en solución, conduciendo a una distribución extendida de cargas iónicas que impide la agregación de cadenas de polímeros y exhiben una viscosidad estable.

- La habilidad de las pectinas a formar geles se pone de manifiesto en presencia de un agente deshidratante (azúcar), un pH cercano a 3 o en presencia de iones calcio.
- Los factores que determinan la ocurrencia de una gelificación y su posible influencia en las características del gel son: pH, concentración de cosoluto (azúcar), concentración y tipo de cationes, temperatura y por supuesto, concentración de pectina.
- La influencia de estos factores sobre la gelificación depende de las siguientes propiedades moleculares de cada pectina específica: peso molecular, grado de esterificación, grado de amidación, presencia de ésteres acetato y heterogeneidad. En general bajo condiciones similares, el grado de gelación, la temperatura de gelificación y la fuerza del gel son generalmente proporcionales mutuamente y cada propiedad es proporcional al peso molecular e inversamente proporcional al grado de esterificación.
- Los valores de pK aparente (pH a 50 % de disociación) varía con el grado de esterificación de pectina (para un grado de esterificación del 65 % el pK aparente es de 3,55; mientras que a 0 % de grado de esterificación de ácido péctico tiene un pK aparente de 4,1).
- El pH afecta la textura del gel, más que la fuerza de gel.
- Los geles se forman cuando las moléculas de pectinas firmemente hidratadas, pierden agua por hidratación competitiva de moléculas de cosoluto, provocando un mayor contacto entre las moléculas de pectina, formando zonas de unión por enlace de hidrógeno,

resultando un retículo de cadenas de polímero que atrapa agua y moléculas de soluto.

- Las pectinas de alto metoxilo gelificarán solamente en presencia de grandes concentraciones de azúcar (mínimo 55 %)
- Las pectinas de bajo metoxilo gelificarán en ausencia de azúcar, si un catión divalente está presente, pero incrementando los sólidos solubles elevará la temperatura de gelificación y la fuerza del gel.
- Los cationes divalentes están innecesariamente presentes para la formación de un gel de pectina de alto metoxilo, debido al bajo número de grupos carboxilatos que necesita unir, y debido a la formación de áreas hidrofóbicas paralelas a los ejes de hélices por un apilamiento de columnas de grupos ésteres metílicos.
- La preparación de cualquier sistema que esté en potenciales condiciones de gelificación, será preparado a una temperatura mayor a la temperatura de gelificación. El enfriamiento posterior del sistema provoca una disminución de la energía térmica de las moléculas incrementando la tendencia a formar zonas de unión, las que alcanzan su mayor valor a la temperatura de gelificación.
- Los geles hechos con pectinas de bajo metoxilo se forman rápidamente y son termorreversibles.
- Los geles hechos con pectina de alto metoxilo se forman lentamente y no son termorreversibles.
- La concentración de pectina requerida para la formación de gel es inversamente proporcional a la concentración de sólidos solubles, en general, incrementando la concentración de cosolutos disminuye la actividad de agua, incrementa el tamaño y número de zonas de unión y, si los otros factores se mantienen constantes se incrementa la fuerza de gel.
- A pH constante la fuerza de gel de pectinas de alto metoxilo se incrementa con el incremento del grado de esterificación.

- 
- A medida que disminuye el grado de esterificación de una pectina de alto metoxilo se requiere un pH menor para la gelificación (se incrementa el pK aparente).
  - A medida que disminuye el grado de esterificación de las pectinas de alto metoxilo y las pectinas de bajo metoxilo, tienen una mayor temperatura de gelificación y un mayor requerimiento de cationes divalentes.
  - La amidación resulta en una superior temperatura de gelificación y una decreciente necesidad de cationes divalentes.
  - La distribución de grupos carboxilatos/carboxílicos también afecta la gelificación. Las pectinas con impedimentos de grupos metil éster y carboxil, como opuesto a una distribución random, generalmente produce geles más débiles y tienen un mayor requerimiento para cationes divalentes

### 1.2.3 - Procesos de elaboración de pectina

Los pasos necesarios en la fabricación de pectina son los siguientes:

- Preparación del material. Industrialmente esta operación consiste en desmenuzar la corteza, albedo y flavedo residual después de la extracción del jugo y aceites esenciales, con el propósito de aumentar la superficie específica del material, y someterlo a procesos que permitan la eliminación de sustancias extrañas como pigmentos, principios amargos, ácidos residuales, azúcares, etc. y, eventualmente, inactivación enzimática.

Estos procesos pueden individualizarse como:

- a) Precipitación por alcohol de las sustancias insolubles en este solvente. Es un método muy eficaz pero sumamente costoso.
- b) Lixiviación de la corteza con agua fría hasta eliminar completamente los sólidos solubles. Junto con las sustancias extrañas se pierden las pectinas solubles allí presentes. En la

cáscara de fruta cítrica, esta fracción es muy baja y de escaso poder de gelificación.

- c) Adicionalmente, en caso que la extracción de pectina no se realice inmediatamente a la separación de sustancias extrañas, es necesario inactivar las enzimas pectolíticas naturales que la degradarían en el almacenamiento. Esta operación se realiza tradicionalmente con agua hirviente o vapor y posteriormente se deshidrata a temperatura moderada hasta que la humedad final sea aproximadamente 6 %, se muele y almacena para extracción de pectina o para ser utilizado como tal en la elaboración de compotas.
- Extracción de pectina. Para convertir la protopectina insoluble en pectina soluble, se trata el material preparado en la etapa anterior, con ácido diluido en caliente. El ácido tartárico, clorhídrico, sulfúrico, láctico o cítrico se pueden usar para este objetivo. Pilgrim, G (1991) y Sinclair W (1984), coinciden en que las variables más importantes en la extracción de pectina son el pH (entre 1,5 a 3); la temperatura (de 80°C a 100°C) y el tiempo de calentamiento (de 45 min a 90 min). Para cada extracción, y con el fin de obtener la mayor cantidad de pectina es necesario realizar varias extracciones consecutivas sobre el mismo material. La solución aún caliente se filtra o centrifuga, para separar el extracto pectínico del residuo sólido remanente.
- Otro método consiste en almacenar el material preparado con un conservante como el SO<sub>2</sub> y, cuando se decida su extracción, agregar solamente agua y hervir (la presencia del SO<sub>2</sub> da la acidez requeridas) y filtrar.
- Se ha desarrollado un método utilizando alcohol acidulado, con el propósito de realizar las dos operaciones en un solo paso, haciendo uso de una larga columna y permitiendo que el alcohol acidulado gotee a través de toda la masa.

- 
- Concentración de extracto pectínico. La solución clarificada de pectina se debe concentrar, antes de ser precipitada o deshidratada. Este proceso se realiza tradicionalmente por evaporación bajo vacío, hasta obtener un producto de alta viscosidad, concordante con un contenido de pectina de aproximadamente 4%.

Otro método consiste en hacer uso de los procesos de membrana, con el propósito de fraccionar los sólidos y concentrar la pectina para obtener un producto deshidratado con diferentes proporciones relativas de constituyentes inerte.

Para determinados mercados regionales se puede comercializar pectina líquida suficientemente concentrada para reducir costos de conservación, almacenamiento y transporte; además de facilitar su utilización en determinadas aplicaciones industriales. En estas circunstancias se hace necesario una correcta pasteurización, envasado y almacenamiento en ambientes frescos.

- Precipitación con solvente (Opcional). La solución concentrada de pectina se pasteuriza y comercializa como tal, o se precipita con alcohol etílico, isobutílico, o acetona. El precipitado, que es un material fibroso constituido básicamente por pectina, se separa de la solución por filtración.
- Secado de la pectina. El extracto pectínico concentrado se puede deshidratar en secadores por atomización y si opcionalmente se precipita, en secador de bandeja abierta o túnel de secado.

Stechina, y col. (1994) han esquematizado este procedimiento tradicional en un trabajo de cátedra. (Anexos)

## **1.3 – Procesos de membrana**

### **1.3.1 - Aspectos generales**

---

Entre la gran variedad de procesos industriales, difundidos en la actualidad encontramos los que se caracterizan por separar los componentes de una mezcla suspensión o solución, entre los que se halla la filtración. Ver tabla 1–7.

En general los filtros pueden clasificarse en dos categorías:

- Filtros de gravedad. La separación de partículas ocurre dentro del espesor del material filtrante.
- Filtros de criba: La retención de partículas ocurre sobre su superficie cuya estructura es generalmente rígida, uniforme y continua. Los filtros de membrana caen dentro de esta categoría.

La separación de dos o más componentes de una corriente fluida se realiza por centrifugación utilizando la diferencia de densidad de dos líquidos inmiscibles; o usando membranas de filtración que extiende esta aplicación para incluir la separación de solutos disueltos o emulsionados en corrientes líquidas. Hwang y Kammermeyer definieron una membrana como "una región de discontinuidad interpuesta entre dos fases". Lakshminarayanaiah amplía el concepto anterior afirmando que una membrana es una "fase que actúa como una barrera para prevenir el movimiento de masa restringiendo o regulando el pasaje de una o más especies a través de él", y la disposición y forma de operativa de esta barrera marca una diferencia entre lo que llamamos filtración tangencial, con movimiento continuo de las especies que no filtran, y convencional, con depósito estable del material retenido. Ver tabla 1-8)

Una membrana puede ser clasificada por:

- a) Su naturaleza: natural o sintética.
- b) Su estructura, porosas o no porosas, debido a sus características morfológicas.
- c) Su aplicación: separación de fase gaseosa, gas-líquido, líquido-líquido, etc.

Su mecanismo de acción: adsorción-difusión, intercambio iónico, fenómeno osmótico o inerte.

Atento a esta clasificación las membranas pueden también modificar, física o químicamente las especies filtradas, lo que le conferiría la propiedad de ser, interfaces pasivas o reactivas.

**Tabla 1-7. Métodos de separación**

Propiedad que condiciona la separación	Tamaño de partícula (micrones)							
	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-1</sup>	1	10 <sup>1</sup>	10 <sup>2</sup>	10 <sup>3</sup>
TAMAÑO							FILTRACIÓN C/TELA	
		OSMOSIS INVERSA						
			ULTRAFILTRACIÓN					TAMIZADO
			NANOFILTRACIÓN		MICROFILTRACIÓN			
DIFUSION			CROMATOGRAFÍA					
			DIÁLISIS					
AFINIDAD DE CARGA IONICA			INTERCAMBIO IÓNICO					
			ELECTRODIÁLISIS					
CAMBIO DE FASE			EVAPORACIÓN					
			CRISTALIZACIÓN					
SOLUBILIDAD			EXTRACCIÓN P/ SOLVENTE					
TENSIÓN SUPERFICIAL						FLOTACIÓN Y ESPUMADO		
DENSIDAD			ULTRACENTRIFUGACIÓN					
							HIDROCICLONES	
						CENTRIFUGACIÓN		
							SEDIMENTACIÓN	
	Rango IONICO	Rango MACROMOLECULAR	Rango de PARTÍCULAS MICRÓNICAS	Rango de PARTÍCULAS FINAS	Rango de PARTÍCULAS GRUESAS			

Fuente: Romicon y Aguas y Procesos

**Tabla 1–8. Filtración tangencial vs. Convencional**

PARÁMETROS	TANGENCIAL	CONVENCIONAL
Flujo líquido	A través de la superficie	Perpendicular a la superficie
Corrientes de flujo	2	1
Medida de poro	$10^{-4}$ a 0,1 micrones	> 0,1 micrones
Vida útil del ciclo	Larga	Corta
Reemplazo Unidad	> Año	Diaria, semanal o mensual
Costo de Unidad	Alto	Bajo
Separación Selectiva	Fina (nivel molecular)	Gruesa ( > 0,1 micrones )

Fuente: Aguas y Procesos

Los grupos inorgánicos de la corriente fluida, y la característica porosa de la membrana, confieren propiedades como permselectividad y semipermeabilidad.

Los procesos de membranas que tienen en cuenta el tamaño de partícula o molécula que afecta el proceso de separación se detallan en la tabla 1-9.

La estructura de las membranas filtrantes puede ser micro porosa o asimétrica. La microporosidad, isotrópica o anisotrópica de una superficie filtrante separa las partículas, por su dimensión, sobre su superficie, pero son expuestas a obstrucción, por penetración parcial de los componentes en los poros (Palacio Martinez L. 1998).

Por otro lado las membranas asimétricas, que se caracterizan por tener una delgada piel como superficie permeable de tamaño de poro definido soportado sobre una estructura más porosa no es sensible a proceso de obstrucción pero sí a la disminución de flujo por ensuciamiento o polarización por concentración.

El tamaño de poro de la superficie permeable permite diferenciar los procesos de separación cuya fuerza impulsora es la

**Tabla 1-9: Características de procesos de membrana ideal**

<b>Proceso</b>	<b>Fuerza Impulsora</b>	<b>Permeado <sup>(1)</sup></b>	<b>Retenido <sup>(2)</sup></b>
Ósmosis	Potencial Químico	Agua	Solutos y Agua
Diálisis	Diferencia de Concentración	H <sub>2</sub> O y pequeñas moléculas	Grandes moléculas y H <sub>2</sub> O
Ultrafiltración	Presión <sup>(3)</sup>	H <sub>2</sub> O + pequeñas moléculas	Grandes moléculas y H <sub>2</sub> O
Ósmosis Inversa	Presión <sup>(3)</sup>	Agua	Solutos y Agua
Electrodiálisis	Fuerza Electromotriz	H <sub>2</sub> O + solutos iónicos	Agua y solutos no iónicos
Microfiltración	Presión <sup>(3)</sup>	H <sub>2</sub> O + solutos disueltos	Agua y grandes partículas suspendidas

<sup>(1)</sup> Corriente o flujo de líquido que se separa a través de la membrana

<sup>(2)</sup> Corriente o flujo de líquido que no se separa a través de la membrana

<sup>(3)</sup> La fuerza impulsora y el tamaño de las partículas que pueden separarse a través de la membrana es distinto en cada proceso.

presión en: ósmosis inversa (es el de menor diámetro en el cual solo pasa el agua a través de la membrana reteniendo las sales y los componentes de más peso molecular), ultrafiltración (retiene solamente partículas de 0,001 a 0,2 micrones) y microfiltración (retiene partículas que se encuentran en el rango 0,1 a 10 micrones).

Los polímeros naturales o sintéticos usados en la elaboración de membrana, entre otros, son los consignados en la tabla 1-10, indicando además las aplicaciones específicas de cada una.

**Tabla 1-10. Membranas disponibles para aplicaciones específicas.**

Material	Aplicaciones		
	Microfiltración	Ultrafiltración	Ósmosis Inversa
Acetato de Celulosa	X	X	X
Triacetato de celulosa	X	X	X
Mezcla de triacetato de celulosa			X
Ésteres Celulósicos	X		
Nitrato de celulosa	X		
Celulosa (Regenerada)	X	X	
Gelatina	X		
Poliacrilonitrilo (PAN)		X	
Cloruro de polivinilo (PVC)	X	X	
Copolímero del PVC	X	X	
Poliamida	X	X	X
Polisulfona	X	X	
Polibenzilimidazol			X
Policarbonato	X		
Poliéster	X		
Poliamida		X	X
Polipropileno	X		
Complejo de polielectrolito		X	
Politetrafluoretileno (PTFE)	X		
Fluoruro de Polivinilideno	X	X	
Ácido Poliacrílico + óxido de zirconio		X	X

### 1.3.2 - Propiedades de las membranas semipermeables

Para analizar la eficiencia, en separación y rendimiento, de un proceso de ultrafiltración es importante tener presente las propiedades de las membranas utilizadas (Ver tabla 1-11), y las características físicas y fisicoquímicas del producto que se pretende concentrar, tales como:

- (a) **Tamaño de poro (dp).** Se llama así al diámetro de poro o su equivalente. La variable que caracteriza esta magnitud se denomina "poder de corte" y se define como el valor del peso molecular de aquellas moléculas que son retenidas en un 100 %.
- (b) **Distribución del tamaño de poro o densidad de poro.** Representa la cantidad de poros por área superficial de membrana.
- (c) **Porosidad o volumen vacío ( $\varepsilon$ ).** Es la fracción o volumen de membrana no ocupado por la membrana misma.
- (d) **Flujo de permeado.** Expresado como caudal (kg/h) o velocidad (cm/s) correlaciona muy bien con el tamaño de poro (dp) y la porosidad ( $\varepsilon$ ) de la membrana, la diferencia de presión aplicada ( $\Delta P_T$ ), la viscosidad del permeado ( $\eta$ ) y el espesor de la membrana ( $\Delta x$ ) a través de la ecuación de Hagen Poiseuille:

$$Velocidad = \frac{\varepsilon d_p^2 \Delta P_T}{32 \Delta x \eta} \quad (Ec.: 1-1)$$

La porosidad de la membrana se puede expresar en función del número de poros por unidad de área: N (poros/cm<sup>2</sup>)

$$\varepsilon = \frac{N \Pi}{4 d_p^2} \quad (Ec.: 1-2)$$

**Tabla 1-11: Propiedades de las membranas de ultrafiltración.**

Propiedad	Importancia
Tamaño superficie de poro	Propiedad más crítica de membrana
Distribución tamaño de poro	Afecta la eficiencia de separación
Porosidad	Vida de membrana y flujo
Retención	Separación y Rendimiento
Flujo	Minimiza el área de membrana
Estabilidad Térmica	Vida media y flujo
Resistencia al solvente	Vida de membrana
Resistencia a la presión	Vida de membrana

(e) **Retención de soluto.** Este parámetro mide el grado de permeabilidad de cada soluto para una membrana en particular, y puede expresarse en función de la concentración en el permeado ( $C_P^i$ ) y en el concentrado ( $C_C^i$ ) para cada componente, ambos expresados por unidad de materia.

$$R = \left( 1 - \frac{C_P^i}{C_C^i} \right) 100 \quad (\text{Ec.: 1-3})$$

El rango de retención esperado varía de 0 a 100 % dependiendo, además del tamaño molecular del soluto considerado y del tamaño de poro de la membrana, de las siguientes condiciones:

- Forma de la molécula (lineal o globular)
- Tipo de material de membrana: La bibliografía cita diferentes coeficientes de retención en experiencias donde solamente se varía el material de membrana. Según Munir Cheryan (1986) y cita posterior, este fenómeno debe fundamentalmente a la diferencia en la distribución de tamaño de poro de cada material de membrana

- 
- Temperatura de ultrafiltración: En general la elevación de temperatura conduce a un incremento en el flujo de permeado a través del coeficiente de difusión y de transferencia de masa debido a la disminución de viscosidad del fluido.
  - Presión transmembrana: De acuerdo a la ecuación de Hagen Poiseuille un incremento de presión eleva el flujo de permeado; aunque también aumenta la concentración de soluto en la corriente de concentrado, lo que conduce a una disminución de velocidad de permeación como se menciona más adelante.
  - Grado de agitación de la solución en la celda de alta presión adyacente a la membrana: La agitación y mezclado del fluido cerca de la superficie de la membrana reduce, por arrastre y homogeneización, el espesor de la capa límite y permite de este modo controlar los efectos de polarización por concentración.
  - La concentración del soluto: Numerosos datos experimentales muestran que el flujo de permeado disminuye exponencialmente con el incremento de la concentración de alimentación, y que cuando la concentración es la correspondiente al punto de gel el flujo tiende a cero. Esta observación experimental concuerda con lo que determina el "Modelo de película", y se deberá tener presente que todo cambio en la concentración de alimentación afectará la viscosidad, densidad y difusividad de los solutos.
  - Variabilidad de lote a lote: Las diferentes retenciones que pueden ocurrir en experiencias sucesivas suelen deberse a la falta de uniformidad de los distintos lotes de material a tratar como a pretratamientos y/o higienización deficiente de las membranas.
  - Configuración de las membranas: Existen en el mercado cuatro tipos de configuración disponible: plano, tubular, fibra hueca y

---

espiral; que, para un mismo material de membrana, materia prima a tratar y variables de procesamiento similares dan distintos parámetros de retención, fundamentalmente debido a las distintas relaciones del volumen de la solución al área de la membrana del lado de alta presión

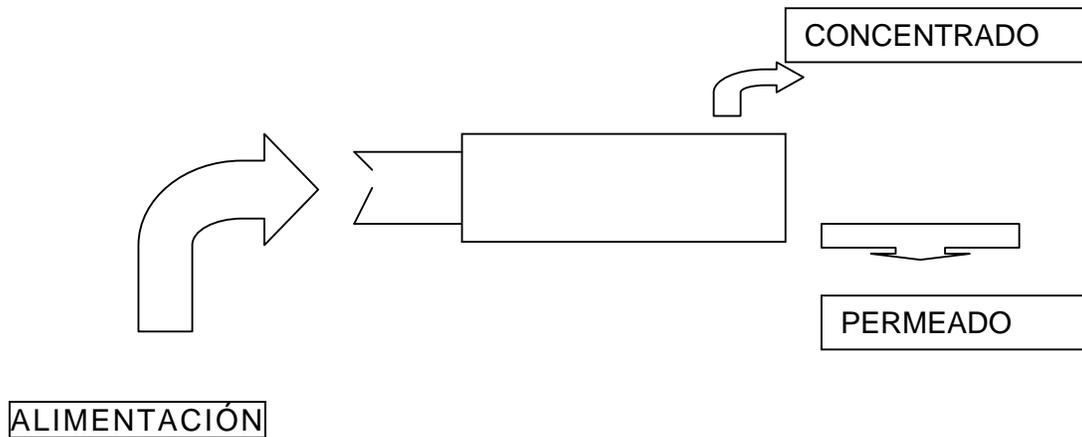
- Relación de flujo de alimentación a flujo de permeado. La reducción de la capa límite, como se discutió anteriormente, se potencia aumentando la relación de flujo de alimentación a flujo de permeado. Para conseguir esto se recurre, en los procesamientos continuos a la recirculación parcial del concentrado que se mezcla con una alícuota al flujo de permeado de alimentación.
- Presencia de otro soluto: Las moléculas normalmente permeables tienen retención cero y no alteran el proceso de concentración a menos que modifiquen las características químicas de las grandes moléculas. Sin embargo la presencia de varios tipos de solutos de gran peso molecular puede generar durante la concentración interacciones intermoleculares que provoquen un aumento de viscosidad o presencia de un gel, llamado normalmente membrana secundaria, que provoca una disminución brusca del flujo como consecuencia de la polarización por concentración.
- Concentración de especies retenidas: Si la concentración de especies retenidas es alta, la presencia de una resistencia adicional (membrana secundaria) puede modificar el coeficiente de retención de las pequeñas moléculas
- Efecto del micro medio ambiente: Si como consecuencia del proceso de concentración ocurre un cambio en el pH o fuerza iónica que afectaría la conformación molecular del soluto, es probable que haya consecuencias que se traduzcan en el cambio de retención de solutos.

- 
- (f) **Estabilidad térmica de las membranas.** Por último, las membranas deberían ser químicamente y físicamente estables en el rango de temperatura de trabajo. Caso contrario se vería seriamente afectada la vida media de la membrana y la estabilidad en el flujo de permeado para idénticas condiciones operativas.
- (g) **Resistencia al solvente.** En este punto tendremos en cuenta la resistencia a las características fisicoquímicas del material a procesar (pH, composición, etc) y a los distintos agentes químicos de limpieza que deberemos usar. Como en el punto anterior, la falta de estabilidad al solvente traería consecuencias sobre la vida media de la membrana.
- (h) **Resistencia a la presión.** Respecto a la presión cabe las mismas acotaciones hechas en el punto anterior.

La ultrafiltración permite concentrar macromoléculas (proteínas, polisacáridos, grasas, microorganismos, etc.).

Por otra parte, debe destacarse que la aplicación de los procesos de membrana, por sus características, tiene dos beneficios adicionales: por un lado la selectividad molecular del material concentrado, de acuerdo al tamaño de poro de membrana seleccionado, conduce a una mejor estandarización del producto; y por otro la posibilidad de continuar por líneas separadas el procesamiento de las corrientes de concentrado y permeado eliminando, de esta manera, la generación de efluentes.

Teniendo en cuenta que el aumento de concentración que ocurre durante el procesamiento de alimentos líquidos incrementa el ensuciamiento de las membranas, lo que ocasiona una caída del flujo de permeado, Marchetti, J. L. (1994) propone un método simple basado en una adecuada localización y calibración de caudalímetros en la corriente de permeado que permitan determinar los momentos de limpieza con objeto de optimizar un sistema semi-batch de ultrafiltración.

**Figura 1-1. Esquema del proceso de ultrafiltración**

Venier, A. y Stechina, D. (1986), Describen aspectos generales de los procesos de membrana, modelos matemáticos que definen los flujos de permeado, influencia de las variables de procesamiento (temperatura, caudal de alimentación, presión efectiva, etc), diferencias tecnológicas de los distintos procesos, diseño de equipos y correspondientes membranas. En otro orden de cosas discuten en detalle las potenciales aplicaciones de esta tecnología en el procesamiento de alimentos.

### 1.3.3 – Variables de proceso

El proceso de ultrafiltración esquematizado en la figura 1-1: permite plantear las siguientes ecuaciones de balance de materia:

- Balance de materia global

$$J_A = J_C + J_P \quad (\text{Ec.: 1-4})$$

- Balance de materia por componente.

$$J_A C_A^i = J_C C_C^i + J_P C_P^i \quad (\text{Ec.: 1-5})$$

donde:

$J_A$  = Caudal de alimentación (kg/h)

$J_C$  = Caudal de concentrado (kg/h)

$J_P$  = Caudal de permeado (kg/h)

$C_A^i$  = concentración del componente i en alimentación (kg/kg)

$C_C^i$  = concentración del componente i en concentrado (kg/kg)

$C_P^i$  = concentración del componente i en permeado (kg/kg)

Se define como factor de concentración a la siguiente relación

$$F.C. = \frac{J_A}{J_C} \quad (\text{Ec.: 1-6})$$

Reemplazando  $J_C$  de la ecuación 1-6 en la ecuación 1-5 se puede calcular  $C_P^i$  en función de F.C.

$$C_P^i = \frac{J_A}{J_P} \left( \frac{F.C. * C_A^i - C_C^i}{F.C.} \right) \quad (\text{Ec.: 1-7})$$

#### 1.4 – Procesos de deshidratación

Por lo general, el término secado se refiere a la eliminación de humedad en una sustancia; descartando de este concepto las operaciones de centrifugado, exprimido, destilación y adsorción (Treybal, R., 1980); con el propósito de modificar el crecimiento de microorganismos perjudiciales, actividad de agua, reacciones químicas y enzimáticas, conscientes que también estamos alterando el contenido aromático y la calidad nutritiva de cualquier alimento.

Además de las propiedades de conservación, el proceso de deshidratación se utiliza para reducir costos o dificultades en el embalaje, manejo, almacenamiento y transporte, ya que reduce el

---

peso, el volumen, y a veces cambia el estado físico del producto de líquido a sólido (Barbosa-Cánovas, G. y Vega-Mercado, H., 2000).

El calor requerido para la deshidratación puede ser suministrado por convección, conducción o radiación y, por lo tanto, el procesamiento puede ser directo o indirecto. En los secaderos indirectos el calor se transmite mediante las superficies metálicas calientes del recipiente y difusión térmica entre las partículas calientes y frías del producto. Los secaderos directos utilizan gas no contaminante caliente en íntimo contacto con el alimento haciendo más uniforme la transferencia térmica.

En la selección de un secador es necesario valorar el proceso global de elaboración del producto. La evaluación final para la selección de un secadero debe incluir la capacidad de producción, contenido inicial de humedad del producto, distribución de tamaños de partícula, características de secado del producto, temperatura máxima que puede soportar el producto, isotermas de humedad y datos físicos del material.

Los secaderos de armario y lecho son los más frecuentemente usados en la deshidratación; siendo las estufas, bandejas, bandejas de vagoneta, doble cono, rotatorios, flujo en cinta transportadora o túnel algunos de los equipos diseñados para tal fin. Esta operación se puede realizar en forma discontinua o continua dependiendo del tipo, cantidad de producto y frecuencia de procesamiento. Este tipo de procesamiento es el más adecuado para secar el precipitado de pectina obtenido como se discutió en el punto 1.2.3.

La atomización se utiliza en alimentos líquidos con un relativo alto contenido en sólidos. Las ventajas de la atomización incluyen unas características técnicas constantes en todo el secadero, lo que provee condiciones constantes de secado. Es una operación continua, sencilla y existe en el mercado una gama de diseños adecuados a la deshidratación de materiales sensibles o resistentes

---

al calor. Este tipo de procesamiento es el utilizado para deshidratar el concentrado pectínico obtenido por ultrafiltración.

#### **1.4.1 – Secado por atomización**

El secado por atomización incluye la formación de partículas y su propia deshidratación. El alimento líquido se transforma en gotas finamente dispersadas y luego en partículas secas mediante la atomización continua en un medio caliente. Similar a otros procesos de deshidratación, como el lecho fluidizado, el secado se produce cuando las partículas están suspendidas, pero se diferencian en el tiempo de residencia (de 5 a 10 s para la atomización respecto de 1 a 300 min para lecho fluidizado) y el tamaño de partícula seca obtenido (10 a 500  $\mu\text{m}$  para la atomización respecto a 10 a 3000  $\mu\text{m}$  para lecho fluidizado).

El atomizador puede ser

- De ciclo abierto que se caracteriza por tener una entrada de aire atmosférico caliente en modo continuo que, en contacto con las finas partículas atomizadas, provocan una instantánea deshidratación del producto para luego ser expulsado nuevamente a la atmósfera desde ciclones separadores de polvos. En este caso, el aire puede todavía contener calor residual.
- De ciclo cerrado que permite limpiar y reutilizar el aire aún caliente en un proceso continuo. La eficiencia de este tipo de secado es superior a la de los sistemas abiertos y que del secadero solamente sale producto seco, mientras que en los de circuito abierto también se lanza al exterior aire caliente que puede incluso contener micropartículas.

La característica más importante de la atomización es la formación un rocío que se encuentra en condiciones óptimas de evaporación.

Las ventajas del secado por atomización son las siguientes:

- 
- Las especificaciones de los polvos permanecen constantes a lo largo del secadero cuando las condiciones de secado son constantes.
  - Es una operación de secado continua y fácil y se puede adaptar a un control automático completo.
  - Existe un amplio intervalo de diseño de secaderos que se pueden aplicar a materiales sensibles al calor, corrosivos y abrasivos.

Las desventajas más grandes de los atomizadores es la eficiencia térmica, calor residual y manejo del aire agotado en condiciones de saturación o cercanas a ella.

#### **1.4.1.1 Fundamento y clasificación de los atomizadores**

La característica más importante de la atomización es la rotura del seno del líquido con formación de rocío en condiciones óptimas de evaporación en contacto con aire caliente promoviendo la deshidratación de los sólidos. Los atomizadores se clasifican en:

- ❖ Inyectores de presión. Con la presión se controla el flujo de alimentación y, junto a la viscosidad del líquido, el tamaño medio de las gotas formadas. La energía de presión se convierte en energía cinética que provoca el movimiento del fluido y formación de gotas por los efectos de fricción con el aire. Estos atomizadores se utilizan para obtener polvos con tamaño de partículas de 120 a 300  $\mu\text{m}$ .
- ❖ Atomizadores rotatorios. Los atomizadores rotativos se instalan en el centro del techo de los secaderos para que haya suficiente tiempo de contacto entre la gota y el aire caliente para permitir la evaporación del líquido. En este caso las variables de proceso, que definen el tamaño de gota que se somete a deshidratación son el caudal de alimentación, la velocidad de rotación del disco con paletas que permiten la pulverización del líquido debido a la

fuerza centrífuga, la viscosidad, tensión superficial y densidad del líquido.

- ❖ Atomizadores neumáticos - dos fluidos. El mecanismo de estos atomizadores involucra una alta velocidad del gas que permite crear fuerzas de fricción elevadas lo que causa la rotura del líquido en gotas. Las variables a tener en cuenta son las propiedades del líquido (tensión superficial, densidad y viscosidad) y las del flujo de gas (velocidad y densidad).

La etapa más importante de la operación de atomización es la formación de gotas. Después de la pulverización del líquido comienza el intercambio de materia y calor, provocando la pérdida de agua en forma de vapor y formación de partículas deshidratadas.

#### **1.4.1.2 – Microestructura y reconstitución de los productos atomizados**

Las características de los productos atomizados dependen del nivel de temperatura del aire de secado respecto del punto de ebullición de las gotas. Las partículas pueden ser rígidas y porosas, (cuando ambas temperaturas son iguales), poros menos rígidos con fractura tendiendo a plásticos no porosos (cuando la temperatura del aire está por encima del punto de ebullición de las gotas), o flexibles con fractura y formación de cristal (cuando la temperatura está por debajo del punto de ebullición de las gotas). (Barbosa-Cánovas, G. y Vega-Mercado, H., 2000).

Las propiedades instantáneas de los productos atomizados incluyen la humectabilidad, sumergibilidad, dispersabilidad y solubilidad en agua durante el proceso de reconstitución. La transformación de productos simples en aglomerados porosos se reconoce como el proceso instantáneo que, cambiando las características físicas del polvo, aumentan su humidificación,

hundimiento y dispersión para que la reconstitución ocurra más rápidamente.

Los polvos aglomerados se producen llevando el producto frío que sale de un atomizador a un lecho fluidizado.

En el caso del extracto pectínico obtenido como se discutió en el apartado 1.2.3, y no se comercialice como producto líquido pasteurizado, se plantea la necesidad de su deshidratación para su manipulación y almacenamiento, teniendo presente que además de las características ante mencionadas se deben cuidar las propiedades gelificantes del producto.

El procesamiento por atomización tiene la ventaja de no necesitar recuperar los solventes utilizados en precipitación.

### **1.5 - Discusión de técnicas analíticas utilizadas.**

Los galacturonanos  $\alpha$ -1,4-D aniónicos capaces de formar geles alimenticios con agua, azúcar y ácido o calcio; son simultáneamente reducidos a carbohidratos, alcoholes polihídricos, poliácidos y poliésteres. Contienen grupos polares (carboxílicos) y no polares (metílicos). Son relativamente estables a bajos pH, pero son subseptibles a reactivos químicos y biológicos que pueden demetilarlos y depolimerizarlos.

Teniendo en cuenta las innumerables propiedades de las pectinas, se desarrollaron numerosos métodos analíticos para su determinación, basados sobre la química del ácido galacturónico, aunque comprensiblemente no son específicas, e incluso, frecuentemente se necesita el aislamiento y purificación previo de las mismas.

Con el propósito de seleccionar métodos para su cuantificación, se hace una breve recopilación de las técnicas analíticas para las sustancias pécticas. (Doner L. W. 1986; McComb, E. A. y otro, 1952;

---

McCready, R. M. y otro, 1952; Stechina D. y otro, 1997 y Walter R. H. (1991).

### **1.5.1 - Métodos de detección de pectina.**

- **Precipitación.** Estos métodos se basan en la insolubilidad de las sustancias pécticas en alcohol, acetona, sales de amonio cuaternario, etc. Una reacción positiva está indicada por un depósito fibroso y gelatinoso, que se deshidrata y cuantifica por pesada. Ejemplo de ellos son el método de precipitación con acetona y el de Carre y Haynes.
- **Formación de cromógenos.** En análisis histológicos, la pectina puede distinguirse del material no péctico por teñido con reactivos específicos, como el oxiclورو de rutenio amoniaco,  $\text{FeCl}_3\text{-OH-NH}_2$ ,  $\text{FeCl}_3\text{-SO}_4\text{H}_2$ , carbazol, etc. Los ácidos urónicos o alguna otra molécula de carga negativa pueden interferir la reacción, por lo que se hace necesario, en estos casos un tratamiento previo alcalino.
- **Decarboxilación.** Esta determinación se basa en la acción de ácido mineral fuerte sobre la muestra. Esta técnica es más precisa que los métodos colorimétricos, pero su ejecución es tediosa y compleja.
- **Absorción ultravioleta.** La absorción máxima para el ácido galactorónico está en el área de 298 nm. Varios métodos analíticos utilizan esta propiedad para cuantificar sustancias pécticas.

### **1.5.2 - Métodos de medida del grado de esterificación.**

El grado de esterificación (DE) es un índice que indica la cantidad de ester metílicos existentes en los grupos carboxílicos de la cadena galacturonada. El mismo puede ser informado como

---

porcentaje del número total de grupos carboxílicos (cuyo máximo teórico es 100 %) o como contenido de metoxilo de pectina total (cuyo máximo teórico es 16,32 %).

Muchas de las aplicaciones funcionales de pectina están directa o indirectamente relacionadas al contenido de metil ester. Consecuentemente, las medidas de DE se han convertido en rutina.

- Análisis volumétrico. El grado de esterificación se obtiene directamente titulando una dispersión de pectina antes y después de la saponificación. El primer volumen del titulante, NaOH por ejemplo, será equivalente a los grupos carboxilos no esterificados, y el segundo volumen, después de la saponificación, al número total de grupos carboxilos. La titulación por reverso del exceso base e inserción de los datos relevantes en la ecuación de neutralización reduce el ejercicio a un número final.
- Prueba del metanol. El metanol es el producto final de la deesterificación de pectina, y directamente determinado, por hidrolizado, mediante cromatografía gaseosa.
- Reducción con cobre. El cobre, reducido y precipitado por la pectina se determina antes y después de la saponificación. Este método se adaptó a la determinación de sustancias pécticas en extractos de plantas donde las sustancias que acomplejan el cobre están ausentes.

### **1.5.3 – Métodos de metilación**

En ciertas investigaciones ilustrativas, esta técnica puede ser interesante con el propósito de incrementar el contenido de grupos metoxilos de pectina. Si se desea evitar la metilación de los grupos hidróxilos se debe trabajar a bajas temperaturas.

### **1.5.4 - Métodos eléctricos**

---

En un campo eléctrico la pectina emigra hacia el ánodo, a una velocidad proporcional a su velocidad de carga. A partir de este principio se desarrollaron métodos electroforéticos para la determinación cualitativa y cuantitativa de agentes de gelificación y espesamiento.

### **1.5.5 - Métodos espectroscópicos**

Los siguientes métodos de análisis de pectina utilizan la intensa coloración desarrollada con cromógenos.

- Colorimetría y espectrofotometría. Generalmente estos métodos requieren primero la deshidratación del monómero, especialmente del ácido urónico. La determinación de pectina aislada se realiza por el ensayo del carbazol o del meta hidroxidifenilo, cuantificando ácido galacturónico. La precisión de los métodos es alta, pero la mayor sensibilidad se atribuye al último método.
- Espectroscopía de dicroísmo circular. Este método fue adaptado para estudiar asociaciones intra y intermoleculares de pectina, e interacciones de pectina con contraiones. Mediante esta técnica se evaluó la fuerte influencia de los enlaces hidrógenos e interacciones electrostáticas sobre conducta reológica de las soluciones de pectina.
- Espectroscopía infrarroja. Se intentó realizar el análisis cuantitativo de pectina usando esta técnica, pero se visualizó la posibilidad de adaptar este procedimiento a los estudios estructurales y composicionales que involucran, por ejemplo, la función carboxil y las uniones hidrógeno. Con este método se puede diferenciar estructuras secundarias y terciarias de pectina.
- Espectroscopía de resonancia magnética nuclear. Este método ofrece, directamente, un recurso de medición de estructura, conformación y concentración. La interpretación de la estructura de grandes moléculas se complica por ambigüedades en su

---

espectro de resonancia magnética nuclear; no obstante se pudo establecer, por ejemplo, que residuos de ramnosil en pectina de remolacha forman parte de la cadena principal y no es un componente de la cadena lateral.

- Fotometría de dispersión de luz. En conformidad con la ecuación de Debye, una muestra con solutos de tamaño coloidal es capaz de dispersar la luz incidente, y usar este fenómeno para calcular los pesos moleculares promedios de los sólidos, sus concentración, flexibilización de la cadena, grado de esterificación, etc.

### **1.5.6 - Métodos cromatográficos**

- Cromatografía de intercambio iónico. Debido a su carga negativa, las sustancias pécticas están particularmente sujetas a aislación y fraccionamiento sobre absorbentes catiónicos. Esta técnica fue utilizada para identificación de componentes a partir de una muestra de ácido pectínico.
- Cromatografía en gel. Este método se llama también cromatografía de permeación de gel y cromatografía de exclusión de tamaño porque su principio fundamental es la retención y migración de fracciones de un soluto polimérico heterogéneo a diferentes velocidades a través de una matriz gel, predominantemente sobre la base del tamaño. El método facilita el estudio de pectinas heterogéneas y productos de degradación de pectinas.
- Cromatografía líquida de alta resolución. Este método describe la especial condición de cromatografía de intercambio iónico o gel a presión de flujo de solvente elevado por lo cual una resolución se mejora muchas veces sobre los que se obtuvieron a presión atmosférica. Con esta técnica se pudo, por ejemplo demostrar la

variabilidad de los radios de giro de la pectina dispersada como una función de las propiedades intrínsecas y extrínsecas.

- Cromatografía de capa fina. En este procedimiento la separación líquido-líquido de soluto ocurre en una superficie sobre dos direcciones, dando como resultado una mejor resolución. Es posible trabajar con volúmenes de muestra pequeños y baja concentración, lo que permite, por ejemplo evaluar la pureza de pectinas al nivel de trazas.
- Cromatografía de gas - Espectrometría de masa. La combinación de métodos se puede utilizar para determinar contenido de ácido galacturónico (cromatografía de gas) y derivados de pectina (espectrometría de masa)

### **1.5.7 - Osmometría de membrana**

La osmometría es una técnica que permite, mediante la determinación de la presión osmótica generado por el flujo a través de una membrana semipermeable de una dispersión de pectina, conocer el número de moles del soluto.

### **1.5.8 - Viscosimetría**

Las deformaciones y mediciones de flujo son un acercamiento común a la caracterización física de coloides. Los viscosímetros operan sobre muchos principios básicos. Los diseños de capilaridad y rotacional son más frecuentemente aplicados a pectina.

- Viscosimetría capilar. El flujo se inicia hacia abajo a través de una columna de vidrio capilar vertical a una presión y temperatura constantes. Los datos se tratan para producir, en última instancia, viscosidad intrínseca ( $\eta$ ) que es sinónimo de viscosidad limitante. La unidad está expresada en volumen/peso.

- 
- Viscosimetría rotacional. Este método requiere muestras más grandes que la viscosimetría capilar, y es más adecuado a mayores concentraciones. Con esta técnica se puede evaluar el efecto de pH, esfuerzo, concentración, temperatura, etc. Sobre soluciones de pectina.

## 1.6 – Caracterización reológica de geles de pectina

Más del 50 % de la producción de pectina mundial se usa en la elaboración de jaleas, compotas, mermeladas y productos de confitería (Beach, P.; y otros, 1986), por lo que la habilidad de variar la viscosidad de soluciones azucaradas concentradas, e incluso formar geles bajo determinadas condiciones del medio compatibles con sus características químicas es la propiedad más importante a tener en cuenta. (Axelos M.A. y otro, 1991)

Existen buenas correlaciones directas entre la viscosidad de una solución de pectina y el valor de fuerza de rotura de geles, por lo que se propuso la medición de esta variable como un medio de graduación, y se analizaron varios métodos para estandarizar la capacidad de formación de jalea de pectina, basados en el poder de retención de agua del sistema azúcar pectina. El método SAG es un parámetro de estandarización del grado de jalea y se define como la cantidad de azúcar que gelificaría una parte de pectina bajo condiciones prescritas a una fuerza de firmeza estándar.

Se desarrollaron nuevos métodos para el análisis de textura de jaleas y compotas, ya que el análisis SAC no es del todo confiable para predecir el efecto de la pectina sobre el producto final.

El primer instrumento seleccionado para estandarizar el grado de jalea es el **Ridgelímetro**; porque se lo consideró fácil de usar y sus resultados se encontraron reproducibles.

Las jaleas para determinación con ridgelímetro se preparan en vasos de vidrio cónicos especiales de dimensiones definidas.

---

Después de 24 horas de tiempo de permanencia, se alisa bien la superficie del vaso, y la jalea se voltea sobre un plato de vidrio el que se posiciona bajo un tornillo micrometrado montado sobre el ridgelímetro. El tornillo micrometrado mide el SAG o el colapso de la jalea.

Las discusiones más relevantes que planteó la puesta en marcha de este método son:

- El pH al cual se realiza la determinación
- El material de la copa donde se forma el gel.
- La jalea usada para la determinación no es representativa de una jalea que recibe el consumidor.
- Concentración de azúcar utilizado para preparar la jalea.

Es por ello que se buscaron otros métodos para determinar el dosaje de una pectina particular, requerido para obtener un producto final satisfactoriamente.

El **pectinómetro**, desarrollado en Alemania, está basado en una copa de superficie lateral corrugada. En el fondo se coloca un disco perforado unido a una cuerda que está sostenido por una polea. Se coloca la jalea, se deja fraguar por un tiempo determinado, para luego colocar pesas del otro extremo de la cuerda hasta que el plato perforado rompa el gel y ascienda. El pectinómetro mide el peso necesario para romper la jalea con el plato inferior. Hoy está representado por una versión electrónica sofisticada que desarrolló y comercializa una firma Alemana.

El analizador de textura **Stevens Volland** está programado para bajar un huso en el gel a una velocidad determinada (0,5 mm/s) y a una profundidad específica (5 mm). Una presión de carga mide la resistencia que puede obtenerse desde un lector digital o un graficador conectado.

Si la presión seleccionada supera el límite elástico de la jalea, lo que se mide es la fuerza de rotura, pudiéndose determinar también la profundidad a la que ésta ocurre.

---

Además, los valores de viscosidad de soluciones de pectina se encontraron que correlacionan linealmente con las determinaciones SAG, lo cual permitiría obtener una relación entre viscosidad y grado de metoxilación.

## Capítulo 2.- OBJETIVOS

El objetivo del presente estudio es estudiar la viabilidad de los procesos de membrana para el desarrollo de una tecnología de obtención de pectina de cítricos, para lo cual se propone la concentración de extracto de pectina por medio de una membrana semipermeable específica, para obtener un producto capaz de ser utilizado como gelificante o espesante de alimentos.

Para lograr este objetivo general se prevé concretar los siguientes objetivos específicos:

- Evaluar el incremento de sólidos insolubles en alcohol (SIA) y de ácido galacturónico (AGA) como consecuencia de la lixiviación de la corteza de limón.
- Puesta a punto de un método de extracción de pectina y evaluación de la intensidad de extracción de AGA de la corteza de limón lixiviada.
- Estudiar el proceso de ultrafiltración de extracto pectínico y la influencia de las variables de proceso sobre el flujo de permeado y la concentración de ácido galacturónico y SIA en el extracto concentrado.
- Deshidratar por atomización los concentrados de extracto Pectínico y evaluar las propiedades fisicoquímicas del polvo obtenido.
- Formulación de geles, y evaluación de las características reológicas del producto.

## **Capítulo 3.- MATERIALES Y MÉTODOS**

### **3.1 - Materiales**

- ❖ AGUA DE RED MUNICIPAL, para obtener los datos experimentales que permitan calcular la resistencia hidráulica de membrana, y garantizar la correcta realización del protocolo de higienización del equipo de ultrafiltración.
- ❖ Sujeto a la disponibilidad de cáscara de limón en la industria cítrica se trabajó en forma alternativa con este material o con limón de estación adquirido en comercios de la zona, y en el laboratorio se le separó el mesocarpio para concretar las actividades de este trabajo.

### **3.2 - Análisis estadístico.**

Se adoptó un diseño estadístico rotacional centrado, (Montgomery, D. 1991) con el objeto de evaluar la influencia de la temperatura de procesamiento, factor de concentración e intensidad de diafiltración sobre el caudal promedio de permeación y las concentraciones de AGA y SIA. Los resultados fueron sometidos a análisis de regresión de variancia por medio del programa Statgraphics Plus Versión 7.

### **3.3 – Descripción del método de obtención de pectina y diagrama de flujo.**

#### **3.3.1. – Experiencias de acondicionamiento de cáscara de limón.**

La lixiviación se concretó en tanque reactor con agitación en el cual se mantuvo la temperatura del agua por debajo de los 10 °C con hielo triturado.

Para las experiencias de acondicionamiento se utilizó cáscara obtenida en la industria cítrica de la zona o fruta fresca, cuando no se disponía del residuo industrial. Se trituró la cáscara de limón, hasta obtener trozos de 3 a 4 cm<sup>2</sup> de área, se agregó 10 veces su propio peso de agua helada y mantuvo una agitación durante 30 minutos a una temperatura entre 4 a 6 °C, procediendo a la filtración del líquido y repitiendo esta operación tres veces más, tomando de cada experiencia muestra inicial y final de la cáscara para análisis de humedad, sólidos insolubles en alcohol (S.I.A) y contenido de ácido galacturónico según las técnicas discutidas en el apartado 3.5.1. En el líquido filtrado se tomó muestra para la determinación de sólido solubles y pH. (Anexos tablas 1 a 17)

### **3.3.2 - Experiencias de extracción de pectinas**

La extracción de pectina se realizó en un reactor con agitación y doble pared para calefacción por medio de vapor condensante que permita mantener la temperatura constante.

Esta operación se realizó en dos etapas consecutivas agregando en cada una 10 veces su propio peso de agua acidulada con ácido cítrico (hasta pH = 2,50); calentándose hasta una temperatura de 95 °C durante 60 minutos, procediendo a la filtración del líquido y repitiendo esta operación una vez más, tomando de cada experiencia muestra final de la cáscara residual y del líquido filtrado final, para análisis del contenido de humedad, SIA y AGA. Además en el extracto se determinó pH y sólidos solubles (° Brix). (Anexos tabla 1 a 17)

### **3.3.3 – Experiencia de obtención de pectina por el método convencional**

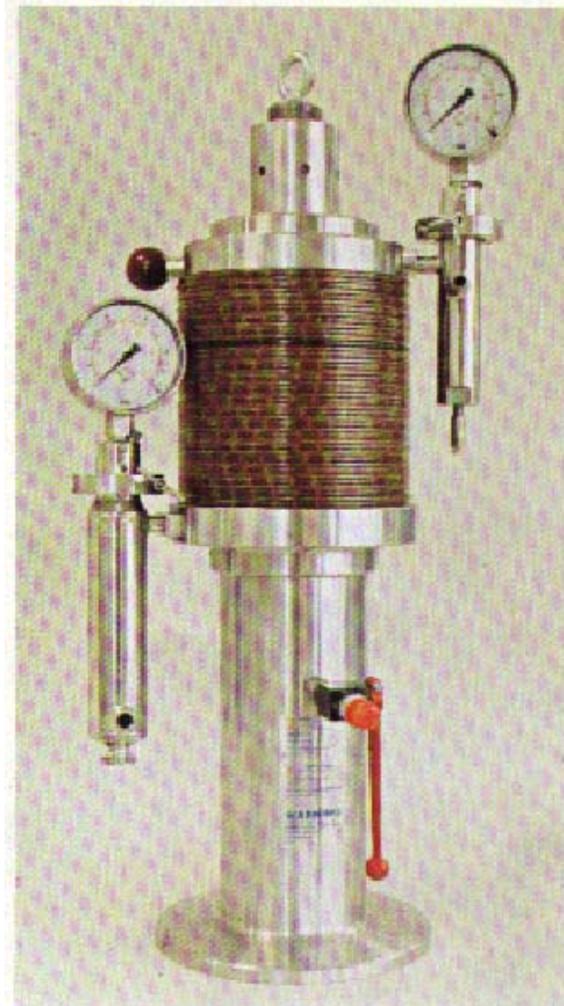
La muestra testigo, adicionalmente preparada (Anexo tabla 17), se concentró en reactor con agitación, doble pared para calefacción con vapor condensante y sistema de cierre para trabajar bajo vacío, hasta reducir su volumen aproximadamente al 50 % y posteriormente se precipitó con acetona (Proporciones: 2 volúmenes de solvente + 1 volumen de extracto). Se filtró el precipitado y se secó en estufa a baja temperatura. Adicionalmente se extrajo muestra y realizó a análisis del contenido de humedad, SIA y AGA, además de pH y sólidos solubles ( $^{\circ}$  Brix) al extracto.

### **3.3.4- Experiencias de concentración por ultrafiltración**

Se llevó a cabo con un módulo de laboratorio DDS, modelo LAB 20 – 072 (ver informes técnicos de la firma Pasilac), propiedad del I.N.T.I. y cedido en préstamo previa firma de un convenio de cooperación institucional (Figuras 3-1 y 3-2), con los siguientes accesorios:

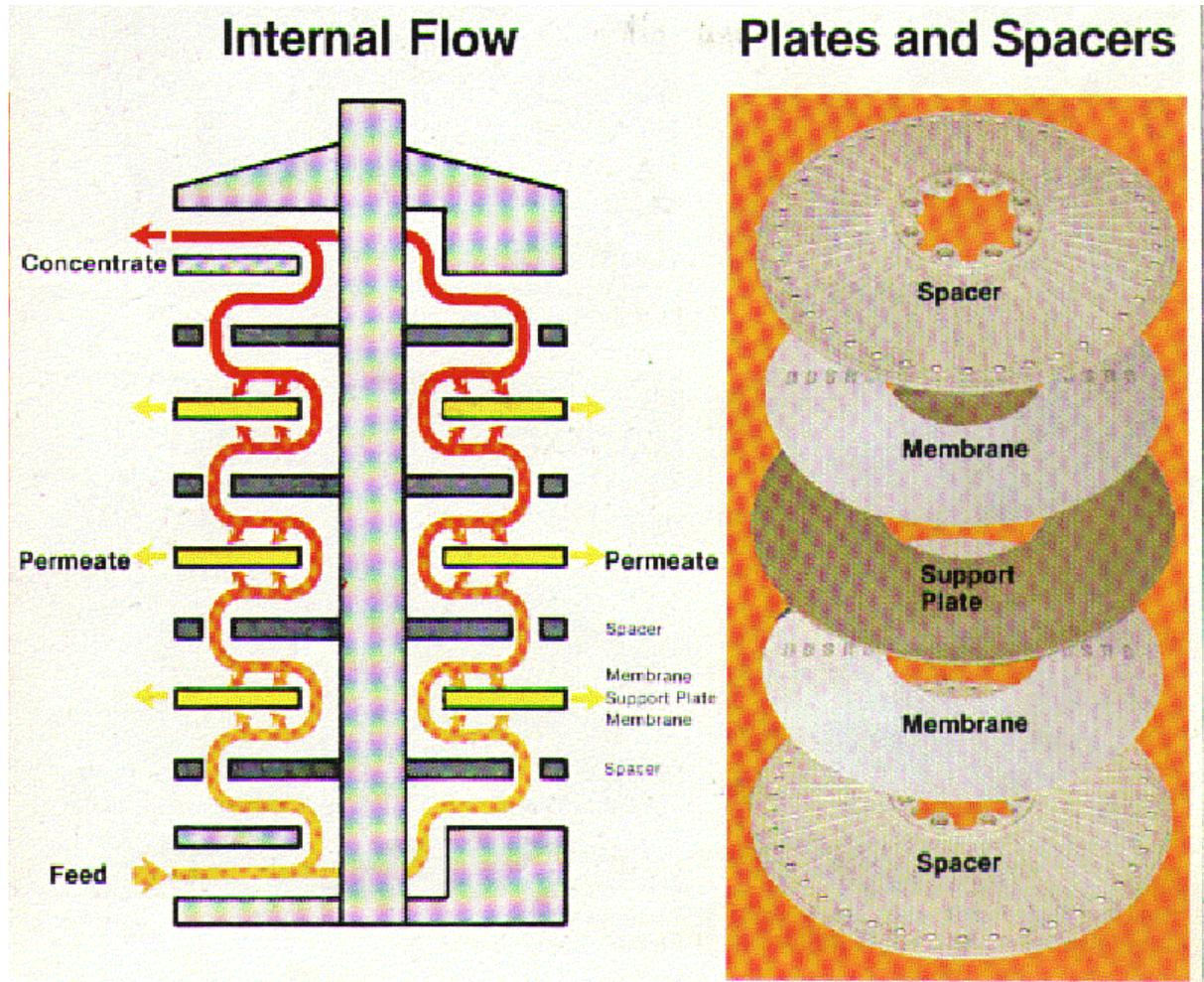
- ◆ Un motor ASEA de 4 HP.
- ◆ Una bomba de alta presión con variador RANNIE 12 – 18/50.
- ◆ Un cilindro hidráulico marca ENERPA RCH 302 T
- ◆ Un carro de servicio con válvulas para agua de proceso y tanque de almacenamiento y recirculación del concentrado.
- ◆ Dos manómetros con escala 0 – 10 Bar, instalados en los extremos de la columna de membranas (conducto de alimentación-concentrado), lo que nos permite definir presión transmembrana como la semisuma de dos valores manométricos.
- ◆ Membranas de polímero sintético.
- ◆ El área de membrana del equipo es de 1,036 m<sup>2</sup>

**Figura 3-1. Equipo experimental**



**Lab-Module para Ultrafiltración y Osmosis Inversa.**

Figura 3-2. Esquema constructivo y de flujo del módulo



- ◆ Filtro de agua de soporte sintético de 50 micrones.
- ◆ Adicionalmente se le instaló generador externo de agua caliente eléctrico e intercambiador de calor al depósito de 30 litros con sistema por recirculación en un serpentín.

### 3.3.4.1 - Experiencias previas

#### 3.3.4.1.1 - Protocolo de limpieza y acondicionamiento del equipo de ultrafiltración

En primer lugar es necesario estandarizar un mecanismo de higienización que se será utilizado después de concretada cada experiencia de ultrafiltración para poder conocer su eficiencia a través del parámetro de permeabilidad de membrana y decidir, si corresponde, su repetición. El protocolo de limpieza de las membranas se concretó según la siguiente metodología recomendada por el fabricante (Tabla 3-1):

**Tabla 3-1.- Protocolo de limpieza**

	Tiempo (min)	Presión (bar)	Temperatura (°C)	pH
Lavado con agua	10	8 - 10	40 - 50	
Lavado con NaOH	30	8 - 10	55 - 60	12,5
Lavado con agua	5	8 - 10	50 - 80	
Lavado con NO <sub>3</sub> H	20	8 - 10	40	1
Lavado con agua	5	8 - 10	40	
Lavado con NaOH	60	8 - 10	55- 60	12,5
Lavado con agua	5	8 - 10	40	

---

### **3.3.4.1.2 - Determinación de la resistencia intrínseca de membrana**

Antes de comenzar a trabajar con extracto pectínico, se determinó resistencia intrínseca ( $R_m$ ) de las membranas, empleando la medida del flujo instantáneo de permeado ( $F_{Pi}$ ) de agua en unidades de  $L/(h \cdot m^2)$  o  $m^3/(h \cdot m^2)$  en condiciones de temperatura, y presión estándares.

El  $F_{Pi}$  queda definido por el cociente entre el caudal de permeado y el área de membrana filtrante. El agua utilizada, que proviene de la red municipal, se filtra para eliminar material en suspensión. Para evaluar el valor de  $R_m$  se realizaron 15 experiencias con cinco repeticiones cada a caudales de alimentación ( $J_A$ ) constantes de 206, 285 y 372 kg/hora; para obtener datos de  $F_{Pi}$  a distintas temperaturas y caída de presión transmembrana. (expresada en Bar)

#### **3.3.4.1.2.1 – Cálculo de la resistencia intrínseca de la membrana**

En el capítulo 1 (Apartado 1.3.1) se discutió las características de las membranas asimétricas, remarcando la importancia que tiene su estructura porosa en la permeabilidad a los componentes específicos del material a procesar y en la disminución del flujo de permeado por obstrucción o ensuciamiento superficial. Para calcular la resistencia intrínseca de la membrana se requiere realizar experiencias de permeabilidad con agua tratada, a distintas temperaturas, presión transmembrana y caudal de alimentación.

Las tablas 18 a 20 (ver Anexos) ilustran la variación del caudal instantáneo de permeado ( $J_{Pi}$ ) en litros/minutos y  $F_{Pi}$  (m/h) para los tres ( $J_A$ ) mencionados en el apartado anterior y a distintas temperaturas y presiones.

Como se puede observar,  $F_{Pi}$  tiene comportamiento lineal con la caída de presión, para cada  $J_A$  y temperatura.

De la ecuación de Darcy, (Cheyran, M. 1986) tenemos:

$$F_{Pi} = L_p \Delta P = \frac{\Delta P}{\mu R_m} \quad \text{Ec. (3-1)}$$

siendo:  $L_p$  = Permeabilidad intrínseca de la membrana [ $m/(Bar \cdot h)$ ]

$R_m$  = Resistencia intrínseca de la membrana ( $m^{-1}$ )

$\mu$  = Viscosidad del permeado [ $Kg/(h \cdot m)$ ]

$\Delta P = (P_1 + P_2)/2$  (Bar) Este valor corresponde a la media de los valores extremos del lado del concentrado; ya que del lado del permeado la presión es la atmosférica.

Expresando  $F_{Pi}$  en función de la resistencia intrínseca y la permeabilidad intrínseca de la membrana vemos que los datos experimentales ajustan con una ecuación lineal, cuyos coeficientes analizados a la luz de la expresión de Darcy pone de manifiesto la existencia de un gradiente mínimo de presión transmembrana, aún cuando el flujo de permeado instantáneo es nulo, equivalente a la presión osmótica de soluciones salinas, a la que llamamos  $\Delta P_{Origen}$ . (Tabla 21 de Anexos).

Para comparar ambas expresiones es necesario uniformar las unidades de los valores de presión utilizados:

$$1Bar = 10^5 \frac{Newton}{m^2} = 1,296 * 10^{12} \frac{kg}{mh^2} \quad (\text{Ec. 3-2})$$

$$1Newton = 1 \frac{kgm}{s^2} = 1,296 * 10^7 \frac{kgm}{h^2} \quad (\text{Ec. 3-3})$$

Con estas ecuaciones podemos determinar la inversa de  $L_p$  para cada valor de temperatura de tal manera de tener:

$$\frac{1}{L_p} = \mu R_m \Rightarrow R_m = \frac{1}{L_p \mu} \quad (\text{Ec. 3-4})$$

Representando gráficamente los valores de la tabla 22 (anexos)  $1/L_p$  en función de la viscosidad del agua se puede cuantificar el parámetro  $R_m$ . El valor de la resistencia intrínseca de la membrana resultó igual a  $3 * 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . (Figura 3-3)

Teniendo presente que a mayor  $J_A$ , tenemos flujo turbulento sobre toda la superficie de la membrana del lado del concentrado, y por lo tanto se reduce la resistencia proveniente del aumento de concentración de macromoléculas sobre la superficie de la membrana adoptamos 372 kg/h como caudal de alimentación para ejecutar nuestro diseño experimental de ultrafiltración.

Además, como se discutió en el apartado 3.3.4.1.1, es necesario conocer la eficiencia de higienización realizada después de cada experiencia de ultrafiltración a través del parámetro de permeabilidad, adoptamos como valor de referencia el que resulta a 372 kg/hora de alimentación y 40 °C de temperatura ( $L_p = 0,0272 \text{ m}/(\text{h} * \text{Bar})$ ).

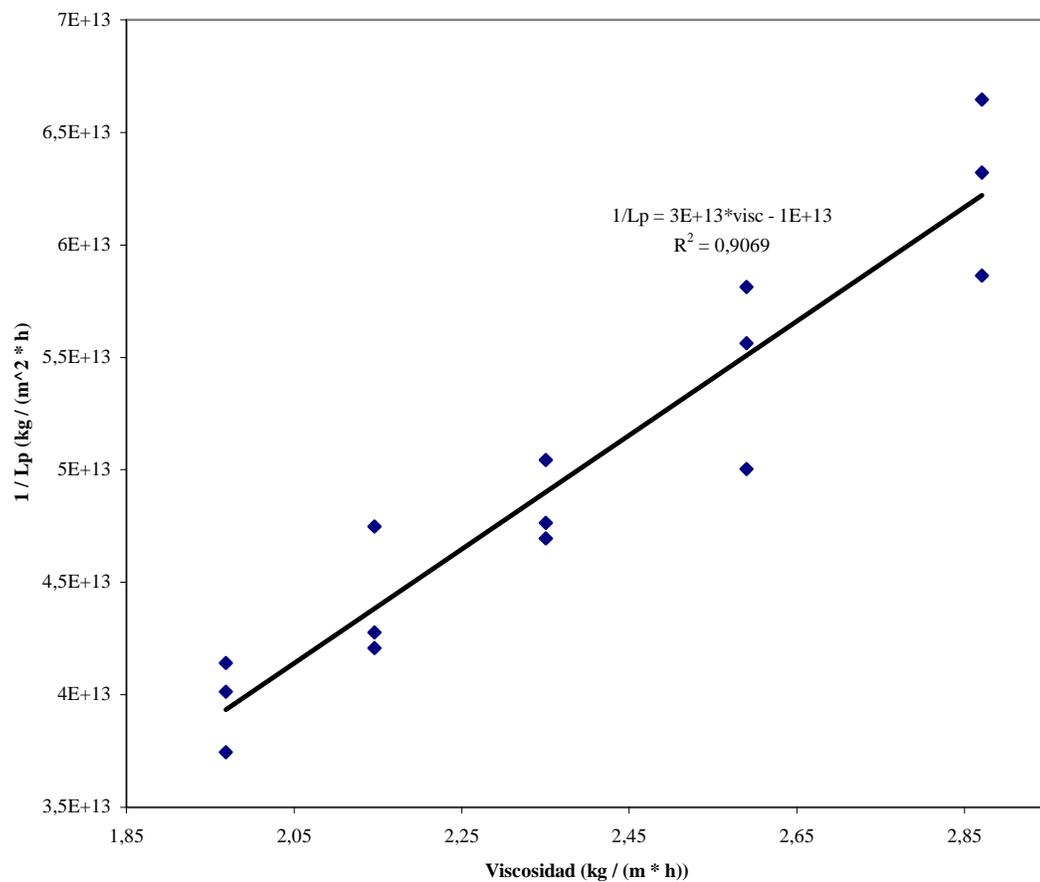
### 3.3.4.2 – Concentración de extracto pectínico

Se concretaron dos actividades distintas:

- Variación del flujo instantáneo volumétrico. Se realizaron tres experiencias de concentración de extracto pectínico de limón, a distintas temperaturas (35°C, 42,5°C y 50°C) para evaluar la influencia del factor de concentración en la variación de flujo de permeado instantáneo ( $F_{Pi}$ ), y en la diferencia de presión transmembrana.

- Evaluación del flujo promedio de permeado (Stechina D. y otro, 2002). Mediante el diseño estadístico rotacional centrado (tabla 23 de anexos) de 16 experiencias de concentración de extracto pectínico se evalúa la influencia de las variables de proceso en el

**Figura 3-3. Variación de la permeabilidad de la membrana al agua con la viscosidad.**



flujo de permeado promedio ( $F_{Pp}$ ) (tablas 24 a 39 de anexos), concentrando primero hasta el factor de concentración establecido en el diseño. Para la diafiltración se agregó agua en una proporción, también establecida en el diseño, con relación al

concentrado obtenido eliminando luego como permeado una cantidad igual al agua adicionada.

En cada experiencia se toman muestras de concentrado y permeado parciales, una vez alcanzados el F.C. fijado por diseño, y finales (una vez concluida la diafiltración) para análisis de SIA, AGA, sólidos solubles, pH y conductimetría.

### **3.3.5 – Experiencias de secado por atomización**

La deshidratación de las muestras de concentrado pectínico se realizó en un secador por atomización marca Espaq – Fe Ingeniería, de las siguientes características:

- Cámara spray de 1200 mm. de diámetro construido en acero inoxidable calidad AISI 316
- Rotor atomizador de 2 HP de potencia con disco de 120 mm. De diámetro y variación de velocidad periférica en el disco entre 100 y 170 m/s.
- Ciclón separador de polvos, provisto de válvula tipo clapeta en su parte inferior para realizar el cambio de los recipientes colectores de polvo.
- Generador de aire caliente; vertical – sistema directo – realizado en chapa de acero inoxidable calidad AISI 304. Quemador a gas natural con válvula de seguridad y piloto.
- Conducto de aspiración. Realizado en chapa de acero inoxidable calidad AISI 316. Pulido sanitario de fácil desarme para limpieza.
- Conducto ciclón – ventilador. Construido en chapa de acero inoxidable calidad AISI 316. Pulido sanitario, con registro graduable tipo mariposa.
- Conducto de aire caliente. Construido en chapa de acero inoxidable calidad AISI 304, totalmente aislado con lana de vidrio, cubierta exterior realizada en chapa negra remachada.

- Ventilador de aspiración. Centrífugo, construido en chapa negra, con motor eléctrico blindado, y acoplamiento mediante correas y poleas.

Los concentrados obtenidos de las experiencias de ultrafiltración se deshidratan por atomización. En el transcurso del proceso se registra periódicamente la temperatura de entrada y salida de gases con el objeto de estimar sus valores medio, y además se determina el tiempo de secado (en horas). Se toman muestras de los productos deshidratados para análisis de sólidos totales, SIA, AGA e Índice de saponificación. Aplicando el balance de masa global y de sólidos se determina la cantidad de agua evaporada (kilogramos de agua/hora) y la producción (kg de producto deshidratado/h)

### **3.3.6 – Experiencias de gelificación**

Se emplea un equipo para la determinación de textura en alimentos, marca STABLE MICRO SYSTEMS, que es adecuado para las mediciones de tensión, compresión, flexión, constante de estiramiento, prueba de fatiga y relajación en todo tipo de alimentos. Puede ser controlado mediante un teclado o por un Software específico que trabaja bajo Windows, permitiendo realizar gráficos, cartas de trabajo, y una amplia flexibilidad de manejo.

Se realizó experiencias de gelificación con las 16 muestras de producto deshidratado y testigo adicional, tomando como base una solución de sacarosa de 65 ° Brix. Se llevó a punto de ebullición para asegurar la completa disolución del azúcar, se agregó el 3 % pectina, se homogeneizó, y colocó en las jarras adecuadas para análisis de reología, se tapó y dejó en reposo a temperatura ambiente 24 horas antes de realizar las pruebas de textura.

### 3.4 – Métodos analíticos

#### 3.4.1 - Determinaciones analíticas fisicoquímicas

- **Contenido de humedad. (Método de deshidratación en estufa)** (S. V. Ting Rusell Rouseff, 1986)

Cáscara inicial, lixiviada y agotada. Para determinar el peso seco de cáscara u otro tejidos, se muele rápidamente el material en un molino de alimento, mezclar a fondo. Un mezclado satisfactorio del tejido base, puede realizarse sin pérdida indebida por evaporación colocando la muestra en un jarro grande estrechamente cerrado o saco de polietileno. Sacudir rápidamente hasta mezclarlo. Pesar una caja de Petri seca ( $M_1$ ), agregar una alícuota de alrededor 20 gr. ( $M_2$ ) y deshidratar en un fondo de aire a 90° C; primero por 5 - 6 horas sobre aire forzado y finalmente a 100° C por una 1 o 2 horas hasta peso constante. Colocar la caja de petri en desecador hasta enfriamiento y pesar ( $M_3$ ). Calcular el contenido de humedad.

$$\text{Humedad}(B.S.) = \frac{(M_2 - M_1) - (M_3 - M_1)}{(M_3 - M_1)} \quad (\text{Ec. 3-5})$$

Pectina en polvo. Se utiliza la misma técnica usada para la determinación de cáscara, salvo que el tamaño de la muestra es menor, de alrededor de 2 gramos.

Se aplica esta técnica a todas las muestras que posteriormente se determinará sólidos insolubles en alcohol.

Extracto inicial y concentrados. Pesar un crisol de porcelana con arena deshidratada ( $M_1$ ), agregar una alícuota de aproximadamente 20 gr. pesada al 0.01 gr. ( $M_2$ ). Se calienta a 65° en estufa de vacío parcial de no más de 100 mm. de Hg

aproximadamente por 6 horas hasta pesada constante ( $M_3$ ). Calcular el contenido de humedad usando la ecuación de la técnica anterior.

- **Sólidos insolubles en alcohol. (Método de precipitación en alcohol).**

Reactivos: a) Etanol 95 %, b) Etanol 66 % y c) Acetona pura

Método. 1) En cáscaras y pectina en polvo deshidratados. Se aplica esta técnica a todas las muestras sólidas que previamente se determinó humedad.

- Aproximadamente 1 gramo de muestra ( $M_1$ ) se mezcla con 10 ml. de alcohol 95 %.
- Mezclar y dejar reposar 15 minutos
- Centrifugar 10 minutos
- Pesar un disco de papel de filtro previamente deshidratado ( $M_2$ )
- Filtrar el sobrenadante sobre el papel de filtro
- Lavar el precipitado con 200 ml. de alcohol 66 %
- Mezclar y dejar reposar 15 minutos
- Centrifugar 10 minutos
- Filtrar el sobrenadante sobre el mismo papel de filtro anterior
- Lavar el precipitado con 200 ml. de alcohol 95 %
- Mezclar y dejar reposar 15 minutos
- Centrifugar 10 minutos
- Filtrar el sobrenadante sobre el mismo papel de filtro anterior
- Lavar el precipitado con acetona y volcar todo en el papel de filtro.
- Colocar el papel de filtro con el precipitado en una cápsula de cenizas, secar a estufa a 100 °c hasta pesada constante ( $M_3$ )

- Calcular S.I.A.

$$S.I.A. = \frac{M_3 - M_2}{M_1} \quad (\text{Ec. 3-6})$$

2. En extractos. Tomar 10 o 20 gramos de extracto ( $M_1$ ), según la concentración de sólidos y mezclarlo con igual cantidad de alcohol al 95 %. Continuar desde el punto 2 hasta el final como en el caso anterior.

- **Ácido Galacturónico. (Método colorimétrico del metadifenilo).** (Blumenkrantz N. y otro, 1973)

Todas las determinaciones se realizan con el material que queda después de calcular S.I.A. Para obtener la muestra se pesa alrededor de 0,05 gr ( $M_1$ ) de material libre de humedad y sólidos solubles, y se dispersa íntimamente en 200 ml de agua destilada.

Reactivo y materiales: a) Metahidroxidifenilo. b) Hidróxido de sodio. c) Tetraborato de sodio. d) Ácido sulfúrico.

Método: A 0,2 ml de la muestra recientemente preparada, que contiene de 0,5 a 20  $\mu\text{g}$  de ácido urónico, se agrega 1,2 ml. de tetraborato de sodio / ácido sulfúrico. Los tubos se refrigeran en hielo molido. La mezcla se agita en mezclador vortex y luego se calienta en baño de agua a 100 °C por 5 minutos. Después de enfriarse en baño de agua helada, se agrega 20  $\mu\text{l}$ . de reactivo m-hidroxidifenilo. Los tubos se agitan y dentro de los 5 minutos se hacen medidas de absorbancia en un espectrofotómetro, a 520 m $\mu$ .

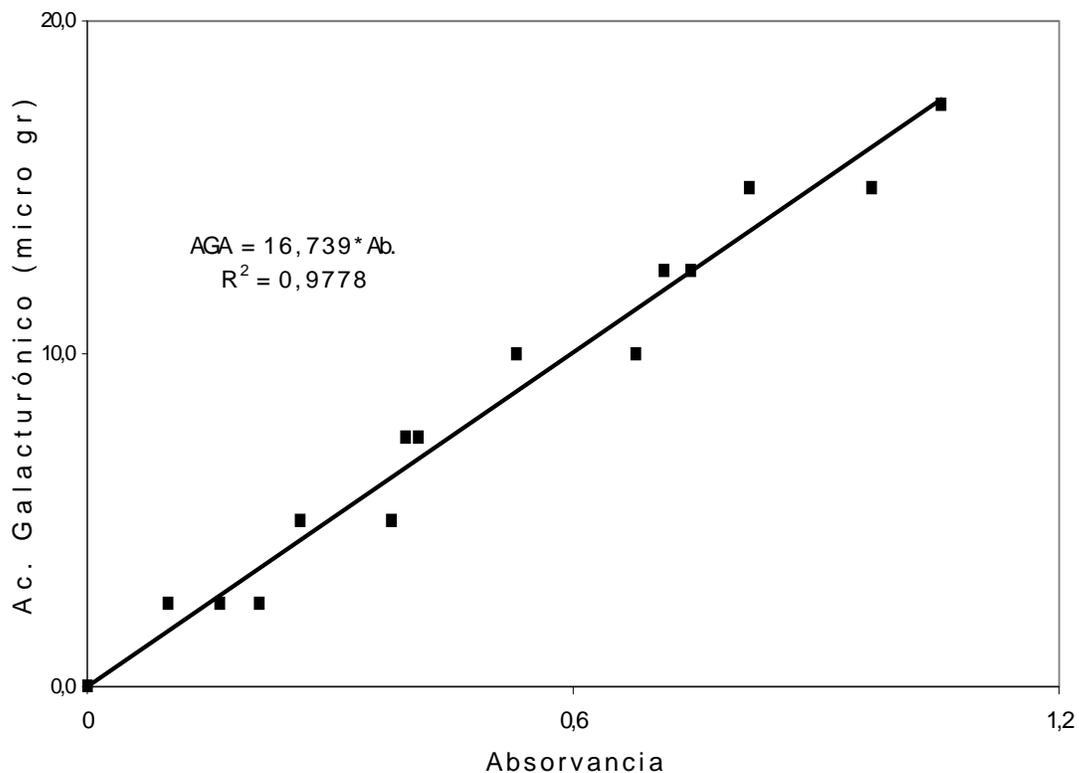
Como los carbohidratos producen un cromógeno rosado con  $\text{SO}_4\text{H}_2$  / tetraborato a 100 °C, se corrió una muestra blanco sin la adición del reactivo, el que se reemplazó por 20  $\mu\text{l}$ . de 0,5 %

de hidróxido de sodio. La absorbancia del blanco se sustrajo de la absorbancia total.

La figura 3-4 muestra la curva de calibrado para la determinación de ácido galacturónico construido con estándares de trabajo de concentración conocida (Stechina, D. y col. 1997), la que será de utilidad para calcular el contenido de AGA de una muestra (Anexos, antecedentes propios):

Con el valor de absorbancia tenemos la cantidad de AGA (en  $\mu\text{gr}$ ) contenida en 0,2 ml de muestra, por lo que en 200 ml tendremos 1000 veces más; y este valor corresponde a lo que contiene  $M_1$ .

**FIGURA 3-4. Curva de calibrado para la determinación de ácido galacturónico.**



- 
- **Conductimetría.** Se realiza esta determinación a todos los concentrados y permeados parciales del proceso de ultrafiltración.
  - **pH. (Método Potenciométrico).** Se realiza esta determinación a todos los filtrados del proceso de lixiviación, agua acidificada utilizada en el proceso de extracción, extracto pectínico original, concentrados y permeados parciales del proceso de ultrafiltración.
  - **Sólidos solubles (Método Refractométrico).** Se realiza esta determinación a todos los filtrados del proceso de lixiviación; extracto pectínico original, concentrados y permeados parciales del proceso de ultrafiltración.
  - **Método de valoración de los grupos metoxilos por saponificación.** Se realiza esta técnica a todas las muestras de pectina en polvo.

Reactivo y materiales: a) Alcohol. b) Hidróxido de sodio. c) Rojo de fenol. d) Azul de bromotimol. e) Rojo de cresol. f) Ácido clorhídrico.

Método: Disolver un gramo de pectina (humedecido con un poco de alcohol) en 300 ml. de agua en un erlenmeyer de 500 ml y valorar la solución de pectina con hidróxido de sodio 0,1 N usando el indicador de Hinton (una mezcla de tres partes de rojo de fenol y de una parte de cada uno de azul de bromotimol y de rojo de cresol). Después de añadir 20 ml. de hidróxido de sodio 0,5 N, se tapa el frasco y se deja reposar la mezcla reaccionante durante dos a tres horas a temperatura ambiente, después de lo cual se añaden 20 ml de ácido clorhídrico 0,5 N y se vuelve a valorar la solución con hidróxido de sodio 0,1 N. Este último número corresponde al valor de la saponificación.

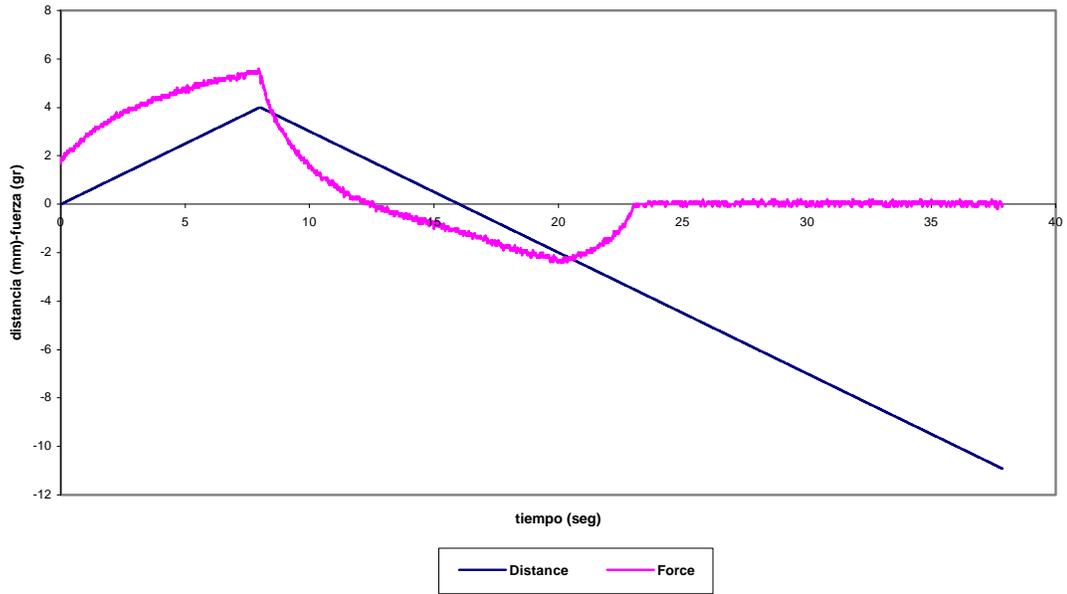
---

### **3.4.2 - Determinaciones reológicas. Análisis texturómetro (Método Comparativo de Fuerzas de Ruptura y Fragilidad / Elasticidad de Geles Formulados).**

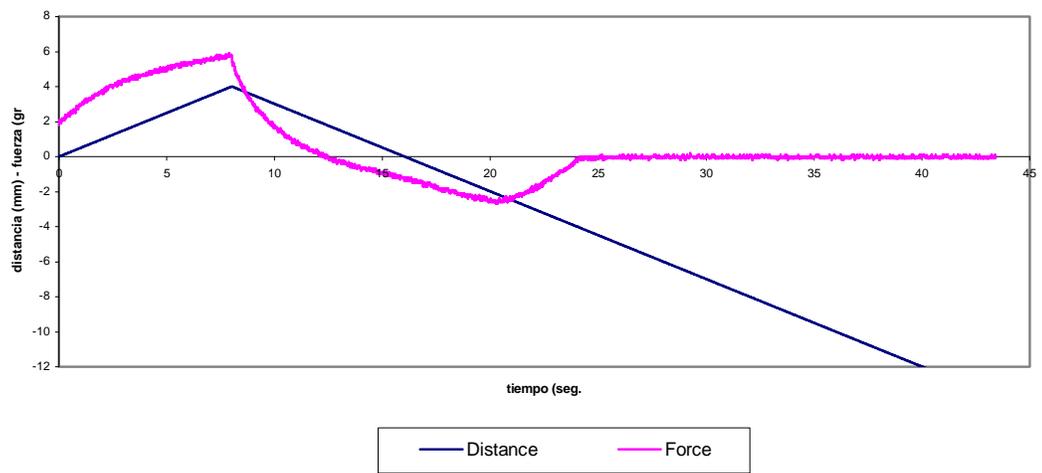
Se utilizó el texturómetro descrito en el apartado 3.3.6 para la realización de los mencionados ensayos, sobre geles preparados a partir de las muestras de pectina deshidratada. Las muestras almacenadas 24 horas en las jarras de análisis reológicos, se termostatiza 2 horas a 0 °C para luego someterlas, por duplicado, a ensayo de:

- Fuerza Bloom. Es la fuerza realizada por un cilindro de 0,5 pulgadas de radio para penetrar una distancia de 4 mm a una velocidad de 0,5 mm/seg. Una respuesta experimental de esta determinación se muestra en las figuras 3-5 y 3-6.
- Fuerza de rotura. Es la fuerza realizada por un cilindro de 0,5 pulgadas de radio, que penetra a una velocidad de 0,5 mm/seg hasta el momento de rotura, determinando además la distancia desde la superficie a la que rompe el gel. Una respuesta experimental de esta determinación se muestra en las figuras 3-7 y 3-8.

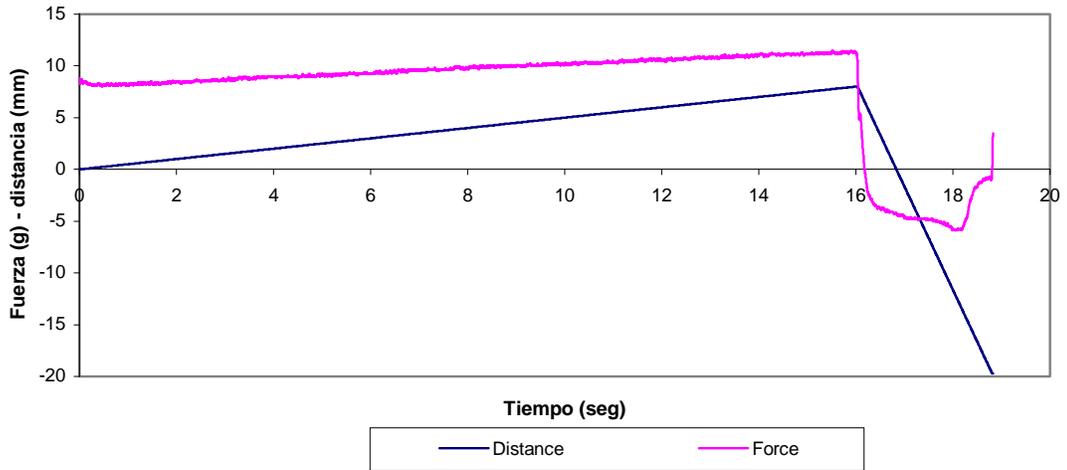
**Figura 3-5. Determinación de fuerza Bloom y distancia para una muestra de gel del diseño experimental**



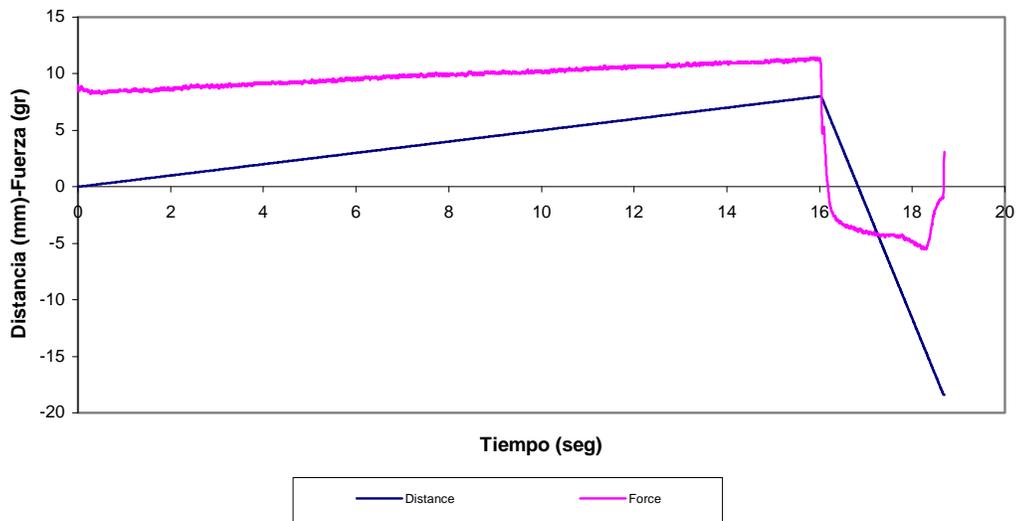
**Figura 3-6. Determinación de fuerza Bloom y distancia para una muestra duplicada de gel del diseño experimental**



**Figura 3-7. Determinación de fuerza de rotura de gel y distancia a la que se produce en una muestra del diseño experimental**



**Figura3-8. Determinación de fuerza de rotura de gel y distancia a la que se produce en un duplicado de muestra del diseño experimental**



---

## Capítulo 4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 – Experiencias de acondicionamiento

En la tabla 4-1 se indica los valores de S.I.A. y AGA, ambos en base seca, de cada muestra antes y después de la lixiviación, como así también los valores de pH y sólidos solubles (° Brix) del líquido filtrado en la última etapa de lixiviación. Al pie de la misma tabla se muestra el valor promedio ( $y_m$ ) y variancia ( $S^2$ ) de cada determinación de S.I.A. y AGA. El ácido galacturónico promedio paso de 0.175 gr AGA/gr S.S. en muestra inicial a 0.2348 gr AGA/gr S.S. en muestra final, representando un incremento del 34 %; en tanto que los sólidos insolubles en alcohol de 0.6811 gr S.I.A./gr S.S. en muestra inicial a 0.8475 gr S.I.A./gr S.S. muestra final, lo que significa un incremento del 25 %. Si tenemos en cuenta el valor relativamente bajo de pH del filtrado podemos concluir que la lixiviación podría haber sido más intensa, ya que dejó mucha sustancia soluble en el material tratado. La muestra del tratamiento convencional, en cambio, indica que el S.I.A. pasó de 0,7656 gr S.I.A./gr S.S. a 0,8448 gr S.I.A./gr S.S., pero el AGA de 0,2199 gr AGA/gr S.S. a 0,1523 gr AGA/gr S.S.

El análisis de varianza entre muestras de S.I.A. y AGA indica que los valores medios de ambas determinaciones, tanto en el estado inicial como después de lixiviado, son diferentes observándose una mayor dispersión en S.I.A. que en AGA

A partir del balance de masa total y balance de masa por componente se puede evaluar el flujo de SIA y AGA en cada corriente de la etapa de acondicionamiento. Teniendo en cuenta que el valor de humedad informado en las tablas 1 a 17 (ver anexos) para cada muestra se define como el contenido en agua por unidad de

sólido seco (gr de H<sub>2</sub>O/gr materia seca); el contenido en sólidos por unidad de muestra está representado por:

$$\text{SólidosTotales} = \frac{1}{1 + \text{Humedad (B.S.)}} \quad (\text{Ec. 4-1})$$

**Tabla 4-1. Valores promedios de las determinaciones de S.I.A. (B.S.) y AGA (B.S.) de cada muestra antes y después de la lixiviación; y pH, °Brix del filtrado de la última etapa del proceso.**

Experien. Nº	Valores iniciales		Valores finales		Filtrado	
	S.I.A. (gr/gr SS)	AGA (gr/gr SS)	S.I.A. (gr/gr SS)	AGA (gr/gr SS)	pH	° Brix
1	0,6264	0,1931	0,8811	0,1502	3,7	0,0
2	0,6789	0,0955	0,8848	0,1780	3,6	0,0
3	0,5262	0,1344	0,8900	0,1922	3,4	0,0
4	0,5921	0,2247	0,8249	0,2366	5,98	0,0
5	0,5674	0,1272	0,8255	0,2030	5,22	0,0
6	0,6134	0,1803	0,6844	0,2137	3,12	0,0
7	0,6019	0,1844	0,7739	0,1974	3,8	0,0
8	0,7591	0,0993	0,8958	0,1240	4,31	0,0
9	0,8128	0,2188	0,9163	0,3340	3,03	0,0
10	0,7860	0,0999	0,8738	0,1775	3,07	0,0
11	0,8061	0,2489	0,8916	0,2958	4,96	0,0
12	0,7371	0,2034	0,8586	0,3075	4,28	0,0
13	0,7215	0,2087	0,9043	0,3340	4,75	0,0
14	0,8065	0,2180	0,8887	0,2703	4,89	0,0
15	0,6335	0,1677	0,8701	0,2739	4,64	0,0
16	0,6286	0,1955	0,6964	0,2684	4,62	0,0
Y <sub>(m)</sub>	0,6811	0,1750	0,8475	0,2348		
S <sup>2</sup>	0,00895	0,00241	0,00503	0,00421		
Convenc.	0,7656	0,2199	0,8448	0,1523	4,14	0

donde: Sólidos totales = gr sólidos/gr de muestra húmeda

Humedad (B.S.) = gr agua/gr de sólido seco

La concentración de S.I.A. y AGA en cada corriente del proceso, equivalente al término  $C^i$  expresado en la ecuación 1-5, se puede calcular por:

$$C^i(B.H.) = C^i(B.S.) * \text{SólidosTotales} \quad (\text{Ec. 4-2})$$

**Tabla 4-2. Contenido de S.I.A. y AGA (en gramos) en cáscara antes y después del proceso de lixiviación**

Exp N°	S.I.A. en cáscara (gr)	AGA en Cáscara (gr)	S.I.A. en cáscara lixiviada (gr)	AGA en cáscara lixiviada (gr.)
1	264,0045	81,3975	222,9126	38,0039
2	325,9465	45,8505	279,4105	56,1789
3	279,8936	71,4894	221,8554	47,8609
4	283,3892	107,5634	239,1930	68,6143
5	324,4207	74,0336	267,7808	65,8504
6	549,3134	161,4627	518,2818	161,8305
7	465,9324	142,7445	462,4716	117,9634
8	528,8744	69,1835	503,5413	69,7021
9	718,0488	193,2936	509,6218	185,7620
10	615,4767	78,2266	468,0474	95,0772
11	603,3683	186,3024	562,8498	186,7328
12	687,4818	189,7080	669,4938	239,7733
13	699,1574	202,2372	731,1695	270,0549
14	607,0300	164,0825	453,8210	138,0306
15	645,2834	170,8193	509,5880	160,4139
16	462,2868	143,7752	359,7977	138,6699
17	44,7671	12,8583	33,4690	6,0338

---

A partir del balance de materia por componente, expresado en la ecuación 1-5, se puede determinar el contenido en SIA y AGA en la cáscara antes y después del proceso de lixiviación, tal como se informa en la tabla 4-2. Si pretendemos, a través del balance de materia, conocer la composición de la corriente líquida que deja el proceso de lixiviado, veremos que es del orden de  $10^{-2}$  a  $10^{-4}$  gr de SIA/gr de solución, valor no detectable por los métodos analíticos utilizados

## 4.2 - Experiencias de extracción

La tabla 4-3 muestra los valores de S.I.A. y AGA, ambos en base seca, de cada muestra, como así también los valores de pH y sólidos solubles del extracto. Al pie de la misma tabla se muestra el valor promedio ( $Y_m$ ) y variancia ( $S^2$ ) de todas las determinaciones de S.I.A. y AGA. El ácido galacturónico promedio paso de 0,2969 gr AGA/gr S.S. (en el primer residuo) a 0,3041 gr AGA/gr S.S. (en el segundo residuo); en tanto que los sólidos insolubles en alcohol de 0,8090 gr S.I.A./gr S.S. (en el primer residuo) a 0,8906 gr S.I.A./ gr S.S. (en el segundo residuo), lo que significa que el proceso de extracción aún puede optimizarse. En el extracto obtenido los valores promedio son de 0,2244 gr S.I.A./gr S.S. y 0,1752 gr. AGA /gr S.S. En cambio para la muestra convencional, el residuo tiene 0,9049 de S.I.A. (B.S.) y 0,2905 de AGA (B.S.) y el extracto 0,2463 y 0,1539 respectivamente.

El análisis de varianza entre muestras de S.I.A. y AGA en los residuos indica que los valores medios de ambas determinaciones son diferentes, observándose en el primer residuo, una mayor dispersión en S.I.A. que en AGA, en tanto que en el segundo residuo, la mayor dispersión se presenta en AGA. En ambos residuos, como es de esperar, el valor medio de SIA es mayor que el valor medio de AGA.

En cambio, el análisis de varianza entre muestras de S.I.A. y AGA, en el extracto pectínico indica que los valores medios son iguales, observándose una mayor dispersión en S.I.A. que en AGA, siendo el valor medio de S.I.A. levemente mayor que el de AGA.

**Tabla 4-3. Contenido de S.I.A. (B.S.) y AGA (B.S.) en los residuos sólidos de cada extracción y en el extracto líquido y su correspondiente valor pH, y °Brix.**

Exp. N°	Valores primer residuo sólido		Valores segundo residuo sólido		Valores del extracto			
	S.I.A. (B.S.)	A.G.A. (B.S.)	S.I.A. (B.S.)	A.G.A. (B.S.)	S.I.A. (B.S.)	AGA. (B.S.)	pH	° Brix
1	0,8884	0,4320	0,9567	0,3945	0,1992	0,1585	2,663	0,25
2	0,9105	0,3893	0,7950	0,2996	0,1152	0,0697	2,459	0,5
3	0,8821	0,2088	0,8832	0,2991	0,1310	0,1056	2,95	0,4
4	0,7806	0,2640	0,8356	0,2171	0,0877	0,0702	2,95	0,4
5	0,7470	0,2910	0,8602	0,3322	0,0602	0,0513	2,2	0,5
6	0,0000	0,0000	0,8078	0,3228	0,0445	0,0300	1,948	0,5
7	0,8378	0,3661	0,9079	0,3577	0,3835	0,2408	2,578	0,25
8	0,8986	0,2305	0,9330	0,2807	0,1751	0,2135	2,826	0
9	0,7893	0,0018	0,9399	0,3724	0,3821	0,2336	1,506	0
10	0,9048	0,3426	0,9527	0,3282	0,2500	0,1559	1,638	0
11	0,9517	0,4240	0,9275	0,3464	0,2202	0,1427	3,56	0
12	0,8377	0,4119	0,8956	0,3667	0,4765	0,3629	2,92	0,25
13	0,8222	0,3667	0,8814	0,3135	0,5030	0,4365	2,93	1
14	0,8975	0,2985	0,9091	0,2569	0,1907	0,2184	2,78	0,75
15	0,8826	0,3036	0,9050	0,0042	0,2372	0,1672	2,75	0,5
16	0,9135	0,4190	0,8595	0,3731	0,1334	0,1455	2,9	2
Y <sub>(m)</sub>	0,8090	0,2969	0,8906	0,3041	0,2244	0,1752		
S <sup>2</sup>	0,0497	0,0181	0,0024	0,0086	0,0202	0,0120		
Convencional			0,9049	0,2905	0,2463	0,1539	2,78	0,5

**Tabla 4-4. Contenido de S.I.A. y AGA (en gramos) en cáscara, residuo final y extracto.**

Exp. N°	S.I.A. en cáscara (gr)	AGA en cáscara (gr)	S.I.A. en residuo (gr)	AGA en residuo (gr)	S.I.A. en extracto (gr)	AGA en extracto (gr)
4	239,1930	68,6143	193,4846	32,0267	45,7084	36,5876
5	267,7808	65,8504	227,5159	31,5383	40,2649	34,3121
6	518,2818	161,8305	476,3860	126,9472	41,8958	34,8833
7	462,4716	117,9634	409,6825	84,8171	52,7891	33,1463
9	509,6218	185,7620	431,7605	138,1201	77,8613	47,6419
10	468,0474	95,0772	423,0524	66,2984	44,9950	28,7788
11	562,8498	186,7328	517,5375	157,3683	45,3122	29,3645
12	669,4938	239,7733	590,4549	179,5777	79,0388	60,1956
13	731,1695	270,0549	653,2682	202,4526	77,9013	67,6022
14	453,8210	138,0306	387,4131	61,9766	66,4080	76,0540
15	509,5880	160,4139	423,4880	99,7228	86,1001	60,6911
16	359,7977	138,6699	299,2091	72,5856	60,5886	66,0843
17	33,4690	6,0338	25,2581	0,1316	8,2109	5,9022

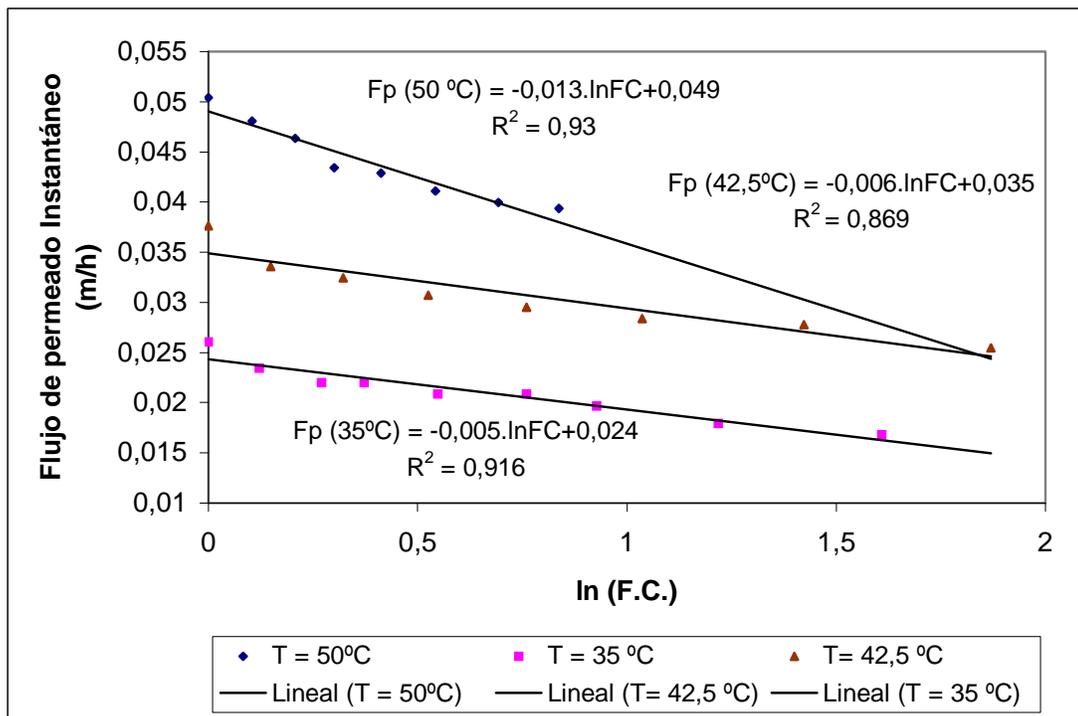
Aplicando el mismo balance de masa usado para calcular los flujos de S.I.A. y AGA en el acondicionamiento, en la tabla 4-4 se aprecia los valores, correspondientes al balance de materia por componente, de la cáscara a procesar, del residuo y del extracto después del proceso de extracción, (no se informa los datos de las experiencias 1,2,3 y 8 por estar incompletos).

### **4.3 – Experiencias de ultrafiltración**

#### **4.3.1 – Evaluación del flujo de permeado instantáneo ( $F_{Pi}$ )**

En el proceso de concentración se observó que el aumento de temperatura influye en el flujo de permeado instantáneo como consecuencia de la disminución de la viscosidad del fluido, tal como

**Figura 4-1. Influencia del F.C. en la variación del flujo de permeado instantáneo.**

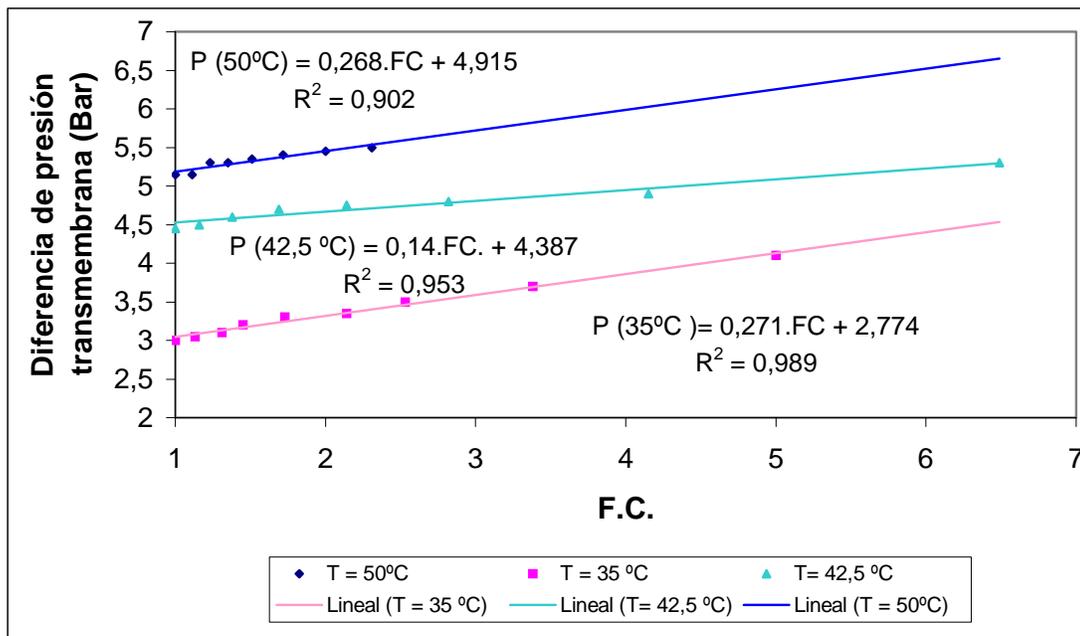


lo representa la ecuación de Darcy discutida en el apartado 3.3.4.2.1. Pero, iniciada la concentración, se observa que el flujo de permeado instantáneo disminuye con el incremento del F.C. según una ley logarítmica, en concordancia con lo encontrado con otros materiales (Alvarez Prada V., 1996; Núñez Lemos A., 1992; Venier A. y otro, 1986). (Ver figura 4-1)

El incremento de concentración de macromoléculas, aumento del factor de concentración, provoca aumento en la presión transmembrana (Figura 4-2). Este fenómeno que pone de manifiesto la influencia de la resistencia generada por elevadas concentraciones

o precipitación de material sobre la superficie de la membrana ( $R_p$ ), dando lugar a lo que se denomina polarización por concentración (Cheryan M., 1986; Venier M. y Stechina D., 1986).

**Figura 4-2. Influencia del F.C. en la variación de la presión transmembrana**



La información que se obtiene de la evolución del flujo de permeado instantáneo en función de las condiciones operativas señaladas, y hasta un F.C. determinado, sirve para calcular el área de membrana de equipos industriales, que operen en sistema continuo, semi continuo o batch, de similares características constructivas y para idéntico material de procesamiento.

#### 4.3.2 – Evaluación del flujo de permeado promedio

En un proceso de concentración por membranas operando en sistema batch, como el llevado a cabo en este trabajo, el flujo de permeado disminuye con el incremento del factor de concentración.

Para fines de optimización del proceso y diseño se define el flujo de permeado promedio por la siguiente relación

$$F_{P_{prom}} = \frac{P_T}{tA} \quad (\text{Ec.4-3})$$

donde:  $P_T$  = Cantidad total de permeado (kg)

$t$  = Tiempo total de proceso (h)

$A$  = Superficie de membrana de ultrafiltración ( $m^2$ )

En otro orden de cosas, la diafiltración implica el agregado de agua al concentrado y eliminación como permeado de una cantidad igual al agua incorporada, y tiene por objeto purificar, o concentrar en base seca, la pectina motivo de este estudio, por lo tanto, si incluimos esta variable el tiempo y la cantidad de permeado también deben ser tenidos en cuenta para la optimización global del proceso. (Tablas 24 a 39 de anexos)

Determinando como respuesta  $F_{P_{prom}}$ , el análisis de regresión para el diseño experimental conduce a la siguiente superficie de respuesta, en función de las variables independientes codificadas:

$$F_{P_{prom}} = 18,491 + 2,9257X_1 + 0,075X_2 + 1,8118X_3 + 2,5392X_1X_2 + 2,8311X_1X_3 + 1,6166X_2X_3 + 0,5538X_1^2 + 0,4016X_2^2 + 2,5294X_3^2 \quad (\text{Ec. 4-4})$$

El análisis de varianza (Tabla 4-5) indica que la falta de ajuste del modelo es significativa al 5 % pero no lo es al 1 %, por lo que las variables con efectos más importantes son temperatura  $X_1$  y el % de diafiltración  $X_3$ ; las interacciones temperatura-F.C.  $X_1X_2$ , temperatura-% de diafiltración  $X_1X_3$  y F.C.-% de diafiltración  $X_2X_3$ ; y la función cuadrática del % de diafiltración  $X_3^2$ .

El aumento en la temperatura de 35 a 50 °C provocó un incremento del 36 % en el  $F_{P_{prom}}$ . Sin embargo, de acuerdo al análisis factorial, el efecto de la temperatura depende de los niveles considerados para el F.C. y el % de diafiltración. De tal forma,

cuando la diafiltración fue de 65 % el  $F_{Pprom}$  tuvo un comportamiento diferencial en función de la temperatura del proceso. Así, para un

**Tabla 4-5. Efectos estimados y análisis de varianza para el flujo de permeado promedio**

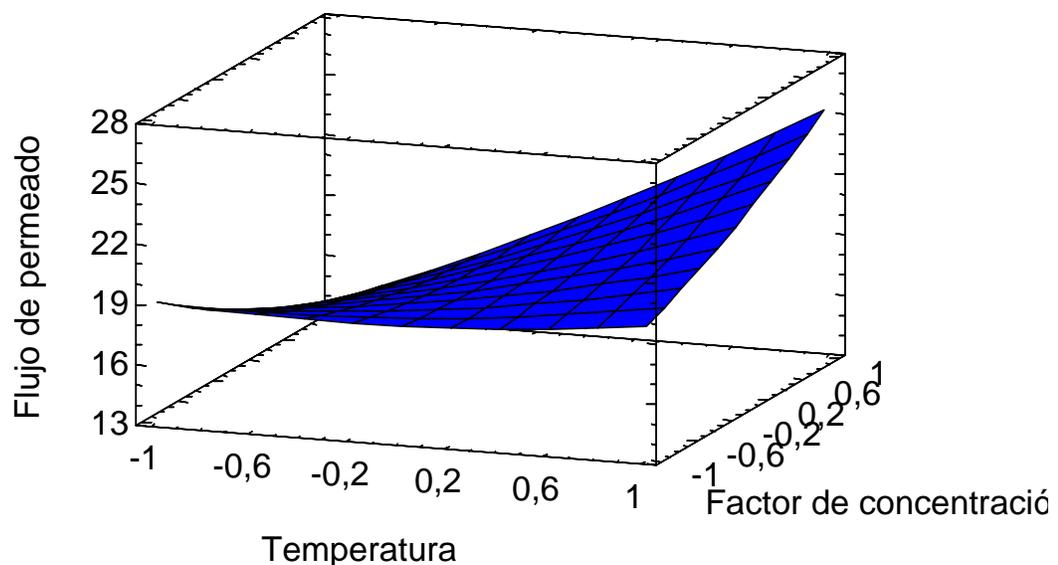
Variable	Efecto	Df.	S.S.	Relación F	Valor P
Promedio	18.491042				
$X_1$	5.851389	1	116.89827	26459.54	0.0039
$X_2$	0.150013	1	0.07683	17.39	0.1478
$X_3$	3.623664	1	44.83178	101472.53	0.0062
$X_1X_2$	5.07825	1	51.57725	11674.34	0.0058
$X_1X_3$	5.66225	1	64.12215	14513.84	0.0052
$X_2X_3$	3.23325	1	20.90781	4732.42	0.0091
$X_1^2$	1.107561	1	2.84105	643.06	0.0248
$X_2^2$	0.80315	1	1.49395	338.15	0.0341
$X_3^2$	5.058887	1	59.2725	13416.14	0.0054
Falta de ajuste		5	29.13477	1318.91	0.0206
Error Puro		1	0.00442		
Total (Correg)		15	393.001044		
$R^2 = 0.925855$					
$R^2$ (ajustado para Df.) = 0.814637					
Error estandar estimado para el error puro (t = 12.7062)					

Incremento del F.C. de por ejemplo 5 a 8 a 50 °C el  $F_{Pprom}$  acompaña el aumento del F.C. con un crecimiento de 26 %, en tanto que a 35 °C, el aumento del F.C. de 5 a 8 se acompaña de una disminución de  $F_{Pprom}$  de aproximadamente el 26 %. Análogamente, para un incremento de la temperatura del proceso de 35 a 50 °C la influencia sobre el  $F_{Pprom}$  fue diferente según el nivel del F.C. considerado. Para F.C. = 8 el incremento fue del 77 %, en tanto que para F.C. = 5

el incremento de  $F_{Pprom}$ , poco significativo, del orden del 4 %, pasando por un mínimo a 38,1 °C (Figuras 4-3 y 4-4)

Este comportamiento se puede explicar, en parte, por la disminución de viscosidad del concentrado debida al aumento de

**Figura 4-3. Superficie de respuesta para el flujo de permeado en función de la temperatura-F.C.**

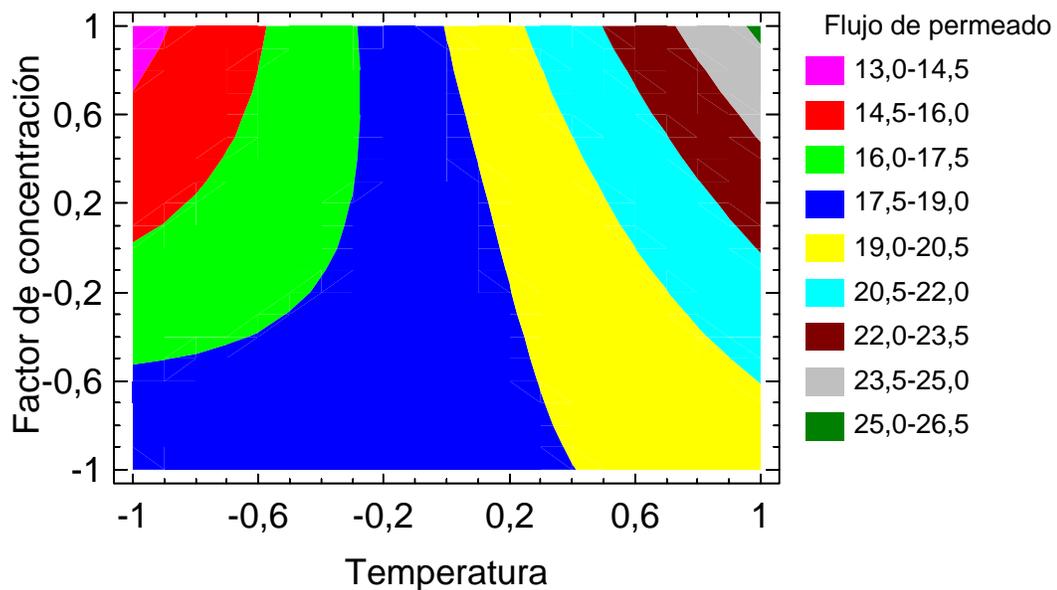


temperatura del proceso, efecto tanto más importante cuanto mayor es el F.C. utilizado, de acuerdo a la ecuación de Hagen Poiseuille, y al ensuciamiento de la membrana por efecto de la concentración, disminuyendo el flujo (Marchetti, 1994). Ambos efectos son contrapuestos, y parece razonable que a temperaturas mayores predomine la disminución de viscosidad aumentando el flujo, en tanto que a temperaturas más bajas predomine el efecto de ensuciamiento de la membrana al crecer el F.C. disminuyendo el  $F_{Pprom}$ .

La sola influencia del % de diafiltración sobre el  $F_{Pprom}$ , si bien es estadísticamente significativa al 1 %, es en términos cuantitativos relativamente escasa, oscilando éste entre 18,49 kg/h\*m<sup>2</sup> para un

mínimo curiosamente ubicado a 65 % de diafiltración, y 22,83 kg/h\*m<sup>2</sup> obtenido con 100 % de diafiltración. (figuras 4-5 y 4-6)

**Figura 4-4. Contorno de superficie de respuesta para el  $F_{PP}$  (kg/(h\*m<sup>2</sup>)) en función del F.C. y la temperatura**

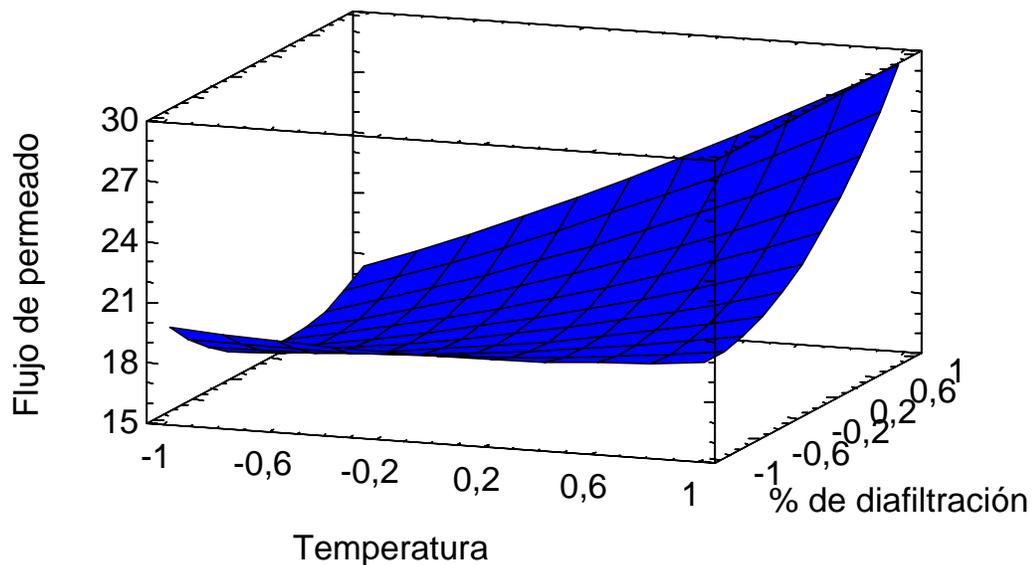


Sin embargo, el efecto combinado del % de diafiltración con la temperatura o con el F.C. genera cambios cuantitativamente más importantes en el  $F_{Pprom}$ . Para la zona central del espacio tecnológico investigado (F.C. = 6,5), a 50 °C el flujo promedio no se modificó significativamente sino hasta alcanzar más del 96 % de diafiltración, por encima del cual se observó un rápido incremento del orden del 47 %, para el 100 % de diafiltración. En cambio, a una temperatura de proceso de 35 °C, la variación del flujo promedio fue relativamente menor, y presenta una disminución con el aumento del % de diafiltración de 19,66 kg/h\*m<sup>2</sup> a 17,63 kg/h\*m<sup>2</sup>, pasando por un mínimo de 16 kg/h\*m<sup>2</sup> para 93 % de diafiltración.

Para el máximo porcentaje de diafiltración (100 %), se observó que cuando la temperatura del proceso crece de 35 a 50 °C, el flujo

promedio aumentó en un 65 %. En cambio cuando el % de diafiltración utilizado fue del 30 %, el flujo promedio se mantuvo

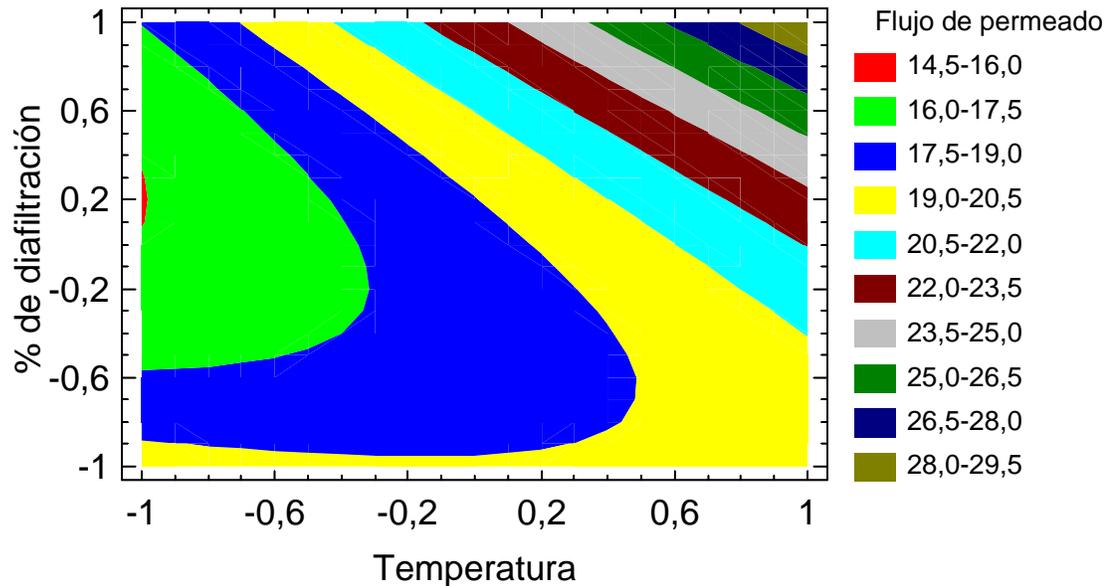
**Figura 4-5. Superficie de respuesta para el flujo de permeado en función de temperatura-% de diafiltración.**



aproximadamente constante en el orden de  $19 \text{ kg/h}\cdot\text{m}^2$  al crecer la temperatura de 35 a 50 °C. De acuerdo con la propia definición de  $F_{Pprom}$  (ecuación 4-3), este valor debería crecer con el % de diafiltración y el F.C. La desviación a este comportamiento podría en parte estar relacionada con la modificación de la viscosidad ocasionada por la temperatura ya mencionada. Aparentemente a bajos % de diafiltración el aumento de temperatura no modifica sensiblemente la viscosidad del sistema (agua de diafiltración más concentrado), lo que si pudo ocurrir con una mayor dilución del concentrado como la que ocurrió con 100 % de diafiltración.

El F.C. no tuvo influencia significativa por si solo, a diferencia de su interacción con el % de diafiltración. En este aspecto la respuesta del flujo promedio fue contrapuesta según en los extremos

**Figura 4-6. Contorno de superficie de respuesta para el  $F_{PP}$  ( $\text{kg}/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$ ) en función de la temperatura y % de diafiltración**



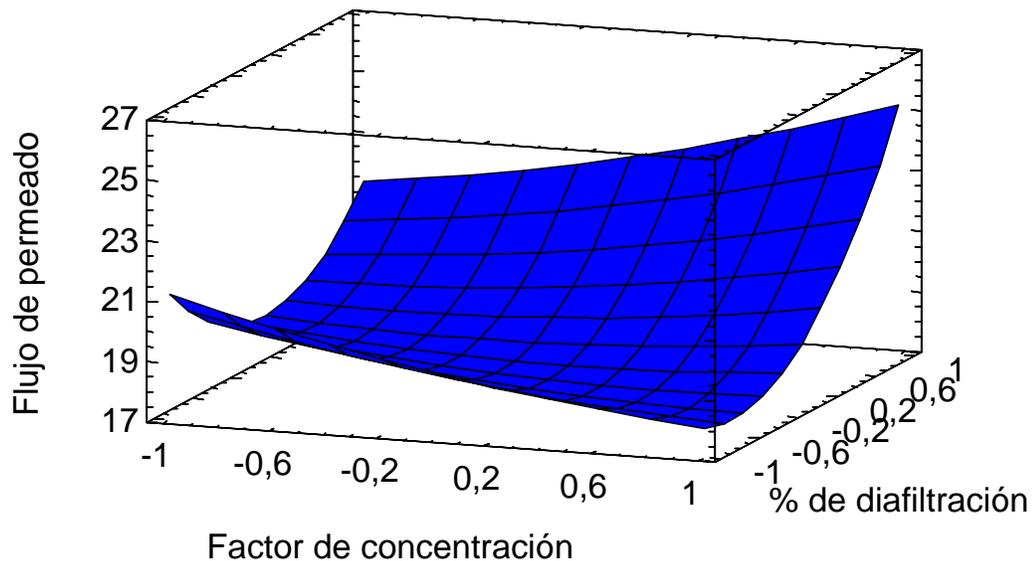
del intervalo del % de diafiltración investigado, creciendo con el F.C. cuando el % de diafiltración fue de 100 %, y decreciendo cuando la diafiltración fue del 30 %. Para F.C. elevado (F.C. = 8) el flujo creció sensiblemente con el % de diafiltración. (Figuras 4-7 y 4-8)

El valor máximo del flujo promedio predicho es de 43,87  $\text{kg}/(\text{hora}\cdot\text{m}^2)$  para los siguientes valores de las variables codificadas:  $X_1$ : + 1,46;  $X_2$ : + 0,59 y  $X_3$ : + 1,6.

#### 4.3.3 – Determinación de la eficiencia de concentración

Una vez analizada la influencia de las variables operativas en el flujo de permeado, corresponde evaluar la eficiencia de concentración en AGA, y la influencia de las mismas variables operativas en la composición del concentrado obtenido.

**Figura 4-7. Superficie de respuesta para el flujo de permeado en función de F.C.-% de diafiltración**



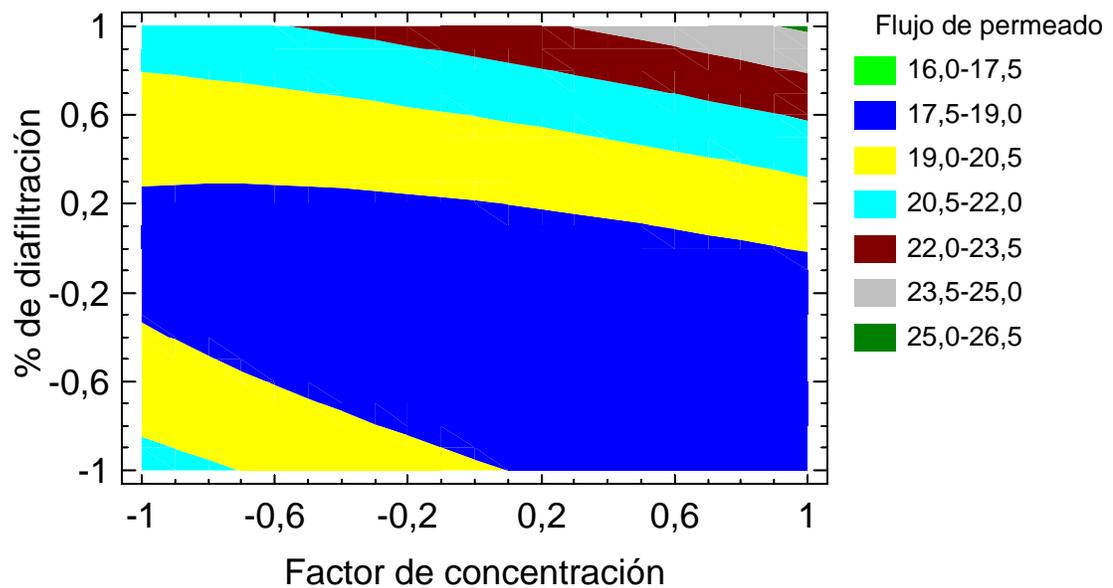
#### 4.3.3.1 – Evaluación de la retención de AGA

La tabla 4-6 muestra las cantidades de extracto a concentrar ( $J_A$ ) y permeado obtenido ( $J_P$ ) en cada experiencia de ultrafiltración hasta el factor de concentración señalado por el diseño estadístico adoptado (ver tablas 24 a 39 de Anexos); y los valores de concentración de AGA en el extracto y concentrado calculados con las ecuaciones 4-1 y 4-2, a partir de la información extraída de las tablas 1 a 16 de anexos (muestras 5 y 6).

Debido a la baja concentración de AGA en el permeado ( $C_P^{AGA}$ ) es imposible cuantificarlo con las técnicas analíticas adoptadas, y por lo tanto, el valor de  $C_P^{AGA}$  fue calculado por medio de las ecuaciones 1-7 y de la ecuación 1-3 obtenemos el coeficiente correspondiente. (Tabla 4-6)

Los datos de la experiencia 3 no se pudieron completar debido a la falta de información primaria.

**Figura 4-8. Contorno de superficie de respuesta para el  $F_{PP}$  ( $kg/(h \cdot m^2)$ ) en función del F.C. y % de diafiltración**



En todos los casos  $R_{AGA}$  fue muy cercano a 1, los valores superiores a uno podrían deberse también a error en las determinaciones de  $C_A^{AGA}$  que hubiera dado valores por defecto (menores a los verdaderos), excepto en la experiencia 16 en la cual, inexplicablemente, este valor está alejado de uno (0,67).

#### 4.3.3.2 - Influencia de las variables operativas en el rendimiento del AGA.

La tabla 4-7 muestra las concentraciones de AGA y SIA obtenidos en el proceso como así también los valores de pH y ° Brix

del permeado correspondiente. (Extraídos de tablas 1 a 16 y 24 a 39 de Anexos)

El análisis de varianza entre muestras de SIA y AGA indica que los valores medios de ambas determinaciones son diferentes para  $\alpha=0,05$ ; aunque son iguales para  $\alpha=0,01$ ; observándose, en ambos casos, una mayor dispersión en SIA que en AGA.

**Tabla 4-6. Evaluación de la concentración de AGA (B.H.) durante la ultrafiltración y coeficiente de retención obtenido ( $R_{AGA}$ )**

Exp. N°	F.C.	$J_A$ (kg)	$J_P$ (kg)	$C_A^{AGA}$	$C_C^{AGA}$	$R_{AGA}$
1	5	49	39,2	0,000505	0,003068	1,0441
2	6,5	49	41,46	0,000441	0,002431	0,9674
3	6,5	77	65,15			
4	5	84,37	67,3	0,000408	0,002240	1,0248
5	8	93,6	81,82	0,000352	0,002938	1,0069
6	8	72	63,15	0,000342	0,004061	1,0442
7	6,5	81,8	69,2	0,000341	0,002560	1,0245
8	8	91,2	79,8	0,000162	0,001662	1,0311
9	8	84	73,4	0,000503	0,004353	1,0124
10	6,5	88,1	74,6	0,000298	0,002329	1,0275
11	3,97	71	53,1	0,000343	0,001587	1,0492
12	5	70	55,9	0,000601	0,003307	1,0250
13	5	70	56	0,000692	0,003457	0,9998
14	6,5	78	66	0,000781	0,004079	0,9556
15	9	78	69,3	0,000622	0,005850	1,0057
16	6,5	78	66	0,000674	0,001572	0,6748
Valor Medio						0,99286
$S^2$						0,00844

La tabla 4-8 muestra el análisis de varianza para el S.I.A donde se puede apreciar que la falta de ajuste al 5 % es significativa.

La tabla 4-9 muestra el análisis de varianza para AGA donde se puede apreciar que la falta de ajuste al 5 % es significativa, por lo que podemos concluir que las variables de ultrafiltración seleccionadas no influyen significativamente en la concentración de SIA y AGA obtenidos en los concentrados de UF.

**Tabla 4-7. Resultados de Experiencias de Ultrafiltración**

Exp. N°	Concentrado				Permeado	
	pH	°Brix	SIA (B.S.)	AGA (B.S.)	pH	°Brix
1	2,551	0,50	0,7556	0,5030	2,549	0,25
2	2,159	0,75	0,4846	0,3796	2,189	0,25
3	3,17	0,5	0,7399	0,5604	3,3	0
4	3,32	0,5	0,3630	0,3195	3,31	0
5	3,44	0,5	0,4206	0,4698	3,63	0,25
6	1.85	0.9	0,5033	0,3634	1.912	0,4
7	2,341	0,25	0,7648	0,6538	2,461	0
8	2.699	0	1,0633	0,5596	2.815	0
9	1.677	0.05	0,7131	0,5017	1.716	0
10	1.481	0.25	0,8492	0,6362	1.599	0
11	3.6	0	0,9392	0,6820	3.68	0
12	2.92	0.5	1,3476	1,0584	3.02	0.0
13	2.98	0.5	1,4304	0,9306	3.06	0
14	2,76	1	0,6550	0,5801	2,87	0,5
15	2,76	1,25	0,6147	0,3622	2,86	0,5
16	2.93	0.75	0,7161	0,6792	2.99	0.25
Valor Medio			0,77253	0,57747		
S <sup>2</sup>			0,0917	0,04053		

#### 4.4 – Experiencias de Secado

Las experiencias de secado se realizaron intentando mantener las temperaturas de entrada y salida de aire del atomizador constantes en cada una de ellas, resultando los valores promedios señalados en la tabla 4-10.

**Tabla 4-8. Efectos estimados y análisis de varianza para sólidos insolubles en alcohol**

Variable	Efecto	Df.	S.S.	Relación F	Valor P
Promedio	0,565769				
X <sub>1</sub>	- 0,000333	1	0,0000004	0,00	0,9968
X <sub>2</sub>	-0,255116	1	0,2222115	15,31	0,1571
X <sub>3</sub>	0,285624	1	0,2785339	19,19	0,1409
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	0,144325	1	0,0416594	2,87	0,3345
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	0,331975	1	0,2204148	15,18	0,1577
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	-0,306625	1	0,1880378	12,95	0,1702
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	0,131329	1	0,039945	2,75	0,3402
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	0,165942	1	0,0637756	4,39	0,2793
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	0,18719	1	0,0811541	5,59	0,2511
Falta de ajuste	0,3054076	5	0,3054076	4,21	0,3485
Error Puro	0,0145181	1	0,0145181		
Total (Correg)	1,3755118	15	1,3755118		
R <sup>2</sup> = 0.767413					
R <sup>2</sup> (ajustado para Df.) = 0.418533					
Error estandar estimado para el error puro (t = 12.7062)					

En la tabla 4-11 se presentan los datos experimentales del proceso de deshidratación, donde Ingreso es la cantidad de concentrado a deshidratar, T.E. corresponde a la temperatura media de la experiencia en la entrada, y T.S. a la temperatura media en

---

salida; y el valor de producto, (última columna) cantidad deshidratada, se calcula a partir de los datos informados y la ecuación 1-5 para el balance de sólidos en el secador. En la experiencia N° 16 no se dispone del valor de sólidos en la entrada, por lo que tampoco se pudo calcular la cantidad de producto obtenido.

La tabla 4-12 muestra parámetros de rendimiento en deshidratación por atomización. Los datos de agua evaporada se obtienen realizando el balance de masa en el secador (ecuación 1-4) por unidad de tiempo empleado en la deshidratación.

En todos los casos el producto obtenido fue de color marrón claro, sin evidencias de producto quemado o carbonizado, lo cual nos induce a pensar que las temperaturas de trabajo utilizada son aceptables. Se sugiere evaluar la necesidad de utilizar algún estabilizante.

#### **4.5 – Experiencias reológicas**

En la tabla 4-13 se muestran los resultados analíticos de SIA y AGA, ambos en base seca, el índice de saponificación y los valores medios de parámetros reológicos, determinados por duplicado, de los geles preparados con el producto deshidratado. De acuerdo a lo discutido en el apartado 3.4.2, la fuerza Bloom tendría que ser inferior a la fuerza de rotura, si la profundidad a la que ocurre esta última fuera mayor a 4 mm; cosa que no sucedió en las experiencias N° 3, 5, 8, 9 y 11. La profundidad de rotura, en las experiencias 3 y 5, fue inferior a 4 mm con una fuerza mayor a la correspondiente fuerza Bloom, lo que llevaría a inferir que estos geles son rígidos, y la lectura de la fuerza Bloom corresponde a la de un gel ya roto.

La figura 4-6 muestra la influencia del Índice de saponificación en los parámetros reológicos determinados. Existen dos valores de determinaciones reológicas que se podrían considerar anómalas

(experiencias N° 9 y 11) ya que la fuerza Bloom en ambos casos es mayor a la fuerza de rotura; y las profundidades de rotura son de 3,54 mm y 5,5 mm respectivamente.

**Tabla 4-9. Efectos estimados y análisis de varianza para AGA**

Variable	Efecto	Df.	S.S.	Relación F	Valor P
Promedio	0,48124				
X <sub>1</sub>	-0,050787	1	0,0088064	0,44	0,6334
X <sub>2</sub>	-0,213056	1	0,1549809	7,71	0,217
X <sub>3</sub>	0,168062	1	0,0964341	4,8	0,2688
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	0,1189	1	0,0282744	1,41	0,4388
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	0,07095	1	0,0100678	0,5	0,6139
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	-0,30375	1	0,1845281	9,18	0,2001
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	0,092248	1	0,0197086	0,98	0,5116
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	0,023163	1	0,0012426	0,06	0,847
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	0,110067	1	0,028058	1,4	0,4399
Falta de ajuste		5	0,0133109	0,66	0,7262
Error Puro		1	0,0201001		
Total (Correg)		15			
$R^2 = 0.857455$					
$R^2$ (ajustado para Df.) = 0,643638					
Error estandar estimado para el error puro (t = 12.7062)					

**Tabla 4-10. Valores promedios en la temperatura del aire en el secador**

	Promedio	Máximo	Mínimo
Temperatura de Entrada (°C)	185,8	197,4	177,8
Temperatura de Salida (°C)	87,8	111,4	67,7

**Tabla 4-11. Datos experimentales del proceso de deshidratación por atomización**

Exp. N°	Ingreso (kg.)	T. E. – T.S. (°C)	Sólidos Entrada <sup>(*)</sup>	Sólidos Salida <sup>(*)</sup>	Producto (Kg)
1	7,4	182,5 – 94,75	0,005625	0,9107	0,04570
2	7,54	179,8 – 68,4	0,009581	0,9681	0,07463
3	11,5	184,9 – 77,1	0,004537	0,8977	0,05812
4	17,1	182,2 – 78,6	0,007512	0,9091	0,14131
5	11,5	185 – 67,7	0,009416	0,8628	0,12550
6	10,3	193,3 – 67,7	0,011562	0,9569	0,12445
7	11,2	190 – 89,8	0,004336	0,9737	0,04988
8	12	177,8 – 94,4	0,002874	0,9200	0,03749
9	13,3	186 – 91,6	0,008532	0,9653	0,11756
10	14,1	197,4 – 70,6	0,004438	0,9634	0,06496
11	18,1	187,4 – 111,4	0,002434	0,9025	0,04881
12	14,9	185,4 – 99,2	0,003144	0,9302	0,05037
13	14,6	183,8 – 92,3	0,003033	0,9058	0,04888
14	9,7	184,8 – 98,8	0,007460	0,9320	0,07765
15	8,8	185,8 – 103,2	0,014497	0,8576	0,14875
16	14,4	186,8 – 99,7		0,9597	

<sup>(\*)</sup> Expresado en kilos de sólidos/ kg. de muestra

Además se observa que, en diez experiencias, la elasticidad de gel es compatible con una profundidad de rotura de 7,85 mm (Exp. N° 7) y 7,99 mm (Exp. N° 13) y el intervalo de fuerza de rotura es de 10,9 g (Exp. N° 14) y 17,45 g (Exp. N° 15)

Para el gel preparado con muestra convencional se infiere que la fuerza de rotura (11,6 g) y profundidad (8 mm) son valores comparables a las diez experiencias discutidas antes.

En otro orden de cosas las figuras 3-5 y 3-6 ilustran las respuestas gráficas de la determinación Bloom de una muestra y su

correspondiente duplicado; y las figuras 3-7 y 3-8 ilustran las respuestas gráficas de fuerza de rotura de la misma muestra.

**Tabla 4-12. Parámetros de rendimiento en deshidratación por atomización**

Exp. N°	Tiempo de secado (horas)	Producción (Kg/hora)	Agua Evaporada (Kg. / hora)
1	0,967	0,04728	7,608
2	0,783	0,09527	9,530
3	1,000	0,05812	11,442
4	1,583	0,08925	10,711
5	1,133	0,11073	10,036
6	0,833	0,14934	12,211
7	1,167	0,04275	9,557
8	0,783	0,04786	15,271
9	1,300	0,09043	10,140
10	3,083	0,02107	4,552
11	3,083	0,01583	5,854
12	2,000	0,02518	7,425
13	2,417	0,02023	6,021
14	1,833	0,04235	5,249
15	1,667	0,08925	5,191
16	1,917		

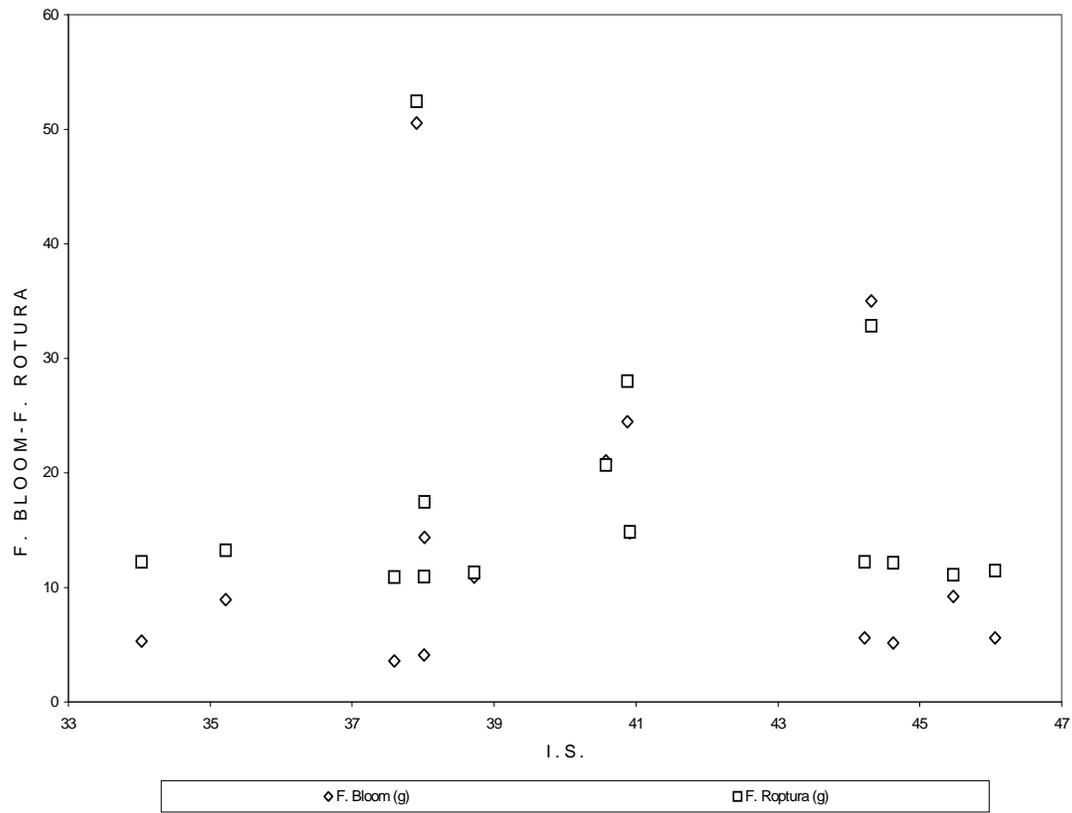
Si bien solamente una muestra experimental no gelificó, no hay una correlación apreciable entre los valores reológicos y químicos analizados. Cabe mencionar que la mayoría de las muestras tienen índice de saponificación menor de 50, lo que estaría indicando que se trata de pectinas de bajo metoxilo, en la cual hay variables no tenidos en cuenta en el análisis que podrían haber influenciado

fuertemente el mecanismo de gelificación y las características reológicas de los geles obtenidos, tales como el contenido de calcio iónico.

**Tabla 4-13. Valores de SIA, AGA e Índice de saponificación de los productos deshidratados y sus correspondientes determinaciones de textura**

Exper. N°	Índice de Saponific.	SIA (B.S.)	AGA (B.S.)	F. Bloom (g)	F. Roptura (g)	Distan. (mm)
1	40,914	0,419	0,323	14,750	14,850	5,080
2	45,469	0,323	0,242	9,2000	11,100	7,916
3	37,908	0,513	0,409	50,5500	52,450	3,382
4	38,719	0,389	0,325	10,9000	11,300	7,881
5	40,878	0,453	0,388	24,4500	28,000	3,014
6	34,031	0,411	0,33	5,3000	12,250	7,905
7	46,058	0,701	0,589	5,6000	11,450	7,849
8	45,719	0,626	0,646	NO SE FORMÓ	GEL	
9	44,317	0,761	0,67	35,0000	32,850	3,541
10	38,015	0,616	0,522	4,1000	10,950	7,860
11	40,575	0,686	0,623	21,0500	20,700	5,550
12	44,225	0,694	0,774	5,6000	12,250	7,957
13	35,216	0,647	0,638	8,9500	13,250	7,989
14	37,595	0,569	0,427	3,6000	10,900	7,914
15	38,019	0,569	0,613	14,3500	17,450	7,940
16	44,623	0,738	0,716	5,1500	12,150	7,948
Conv.	50	0,858	0,449	6,4	11,6	8

**Figura 4-9. Influencia del Índice de saponificación en los parámetros reológicos**



---

## Capítulo 5. CONCLUSIONES

En general se puede concluir que los procesos de membrana representan una herramienta apropiada para la etapa de concentración del extracto pectínico en la tecnología de obtención de pectina, a partir de cortezas de limón. Esta alternativa elimina la necesidad de agentes precipitantes de pectina utilizados en el proceso convencional.

Respecto a los objetivos específicos se pueden remarcar las siguientes conclusiones:

La porosidad de la membrana, o la resistencia hidráulica, resultó adecuada para el proceso ya que se retuvo como concentrado la totalidad de las sustancias pécticas. Además, un adecuado programa de limpieza del equipo permite restablecer la permeabilidad de membrana, caída como consecuencia de la resistencia debido a la capa de polarización que aparece en cada experiencia.

Sería aconsejable poner a punto un método analítico para caracterizar la calidad reológica de la cáscara que potencialmente se procesaría y analizar la estabilidad o degradación de este parámetro durante cada etapa del proceso.

Dentro del intervalo de variación fijado para las variables, el estudio permitió determinar las condiciones operativas que maximizan el  $F_{Pp}$ , parámetro fundamental para el diseño de procesos para sistemas continuos de ultrafiltración.

Los resultados muestran que si bien la deshidratación por atomización permite obtener polvos con propiedades gelificantes adecuadas, éstos presentan una elevada higroscopicidad dificultando su manejo y conservación. Se plantea entonces la necesidad aplicar los medios para optimizar la etapa de secado, incluyendo la utilización de agentes coadyuvantes.

---

De la evaluación reológica de los productos obtenidos, concluimos que si bien se obtienen geles con distinto grado de fuerza de rotura esta no se correlaciona con las variables de procesamiento en ultrafiltración.

Como conclusión final, sería aconsejable avanzar en la evaluación reológica de la cáscara que se destinará a extracción de pectina, con el objeto de analizar la degradación de estas propiedades en cada etapa de procesamiento, y poder realizar las modificaciones necesarias para preservar íntegras las propiedades reológicas, como así también la necesidad de avanzar en la modelización del proceso de ultrafiltración.

---

## Bibliografía

- ANDERSON, C. Y CASAFUS C. 2002. "II Curso de Tecnología de Citrus. Facultad de Ciencias de la Alimentación. U.N.E.R.
- ALVAREZ PRADA V. 1996. "Clarificación y concentración de zumo de manzana mediante microfiltración, ultrafiltración y ósmosis inversa". Tesis Doctoral – Universidad de Oviedo. España.
- AXELOS, M. A. and LEFEBVRE, J. 1991. Chapter 11: "Rheology of Pectin Dispersions and Gels", in The Chemistry and Tecnology of Pectin. Reginald H. Walter. Academic Press, Inc. 227-250.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. y VEGA MERCADO, H. 2000. "Deshidratación de Alimentos" Editorial Acribia
- BEACH, P.; DAVIS, E.; IKKALA, P. and LUNDBYE, M. 1986. Chapter 9: "Characterization of Pectin". in Chemistry and Function of Pectins. Marshall, L. Fishman and Josept, J. Jen. American Chemical Society. 103-132.
- BeMILLER, J.N. 1986. Chapter 1: "An Introduction to Pectins: Structura and propieties", in Chemistry and Function of Pectins. Marshall L. Fishman and Joseph J. Jen. American Chemical Society. 2-12.
- BLUMENKRANTZ, N. and ASBOE-HANSEN, G. 1973. "New Method for Quantitative Determination of Uronic Acids". Analytical Biochemistry. 54, 484-489.
- CHERYAN, M. 1986. "Ultrafiltration Handbook". Technomic Publishing Company, Inc
- DONER, L. W. 1986. Chapter 2: "Analytical Methods for Determining Pectin Composition", in Chemistry and Function of Pectins. Fishman and Joseph J. Jen. American Chemical Society. 13-21.
- ESKIN, N. A. M. 1990. "Biochemistry of Foods". Academic Press, Inc.

- 
- FENNEMA, O. R. 1993. "Química de los Alimentos". Editorial Acribia. Zaragoza.
  - Informes técnicos de las firmas Pasilac y Aguas & Procesos
  - MARCHETTI, J. L. 1994. "Optimum cycle time in Semi-Batch ultrafiltration systems". Chem. Eng. Comm. 129, 217-225
  - McCOMB, E. A. and McCREADY, R. M. 1952. "Colorimetric Determination of Pectic Substances" Analytical Chemistry. 24, 10.
  - McCREADY, R. M. and McCOMB, E. A. 1952. "Extraction and Determination of Total Pectin Materials in Fruits". Analytical Chemistry. 24, 12.
  - MONTGOMERY D. C. 1991. "Diseño y Análisis de Experimentos" Grupo Editorial Iberoamérica.
  - NUÑEZ LEMOS, A. 1992. "Caracterización de membranas sintéticas de ultrafiltración fabricadas en el laboratorio para aplicaciones alimentarias". Tesis doctoral – Universidad Politécnica de Valencia. España
  - PALACIO MARTINEZ, L. 1998. "Caracterización estructural y superficial de membranas microporosas". Tesis doctoral – Universidad de Valladolid. España
  - PILGRIM, G. W.; WALTER, R. H. and OAKENFULL, D. G. 1991. Chapter 2: "Jams, Jellies, and Preserves", in The chemistry and Technology of Pectins. Reginald H. Walter. Academic Press, Inc.
  - S. V. TING RUSELL . ROUSEFF. 1986. "Citrus fruits and their products. Analysis and technology". Marcel Dekker, Inc. New York
  - SINCLAIR, W. B. 1984. Chapter 9: "The pectic substances", in The biochemistry and Physiology of The Lemon and other citrus Fruits. Division of Agriculture and Natural Resources. University of California.
  - SINCLAIR, W. B. 1984. Chapter 1: "Origin and History of the lemon", in The biochemistry and Physiology of the Lemon. Division of Agriculture and National Resources. University of California.

- 
- STECHINA D.; LESA C.; VISCIGLIO S. Y MAFFIOLY R. 1994. "Evaluación de variables en la obtención de jugos cítricos clarificados" I Jornadas de Ingeniería de Alimentos. F.C.A. U.N.E.R. (Ver Anexos: Material no publicado)
  - STECHINA D. y PAULETTI M. 2002. "Ultrafiltración de extracto pectínico. Influencia de la temperatura, factor de concentración y diafiltración en el flujo de permeación". V Jornadas de Ingeniería en Alimentos. F.C.A. U.N.E.R. (Ver Anexos: Material no publicado)
  - STECHINA, D., VISCIGLIO, S.; LESA, C. y MAFFIOLY, R. 1997. "Determinación del tiempo óptimo de contacto de la muestra con el solvente en el análisis del contenido de pectina en cáscara de citrus por el método del carbazol modificado". Trabajo de cátedra. (Ver Anexos: Material no publicado)
  - STECHINA, D.; VISCIGLIO, S.; LESA, C.; MAFFIOLY, R. y COLIGNATTI, S. 1994. "Extracción de pectina a partir de cáscara de limón". Trabajo de cátedra. (Ver Anexos: Material no publicado)
  - TREYBAL, R. E. 1981 "Operaciones de transferencia de masa". Poligráfica S. A. México.
  - VAN BUREN, J. P. 1991. Chapter 1: "Function of Pectin in Plant Tissue Structure and Firmness" in The Chemistry and Technology of Pectin. Reginald H. Walter, Academic Press, Inc. 1-22,
  - VENIER A. y STECHINA D. 1986. "Tecnología de membranas en la industria alimentaria". Curso - Seminario sobre concentración de alimentos líquidos. Secretaría de Ciencia y Técnica.
  - WALTER, R. H. 1991. Chapter 10: "Analytical and Graphical Methods for Pectin", in The Chemistry and Tecnology of Pectin. Reginald H. Walter. Academic Press, Inc.

TRABAJO DE CÁTEDRA

**EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE  
CÁSCARA DE LIMÓN**

FACULTAD DE CIENCIAS DE LA ALIMENTACIÓN

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LOS ALIMENTOS

CÁTEDRA: TECNOLOGÍA DE LA CONSERVACIÓN  
DE LOS ALIMENTOS

AUTORES:

Ing. Damián E. STECHINA

Ing. Silvia B. VISCIGLIO

Ing. Claudia E. LESA

Ing. Rodolfo h. MAFFIOLY

Becaria Sandra COLUGNATTI

AÑO 1994

---

## RESUMEN

La cáscara de fruta cítrica y el concentrado de ultrafiltración de jugo constituyen los residuos de procesos industriales tales como la extracción y clarificación de jugos cítricos.

La clarificación de jugo de limón por procesos de membrana provee un concentrado rico en sustancias insolubles, como pulpa, pectinas, etc.; entre otras solubles como ácidos, azúcares, etc.

Por su parte la extracción de jugo genera un volumen importante de residuo constituido fundamentalmente por cáscara de la fruta procesada. Hoy día, la mayor parte de las industrias cítricas desechan este producto rico en sustancias pécticas.

El presente trabajo propone el aprovechamiento de ambos residuos a través de la extracción de pectina a partir de cáscara de limón utilizando como medio acidificante el concentrado de ultrafiltración de jugo de limón

## INTRODUCCIÓN

Las sustancias pécticas son derivadas coloidales complejos de los hidratos de carbono, se encuentran formados principalmente por ácido poligalacturónico cuya unidad fundamental es el ácido D-galacturónico, las que se hallan unidas por uniones glicosídicas  $\alpha$  (1,4).

La pectina puede estar formada por varios cientos de estas unidades con diferentes grados de metoxilación. Esta sustancia es capaz de formar geles en presencia de azúcar y ácido en condiciones adecuadas.

Cuando todos los grupos metoxilos son eliminados de la cadena se obtiene un polímero conocido como "ácido péctico", si la desmetoxilación es parcial lo que se obtiene es "ácido pectínico".

El material péctico insoluble en agua generalmente se conoce como "protopectina", que por hidrólisis parcial da origen a la "pectina".

**Las sustancias pécticas en los tejidos vegetales.** Las sustancias pécticas aparecen como constituyentes de las paredes celulares vegetales, y en la lámina media como material de cementación para mantener unidas las células entre sí.

La textura de las frutas y vegetales está altamente asociada con la variación estructural de los componentes pectínicos tal como ocurre durante el crecimiento y maduración.

En el proceso de maduración de frutas, la protopectina (fracción insoluble) se transforma en pectina soluble con el consiguiente ablandamiento de las mismas.

Las sustancias pécticas no existen en los tejidos de las frutas como sustancias puras. Las pectinas aisladas de muchos tejidos vegetales contienen además de ácido D-galacturónico azúcares neutros como D-galactosa, L-arabinosa y L-ramnosa como partes integrales de la molécula.

**Obtención de pectina comercial.** La pectina comercial se extrae y fracciona de polisacáridos complejos de las paredes celulares por métodos basados en las diferentes solubilidades, que permiten obtener un producto con propiedades gelificantes bien definidas.

La elevada concentración de sustancias pécticas en la cáscara de frutas cítricas y manzanas, hace de las mismas la principal fuente para la obtención de pectina comercial, que son aprovechadas por su poder gelificante en las industrias elaboradoras de productos alimenticios.

En la industria cítrica el albedo contiene aproximadamente un 33 % de su peso como sustancias pécticas totales, aunque los procesos de extracción capaces de producir pectina con alto poder gelificante, no poseen rendimientos tan elevados que permitan tal grado de extracción.

En la piel de la fruta cítrica el material péctico es, en su mayor parte, protopectina que debe solubilizarse a pectina para su separación.

Entre las frutas cítricas, las variedades más ricas en pectina son la toronja y el limón. Por otra parte se ha detectado que la fruta aún no madura es más rica en pectina que los frutos maduros.

Las pectinas comerciales no son sustancias puras, y su grado de pureza depende principalmente de los métodos de extracción, del tamaño molecular del polímero de ácido D-galacturónico y de la cantidad de material de arrastre en el producto final.

Los procedimientos de extracción incluyen, en general, las siguientes etapas:

- a) Preparación del material
- b) Hidrólisis de la protopectina y solubilización de la pectina.
- c) Precipitación
- d) Purificación y secado.

## **OBJETIVOS.**

- Seleccionar un método acidificante para la extracción de pectina: concentrado de ultrafiltración de jugo de limón o ácido diluido.
- Obtener un extracto de pectina a partir de cáscara de limón.
- Investigar la aplicación de este extracto pectínico como gelificante en productos alimenticios.
- Efectuar un análisis reológico de los productos obtenidos.

## **DESARROLLO**

El desarrollo del presente trabajo está compuesto de varias etapas, cada una de las cuales será necesario optimizar:

- a) Maceración de la cáscara finamente trozada con cantidades apropiadas de medio acidificante.

- 
- b) Extracción de pectinas
  - c) Filtración y prensado del residuo.
  - d) Concentración del filtrado hasta alcanzar la estabilidad microbiana del producto.
  - e) Precipitación de la pectina contenida en el extracto
  - f) Aplicación del extracto como gelificante en formulaciones de productos alimenticios
  - g) Evaluación de los resultados

Para la obtención de pectina se siguen las etapas que se muestran en el Cuadro 1.

Dado que el presente trabajo tiene por objetivo obtener un extracto pectínico, se realizaron experiencias hasta la etapa de concentración inclusive.

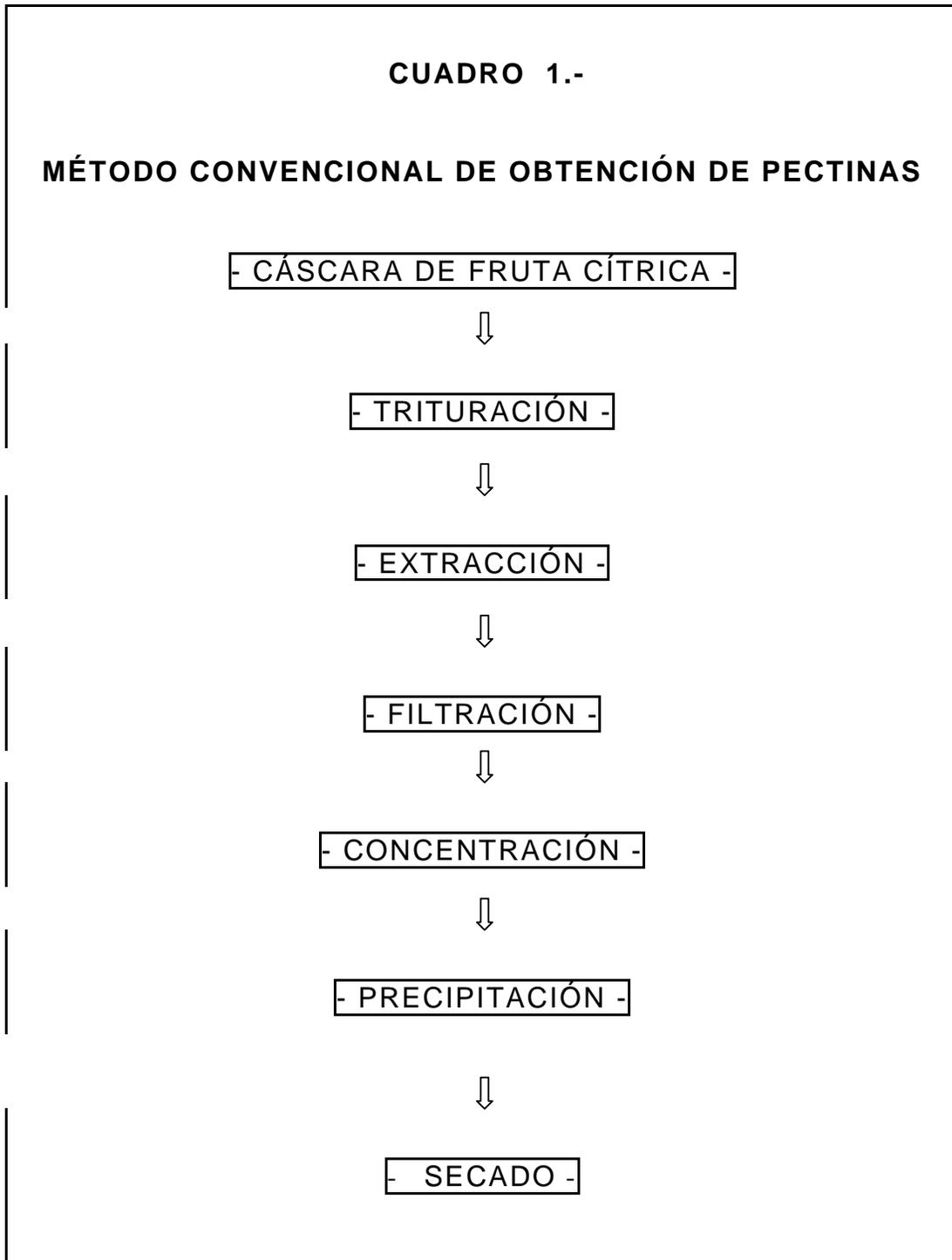
En el Cuadro II se detallan los factores que debieron ser considerados en cada una de las etapas y los puntos de toma de muestra para la ejecución de los análisis fisicoquímicos.

En el proceso la cáscara de la fruta cítrica se somete, en principio, a una trituración que facilita la separación posterior de la pectina contenida en el tejido vegetal. El grado de división inicial del material es un factor muy importante que tiene influencia en las condiciones de proceso de las etapas posteriores.

En las experiencias realizadas, la cáscara de las frutas recién exprimidas se trituró de modo de obtener tres muestras de distinta granulometría, desde trozos relativamente grandes hasta una papilla.

A continuación se procede a la extracción de pectina, sometiendo el material triturado a un proceso de acidificación y posterior tratamiento térmico. En esta etapa se produce la hidrólisis de la protopectina a pectina, y la solubilización de la misma.

En el proceso de acidificación las variables a tener en cuenta (ver Cuadro II) son el pH, la relación cáscara – agua y el tamaño de partícula del material triturado.



El pH 2 requerido para la extracción se logró realizando experiencias con distintas proporciones de concentrado de ultrafiltración y agua, ajustándose el punto final con ácido clorhídrico concentrado.

<b>CUADRO II</b>		
<b>TRITURACIÓN</b>		<b>Grado de división de las partículas</b>
<b>EXTRACCIÓN</b>	<b>ACIDEZ</b>	<p>pH</p> <p><b>Relación Cáscara/agua</b></p> <p><b>Tamaño de partícula</b></p> <p><b>Presión</b></p>
	<b>TRATAMIENTO TÉRMICO</b>	<p><b>Tiempo</b></p> <p><b>Temperatura</b></p>
<b>FILTRACIÓN</b>		<b>Tamaño de poro de la membrana filtrante</b>
<b>CONCENTRACIÓN</b>		<p><b>Concentración de pectina</b></p> <p><b>Temperatura</b></p>

Una vez alcanzado el pH deseado, el material acidificado se somete a un tratamiento térmico en el cual los factores a considerar son la presión, la temperatura y el tiempo.

Se llevaron a cabo experiencias a presión atmosférica y bajo presión en autoclave, con temperaturas comprendidas entre 90 y 120 °C.

Como resultado del proceso de extracción se obtiene una mezcla de sólido agotado y líquido conteniendo las pectinas extraídas. Esta mezcla se somete luego a una filtración a través de un medio filtrante que dependerá, entre otras cosas, del grado de división alcanzado en la etapa de trituration.

El filtrado obtenido se somete luego a un proceso de concentración con el fin de obtener el extracto pectínico correspondiente.

Las etapas de precipitación y secado no se realizaron en este trabajo, ya que escapan a los objetivos del mismo.

Los análisis fisicoquímicos realizados a las distintas muestras tomadas durante el proceso son:

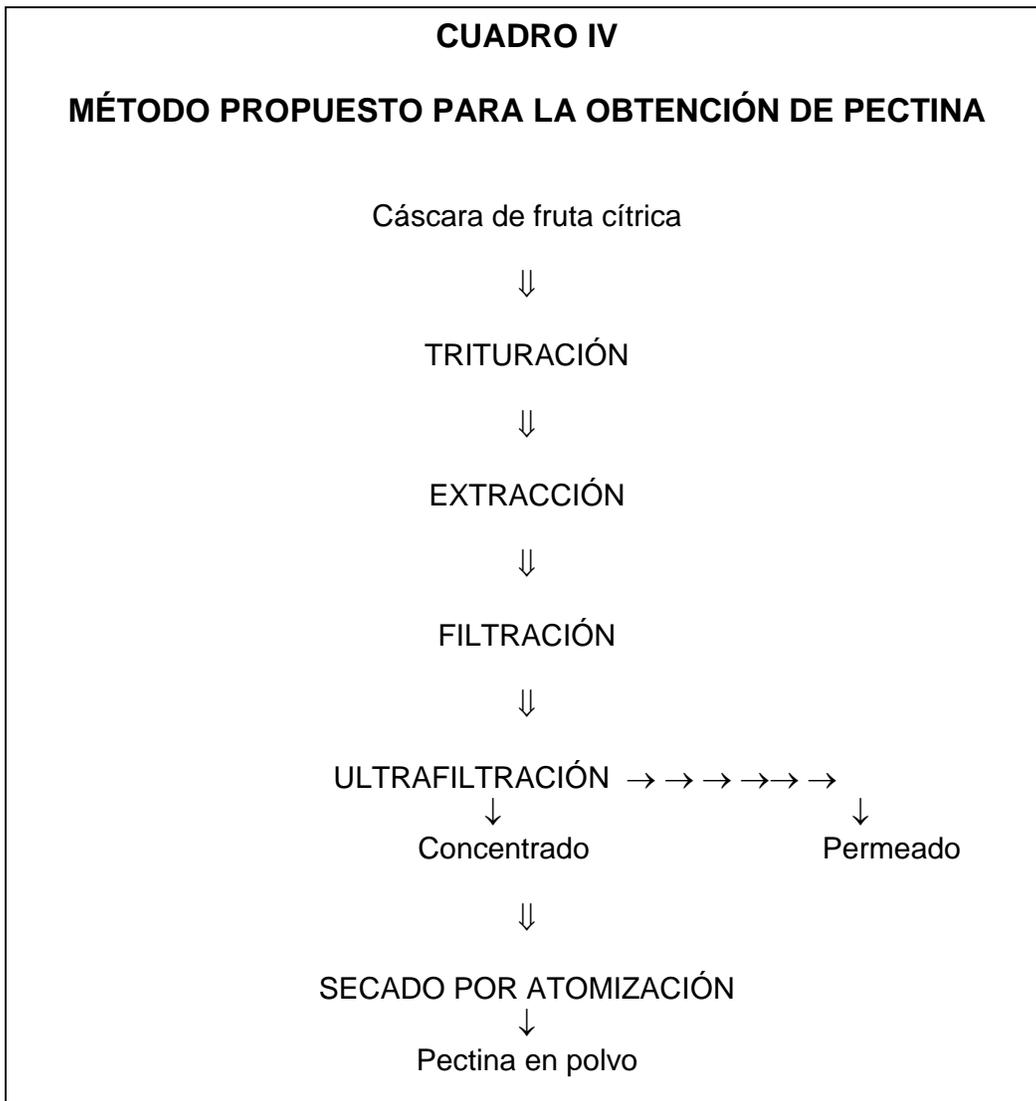
- pH
- Sólidos solubles
- Acidez total
- Contenido de pectina en el residuo de prensado y en el extracto pectínico precipitado
- Contenido de humedad y actividad acuosa en el extracto pectínico precipitado

Fue necesario poner a punto la técnica para la determinación del contenido de pectina cuyos pasos generales se muestran en el Cuadro III.

<b>CUADRO III</b>		
<b>DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE PECTINA</b>		
<b>MÉTODO COLORIMÉTRICO DEL CARBAZOL</b>		
<b>PASOS A SEGUIR</b>	<b>CONDICIONES</b>	<b>PRODUCTOS</b>
EXTRACCIÓN DE PECTINAS CONTENIDAS EN EL JUGO ↓		
SOLUCIÓN DE PECTINAS +		➤ Solubles en agua ➤ Solubles en oxalato ➤ Solubles en álcali
↓ SOLUCIÓN DE CARBAZOL +	Mezclar y calentar Hasta 85 °C	
↓ ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO ↓	Mantener a 85 °C por 15 minutos y enfriar	
LECTURA DE TRANSMITANCIA A 525 nm		

Dado que el presente trabajo no ha concluido, no pueden extraerse aún conclusiones. Cabe mencionar que el mismo motivó la generación de un nuevo proyecto de investigación ya presentado a la Facultad y cuyo título es "OBTENCIÓN DE PECTINAS A PARTIR DE CÁSCARA DE FRUTA CÍTRICA USANDO TECNOLOGÍAS NO TRADICIONALES".

Este proyecto propone la incorporación de los procesos de membrana en la obtención de pectina a partir de cáscara de limón (ver método propuesto en Cuadro IV), por lo que los resultados del presente trabajo serán de gran ayuda como fuente de información para la ejecución del mismo.



-----

Se prevé continuar con las siguientes actividades:

- a) Optimización del proceso de extracción
- b) Evaluación de los parámetros fisicoquímicos del producto en cada una de las etapas de elaboración
- c) Evaluación de los parámetros fisicoquímicos del producto en cada una de las etapas de elaboración.
- d) Utilización del extracto pectínico en la elaboración de productos alimenticios.
- e) Análisis reológico de los productos obtenidos.

## **BIBLIOGRAFÍA**

- Ting, S.V.; Roussef, R. L. 1986. "Citrus fruits and their products". New York. Marcel Dekker.
- "Association of Official Analytical Chemists.". 1984. Official Methods of Analysis. Virginia.
- Cheftel, J. C. 1976. "Introducción a la bioquímica y tecnología de los Alimentos". Zaragoza. Acribia.
- Fennema, O. R. 1985. "Introducción a la Ciencia de los Alimentos" Barcelona. Reverté.
- Walton b. Sinclair. 1984. "The Biochemistry and Physiology of the lemon and other Citrus Fruits. University of California.

# **FACULTAD DE CIENCIAS DE LA ALIMENTACIÓN**

## **DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LOS ALIMENTOS**

### **TECNOLOGÍA DE LA CONSERVACIÓN DE LOS ALIMENTOS**

#### **TRABAJO DE CÁTEDRA**

**“DETERMINACIÓN DEL TIEMPO ÓPTIMO DE CONTACTO DE  
LA MUESTRA CON EL SOLVENTE EN EL ANÁLISIS DEL  
CONTENIDO DE PECTINA EN CÁSCARA DE CITRUS POR EL  
MÉTODO DEL CARBAZOL MODIFICADO”**

#### **AUTORES**

**Ing. Damián E. STECHINA**

**Ing. Silvia B. VISCIGLIO**

**Ing. Claudia E. LESA**

**Ing. Rodolfo H. E. MAFFIOLY**

**AÑO 1997**

---

**TRABAJO DE CÁTEDRA: “DETERMINACIÓN DEL TIEMPO ÓPTIMO DE CONTACTO DE LA MUESTRA CON EL SOLVENTE EN EL ANÁLISIS DEL CONTENIDO DE PECTINA EN CÁSCARA DE CITRUS POR EL MÉTODO DEL CARBAZOL MODIFICADO”**

**OBJETIVOS:**

- Conocer la influencia del tiempo de contacto de la cáscara con cada solvente, en la determinación de pectina.
- Determinar el tiempo óptimo de contacto para una cáscara de tamaño definido.

**DESARROLLO**

Para las determinaciones analíticas se hace uso del método del Carbazol cuya técnica operatoria fue modificada a efectos de agilizar la determinación y mejorar la extracción de cada fracción pectínica. La técnica con las modificaciones mencionadas se adjunta al final del informe.

Se realizaron tres experiencias de determinación del contenido de pectina soluble en agua, utilizando como muestra de análisis cáscara de limón lixiviada y deshidratada cuyo tamaño de partícula está comprendido entre 500 y 1000  $\mu$

Cada experiencia implica tiempos de contactos diferentes con el solvente, de este modo se seleccionaron los siguientes tiempos:

- **Experiencia A = 30 minutos de contacto en cada experiencia.**
- **Experiencia B = 20 minutos de contacto en cada experiencia.**
- **Experiencia C = 10 minutos de contacto en cada experiencia.**

Las experiencias y las lecturas espectrofotométricas se realizan por duplicado.



---

## PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS PÉCTICAS

### EXTRACCIÓN

Tres grupos de sustancias pécticas se separan por extracción progresiva, llamadas pectinas solubles en agua, fracción soluble en oxalato y fracción soluble en álcali diluido.

Para el jugo, 15 ml. de muestra se mezclan con 30 ml. de etanol o 2-propanol. Se agita por 15' y se centrifuga. Luego el alcohol se decanta y descarta, y el residuo sólido se lava 2 veces con alcohol isopropílico al 60 %.

Se extraen las pectinas solubles en agua del residuo sólido (pellet) usando 30 ml. de agua destilada. Se rompe el pellet con una varilla, se centrifuga y se decanta el sobrenadante en un balón de 100 ml. Se repite la extracción con agua y se combinan los extractos.

Se agregan luego 5 ml. de NaOH 1 N y se diluye a volumen con agua destilada. Esta muestra contiene así las pectinas solubles en agua.

El residuo se vuelve al tubo de centrifuga usando solución de oxalato de amonio al 0,5 %. Se llena el tubo con la misma solución y se rompe el pellet. Se centrifuga y se decanta el sobrenadante en un segundo balón de 100 ml., filtrándolo a través de un papel de filtro N° 41, si fuera necesario.

Repetir la extracción con oxalato de amonio y combinar los extractos. Agregar 5 ml. de NaOH 1 N y diluir a volumen con agua. Esta muestra contiene así las pectinas solubles en oxalato.

Lavar el residuo en un tercer balón de 100 ml. con NaOH 0,1 N y diluir con la misma solución. Esta muestra contiene así las pectinas solubles en álcali.

---

## MÉTODO COLORIMÉTRICO DEL CARBAZOL PARA EL ÁCIDO GALACTURÓNICO. ESTIMACIÓN DE PECTINA

Para preparar una solución de carbazol al 0,1 % en alcohol etílico al 95%. Este reactivo es estable a temperatura ambiente por varios meses. Agregar 1 ml. de muestra y 0,5 ml. del reactivo en cada uno de 2 tubos de ensayo de 25 x 200 mm. Mezclar. Agregar 6 ml. de ácido sulfúrico concentrado a cada tubo desde una bureta automática. Ajustar la bureta de tal forma que los 6 ml caigan en 7 segundos mientras que la temperatura de la mezcla sea de 85 °C. Colocar los tubos inmediatamente en un baño de agua a 85 °C por 5 minutos. Enfriar por 15 minutos a temperatura ambiente y leer el color en un espectrofotómetro a 525 nm contra un blanco que contenga 1 ml. de NaOH 0,05 N y preparado de la misma manera que la muestra.

Construir una curva estándar con las absorbancias de un grupo de estándares de trabajo que contengan de 10 a 70 µgr. de ácido galacturónico anhidro (AGA) por ml. Los estándares se preparan de la misma manera que la muestra.

Los estándares de trabajo de AGA se preparan de un stock estándar conteniendo 120,5 mgr. de ácido galacturónico monohidratado (secado con vacío a 30 °C por 5 horas) en 1 litro de agua conteniendo 0,5 ml de NaOH 1 N. Este valor estándar contiene 100 µgr. de AGA por mililitro.

Calcular el AGA en cada tubo de ensayo usando la curva estándar y el AGA de cada muestra por multiplicación por el factor de dilución apropiado.

Para determinar la pectina de cáscara o pulpa, preparar los sólidos insolubles en alcohol, pesar una cantidad apropiada tal como 100 mgr. y colocarla en un tubo de centrífuga. Luego sigue igual que con el jugo, omitiendo la extracción inicial con alcohol. Humedecer el polvo seco con algunas gotas de etanol para facilitar la extracción con agua.

-----

Calcular el % de pectina como AGA en la muestra refiriéndose al peso fresco del cual se prepararon los sólidos insolubles en alcohol.

## **SÓLIDOS INSOLUBLES EN ALCOHOL**

La diferencia entre sólidos insolubles en alcohol (AIS) y sólidos insolubles en agua es la inclusión de sustancias que precipitan en el jugo por el alcohol. Las principales sustancias de este grupo son la pectina soluble en agua y algunas proteínas.

### **PROCEDIMIENTO**

Colocar 50 ml. de jugo reconstituido en un erlenmeyer de 500 ml. Agregar 100 ml. de etanol al 95 % o isopropanol. Mezclar y dejar reposar hasta que el precipitado se deposite en el fondo. Decantar cuidadosamente y descartar aproximadamente 75 ml. del extracto alcohólico limpio. Colocar el alcohol remanente con los sólidos insolubles en un tubo de centrifuga de 100 ml. o en dos tubos de 50 ml. Centrifugar u descartar el líquido sobrenadante. Si se emplearon dos tubos, combinar los residuos en un solo tubo lavando con alcohol al 66%. Llenar los tubos con alcohol de 66 % y dejar en reposo hasta que todo el precipitado esté disperso. Centrifugar y descartar el líquido sobrenadante. Lavar el residuo del centrifugado una vez con etanol al 95% y luego una vez con acetona. Dejar secar. Transferir el residuo blanco a un crisol de Gooch. Secar a 100 °C hasta peso constante y pesar. Calcular los sólidos insolubles en alcohol como mgr/100 gr. de concentrado.

Para otros tejidos de frutas (por ejemplo secciones, cáscara o pulpa, etc.), pesar 100 gr. de muestra en una cubeta de mezcla Waring y adicionar 200 ml. de etanol al 95 %. Mezclar un minuto. Filtrar a través de un embudo Buchner con papel de filtro Whatman N°1. Extraer la torta y agregarle 200 ml. de etanol al 66% y volver

-----

a mezclar y filtrar. Finalmente se mezclan el residuo con 200 ml. de etanol al 95 %. Colocar el contenido en un embudo Buchner con esferas de vidrio y filtrar al vacío. Después de romper el vacío, agregar 100 ml. de acetona al embudo y mezclar hasta que se disperse completamente. Filtrar nuevamente para eliminar la acetona. Transferir cuidadosamente el material seco a un recipiente de aluminio y secar en estufa a 100 °C hasta peso constante. Calcular los sólidos insolubles en alcohol como mgr./100 gr. de muestra.

## **PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS PÉCTICAS EN CÁSCARA DE FRUTA.**

### **EXTRACCIÓN**

Para cáscara seca se pesan aproximadamente 0,15 gr. de muestra o su equivalente de cáscara húmeda. Se mezclan con 30 ml. de etanol o 2-propanol. Se deja en contacto por 30 minutos agitando cada 10 y se centrifuga por 10 minutos hasta sedimentación completa del sólido. Luego, el alcohol se decanta y descarta, y el residuo sólido se lava 2 veces con alcohol isopropílico al 60 % del mismo modo que en el caso anterior.

Se continúa con la extracción de las tres fracciones de pectinas como se indica en el PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCIÓN DE SUSTANCIAS PÉCTICAS, discutido previamente.

### **MÉTODO COLORIMÉTRICO MODIFICADO DEL CARBAZOL PARA EL ÁCIDO GALACTURÓNICO.**

Preparar una solución de carbazol al 0,1 % en alcohol etílico al 95 %. Este reactivo es estable a temperatura ambiente por varios meses. Agregar 1 ml. de muestra y 0,5 ml. del reactivo en cada uno de dos tubos de ensayo de 25 x 200 mm. Mezclar. Agregar 6

ml. de ácido sulfúrico concentrado a cada tubo desde una bureta automática. Ajustar la bureta de tal forma que los 6 ml. caigan en 7 segundos mientras que la temperatura de la mezcla sea de 85 °C. Colocar los tubos inmediatamente en un baño de agua a 85 °C por 5 minutos. Enfriar por 15 minutos a temperatura ambiente y leer el color en un espectrofotómetro a 525 nm contra un blanco que contenga 1 ml. de NaOH 0,05 N y preparado de la misma manera que la muestra.

Construir una curva estándar con las absorvancias de un grupo de estándares de trabajo que contengan de 10 a 70 µgr. de ácido galacturónico (AGA) por ml. Los estándares se preparan de la misma manera que la muestra.

Los estándares de trabajo de AGA se preparan de un stock estándar conteniendo 120,5 mgr. de ácido galacturónico monohidratado (secado con vacío a 30 °C por 5 horas) en 1 litro de agua conteniendo 0,5 ml. de NaOH 1 N. Este Stock estándar contiene 100 µgr. de AGA por ml.

Calcular el AGA en cada tubo de ensayo usando la curva estándar y el AGA de cada muestra por multiplicación por el factor de dilución apropiado.

## **CONCLUSIÓN**

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos se deduce que, no existe una influencia apreciable en el grado de extracción de las pectinas contenidas en la cáscara cuando se varía el tiempo de contacto del solvente con la muestra, en un rango comprendido entre 10 y 30 minutos.

## **PROPUESTA**

Considerando los resultados y conclusión del trabajo se propone realizar el análisis del contenido de pectina por el método del

---

Carbazol modificado, utilizando tiempos de contacto de la muestra con el solvente de 10 minutos.

### **BIBLIOGRAFÍA**

- S. V. TING RUSELL . ROUSEFF. "Citrus fruits and their products. Analysis and technology". Marcel Dekker, Inc. New York 1986.

**DETERMINACIÓN DEL TIEMPO ÓPTIMO DE CONTACTO DE  
LA MUESTRA CON SOLVENTE EN EL ANÁLISIS DEL  
CONTENIDO DE PECTINA EN CÁSCARA DE CITRUS  
POR EL MÉTODO DEL CARBAZOL MODIFICADO.**

**INFORME DE RESULTADOS**

EXPERIENCIA	PESO	TRANSMITANCIA			% TRANSMITANCIA PROMEDIO
		(%)			
A 1	0,1519	20	20,2	20,3	20,1667
		22,1	22,2	22,3	22,2
A 2	0,1586	27,3	27,2	27,2	27,2333
		30,1	30	30,1	30,0667
B 1	0,1634	19,8	19,9	19,9	19,8667
		23	23,1	23,1	23,0667
B 2	0,1557	32,2	31,9	31,7	31,9333
		29,1	29	29	29,0333
C 1	0,1685	17,3	17,4	17,6	17,4333
		22	22,2	22,2	22,1333
C 2	0,1507	28,8	28,6	28,4	28,6
		37,1	37,1	37	37,0667

**DETERMINACIÓN DEL TIEMPO ÓPTIMO DE CONTACTO DE  
LA MUESTRA CON SOLVENTE EN EL ANÁLISIS DEL  
CONTENIDO DE PECTINA EN CÁSCARA DE CITRUS  
POR EL MÉTODO DEL CARBAZOL MODIFICADO.**

**CALCULO DE AGA**

<b>EXPERIENCIA</b>	<b>AGA (<math>\mu</math> / ml)</b>	<b>AGA (%)</b>	<b>AGA PROMEDIO (%)</b>	
<b>A 1</b>	<b>95,935</b>	<b>6,3157</b>	<b>5,4309</b>	
	<b>90,2122</b>	<b>5,9389</b>		
<b>A 2</b>	<b>78,0383</b>	<b>4,9204</b>		
	<b>72,1419</b>	<b>4,5487</b>		
<b>B 1</b>	<b>96,8278</b>	<b>5,9258</b>		<b>5,1193</b>
	<b>87,9307</b>	<b>5,3813</b>		
<b>B 2</b>	<b>68,5536</b>	<b>4,4029</b>		
	<b>74,2254</b>	<b>4,7672</b>		
<b>C 1</b>	<b>104,6117</b>	<b>6,2084</b>	<b>5,1294</b>	
	<b>90,3914</b>	<b>5,3645</b>		
<b>C 2</b>	<b>75,1213</b>	<b>4,9848</b>		
	<b>59,673</b>	<b>3,9597</b>		

---

## ULTRAFILTRACIÓN DE EXTRACTO PECTÍNICO . INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA, FACTOR DE CONCENTRACIÓN Y DIAFILTRACIÓN EN EL FLUJO DE PERMEADO

**Stechina D.<sup>(1)</sup> y Pauletti, M.<sup>(2)</sup>**

**<sup>(1)</sup> Facultad de Ciencias de la Alimentación (U.N.E.R.). Monseñor Tavella 1450. 3200 Concordia,**

**Provincia de Entre Ríos - E-mail: [alimentos@fcal.uner.edu.ar](mailto:alimentos@fcal.uner.edu.ar)**

**<sup>(2)</sup> Instituto de Tecnología de Alimentos (U.N.L.) Ciudad Universitaria. 3000 Santa Fe -**

**E-mail: [mpauleti@fiqus.unl.edu.ar](mailto:mpauleti@fiqus.unl.edu.ar)**

### OBJETIVOS

- Aplicación de la ultrafiltración en la concentración de extracto pectínico de limón.
- Evaluación de la influencia de la temperatura de procesamiento, factor de concentración y % de diafiltración en el flujo de permeación.

### METODOLOGÍA

- Diseño estadístico de experiencias de concentración de extracto pectínico aplicando ultrafiltración.
- Realización de las experiencias de ultrafiltración ajustando los valores de las variables de proceso al diseño logrado.
- Evaluación de la influencia de las variables seleccionadas (temperatura de procesamiento, factor de concentración y % de diafiltración) sobre el flujo de permeado.

### MATERIALES Y MÉTODOS

- MATERIAL. Extracto pectínico obtenido en laboratorio a partir de cascara de limón.
- EQUIPO EXPERIMENTAL. Modulo de ultrafiltración DDS 20-0.36-Lab con membranas de polímero sintético (poder de corte 10000), adecuado para trabajar en método discontinuo con caudal de alimentación y temperatura constante; registro permanente de presión y temperatura.
- DISEÑO ESTADÍSTICO DE EXPERIENCIAS. Rotacional centrado.

## RESULTADOS

### ❖ FACTORES INHERENTES A LA MEMBRANA QUE INFLUYEN EN EL FLUJO DE PERMEADO

- Naturaleza química del material de membrana.
- Configuración del equipo que soporta la membrana.
- Tamaño medio de poros (Poder de corte).
- Distribución del tamaño de los poros.
- Tortuosidad de la membrana.

### ❖ TABLA DE VALORES

Número de Experiencia	Temperatura (°C)	Factor de Concentración	Diafiltración (%)	Flujo Permeado (kg/(h*m <sup>2</sup> ))
1	35	5	30	22,166
2	42,5	6,5	65	18,517
3	55	6,5	65	24,965
4	50	5	30	19,476
5	50	8	30	21,391
6	35	8	100	16,795
7	42,5	6,5	123,8	29,302
8	50	8	100	36,586
9	35	8	30	18,095
10	42,5	6,5	6,13	22,234
11	42,5	3,97	65	22,008
12	35	5	100	18,570
13	50	5	100	23,034
14	42,5	6,5	65	18,423
15	42,5	9	65	17,491
16	30	6,5	65	15,395

### ❖ RESPUESTA PARA EL FLUJO DE PERMEADO APLICANDO EL MÉTODO DE MAXIMA PENDIENTE EN ASCENSO

Temperatura (°C)	F.C.	% Diafiltración	Flujo Predicho (kg/hora*m <sup>2</sup> )
42.5	6.5	65.0	19.6119
43.5	6.51538	68.3999	20.2598
44.5	6.56011	72.6574	21.148
45.5	6.62859	77.6217	22.3557
46.5	6.71531	83.1378	23.9434
47.5	6.81576	89.0751	25.9549

---

### ❖ FACTORES INHERENTES A LA SOLUCIÓN QUE INFLUYEN EN EL FLUJO DE PERMEADO

- Concentración, densidad y temperatura de la solución de alimentación.
- Tamaño y forma de moléculas retenidas. Presencia de otros solutos.
- Factor de concentración deseado (concentración de moléculas retenidas).
- Viscosidad del concentrado.
- Afinidad química solución - membrana.

### CONCLUSIONES

- La Ultrafiltración es una tecnología aplicable a la concentración de extracto pectínico de limón.
- La evaluación de parámetros tales como temperatura, factor de concentración y grado de diafiltración influyen en el flujo de permeado
- Para avanzar en el estudio de optimización del proceso, es conveniente encarar el modelizado del flujo de permeado en la concentración de extracto pectínico, para las membranas y el equipo utilizado.
- Sería deseable caracterizar reológicamente la pectina obtenida por concentración mediante ultrafiltración.

**Palabras claves:** Ultrafiltración - Extracto pectínico - cítrico.

### AGRADECIMIENTO

- ◆ A las autoridades del I.N.T.I. - C.I.T.I.L. quienes nos facilitaron el equipo LAB DDS 20 Lab para la realización de las experiencias de ultrafiltración.
- ◆ A Nicolás Stechina por su colaboración en la concreción experimental de actividades

**Tabla 1.** FECHA: 06/08/01 - Materia Prima: LIMÓN

Primera experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus.

Peso de Fruta: 6000 gr. - Peso de fruta rallada: 5600 gr.

Peso de cáscara (gr): 2600

**- Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Peso de agua: (en cada etapa): 26 kgs.

	Tiempo	° Brix filtrado	pH filtrado
1° Lixiviación	30 min	0,25	3,04
2° lixiviación	30 min	0	3,46
3° lixiviación	30 min	0	3,7

Peso cáscara lixiviada: 1800 gr.

**- Muestra 2**

## EXTRACCIÓN:

Peso Cáscara: 1800 gr. - Peso del agua: 27 lts.

Acidulante: Ácido cítrico - Tiempo: 1 hora - Temperatura: 95 °C

	pH de mezcla	
1° Extracción	2,57	<b>Muestra 3</b>
2° Extracción	2,52	<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 35 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 24

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	5,073	0,5950	0,2119
Duplicado 1	5,264	0,6577	0,1743
Promedio 1	<b>5,168</b>	<b>0,6263</b>	<b>0,1931</b>
Muestra 2	6,149	0,8894	0,2557
Duplicado 2	6,080	0,8727	0,0447
Promedio 2	<b>6,114</b>	<b>0,8810</b>	<b>0,1502</b>
Muestra 3	13,018	0,9111	0,5021
Duplicado 3	12,022	0,8617	0,3619
Promedio 3	<b>12,520</b>	<b>0,8864</b>	<b>0,4320</b>
Muestra 4	15,923	0,9545	0,3880
Duplicado 4	17,504	0,9588	0,4010
Promedio 4	<b>16,713</b>	<b>0,9567</b>	<b>0,3945</b>
Muestra 5	244,625	0,1038	0,0873
Duplicado 5	380,902	0,2946	0,2298
Promedio 5	<b>312,763</b>	<b>0,1992</b>	<b>0,1586</b>
Muestra 6	147,704	0,5589	0,4349
Duplicado 6	119,172	0,4532	0,3901
Promedio 6	<b>133,438</b>	<b>0,5060</b>	<b>0,4125</b>
Muestra 7	187,263	0,8009	0,5902
duplicado 7	166,320	0,7102	0,4158
Promedio 7	<b>176,791</b>	<b>0,7556</b>	<b>0,5030</b>

**Tabla 2.** FECHA: 21/08/01 - Materia Prima: LIMÓN

Segunda experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus

Peso de Fruta: 6687,31 gr. - Peso de fruta rallada: 6349,34 gr.

Peso de cáscara: 2800 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Peso de agua (en cada etapa): 28 kgs.

	Tiempo	° Brix filtrado	pH filtrado	Cantidad filtrado
1º lixiviación	30 min.	0	2,901	28 kg.
2º lixiviación	30 min.	0	3,32	28,2 kg.
3º lixiviación	30 min.	0	3,604	28,8 kg.

Peso cáscara lixiviada: 2400 gr. - **Muestra 2**

## EXTRACCIÓN:

Peso del agua (en cada etapa): 36 lts. - Acidulante: Ácido cítrico

Tiempo (de cada etapa): 1 hora - Temperatura: 95 °C

	pH de mezcla	
1º Extracción	2,5	<b>Muestra 3</b>
2º Extracción	2,53	<b>Muestra 4</b>

Concentración de extracto por ultrafiltración (Temp.: 42,5 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 25

	Humedad		
	(B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	4,842	0,7187	0,1015
Duplicado 1	4,823	0,6390	0,0895
Promedio 1	<b>4,832</b>	<b>0,6789</b>	<b>0,0955</b>
Muestra 2	6,519	0,8917	0,2804
Duplicado 2	6,680	0,8779	0,0755
Promedio 2	<b>6,600</b>	<b>0,8848</b>	<b>0,1779</b>
Muestra 3	11,430	0,8766	0,3827
Duplicado 3	11,260	0,9444	0,3958
Promedio 3	<b>11,345</b>	<b>0,9105</b>	<b>0,3893</b>
Muestra 4	14,796	0,7999	0,3186
Duplicado 4	15,415	0,7900	0,2808
Promedio 4	<b>15,106</b>	<b>0,7950</b>	<b>0,2997</b>
Muestra 5	173,295	0,1229	0,0544
Duplicado 5	140,682	0,1074	0,0851
Promedio 5	<b>156,988</b>	<b>0,1152</b>	<b>0,0697</b>
Muestra 6	69,462	0,3619	0,2167
Duplicado 6	83,199	0,4517	0,1593
Promedio 6	<b>76,330</b>	<b>0,4068</b>	<b>0,1880</b>
Muestra 7	99,006	0,4565	0,3439
Duplicado 7	107,734	0,5126	0,4153
Promedio 7	<b>103,370</b>	<b>0,4846</b>	<b>0,3796</b>

**Tabla 3.** FECHA: 17/09/01 - Materia Prima: Cáscara de limón  
Tercera experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
Peso de cáscara: 4000 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Peso de agua (en cada etapa): 40 kg.

	Tiempo	° Brix filtrado	pH filtrado	Cant. filtrado
1° lixiviación	30 min	0,5	2,887	40,9 kg.
2° lixiviación	30 min	0	3,253	39,9 kg.
3° lixiviación	30 min	0	3,499	39,9 kg.
4° lixiviación	30 min	0	3,408(*)	39,2 kg.

(\*) Muestra que se retuvo en agua durante una noche

Peso cáscara lixiviada: 3700 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

1. Peso Cáscara: 3000 gr. - Peso del agua: 45 lts.
  2. Peso Cáscara: 2500 gr. - Peso del agua: 37,5 lts.
- Acidulante: Ácido cítrico - Temperatura: 95 °C

	pH de mezcla	Cant. Filtrado	
1° extracción	2,57	43,6 kg.	<b>Muestra 3</b>
2° extracción	2,54		<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 55 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 26

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	6,560	0,5065	0,1371
Duplicado 1	6,480	0,5458	0,1316
Promedio 1	<b>6,520</b>	<b>0,5262</b>	<b>0,1344</b>
Muestra 2	14,145	0,8970	0,1999
Duplicado 2	13,541	0,8830	0,1840
Promedio 2	<b>13,843</b>	<b>0,8900</b>	<b>0,1920</b>
Muestra 3	16,185	0,8760	0,2418
Duplicado 3	8,822	0,8881	0,1758
Promedio 3	<b>12,504</b>	<b>0,8821</b>	<b>0,2088</b>
Muestra 4	20,373	0,8853	0,3001
Duplicado 4	20,552	0,8811	0,2981
Promedio 4	<b>20,462</b>	<b>0,8832</b>	<b>0,2991</b>
Muestra 5	210,757	0,1019	0,0837
Duplicado 5	306,098	0,1601	0,1275
Promedio 5	<b>258,428</b>	<b>0,1310</b>	<b>0,1056</b>
Promedio 6			
Muestra 7	429,956	1,4453	1,0932
Duplicado 7	8,867	0,0345	0,0276
Promedio 7	<b>219,411</b>	<b>0,7399</b>	<b>0,5604</b>

**Tabla 4.** FECHA: 01/10/01 - Materia Prima: Cáscara de limón  
Cuarta experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
Peso de cáscara: 4000 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Peso de agua (en cada etapa): 40 kgs.

	Tiempo	°Brix filtrado	pH filtrado	Cantidad filtrado
1º lixiviación	30 min	0,25	3,81	39 kg.
2º lixiviación	30 min	0	4,35	40,3 kg.
3º lixiviación	30 min	0	5,01	40,1 kg.
4º lixiviación	30 min	0	5,98	40,5 kg.

Peso cáscara lixiviada: 4600 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

1. Peso Cáscara: 4600 gr. - Peso del agua: 46 lts.

2. Peso Cáscara: no se pesó - Peso del agua: 45 lts

Acidulante: Ácido cítrico - Temperatura: 95 °C

	PH de mezcla	Cant. Filtrado	
1º extracción	2,41	45,4 Kg.	<b>Muestra 3</b>
2º extracción	2,51	44,2 Kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 50 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla)  
y ultrafiltración de la tabla 27

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	7,135	0,5843	0,2191
Duplicado 1	7,576	0,5998	0,2302
Promedio 1	<b>7,356</b>	<b>0,5920</b>	<b>0,2247</b>
Muestra 2	15,792	0,8400	0,2727
Duplicado 2	13,932	0,8097	0,2005
Promedio 2	<b>14,862</b>	<b>0,8248</b>	<b>0,2366</b>
Muestra 3	14,393	0,7678	0,2770
Duplicado 3	14,072	0,7933	0,2511
Promedio 3	<b>14,233</b>	<b>0,7805</b>	<b>0,2640</b>
Muestra 4	18,568	0,8365	0,2308
Duplicado 4	17,107	0,8346	0,2034
Promedio 4	<b>17,838</b>	<b>0,8355</b>	<b>0,2171</b>
Muestra 5	167,980	0,0862	0,0644
Duplicado 5	173,848	0,0893	0,0759
Promedio 5	<b>170,914</b>	<b>0,0877</b>	<b>0,0702</b>
Muestra 6	102,076	0,2664	0,2214
Duplicado 6	110,700	0,3177	0,2598
Promedio 6	<b>106,388</b>	<b>0,2921</b>	<b>0,2406</b>
Muestra 7	136,575	0,3747	0,3384
Duplicado 7	127,653	0,3513	0,3006
Promedio 7	<b>132,114</b>	<b>0,3630</b>	<b>0,3195</b>

**Tabla 5.** FECHA: 15/10/01 - Materia Prima: limón  
 Quinta experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
 Peso de Fruta: 10000 gr. - Peso de fruta rallada: 9300 gr.  
 Peso de cáscara: 4300 gr. - **Muestra 1**

## LIXIVIACIÓN:

Peso Cáscara: 4000 gr. - Tiempo de cada etapa: 30 min

lixiviación	Peso final	°Brix filtrado	pH del filtrado	Cant. de filtrado	Cantidad de agua
1º	5 kg.	0	3,83		42,8 kg.
2º	5,3 kg.	0	4,26	38,6 kg.	39,3 kg.
3º	5,5 kg.	0	4,43	39,2 kg.	40,2 kg.
4º	5,1 kg.	0	5,22		40,1kg.

**Muestra 2**

## EXTRACCIÓN:

1. Peso Cáscara: 5100 gr. - Peso del agua: 50 kg.

2. Peso Cáscara: 3100 gr. - Peso del agua: 50 kg.

Acidulante: Ácido cítrico - Temperatura de cada etapa: 95 °C

	pH mezcla	Cant. Filtrado	
1º extracción	2,59	48,9 kgs.	<b>Muestra 3</b>
2º extracción	2,5	48,6 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 50 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 28

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	6,367	0,5544	0,1449
Duplicado 1	6,409	0,5605	0,1094
Promedio 1	<b>6,388</b>	<b>0,5574</b>	<b>0,1272</b>
Muestra 2	14,435	0,8351	0,1416
Duplicado 2	15,009	0,8159	0,2643
Promedio 2	<b>14,722</b>	<b>0,8255</b>	<b>0,2030</b>
Muestra 3	12,972	0,6982	0,2777
Duplicado 3	15,020	0,7959	0,3043
Promedio 3	<b>13,996</b>	<b>0,7470</b>	<b>0,2910</b>
Muestra 4	19,612	0,8582	0,3432
Duplicado 4	21,350	0,8623	0,3212
Promedio 4	<b>20,481</b>	<b>0,8602</b>	<b>0,3322</b>
Muestra 5	149,017	0,0605	0,0538
Duplicado 5	140,527	0,0598	0,0489
Promedio 5	<b>144,772</b>	<b>0,0602</b>	<b>0,0513</b>
Muestra 6	98,682	0,4064	0,2515
Duplicado 6	87,042	0,4185	0,3001
Promedio 6	<b>92,862</b>	<b>0,4125</b>	<b>0,2758</b>
Muestra 7	99,842	0,3835	0,5381
duplicado 7	110,567	0,4577	0,4016
Promedio 7	<b>105,204</b>	<b>0,4206</b>	<b>0,4698</b>

**Tabla 6.** FECHA: 29/10/01 - Materia Prima: limón  
 Sexta experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
 Peso de Fruta: 9800 gr. - Peso de fruta rallada: 9300 gr.  
 Peso de cáscara: 4800 gr - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Tiempo de cada etapa: 30 min

	Cant. agua	°Brix filtrado	pH filtrado	Cant. filtrado
1º lixiviación	37 kg.	0,01	2,92	35,2 kg.
2º lixiviación	40,8 kg	0	3,116	40,1kg.

Peso cáscara lixiviada: 5800 gr - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

1. Peso Cáscara: 5800 gr - Peso del agua: 51 kg. -

2. Peso Cáscara: no se pesó - Peso del agua: 50,4 kg.

Acidulante: Ácido cítrico - Temperatura: 95 °C

	pH de mezcla	Cant. de Filtrado	
1º extracción	2,77	50,4 Kg.	<b>Muestra 3</b>
2º extracción	1,3		<b>Muestra 4</b>

Peso Cáscara final: 5100 gr.

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 35 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 29

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	4,351	0,6167	0,1585
Duplicado 1	4,369	0,6100	0,2022
Promedio 1	<b>4,360</b>	<b>0,6134</b>	<b>0,1803</b>
Muestra 2	6,644	0,6900	0,2613
Duplicado 2	6,674	0,6787	0,1660
Promedio 2	<b>6,659</b>	<b>0,6844</b>	<b>0,2137</b>
Muestra 3			
Duplicado 3			
Promedio 3			
Muestra 4	9,640	0,7707	0,3001
Duplicado 4	11,287	0,8448	0,3455
Promedio 4	<b>10,463</b>	<b>0,8078</b>	<b>0,3228</b>
Muestra 5	3317,200	1,3570	1,1443
Duplicado 5	108,198	0,0495	0,0267
Promedio 5	<b>1712,699</b>	<b>0,7032</b>	<b>0,5855</b>
Muestra 6	76,723	0,3849	0,3607
Duplicado 6	124,115	0,6891	0,4632
Promedio 6	<b>100,419</b>	<b>0,5370</b>	<b>0,4119</b>
Muestra 7	106,464	0,5778	0,3962
Duplicado 7	64,509	0,4288	0,3306
Promedio 7	<b>85,487</b>	<b>0,5033</b>	<b>0,3634</b>

**Tabla 7.** FECHA: 12/11/01 - Materia Prima: Limón  
Séptima experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
Peso de Fruta: 9700 gr. - Peso de fruta rallada: 9200 gr.  
Peso de cáscara: 4400 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Tiempo de cada etapa: 30 min

	Cant. agua	°Brix filtrado	pH filtrado	Cant. filtrado	Peso de Cáscara
1º lixiviación	44 kg.	0	2,548	43,62 kg.	4,7 kg.
2º lixiviación	45 kg.	0	2,96	43,2 kg.	
3º lixiviación	45 kg.	0	3,787	44,7 kg.	
4º lixiviación	45 kg.	0	3,8	44,6 kg.	5 kg.

Peso cáscara lixiviada: 5000 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

Acidulante: Ácido cítrico: 100 gr. - pH = 2,113

Temperatura: 95 °C

	Peso Agua	Peso Filtrado	Peso Cáscara	
1º extracción	50 kg.	48,1kg.		<b>Muestra 3</b>
2º extracción	50 kg.	49 kg.	3,4 kgs.	<b>Muestra 4</b>

Concentración de extracto por ultrafiltración (temperatura: 42,5 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 30

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	4,701	0,5971	0,1981
Duplicado 1	4,666	0,6067	0,1706
Promedio 1	<b>4,684</b>	<b>0,6019</b>	<b>0,1844</b>
Muestra 2	7,374	0,7686	0,1835
Duplicado 2	7,361	0,7791	0,2113
Promedio 2	<b>7,367</b>	<b>0,7739</b>	<b>0,1974</b>
Muestra 3	10,727	0,8320	0,3730
Duplicado 3	10,451	0,8435	0,3592
Promedio 3	<b>10,589</b>	<b>0,8378</b>	<b>0,3661</b>
Muestra 4	11,786	0,9062	0,3665
Duplicado 4	11,786	0,9096	0,3489
Promedio 4	<b>11,786</b>	<b>0,9079</b>	<b>0,3577</b>
Muestra 5	951,431	0,4984	0,3267
Duplicado 5	457,384	0,2685	0,1549
Promedio 5	<b>704,408</b>	<b>0,3835</b>	<b>0,2408</b>
Muestra 6	137,246	0,4676	0,3767
Duplicado 6	145,801	0,5085	0,3531
Promedio 6	<b>141,524</b>	<b>0,4880</b>	<b>0,3649</b>
Muestra 7	235,072	0,7684	0,6599
Duplicado 7	224,154	0,7612	0,6476
Promedio 7	<b>229,613</b>	<b>0,7648</b>	<b>0,6538</b>

**Tabla 8.** FECHA: 25/02/02 - Materia Prima: Limón  
Octava experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
Peso de Fruta: 6900 gr. - Peso de cáscara: 3200 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Tiempo de cada etapa: 30 min.

	Cant. agua	°Brix filtrado	pH filtrado	Cant. filtrado	Peso Cáscara
1º lixiviación	32 kg.	0,5	3,648	31,7 kg.	
2º lixiviación	32 kg.	0	3,696	31,6 kg.	4,5 kg.
3º Lixiviación	44,2 kg.	0	3,536	42,4 kg.	
4º lixiviación	45 kg.	0	4,308	44,8 kg.	5 kg.

### Muestra 2

EXTRACCIÓN: Peso Cáscara: 5000 gr.

Acidulante: Ácido cítrico: 94 gr. - pH = 1,828 - Temperatura: 95 °C

	Peso Agua	Cant. Filtrado	
1º extracción	45 kg.	43,1kg.	<b>Muestra 3</b>
2º extracción	45kg. (*)	42,4 + 5 kg.	<b>Muestra 4</b>

(\*) Se lavó el residuo con 5 lts. de agua de acidificada

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 50 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 31

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	3,670	0,7424	0,0928
Duplicado 1	3,517	0,7757	0,1059
Promedio 1	<b>3,593</b>	<b>0,7591</b>	<b>0,0993</b>
Muestra 2	8,054	0,8945	0,1272
Duplicado 2	7,737	0,8971	0,1208
Promedio 2	<b>7,895</b>	<b>0,8958</b>	<b>0,1240</b>
Muestra 3	10,885	0,9051	0,2471
Duplicado 3	10,361	0,8921	0,2139
Promedio 3	<b>10,623</b>	<b>0,8986</b>	<b>0,2305</b>
Muestra 4	12,045	0,9258	0,2664
Duplicado 4	11,597	0,9401	0,2951
Promedio 4	<b>11,821</b>	<b>0,9330</b>	<b>0,2807</b>
Muestra 5	1102,649	0,0760	0,1347
Duplicado 5	1523,091	0,2743	0,2923
Promedio 5	<b>1312,870</b>	<b>0,1751</b>	<b>0,2135</b>
Muestra 5 (lav)	2688,611	0,4666	0,2260
Duplicado 5 (lav)	1591,387	0,3096	0,1536
Promedio 5 (lav)	<b>2139,999</b>	<b>0,3881</b>	<b>0,1898</b>
Muestra 6	225,966	0,7074	0,4469
Duplicado 6	230,293	0,6806	0,3148
Promedio 6	<b>228,130</b>	<b>0,6940</b>	<b>0,3809</b>
Muestra 7	453,142	1,3372	0,8111
Duplicado 7	240,687	0,7894	0,3080
Promedio 7	<b>346,914</b>	<b>1,0633</b>	<b>0,5596</b>

**Tabla 9.** FECHA: 11/03/02 - Materia Prima: Cáscara de limón  
Novena experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
Peso de cáscara: 4600 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Tiempo de cada etapa: 30 min.

	Cant. agua	°Brix filtrado	pH filtrado	Cant. filtrado
1º lixiviación	46 kg.	0	2,842	44,8 kg.
2º lixiviación	46 kg.	0	3,161	46,2 kg.
3º lixiviación	46 kg.	0	3,095	46,3 kg.
4º lixiviación	46 kg.	0	3,029	45,9 kg.

Peso cáscara lixiviada: 4500 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

Peso Cáscara: 4500 gr. - Acidulante: Ácido cítrico: 90 gr.

pH = 1,912 - Temperatura: 95 °C

	Peso agua	Peso filtrado	Peso cáscara	
1º extracción	45+5 kg.	45,9 kg.		<b>Muestra 3</b>
2º extracción	45+5 kg.	48,9 kg.	4 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 35 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla)  
y ultrafiltración de la tabla 32

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	4,239	0,8123	0,2029
Duplicado 1	4,175	0,8133	0,2346
Promedio 1	<b>4,207</b>	<b>0,8128</b>	<b>0,2188</b>
Muestra 2	6,743	0,8978	0,3208
Duplicado 2	7,439	0,9348	0,3471
Promedio 2	<b>7,091</b>	<b>0,9163</b>	<b>0,3340</b>
Muestra 3	7,723	0,7532	0,0032
Duplicado 3	8,731	0,8255	0,0003
Promedio 3	<b>8,227</b>	<b>0,7893</b>	<b>0,0018</b>
Muestra 4	9,567	0,9422	0,3812
Duplicado 4	9,797	0,9376	0,3635
Promedio 4	<b>9,682</b>	<b>0,9399</b>	<b>0,3724</b>
Muestra 5	387,927	0,3383	0,1961
Duplicado 5	540,526	0,4260	0,2716
Promedio 5	<b>464,226</b>	<b>0,3821</b>	<b>0,2338</b>
Muestra 6	109,309	0,7837	0,4830
Duplicado 6	115,319	0,7946	0,5035
Promedio 6	<b>112,314</b>	<b>0,7891</b>	<b>0,4932</b>
Muestra 7	112,864	0,7134	0,6769
Duplicado 7	119,558	0,7128	0,3265
Promedio 7	<b>116,211</b>	<b>0,7131</b>	<b>0,5017</b>

**Tabla 10.** FECHA: 25/03/02 - Materia Prima: Limón  
 Décima experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
 Peso de Fruta: 6800 gr. - Peso de cáscara: 3400 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Tiempo de cada etapa: 30 min.

	Cant. agua	°Brix filtrado	pH filtrado	Cant. filtrado	Peso cáscara
1º lixiviación	34 kg.	0	2,264	33,1kg.	34900 gr.
2º lixiviación	39 kg.	0	2,543	38,2 kg.	35700 gr.
3º lixiviación	41,5 kg.	0	2,688	35,2 kg.	42000 gr.
4º lixiviación	53 kg.	0	3,07	53,5 ks.	41500 gr.

Peso cáscara lixiviada: 4200 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

Acidulante: Ácido cítrico: 80 gr. - pH = 1,277 - Temperatura: 95 °C

	Peso agua	Cant. Filtrado	Peso Cáscara	
1º extracción	47 kg.	47 kg.	4,2 kg.	<b>Muestra 3</b>
2º extracción	47,6 kg.	47,3 kg.	4,5 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración de extracto por ultrafiltración (temperatura: 42,5 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 33

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	3,376	0,8013	0,1083
Duplicado 1	3,309	0,7707	0,0914
Promedio 1	<b>3,342</b>	<b>0,7860</b>	<b>0,0999</b>
Muestra 2	6,895	0,8765	0,2087
Duplicado 2	6,786	0,8710	0,1462
Promedio 2	<b>6,841</b>	<b>0,8738</b>	<b>0,1775</b>
Muestra 3	9,791	0,9002	0,3612
Duplicado 3	9,893	0,9094	0,3240
Promedio 3	<b>9,842</b>	<b>0,9048</b>	<b>0,3426</b>
Muestra 4	10,385	0,9505	0,3299
Duplicado 4	10,536	0,9549	0,3266
Promedio 4	<b>10,461</b>	<b>0,9527</b>	<b>0,3282</b>
Muestra 5	523,673	0,2334	0,1261
Duplicado 5	522,221	0,2666	0,1858
Promedio 5	<b>522,947</b>	<b>0,2500</b>	<b>0,1559</b>
Muestra 6	219,839	0,7856	0,6191
Duplicado 6	225,315	0,7714	0,4225
Promedio 6	<b>222,577</b>	<b>0,7785</b>	<b>0,5208</b>
Muestra 7	212,169	0,7728	0,6256
Duplicado 7	236,436	0,9256	0,6468
Promedio 7	<b>224,302</b>	<b>0,8492</b>	<b>0,6362</b>

**Tabla 11.** FECHA: 15/04/02 - Materia Prima: limón  
Undécima experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus

Peso de Fruta: 7900 gr. - Peso de cáscara: 3500 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Tiempo de cada etapa: 30 min.

	Cantidad de agua	° Brix del filtrado	pH del filtrado	Cantidad de filtrado	Peso de Cáscara
1º Lixiviación	35 kg.	0,5	2,015	33,9 kg.	4,6 kg.
2º lixiviación	35 kg.	0	4,71	35 kg.	4,6 kg.
3º Lixiviación	35 kg.	0	4,96	34,7 kg.	4,9kg.
4º lixiviación	35 kg.	0	4,96	35 kg.	4,9l kg.

Peso cáscara lixiviada: 4900 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

Acidulante: Ácido cítrico: 90,12gr. - pH = 3,29-Temperatura: 95 °C

	Peso agua	Cant. Filtrado	Peso de Cáscara	
1º extracción	45 kg.	42,6 kg.		<b>Muestra 3</b>
2º extracción	45 kg.	42,9 kg.	4,5 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración de extracto por ultrafiltración (temperatura: 42,5 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 34

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	3,676	0,8066	0,1553
Duplicado 1	3,676	0,8056	0,3425
Promedio 1	<b>3,676</b>	<b>0,8061</b>	<b>0,2489</b>
Muestra 2	6,725	0,8916	0,3543
Duplicado 2	6,800	0,8916	0,2373
Promedio 2	<b>6,762</b>	<b>0,8916</b>	<b>0,2958</b>
Muestra 3	9,572	0,9492	0,4126
Duplicado 3	9,608	0,9541	0,4353
Promedio 3	<b>9,590</b>	<b>0,9517</b>	<b>0,4240</b>
Muestra 4	11,303	0,9349	0,3421
Duplicado 4	12,132	0,9200	0,3508
Promedio 4	<b>11,717</b>	<b>0,9275</b>	<b>0,3464</b>
Muestra 5	366,021	0,1809	0,1362
Duplicado 5	462,973	0,2596	0,1493
Promedio 5	<b>414,497</b>	<b>0,2202</b>	<b>0,1427</b>
Muestra 6	315,356	0,7293	0,4845
Duplicado 6	329,474	0,6502	0,5421
Promedio 6	<b>322,415</b>	<b>0,6898</b>	<b>0,5133</b>
Muestra 7	482,830	1,1224	0,8051
duplicado 7	336,918	0,7560	0,5589
Promedio 7	<b>409,874</b>	<b>0,9392</b>	<b>0,6820</b>

**Tabla 12.** FECHA: 29/04/02 - Materia Prima: limón  
 Duodécima experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
 Peso de Fruta: 9600 gr. - Peso de fruta rallada: 9400 gr.  
 Peso de cáscara: 4600 gr. - **Muestra 1**

## LIXIVIACIÓN:

Peso Cáscara: 4600 gr. - Tiempo: 30 min

	Cant. agua	°Brix filtrado	pH filtrado	Cant. filtrado	Peso cáscara
1º lixiviación	46 kg.	0,5	3,95	43,60 kg.	
2º lixiviación	38,50 kg.	0,25	4,12	38,60 kg.	
3º lixiviación	37,90 kg.	0	4,18	37,60 kg.	
4º lixiviación	37,20 kg.	0	4,28	38,10 kg.	6,5 kg.

Peso cáscara lixiviada: 6500 gr. - **Muestra 2**

## EXTRACCIÓN:

Peso Cáscara: 6500 gr. - Acidulante: Ácido cítrico: 177 gr.

pH = 2,62 - Temperatura: 95 °C

	Peso agua	Cant. filtrado	Peso de Cáscara	
1º extracción	51kg.	48,2 kg.		<b>Muestra 3</b>
2º extracción	53,2 kg.	52 kg.	5 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 35 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 35

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	3,979	0,7350	0,1756
Duplicado 1	3,886	0,7391	0,2312
Promedio 1	<b>3,932</b>	<b>0,7371</b>	<b>0,2034</b>
Muestra 2	7,313	0,8588	0,3029
Duplicado 2	7,359	0,8583	0,3120
Promedio 2	<b>7,336</b>	<b>0,8586</b>	<b>0,3075</b>
Muestra 3	9,598	0,8399	0,4378
Duplicado 3	8,982	0,8355	0,3860
Promedio 3	<b>9,290</b>	<b>0,8377</b>	<b>0,4119</b>
Muestra 4	12,184	0,8991	0,3475
Duplicado 4	13,106	0,8921	0,3858
Promedio 4	<b>12,645</b>	<b>0,8956</b>	<b>0,3667</b>
Muestra 5	319,331	0,2238	0,1933
Duplicado 5	886,817	0,7293	0,5325
Promedio 5	<b>603,074</b>	<b>0,4765</b>	<b>0,3629</b>
Muestra 6	382,301	1,7850	1,1802
Duplicado 6	250,622	1,2130	0,9193
Promedio 6	<b>316,461</b>	<b>1,4990</b>	<b>1,0498</b>
Muestra 7	348,413	1,4650	1,1184
duplicado 7	285,783	1,2302	0,9983
Promedio 7	<b>317,098</b>	<b>1,3476</b>	<b>1,0584</b>

**Tabla 13.** FECHA: 20/05/02 - Materia Prima: limón  
Decimotercera experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus  
Peso de Fruta: 9600 gr. - Peso de fruta rallada: 9400 gr.  
Peso de cáscara: 4600 gr. - **Muestra 1**

## LIXIVIACIÓN:

Peso Cáscara: 4600 gr. - Tiempo: 30 min

	Cantidad de agua	° Brix del filtrado	pH del filtrado	Cantidad de filtrado	Peso de Cáscara
1º Lixiviación	46 kg.	0,5	3,75	45 kg.	
2º lixiviación	46 kg.	0,25	4,45	44,8 kg.	
3º Lixiviación	46 kg.	0	5,2	45,4 kg.	
4º lixiviación	46 kg.	0	4,75	46,6 kg.	5,6 kg.

Peso cáscara lixiviada: 5600 gr. - **Muestra 2**

## EXTRACCIÓN:

Peso Cáscara: 5600 gr. - Acidulante: Ácido cítrico: 230 gr.

pH = 0,65 Temperatura: 95 °C

	Peso de Agua	Cantidad de Filtrado	Peso de Cáscara	
1º Extracción	50 kg.	47,5 kg.		<b>Muestra 3</b>
2º Extracción	50 kg.	50,2 kg.	4,6 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 50 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 36

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	3,599	0,7316	0,1770
Duplicado 1	3,895	0,7114	0,2404
Promedio 1	<b>3,747</b>	<b>0,7215</b>	<b>0,2087</b>
Muestra 2	6,293	0,9191	0,3402
Duplicado 2	5,559	0,8895	0,3277
Promedio 2	<b>5,926</b>	<b>0,9043</b>	<b>0,3340</b>
Muestra 3	9,212	0,8139	0,3926
Duplicado 3	11,802	0,8305	0,3409
Promedio 3	<b>10,507</b>	<b>0,8222</b>	<b>0,3667</b>
Muestra 4	11,064	0,9177	0,3317
Duplicado 4	10,959	0,8450	0,2953
Promedio 4	<b>11,011</b>	<b>0,8814</b>	<b>0,3135</b>
Muestra 5	546,784	0,4521	0,4435
Duplicado 5	712,892	0,5540	0,4295
Promedio 5	<b>629,838</b>	<b>0,5030</b>	<b>0,4365</b>
Muestra 6	181,287	0,8107	0,6745
Duplicado 6	181,839	0,8037	0,5877
Promedio 6	<b>181,563</b>	<b>0,8072</b>	<b>0,6311</b>
Muestra 7	283,709	1,2292	0,8950
duplicado 7	373,808	1,6316	0,9663
Promedio 7	<b>328,758</b>	<b>1,4304</b>	<b>0,9306</b>

**Tabla 14.** FECHA: 10/06/02 - Materia Prima: Cáscara de limón  
Decimocuarta experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus

Peso de cáscara: 5000 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN:

Peso Cáscara: 5000 gr. - Tiempo: 30 min

	Cant. agua	° Brix filtrado	pH del filtrado	Cantidad de filtrado	Peso de Cáscara
1º lixiviación	41 kg.	1,5	3,83	39,7 kg.	
2º lixiviación	39 kg.	0,25	4,18	39,3 kg.	
3º lixiviación	39 kg.	0,25	4,4	38,7 kg.	
4º lixiviación	39 kg.	0,25	4,89	40,9 kg.	4600 gr.

Peso cáscara lixiviada: 4600 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

Peso Cáscara: 4600 gr. - Acidulante: Ácido cítrico: 270 gr.

pH = 2,64 - Temperatura: 95 °C

	Peso de agua	Cantidad de Filtrado	Peso de Cáscara	
1º extracción	50 kg.	47,8 kg.		<b>Muestra 3</b>
2º extracción	50 kg.	49,67 kg.	4,7 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración de extracto por ultrafiltración (temperatura: 42,5 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 37

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	5,334	0,7953	0,1800
Duplicado 1	5,953	0,8177	0,2560
Promedio 1	<b>5,643</b>	<b>0,8065</b>	<b>0,2180</b>
Muestra 2	8,212	0,8935	0,2092
Duplicado 2	7,805	0,8839	0,3313
Promedio 2	<b>8,008</b>	<b>0,8887</b>	<b>0,2703</b>
Muestra 3	11,081	0,8863	0,2632
Duplicado 3	11,865	0,9088	0,3339
Promedio 3	<b>11,473</b>	<b>0,8975</b>	<b>0,2985</b>
Muestra 4	14,926	0,9017	0,2503
Duplicado 4	15,198	0,9165	0,2636
Promedio 4	<b>15,062</b>	<b>0,9091</b>	<b>0,2569</b>
Muestra 5	332,081	0,2211	0,1161
Duplicado 5	225,716	0,1602	0,3207
Promedio 5	<b>278,899</b>	<b>0,1907</b>	<b>0,2184</b>
Muestra 6	115,534	0,6314	0,4980
Duplicado 6	106,883	0,5775	0,4174
Promedio 6	<b>111,208</b>	<b>0,6045</b>	<b>0,4577</b>
Muestra 7	144,118	0,7001	0,6278
duplicado 7	121,964	0,6100	0,5324
Promedio 7	<b>133,041</b>	<b>0,6550</b>	<b>0,5801</b>

**Tabla 15.** FECHA: 24/06/02

Decimoquinta experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus - Materia Prima: Cáscara de limón

Peso de cáscara: 6900 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Peso Cáscara (gr): 6900 - Tiempo (min): 30

	Cantidad de agua	° Brix del filtrado	pH del filtrado	Cantidad de filtrado	Peso de Cáscara
1º lixiviación	52 kg.	0,75	3,57	43,2 kg.	
2º lixiviación	52 kg.	0,5	4,03	53,6 kg.	
3º lixiviación	52 kg.	0,5	4,24	51,9 kg.	
4º lixiviación	52 kg	0,5	4,64	52,4 kg.	5,9 kg.
Muestra prensada		0,5	4,02		

Peso cáscara lixiviada: 5900 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN: Peso Cáscara: 4800 gr.

Acidulante: Ácido cítrico: 290 gr. - pH = 2,6 - Temperatura: 95 °C

	Peso de Agua	Cantidad de Filtrado	Peso de Cáscara	
1º extracción	50 kg.	46,8 kg.		<b>Muestra 3</b>
2º extracción	50kg.	50,7 kg.	3100 gr.	<b>Muestra 4</b>

Concentración de extracto por ultrafiltración (temperatura: 42,5 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 38

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	5,544	0,6252	0,1408
Duplicado 1	6,003	0,6418	0,1947
Promedio 1	<b>5,774</b>	<b>0,6335</b>	<b>0,1677</b>
Muestra 2	8,999	0,8652	0,3662
Duplicado 2	9,148	0,8750	0,1817
Promedio 2	<b>9,074</b>	<b>0,8701</b>	<b>0,2739</b>
Muestra 3	13,736	0,8802	0,3372
Duplicado 3	13,402	0,8850	0,2700
Promedio 3	<b>13,569</b>	<b>0,8826</b>	<b>0,3036</b>
Muestra 4	14,224	0,9131	0,0038
Duplicado 4	13,676	0,8969	0,0046
Promedio 4	<b>13,950</b>	<b>0,9050</b>	<b>0,0042</b>
Muestra 5	260,791	0,2485	0,1855
Duplicado 5	274,420	0,2260	0,1488
Promedio 5	<b>267,606</b>	<b>0,2372</b>	<b>0,1672</b>
Muestra 6	175,758	1,5045	1,1200
Duplicado 6	237,201	2,1974	1,3076
Promedio 6	<b>206,480</b>	<b>1,8510</b>	<b>1,2138</b>
Muestra 7	70,295	0,6229	0,3881
duplicado 7	65,665	0,6065	0,3362
Promedio 7	<b>67,980</b>	<b>0,6147</b>	<b>0,3622</b>

**Tabla 16.** FECHA: 12/08/02 - Materia Prima: Fruta  
Decimosexta experiencia de extracción de pectina en cáscara de citrus

Peso de Fruta (gr): 9000 - Peso de fruta rallada: 8300 gr.

Peso de cáscara: 4200 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN: Tiempo de cada etapa: 30 min

	Cantidad de agua	° Brix del filtrado	pH del filtrado	Cantidad de filtrado
1° lixiviación	43 kg.	1,25	3,33	41,9 kg.
2° lixiviación	41,7 kg.	0,25	3,86	37 kg.
3° lixiviación	40,9 kg.	0	4,24	41,6 kg.
4° lixiviación	43 kg.	0	4,62	42,9 kg.
Muestra prensada 3'		0,25	3,85	
Muestra Prensada 4'		0,75	3,98	

Peso cáscara lixiviada: 4700 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN:

Acidulante: Ácido cítrico: 300 gr. - pH = 2,66 - Temperatura: 95 °C

	Peso de agua	Cantidad de Filtrado	Peso de cáscara	
1° extracción	50 kg.	48,3 kg.		<b>Muestra 3</b>
2° extracción	50 kg.	49,7 kg.	3,6 kg.	<b>Muestra 4</b>

Concentración del extracto por ultrafiltración (Temperatura: 30 °C)

Análisis de muestras de lixiviación, extracción (de esta tabla) y ultrafiltración de la tabla 39

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	4,652	0,6524	0,2061
Duplicado 1	4,771	0,6047	0,1850
Promedio 1	<b>4,711</b>	<b>0,6286</b>	<b>0,1955</b>
Muestra 2	7,809	0,6935	0,2102
Duplicado 2	8,386	0,6992	0,3267
Promedio 2	<b>8,097</b>	<b>0,6964</b>	<b>0,2684</b>
Muestra 3	11,542	0,9205	0,4304
Duplicado 3	11,716	0,9064	0,4076
Promedio 3	<b>11,629</b>	<b>0,9135</b>	<b>0,4190</b>
Muestra 4	12,851	0,8590	0,3891
Duplicado 4	12,813	0,8599	0,3570
Promedio 4	<b>12,832</b>	<b>0,8595</b>	<b>0,3731</b>
Muestra 5	241,985	0,1637	0,2007
Duplicado 5	187,561	0,1031	0,0903
Promedio 5	<b>214,773</b>	<b>0,1334</b>	<b>0,1455</b>
Muestra 6	123,142	0,3831	0,0026
Duplicado 6	137,740	0,4451	0,4106
Promedio 6	<b>130,441</b>	<b>0,2241</b>	<b>0,2066</b>
Muestra 7			
duplicado 7			
Promedio 7			

**Tabla 17.-** Fecha: 12/05/04 - Materia prima: Limón  
Experiencia tradicional de extracción de pectina en cáscara de limón

Peso de cáscara: 250,85 gr. - **Muestra 1**

LIXIVIACIÓN. Tiempo de cada etapa: 30 minutos

	Cant. de agua	° Brix filtrado	pH filtrado	Cantidad filtrado
1° lixiviación	2,5 lts.	0,75	3,18	2,445 lts.
2° lixiviación	2,5 lts.	0	3,62	2,48 lts.
3° lixiviación	2,5 lts.	0	3,99	2,465 lts.
4° lixiviación	2,5 lts.	0	4,14	2,995 lts.

Peso de cáscara lixiviada: 286 gr. - **Muestra 2**

EXTRACCIÓN: Peso de cáscara 255,04 gr.

Acidulante: 20 gr. de ácido cítrico – pH: 2,53 – Temperatura: 95 °C

Tiempo de cada extracción: 1 hora

	Cant. de Agua	Cant. Filtrado	Peso Cáscara
1° extracción	3 lts.		
2° extracción	3 lts.	5 lts. ( <b>Muestra 5</b> )	257,5 gr. ( <b>Muestra 3</b> )

CONCENTRACIÓN DEL EXTRACTO POR EVAPORACIÓN

Cantidad Inicial: 4,9 lts.

Tiempo	Temperatura	Presión absoluta
0 minutos	33,1 °C	76 cm de Hg.
10 minutos	72,8 °C	26 cm de Hg.
35 minutos	87,9 °C	32 cm de Hg.
45 minutos	88 °C	35 cm de Hg.

Cantidad de concentrado obtenido: 1,62 ltr. - **Muestra 7**

PRECIPITACIÓN DEL CONCENTRADO CON ACETONA,  
FILTRACIÓN Y SECADO EN ESTUFA.

Pectina deshidratada obtenida: 7,44 gr. (**Muestra 8**)

ANÁLISIS DE MUESTRAS

	Humedad (B.S.)	S.I.A.(B.S.)	A.G.A.(B.S.)
Muestra 1	3,290	0,7656	0,2199
Muestra 2	6,219	0,8448	0,1523
Muestra 3	5,061	0,9049	0,2905
Muestra 5	155,387	0,2141	0,1539
Muestra 7	64,054	0,2149	0,1291

**Tabla 18. Variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_{Pi}$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas para caudal de alimentación de 206 kg/ hora. (Área de membrana de 1,036 m<sup>2</sup>)**

Temperatura	Exp. N°	Pr. 1 (Bar)	Pr. 2 (Bar)	$\Delta P_T$ (Bar)	$J_P$ (L/min)	$F_{Pi}$ (m/hr)
30 ° C	1	0	3,5	1,75	0,205	0,01187
30 ° C	2	0,5	3,8	2,15	0,3775	0,02186
30 ° C	3	1	4,2	2,6	0,515	0,02983
30 ° C	4	1,5	4,6	3,05	0,6625	0,03837
30 ° C	5	2	5	3,5	0,805	0,04662
35 ° C	1	0	3,3	1,65	0,225	0,01303
35 ° C	2	0,5	4,2	2,1	0,415	0,02403
35 ° C	3	1	4	2,5	0,59	0,03417
35 ° C	4	1,5	4,4	2,95	0,71	0,04112
35 ° C	5	2	4,8	3,4	0,915	0,05299
40 ° C	1	0	3,4	1,7	0,225	0,01303
40 ° C	2	0,5	3,7	2,1	0,44	0,02548
40 ° C	3	1	4	2,5	0,6375	0,03692
40 ° C	4	1,5	4,4	2,95	0,825	0,04778
40 ° C	5	2	4,8	3,4	1,045	0,06052
45 ° C	1	0	3,4	1,7	0,24	0,01390
45 ° C	2	0,5	3,8	2,15	0,4925	0,02852
45 ° C	3	1	4,1	2,55	0,72	0,04170
45 ° C	4	1,5	4,4	2,95	0,91	0,05270
45 ° C	5	2	4,7	3,35	1,12	0,06486
50 ° C	1	0	2,9	1,45	0,235	0,01361
50 ° C	2	0,5	3,2	1,85	0,4875	0,02823
50 ° C	3	1	3,7	2,35	0,7425	0,04300
50 ° C	4	1,5	4,1	2,8	1	0,05792
50 ° C	5	2	4,4	3,2	1,18	0,06834

**Tabla 19. Variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_{Pi}$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas para caudal de alimentación de 285 kg/hora. (Área de membrana de 1,036 m<sup>2</sup>)**

Temperatura	Exp. N°	Pr. 1 (Bar)	Pr. 2 (Bar)	$\Delta P_T$ (Bar)	$J_P$ (L/min)	$F_{Pi}$ (m/hr)
30 ° C	1	0	5,4	2,7	0,32	0,01853
30 ° C	2	0,5	5,7	3,1	0,4575	0,02650
30 ° C	3	1	6	3,5	0,6025	0,03489
30 ° C	4	1,5	6,3	3,9	0,77	0,04459
30 ° C	5	2	6,7	4,35	0,89	0,05154
35 ° C	1	0	5,2	2,6	0,34	0,01969
35 ° C	2	0,5	5,4	2,95	0,5025	0,02910
35 ° C	3	1	5,7	3,35	0,65	0,03764
35 ° C	4	1,5	6,1	3,8	0,83	0,04807
35 ° C	5	2	6,4	4,2	1,08	0,06255
40 ° C	1	0	4,9	2,45	0,355	0,02056
40 ° C	2	0,5	5,3	2,9	0,545	0,03156
40 ° C	3	1	5,6	3,3	0,7325	0,04242
40 ° C	4	0,5	5	3,75	0,945	0,05473
40 ° C	5	2	6,4	4,2	1,12	0,06486
45 ° C	1	0	4,8	2,4	0,355	0,02056
45 ° C	2	0,5	5	2,75	0,575	0,03330
45 ° C	3	1	5,5	3,25	0,785	0,04546
45 ° C	4	1,5	5,8	3,65	1,05	0,06081
45 ° C	5	2	6,2	4,1	1,245	0,07210
50 ° C	1	0	4,6	2,3	0,3825	0,02215
50 ° C	2	0,5	4,8	2,65	0,605	0,03504
50 ° C	3	1	5,1	3,05	0,8525	0,04937
50 ° C	4	1,5	5,5	3,5	1,13	0,06544
50 ° C	5	2	5,8	3,9	1,33	0,07703

**Tabla 20. Variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_{Pi}$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas para caudal de alimentación de 372 kg/hora. (Área de membrana de 1,036 m<sup>2</sup>)**

Temperatura	Exp. N°	Pr. 1 (Bar)	Pr. 2 (Bar)	$\Delta P_T$ (Bar)	$J_P$ (L/min)	$F_{Pi}$ (m/hr)
30 °C	1	0,1	7,4	3,75	0,465	0,02693
30 °C	2	0,5	7,6	4,05	0,5875	0,03403
30 °C	3	1	7,9	4,45	0,72	0,04170
30 °C	4	1,5	8,2	4,85	0,87	0,05039
30 °C	5	2	8,5	5,25	1,05	0,06081
35 °C	1	0,1	7	3,55	0,4975	0,02881
35 °C	2	0,5	7,3	3,9	0,6425	0,03721
35 °C	3	1	7,6	4,3	0,82	0,04749
35 °C	4	1,5	8	4,75	1	0,05792
35 °C	5	2	8,3	5,15	1,135	0,06573
40 °C	1	0,1	6,8	3,45	0,525	0,03041
40 °C	2	0,5	7,1	3,8	0,7	0,04054
40 °C	3	1	7,4	4,2	0,8725	0,05053
40 °C	4	1,5	7,6	4,55	1,085	0,06284
40 °C	5	2	8	5	1,24	0,07181
45 °C	1	0	6,6	3,3	0,535	0,03098
45 °C	2	0,5	7	3,75	0,7325	0,04242
45 °C	3	1	7,2	4,1	0,915	0,05299
45 °C	4	1,5	7,5	4,5	1,145	0,06631
45 °C	5	2	7,9	4,95	1,285	0,07442
50 °C	1	0,1	6,5	3,3	0,5925	0,03431
50 °C	2	0,5	6,8	3,65	0,7925	0,04590
50 °C	3	1	7,2	4,1	1,025	0,05936
50 °C	4	1,5	7,5	4,5	1,24	0,07181
50 °C	5	2	7,8	4,9	1,5	0,08687

**Tabla 21. Ecuaciones de regresión correspondientes a los datos de las tablas de variación del caudal ( $J_P$ ) y flujo ( $F_P$ ) de permeado en agua con la presión transmembrana a distintas temperaturas, para los tres caudales de alimentación ( $J_A$ ) {kg/hora}**

$J_A$ (Kg/hr)	Temperatura ( °C )	$L_P$ (m/(h*bar))	$\Delta P$ (origen) (Bar)	$R^2$
206	30	0,0195	1,087	0,996
206	35	0,0223	1,036	0,994
206	40	0,0276	1,196	0,998
206	45	0,0308	1,227	0,999
206	50	0,0313	0,998	0,998
285	30	0,0205	1,79	0,996
285	35	0,0259	1,853	0,991
285	40	0,0257	1,65	0,999
285	45	0,0303	1,696	0,995
285	50	0,0346	1,639	0,998
372	30	0,0221	2,543	0,997
372	35	0,0233	2,3	0,998
372	40	0,0272	2,32	0,994
372	45	0,0273	2,158	0,992
372	50	0,0323	2,248	0,998

**Tabla 22. Variación de la viscosidad del agua y de la permeabilidad de la membrana con la temperatura**

<b>Temperatura</b> (°C)	<b>Lp</b> (m/(h*bar))	<b>Lp</b> (m <sup>2</sup> *h)/kg	<b>Viscosidad</b> kg/(m*h)	<b>1/Lp</b> kg/(m <sup>2</sup> *h)
30	0,0195	1,50463E-14	2,871	6,64615E+13
	0,0205	1,58179E-14	2,871	6,32195E+13
	0,0221	1,70525E-14	2,871	5,86425E+13
35	0,0223	1,72068E-14	2,58984	5,81166E+13
	0,0259	1,99846E-14	2,58984	5,00386E+13
	0,0233	1,79784E-14	2,58984	5,56223E+13
40	0,0276	2,12963E-14	2,35044	4,69565E+13
	0,0257	1,98302E-14	2,35044	5,0428E+13
	0,0272	2,09877E-14	2,35044	4,76471E+13
45	0,0308	2,37654E-14	2,1456	4,20779E+13
	0,0303	2,33796E-14	2,1456	4,27723E+13
	0,0273	2,10648E-14	2,1456	4,74725E+13
50	0,0313	2,41512E-14	1,96848	4,14058E+13
	0,0346	2,66975E-14	1,96848	3,74566E+13
	0,0323	2,49228E-14	1,96848	4,01238E+13

**Tabla 23 . Diseño estadístico rotacional centrado aplicado al proceso de ultrafiltración de pectina, y flujo de permeado promedio ( $F_{Pprom}$ )**

Exp. N°	( $x_1$ )	( $x_2$ )	( $x_3$ )	Temperatura (°C) ( $x_1$ )	F. C. ( $x_2$ )	Diafiltración (%) ( $x_3$ )	$F_{Pprom}$ kg/(h*m <sup>2</sup> )
1	-1	-1	-1	35	5	30	22,166
2	0	0	0	42,5	6,5	65	18,517
3	1,68	0	0	55	6,5	65	24,965
4	1	-1	-1	50	5	30	19,476
5	1	-1	-1	50	8	30	21,391
6	-1	1	1	35	8	100	16,795
7	0	0	1,68	42,5	6,5	123,8	29,302
8	1	1	1	50	8	100	36,586
9	-1	1	-1	35	8	30	18,095
10	0	0	-1,68	42,5	6,5	6,13	22,234
11	0	-1,68	0	42,5	3,97	65	22,008
12	-1	-1	1	35	5	100	18,570
13	1	-1	1	50	5	100	23,034
14	0	0	0	42,5	6,5	65	18,423
15	0	1,68	0	42,5	9	65	17,491
16	1,68	0	0	30	6,5	65	15,395

---

**Tabla 24. Planilla de ultrafiltración N° 1)**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: (50,5 kg. - 1,5 kg) = 49 kg.

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,029$  (m/(h\*Bar) a  $T = 40$  °C
- Área de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup>
- Temperatura:  $35$  °C – Caudal de alimentación:  $372$  kg./h

EXPERIENCIA:

Tiempo (min)	$J_P$ (L/min.)	$F_{Pi}$ (L/h.m <sup>2</sup> )	Permeado (Kg.)	F.C.	$P_1$	$P_2$	OBSER
0	0,45	26,062	0	1	5,4	0,6	
14	0,405	23,456	5,8	1,13	5,5	0,6	
29	0,38	22,008	11,6	1,31	5,5	0,7	
45	0,38	22,008	15,2	1,45	5,7	0,7	
54	0,36	20,849	20,6	1,73	5,9	0,7	
69	0,36	20,849	26,1	2,14	6	0,7	
79	0,34	19,691	29,6	2,53	6,2	0,8	
94	0,31	17,954	34,5	3,38	6,6	0,8	
100	0,29	16,795	39,2	5	7,4	0,8	(*) (+)
0	0,26	15,058	0		6,9	0,8	
7	0,26	15,058	1,7		7,3	0,8	
10			2,9		7,7	0,8	(**)

OBSERVACIONES:

(\*) Muestreo de concentrado (6) y Permeado (6')

(+) 30 % de diafiltración (a F.C. = 5 ): 2,94 kg de agua

(\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Analisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,25	0,75	0,25	0,50	0,25
pH	2,663	2,566	2,83	2,551	2,549

---

**Tabla 25. Planilla de ultrafiltración N° 2**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 49 Kg.

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,031 \text{ m}/(\text{h} \cdot \text{Bar})$  a  $T = 40 \text{ }^\circ\text{C}$

- Area de membrana:  $1,036 \text{ m}^2$

- Temperatura:  $42,5 \text{ }^\circ\text{C}$ . – Caudal de alimentación:  $372 \text{ kg./h}$

EXPERIENCIA:

Tiempo (min)	$J_P$ L/min.	$F_{Pi}$ L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	$P_1$	$P_2$	OBSER
0	0,38	22,01	0	1	6,9	0,6	
15	0,36	20,85	5,4	1,12	7	0,6	
30	0,34	19,7	10,2	1,26	7,2	0,6	
45	0,33	19,11	15,1	1,45	7,5	0,6	
60	0,32	18,53	19,9	1,68	7,7	0,6	
75	0,32	18,53	24,7	2,02	7,8	0,6	
90	0,32	18,53	29,1	2,46	7,8	0,6	
105	0,31	17,95	33,7	3,2	8	0,6	
120	0,3	17,37	38,1	4,5	8,5	0,6	
130	0,28	16,22	41,46	6,5	8,9	0,6	(*) (+)
0	0,23	13,32			8,3	0,6	
15	0,29	19,8	4,9		9	0,6	(**)

OBSERVACIONES:

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 65 % de diafiltración (a F.C. = 6,5): 4,9 kg de agua

(\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANÁLISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,5	1	0,25	0,75	0,25
pH	2,456	2,13	2,451	2,159	2,189

---

**Tabla 26. Planilla de ultrafiltración N° 3**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 77 kg.

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,033$  (m/(h \* Bar) a  $T = 40$  °C

- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)

- Temperatura: 55 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

#### EXPERIENCIA

Tiempo (min)	$J_P$ L/min.	$F_{Pi}$ L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	$P_1$	$P_2$	OBSER
0	0,58	33,59	0	1	6,8	0,6	
20	0,54	31,27	10,9	1,16	7,1	0,6	
40	0,51	29,54	21	1,38	8,3	0,7	
60	0,49	28,38	30,3	1,65	8,4	0,7	
80	0,46	26,64	39,2	2,04	8,4	0,7	
100	0,45	26,06	47,7	2,63	8,5	0,7	
120	0,44	25,48	56,2	3,7	8,6	0,7	
140	0,4	23,17	64,1	5,97	9	0,7	
147			65,15	6,5	9,3	0,7	(*)(+)
0	0,34	19,69	0		8,5	0,7	
20	0,39	22,59	7,1		9,1	0,7	
22			7,7				(**)

#### OBSERVACIONES

(\*) Muestreo de concentrado (6) y Permeado (6')

(+) 65 % de diafiltración (a F.C. = 6,5): 7,7 kg de agua

(\*\*) Muestreo de concentrado (7) y Permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

#### ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Analisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,4		0,2	0,5	0
pH	2,95		3,05	3,17	3,3

---

**Tabla 27. Planilla de ultrafiltración N° 4**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 84,37 kg.

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,031$  (m/(h\*Bar) a  $T = 40$  °C
- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 50 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

EXPERIENCIA

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0	0,49	28,38	0	1	7,3	0,6	
20	0,44	25,48	8,7	1,12	7,3	0,6	
40	0,4	26,17	16,7	1,25	7,3	0,6	
60	0,37	21,43	24,4	1,41	7,4	0,6	
80	0,36	20,85	31,4	1,59	7,4	0,7	
100	0,34	19,69	38,1	1,82	7,5	0,7	
120	0,33	19,11	44,5	2,12	7,5	0,7	
140	0,32	18,53	50,7	2,51	7,5	0,7	
160	0,31	17,95	56,6	3,04	7,7	0,7	
180	0,31	17,95	62,7	3,9	7,8	0,7	
195	0,3	17,37	67,3	4,95	8	0,7	(*) (+)
0	0,28	16,22	0		7,9	0,7	
20	0,29	16,80	5		8	0,7	(**)

OBSERVACIONES:

(\*) Muestreo de concentrado (6) y Permeado (6')

(+) 30 % de diafiltración (a F.C. = 5): 5 kg de agua

(\*\*) Muestreo de concentrado (7) y Permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	5,04	0,6	0,4	0,5	0
pH	2,95	3,23	2,89	3,32	3,31

**Tabla 28. Planilla de ultrafiltración N° 5**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 93,6 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,034$  (m/(h\*Bar) a  $T = 40$  °C

- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)

- Temperatura: 50 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

**EXPERIENCIA**

Tiempo (min)	$J_P$ L/min.	$F_{Pi}$ L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	$P_1$	$P_2$	OBSER
0	0,55	31,85	0	1	7,2	0,8	
20	0,48	27,80	9,4	1,11	7,2	0,8	
40	0,44	25,48	18	1,24	7,2	0,9	
60	0,42	24,32	26,3	1,39	7,3	0,9	
80	0,40	23,17	33,8	1,57	7,3	0,9	
100	0,395	22,88	41,2	1,79	7,3	0,9	
120	0,38	22,01	48,5	2,08	7,4	0,9	
140	0,36	20,85	55,7	2,47	7,4	1	
160	0,35	20,27	62,2	2,98	7,5	1	(')
180	0,35	20,27	68,7	3,76	8,3	1	
200	0,33	19,11	75,1	5,06	8,5	1	
222	0,31	17,95	81,82	7,95	8,9	1	(*)(+)
0	0,285	16,51	0		8,6	1	
9			3,5		9	1	(**)

**OBSERVACIONES**

(') Comienza proceso sistema neto batch

(\* Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 30 % de diafiltración (a F.C. = 8): 3,5 kg de agua

(\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

**ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS**

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,5	1	0,5	0,5	0,25
pH	2,2	3,43	3,37	3,44	3,63
Temperatura (°C)	21,7	11,1	6,6	7,9	8,2
Conductividad (μS/cm)	1341	1382	1391	1184	1209

**Tabla 29. Planilla de ultrafiltración N° 6**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 72 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,027$  (m/(h\*Bar) a  $T = 40$  °C

- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)

- Temperatura: 35 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

**EXPERIENCIA**

Tiempo (min)	$J_P$ L/min.	$F_{Pi}$ L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	$P_1$	$P_2$	OBSER
0	0.42	24.32	0	1	8.2	0.8	
20	0.39	22.59	7.40	1.11	8	0.8	
40	0.37	21.43	14.8	1.26	8	0.9	
60	0.34	19.69	21.2	1.42	8.1	0.9	
80	0.41	23.75	27.5	1.62	8.1	0.9	
100	0.30	17.37	33.5	1.87	8.1	0.9	
120	0.26	15.06	39.1	2.19	8.3	0.9	
140	0.27	15.64	44.4	2.61	8.3	0.9	(++)
160	0.27	15.64	49.7	3.23	8.5	0.9	
180	0.26	15.06	54.8	4.19	8.7	0.9	
200	0.25	14.48	59.7	5.85	9	0.9	
213	0.25	14.48	63.15	8.14	9.5	0.9	(*) (+)
0	0.23	13,32	0	-	8.7	0.9	
20	0.26	15,06	4.8		8.9	0.9	
36	0.26	15,06	9.06		9.4	0.9	(**)

**OBSERVACIONES**

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 100 % de diafiltración (a F.C. = 8): 9 kg de agua –

(++) Se inicia concentración batch -- (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

- Concentrado obtenido: 8,8 kg.

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

**ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS**

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,5	1.25	0.6	0.9	0,4
PH	1,948	1.897	1.895	1.85	1.912
Temperatura (°C)	17	19.5	18.4	19	20
Conductividad (µS/cm)	1393	1438	1398	1094	1052

---

**Tabla 30. Planilla de ultrafiltración N° 7**


---

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 81,8 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,029$  (m/(h\*Bar) a T = 40 °C
- Area de membrana: 1,036 m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 42,5 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

#### EXPERIENCIA

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0.00	0,65	37,64	0,0	1	7,9	1	
18	0,58	33,59	11,5	1,16	8	1	
38	0,56	32,43	22,6	1,38	8,1	1,1	
60	0,53	30,69	33,3	1,69	8,3	1,1	
80	0,51	29,54	43,5	2,14	8,4	1,1	
100	0,49	28,38	52,8	2,82	8,5	1,1	(++)
120	0,48	27,80	62,1	4,15	8,7	1,1	
135	0,44	25,48	69,2	6,49	9,4	1,2	(*) (+)
0.00	0,42	24,32	0,0		8,5	1,2	
20	0,50	28,96	9,0		8,7	1,1	
33	0,48	27,80	15,8		9,2	1,1	(**)

#### OBSERVACIONES

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 123,8 % de diafiltración (a F.C. = 6,5): 15,57 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y Permeado de diafiltración (7')

- Concentrado obtenido: 10,5 (Kg.)

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

#### ANÁLISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,25	0,5	0	0,25	0
pH	2,578	2,467	2,41	2,341	2,461
Temperatura (°C)	16,9	12,5	21,4	22,5	21,7
Conductividad (µS/cm)	448	517	442	391	275

---

---

**Tabla 31. Planilla de ultrafiltración N° 8**


---

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 91,2 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,033$  (m/(h\*Bar) a  $T = 40$  °C
- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura:  $50$  °C. – Caudal de alimentación: 372 kg/h

EXPERIENCIA

Tiempo (min)	$J_P$ L/min.	$F_{Pi}$ L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	$P_1$	$P_2$	OBSER
0.00	0.87	50.39	--	1	8.3	2	
10	0.83	48.07	9	1.11	8.3	2	
23	0.80	46.33	16.9	1.23	8.5	2.1	
30	0.75	43.44	23.7	1.35	8.5	2.1	
40	0.74	42.86	31	1.51	8.5	2.2	
50	0.71	41.12	38.1	1.72	8.6	2.2	
61	0.69	39.96	45.7	2.00	8.7	2.2	
70	0.68	39.38	51.7	2.31	8.8	2.2	(++)
90	0.62	35.91	64.1	3.37	10	2.2	Pr: 9.5 1.7
110	0.56	32.43	76.1	6.04	9.8	1.6	Pr: 9.6 1.2
119	0.49	28.37	79.8	8	9.8	1	(*) (+)
0	0.47	27.22	--		9	0.6	
26	0.46	26.64	11.8		9.6	1.5	(**)

OBSERVACIONES

- (\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')
- (+) 100 % de diafiltración (a F.C. = 8): 11.4 kg de agua
- (++) Se inicia concentración batch
- (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0	0	0	0	0
pH	2.826	2.781	2.819	2.699	2.815
Temperatura (°C)	22.5	22.2	22.6	24.6	23.6
Conductividad ( $\mu$ S/cm)	425	501	418	367	286

---

---

**Tabla 32. Planilla de ultrafiltración N° 9**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 84 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,031$  (m/(h\*Bar)) a  $T = 40$  °C

- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)

- Temperatura: 35 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg/h

EXPERIENCIA

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0.00	0.43	24.90	--	1	7.9	0.2	
15	0.38	22.01	3.9	1.05	8	0.2	
30	0.36	20.85	11.2	1.15	8.1	0.2	
45	0.35	20.27	16.4	1.24	8.1	0.2	
60	0.34	19.69	21.3	1.34	8.2	0.2	
75	0.33	19.11	26.3	1.46	8.2	0.2	
90	0.32	18.53	31	1.58	8.3	0.2	
105	0.32	18.53	35.5	1.73	8.4	0.2	
120	0.32	18.53	40.2	1.92	8.4	0.2	
135	0.31	17.95	44.7	2.14	8.5	0.2	
150	0.3	17.37	49.3	2.42	8.6	0.2	
170	0.3	17.33	55	2.90	8.6	0.2	(++)
190	0.29	16.8	60.8	3.62	9.0	0.2	
210	0.29	16.8	66.2	4.72	9.4	0.2	
230	0.29	16.8	72.1	7.06	10	0.2	
235	--		73.4	7.92	--	--	(*) (+)
00	0.28	16.22	--		9.6	0.2	
10	0.3	17.37	3.15		--	--	(**)

OBSERVACIONES

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 30 % de diafiltración (a F.C. = 8): 3.15 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y Permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Anál./Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0	0.5	0	0.05	0
PH	1.506	1.527	1.544	1.677	1.716
Temperatura (°C)	26.6	25.9	24.7	25.2	24.9
Conductividad (µS/cm)	410	473	384	429	337

---

**Tabla 33. Planilla de ultrafiltración N° 10**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 88,1 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,024$  (m/(h\*Bar) a T = 40 °C
- Area de membrana: 1,036 m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 42.5 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

**EXPERIENCIA**

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0.00	0,44	25,48	0	1	8.3	0.2	
20	0,43	24,90	8,9	1,11	8.3	0.2	
40	0,42	24,32	17	1,24	8.3	0.2	
60	0,4	23,17	27,8	1,39	8.4	0.2	
80	0,39	22,59	32,8	1,59	8.5	0.2	
100	0,38	22,01	40,4	1,85	8.5	0.2	
120	0,37	21,43	47,8	2,19	8.5	0.2	
140	0,37	21,43	55	2,66	8.7	0.2	
160	0,37	21,43	62,1	3,39	8.8	0.2	(++)
180	0,37	21,43	69,2	4,66	9	0.2	
194	0,36	20,85	74,8	6,62	9.6	0.2	(*)(+)
0.00			0		9.6	0.2	
3			0,83		9.6	0.2	(**)

**OBSERVACIONES**

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 6.13 % de diafiltración (a F.C. = 6.5): 0,83 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y Permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

**ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS**

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0	0.25	0	0.25	0
PH	1.638	1.478	1.54	1.481	1.599
Temperatura (°C)	16.1	23.3	23.8	23.9	24
Conductividad (μ S/cm)	413	520	426	503	435

---

**Tabla 34. Planilla de ultrafiltración N° 11**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 71 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,026$  (m/(h\*Bar) a T = 40 °C
- Area de membrana: 1,036 m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 42.5 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

EXPERIENCIA

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0.00	0.47	27.22	--	1	7.9	0.5	
20	0.45	26.06	9.2	1.15	7.9	0.5	
40	0.43	24.90	17.8	1.33	8.1	0.6	
60	0.42	24.32	26	1.58	8.2	0.6	
80	0.41	23.75	33.9	1.91	8.3	0.6	
100	0.39	22.59	41.6	2.41	8.4	0.6	(++)
120	0.39	22.59	49.1	3.24	8.6	0.6	
130	0.38	22.01	53.1	3.95	8.7	0.6	(*)(+)
0.00	0.36	20.85	--	--	8.5	0.6	
20	0.39	22.59	7.4	--	8.7	0.6	
40	0.40		11.5	--	8.8	0.6	(**)

OBSERVACIONES

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 65 % de diafiltración (a F.C. = 3.97): 11.6 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0	0	0	0	0
PH	3.56	3.54	3.62	3.6	3.68
Temperatura (°C)	24.2	24	24.2	24.1	24
Conductividad (μS/cm)	449	497	431	398	335

---

**Tabla 35. Planilla de ultrafiltración N° 12**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 70 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,027$  (m/(Bar\*h) a  $T = 40$  °C
- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 35 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

**EXPERIENCIA**

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0.0	0.39	21.59	--	1	8.2	0.6	
20	0.37	21.43	6.9	1.11	8.1	0.6	
40	0.36	20.85	13.9	1.25	8.1	0.6	
60	0.34	19.69	20.4	1.41	8.2	0.6	
80	0.33	19.11	27.2	1.64	8.3	0.6	
100	0.33	19.11	33.4	1.91	8.3	0.7	
120	0.32	18.53	39.6	2.30	8.5	0.7	(++)
140	0.31	17.95	45.8	2.89	8.7	0.7	
160	0.30	17.37	51.9	3.87	9.1	0.7	
173	0.30	17.37	55.9	4.96	9.5	0.7	
0.0	0.28	16.22	--	--	8.7	0.7	(*) (+)
20	0.32	18.53	6	--	8.8	0.7	
40	0.32	18.53	12.2	--	9.2	0.7	
45	0.32	18.53	14	--	9.4	0.7	(**)

**OBSERVACIONES**

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 100 % de diafiltración (a F.C. = 5): 14 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

**ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS**

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0.25	0.5	0.25	0.5	0.0
pH	2.92	2.83	2.94	2.92	3.02
Temperatura (°C)	18.6	17.9	17.0	16.5	17.2
Conductividad (μS/cm)	1099	840	614	534	448

---

**Tabla 36. Planilla de ultrafiltración N° 13**


---

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 70 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,022$  (m/(h\*Bar) a T = 40 °C
- Area de membrana: 1,036 m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 50 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

#### EXPERIENCIA

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
00	0,47	27,22	--	1	8.2	1	
20	0,44	25,48	8.6	1.14	8.3	1.2	
40	0,485	25,19	16.9	1.32	8.5	1.3	
60	0,435	25,19	25	1.55	8.5	1.3	
80	0,41	23,75	32.9	1.89	8.6	1.4	
100	0,40	23,17	40.6	2.38	8.7	1.4	(++)
120	0,415	24,03	48.2	3.21	8.9	1.4	
142	0,375		56	5	9.7	1.5	(*) (+)
00	0,38		--		9.5	2	
20	0,425		7.6		9.7	2.1	
34	0,42		14		10	2.2	(**)

#### OBSERVACIONES

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 100 % de diafiltración (a F.C. = 5): 14 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

#### ANÁLISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	1	1	0.5	0.5	0
pH	2.93	2.86	2.93	2.98	3.06
Temperatura (°C)	19.9	20	19.6	18.6	19.3
Conductividad (μS/cm)	750	817	720	598	502

---

---

**Tabla 37. Planilla de ultrafiltración N° 14**


---

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 78 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,023$  (m/(h\*Bar) a  $T = 40$  °C
- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 42,5 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

EXPERIENCIA

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0.0	0.40	23.17	--	1	7.7	0.8	
20	0.38	22.01	7.1	1.1	7.7	0.8	
40	0.37	21.43	17.3	1.22	7.7	0.8	
60	0.35	20.27	21	1.37	7.7	0.9	
80	0.35	20.27	27.6	1.55	7.8	0.9	
100	0.34	19.69	34	1.77	7.9	0.9	
120	0.335	19.40	40.2	2.06	8	0.9	
140	0.325	18.82	46.2	2.45	8.1	0.9	(++)
160	0.33	19.11	52.5	3.06	8.2	0.9	
180	0.32	18.53	58.4	3.98	8.5	0.9	
200	0.295	17.08	64.1	5.61	9	0.9	
206	0.3	17.37	66	6.5	9.2	0.9	(*) (+)
0.0	0.3	17.37	--	--	8.5	0.9	
20	0.315	18.24	5.7	--	9.1	0.9	
26	0.31	17.95	7.8	--	9.3	0.9	(**)

OBSERVACIONES

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 65 % de diafiltración (a F.C. = 6,5): 7.8 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANÁLISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,75	1,25	0,75	1	0,5
pH	2,78	2,73	2,84	2,76	2,87
Temperatura (°C)	15,7	15,7	15,7	15,8	15,9
Conductividad (μS/cm)	830	917	835	746	628

---

**Tabla 38. Planilla de ultrafiltración N° 15**

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 78 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,017$  (m/(h\*Bar) a  $T = 40$  °C
- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 42,5 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

**EXPERIENCIA**

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0	0.385	22,29	- -	1	7,8	0,8	
20	0.365	21,14	7	1,1	7,8	0,8	
40	0,355	20,56	13,7	1,21	7,8	0,8	
60	0,345	19,98	20,3	1,35	7,8	0,8	
80	0,34	19,69	26,7	1,52	7,9	0,8	
100	0,33	19,11	32,9	1,73	8	0,9	
120	0,32	18,53	38,9	1,99	8,2	0,9	
140	0,31	17,95	44,9	2,36	8,3	0,9	(++)
160	0,315	18,24	50,9	2,87	8,5	0,9	
180	0,305	17,66	56,8	3,68	8,8	0,9	
200	0,29	16,80	62,5	5,03	9,3	0,9	
220	0,26	15,06	67,7	7,57	10	0,3	(☺)
226	0,26	15,06	69,3	8,97	10	0,3	(*)(+)
0	0,26	15,06	- -		9,5	0,7	
20	0,26	16,06	5,1		10	2,2	
22	0,26	15,06	5,6				(**)

**OBSERVACIONES**

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 65 % de diafiltración (a F.C. = 9): 5,63 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7') - (☺) Se inicia corrección manual de presión

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

**ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS**

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	0,5	1,5	0,5	1,25	0,5
pH	2,75	2,69	2,75	2,76	2,86
Temperatura (°C)	16,2	16,5	16,3	16,8	16,6
Conductividad (μS/cm)		977	865	818	673

---

**Tabla 39. Planilla de ultrafiltración N° 16**


---

MATERIA PRIMA: Extracto pectínico (Muestra 5)

- Cantidad: 78 kg

CONDICIONES DE TRABAJO:

- Estado de las membranas:  $L_P = 0,022$  (m/(hora\*Bar) a  $T = 40$  °C
- Area de membrana:  $1,036$  m<sup>2</sup> (constante: 57,915)
- Temperatura: 30 °C. – Caudal de alimentación: 372 kg./h

EXPERIENCIA

Tiempo (min)	J <sub>P</sub> L/min.	F <sub>Pi</sub> L/h.m <sup>2</sup>	Permeado Kg.	F.C.	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	OBSER
0	0,325	18,822	--	1	8.5	0.6	
20	0,33	19,112	6	1,08	8.2	0.6	
40	0,315	18,243	12,3	1,19	8.3	0.6	
60	0,3	17,375	18,3	1,31	8.4	0.6	
80	0,29	16,795	23,7	1,44	8.5	0.6	
100	0,29	16,795	29,3	1,60	8.5	0.6	
120	0,28	16,216	34,6	1,80	8.6	0.6	
140	0,27	15,637	39,8	2,04	8.7	0.6	
160	0,265	15,347	45,1	2,37	8.7	0.6	
180	0,26	15,058	49,8	2,77	8.8	0.6	(++)
200	0,26	15,058	54,9	3,38	8.9	0.6	
220	0,26	15,058	59,8	4,29	9.1	0.6	
240	0,26	15,058	64,9	5,95	9.5	0.6	
245	0,26	15,058	66	6,50	9.7	0.6	(*)(+)
0	0,235	13,610	--		9.2	0.6	
20	0,24	13,900	4,6		9.3	0.6	
33	0,265	15,347	7,9		9.7	0.6	(**)

OBSERVACIONES

(\*) Muestreo de concentrado (6) y permeado (6')

(+) 65 % de diafiltración (a F.C. = 6,5): 7,8 kg de agua

(++) Se inicia concentración batch - (\*\*) Muestreo de concentrado (7) y permeado de diafiltración (7')

LIMPIEZA: Según cronograma adjunto

ANALISIS A LAS MUESTRAS OBTENIDAS

Análisis/Muestra	M 5	M 6	M 6'	M 7	M 7'
° Brix	2	1	0.5	0.75	0.25
pH	2.9	2.87	2.92	2.93	2.99
Temperatura (°C)	18.7	18	18	18.4	17.7
Conductividad (µS/cm)	777	847	759	691	612

---