



**HAL**  
open science

# Study of the effect of ultrasound coupled to a tangential filtration pilot on the clarification of jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L)

Adriana Navarrete-Solis

## ► To cite this version:

Adriana Navarrete-Solis. Study of the effect of ultrasound coupled to a tangential filtration pilot on the clarification of jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L). Chemical and Process Engineering. Université Grenoble Alpes; Tecnológico nacional de México, 2019. Español. NNT : 2019GREAI094 . tel-02512108

**HAL Id: tel-02512108**

**<https://theses.hal.science/tel-02512108>**

Submitted on 19 Mar 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de  
**DOCTEUR DE LA COMMUNAUTÉ UNIVERSITÉ  
GRENOBLE ALPES**

préparée dans le cadre d'une cotutelle *entre la  
Communauté Université Grenoble Alpes et «TecNM-  
Instituto Tecnológico de Tepic »*

Spécialité : **Mécanique des fluides, Énergétique, Procédés et  
« Doctorado en Ciencias de los Alimentos »**

Arrêté ministériel : le 6 janvier 2005 – 25 mai 2016

Présentée par  
**Adriana NAVARRETE-SOLIS**

Thèse dirigée par **Stéphane BAUP** et Rosa Isela **ORTIZ-BASURTO**  
codirigée par **Nicolas HENGL**

préparée au sein des **Laboratoires Rhéologie et Procédés et  
« Laboratorio Integral de Investigación en Alimentos »**

dans les **Écoles Doctorales I-MEP<sup>2</sup>** et « **División de Estudios de  
Posgrado e Investigación »**

## **Étude de l'effet des ultrasons couplés à un pilote de filtration tangentielle sur la clarification du jus de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L).**

Thèse soutenue publiquement le «**18 Décembre 2019** »,  
devant le jury composé de :

**Mme Evelyne, MAURET**

Professeur, Pagora INP-G, Grenoble, France (Présidente)

**Mr Fabrice, VAILLANT**

Chercheur, Cirad Montpellier et Colombie (CIAT), Colombie (Rapporteur)

**Mr Juan Pablo, PÉREZ-OROZCO**

Professeur, TecNM-Inst. Tecnológico de Zacatepec, Mexique (Rapporteur)

**Mr Gerardo, TORRES-GARCÍA**

Professeur, Centro de Inv. en Alimentación, Tepic, Mexique (Examinateur)

**Mr Stéphane, BAUP**

Professeur, Lab. Rhéologie et Procédés, Grenoble, France (Directeur de  
thèse)

**Mme Rosa Isela, ORTIZ-BASURTO**

Professeur, TecNM-Inst. Tec. de Tepic, Mexique, (Directrice de thèse)

**Mr Nicolas, HENGL**

MCF, Lab. Rhéologie et Procédés, Grenoble, France (Co-Directeur de  
thèse)

**Mme Montserrat, CALDERÓN-SANTOYO**

Professeur, TecNM-Inst. Tec. de Tepic, Mexique, (Encadrant de thèse)





**Communauté**  
**UNIVERSITÉ Grenoble Alpes**

TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO  
INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TEPIC  
UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

**ESTUDIO DEL EFECTO DEL ULTRASONIDO ACOPLADOS A UN PILOTO  
DE FILTRACIÓN TANGENCIAL SOBRE LA CLARIFICACIÓN DEL JUGO  
DE JACA (*Artocarpus heterophyllus* L).**

Por:

**M.C.A. ADRIANA NAVARRETE SOLIS**

TESIS EN COTUTELA PROPUESTA A:

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

“L'ÉCOLE DOCTORALE I-MEP<sup>2</sup>”

COMO REQUISITO PARCIAL PARA

OBTENER EL GRADO DE

DOCTOR EN CIENCIAS EN ALIMENTOS

« DOCTEUR MÉCANIQUE DES FLUIDES, ÉNERGÉTIQUE, PROCÉDÉS »

Directores:

**DRA. ROSA ISELA ORTIZ BASURTO**

**DR. STÉPHANE BAUP**

Co-Director:

**DR. NICOLAS HENGL**

Tepic, Nayarit

Diciembre, 2019

*A mis padres  
a mis hermanas  
y hermanos*

## AGRADECIMIENTOS

Esta tesis en cotutela se llevó a cabo entre el Instituto Tecnológico de Tepic y “l’Université Grenoble Alpes”, en el interior del Laboratorio Integral de Investigación en Alimentos (LIIA, Tepic, México) y el “Laboratoire de Rheologie et Procédés” (LRP, Grenoble, Francia) en donde tuve la oportunidad de vivir muchos buenos momentos.

Gandhi dijo que todo lo que hagas en la vida será insignificante, pero, es muy importante que lo hagas, porque nadie más lo hará (al menos no como tú lo harías). El día de hoy quisiera mirar hacia atrás y decir que este reto ha sido fácil, sin embargo, no lo fue, y no hubiese sido posible sin todas las personas que estuvieron conmigo durante estos 4 años de tesis; así que aprovecho este espacio para plasmar un poco de lo mucho que quisiera decirles.

Para comenzar, le agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por la beca número 339958 otorgada para el desarrollo de este proyecto de investigación.

También agradezco a la Sra. Rocío Rodríguez Romero y el Sr. Juan José Rosas Lara de Frutos Tropicales de la Bahía S.P.R. de R.L. por su apoyo incondicional al proveer el fruto de jaca utilizado en este estudio.

A mi directora de tesis la Dra. Rosa Isela Ortiz-Basurto por confiarme este tema de tesis, incentivarne a vencer grandes retos y brindarme la oportunidad de crecer a su lado durante el tiempo que he trabajado bajo su tutela. Agradezco a los integrantes de mi comité tutorial, la Dra. Montserrat Calderón-Santoyo, el Dr. Ulises Miguel López-García y el Dr. Juan Arturo Ragazzo-Sánchez por la disponibilidad de trabajo y las aportaciones a través de sus conocimientos y experiencias, para el fortalecimiento científico y tecnológico de esta investigación.

Me gustaría agradecer a los miembros del jurado, al Dr. Fabrice Vaillant-Barka y Dr. Juan Pablo Pérez-Orozco por aceptar ser revisores de este trabajo de tesis y

enriquecerlo con sus observaciones, al Dr. Gerardo Torres-García por aceptar evaluar mi trabajo.

Quiero agradecer también a mis compañeros y amigos del LIIA quienes estuvieron conmigo desde el inicio: Pame (La hermana mayor) por darme siempre ánimos, consejos y ayudarme cuando me he querido rendir; Isaacs (El consent) gracias por todo tu apoyo y amistad; Libier por todo tus consejos y cariño; Gil (pequeño monstruo) por todas tus locuras, bromas, valor y amistad; Yuli (my roomie) por tu amistad, escucharme, ver pelis de terror conmigo, compartir momentos de trabajo y diversión; Diana (New roomie) gracias por tu confianza, amistad y sinceridad; también agradezco a Dafne, Ari y Adi por su apoyo, los momentos compartidos y su amistad.

Porque mi estancia en Tepic no hubiese sido la misma sin mis amigos Quetza, Mati, Edith, Victor (Manawer), Emma y Julián, gracias por hacerme sentir como en casa, por estar para mí cuando los he necesitado, por sus consejos, regaños, apoyo, cariño, momentos de reflexión y diversión, ustedes son como parte de mi familia. También agradezco a Vic (Zapará) por tus consejos, apoyo, cariño y estar cada vez que te he necesitado, a Héctor Manuel por tu apoyo, tus consejos, carisma y amistad.

Agradezco a mis padres Berta Solis Mejía y Nicolás Navarrete Rodríguez por confiar en cada una de las decisiones que he tomado en mi vida personal y profesional, por creer en mí y darme la fuerza para seguir adelante, ustedes han sido uno de los motivos por los cuales he decidido luchar por mis sueños, gracias a ustedes soy quien soy. Agradezco también a mis hermanas(os); Victorina, Grioalda, Monica, Semei, Ángel, David y mis sobrinos, por estar para mí, su cariño y apoyo durante cada meta que me he planteado.

También quiero agradecer a todos los chicos de servicio social que me apoyaron durante el desarrollo de mi tesis, Jayte, Adán, Ana Bolena, Lau, Alan, Mariam, Juan José, Graciela, Alexis y David.

A Dios por la vida, la salud, poner en mi camino gente buena, permitirme conocer su amor y no desampararme en ningún momento, por brindarme fuerza, energía, sabiduría y paciencia.

I can't miss the opportunity to say thanks to my friends, who made my stay in Grenoble very nice, Adriane, Adrielle, Lucy, Marcos Domic, José Guillermo (Coloc) and Andrés, for their sincere friendship, adventures, travels, craziness, fun, tranquility moments and also the sadness, frustration, and anger occasions. Thanks for your support and friendship in difficult times. I hope someday we can be all together again.

Pendant mon stage en France j'ai eu le plaisir de connaître beaucoup de bonnes personnes à qui je leur garde énorme gratitude.

Je remercie à mon directeur, co-directeur et encadrant de thèse, Mr. Stéphane Baup, Mr. Nicolas Hengl et Mr. Frédéric Pignon pour votre patience, disponibilité et me donner votre confiance et connaissance pendant le développement de ce travail de thèse. Je suis très contente de travailler avec vous, de partager des moments d'échange scientifique, social et cultural, je vous remercie aussi pour votre soutien et la manière que chacun m'a donné des outils pour devenir meilleur chaque jour, je vous garde grand respect et admiration pour votre simplicité, valeurs professionnelles et humaines.

Je remercie à Mme Evelyne Mauret pour avoir accepté présider mon jury de thèse.

Je tiens à remercier à Mme Nadia El Kissi, directrice du LRP pour votre accueil pendant mon stage à Grenoble et pour m'avoir permis de travailler avec votre excellente unité de recherche. Aussi j'aimerais remercier à Mme Sylvie Garofalo, Mme Louis Infuso, Mr. Francois Bergerot, pour votre bonne humeur, patience et amabilité.

Je n'oublie pas à Mme Hélène Galliard, Mr. Mohamed Karrouch, Mr. Didies Blésès, Mr. Éric Faivre, Mr. Frédéric Hugennell et Mr. Denis Roux avec qui j'ai travaillé pendant un année et demi et avec qui je partageais des difficultés, doutes et pourquoi pas mes bêtises aussi, merci vraiment, sur tout votre grande patience et disponibilité, je sais que le début n'était pas facile, sur tout par rapport à la communication, mais après c'était très bien passé, c'était un plaisir de vous rencontrer et aujourd'hui vous me manquez parce que vous avez toujours une grosse sourisse pour moi, des conseils et des blagues que j'adore rappeler.

Mes amies et camarades de LRP, Candice (Mamacita) merci pour ton gentillesse, amitié et bonne humeur; Dieguito et Hugues (Les fromages de Mamacita) vôtres

blagues et folies, je me souviendrai de vous chaque fois que je cours; Louis (Papacito) merci encore pour ton bonne humeur, tes blagues, ta folie et ton aide avec ma thèse; Mehdi (Amigo) ton amitié et bonne humeur (pas plus café pour toi); Alice pour ton gentillesse et ta patience, je remercié aussi à tous avec qui j'ai partagé des grands moments au labo, bureau et salle de manip: Ouattara, Amelie, William, Ayoub, Moctar, Veronica, Essa, Mohamed, Manel, Hanna, Clement, Christian et Sihem.

Je remercie aussi à mon professeur de Français Jacque Morin qui m'ait montré qu'avec l'effort et la volonté on peut faire n'importe quoi. Merci pour votre amitié et conseils.

"Nos traces ne sont pas effacées des vies que nous touchons", j'espère avoir touché des nombreuses vies au cours de l'aventure vécue dans ces 4 ans de thèse, car je vous assure que chacun de vous a réussi à toucher la mienne, merci beaucoup.



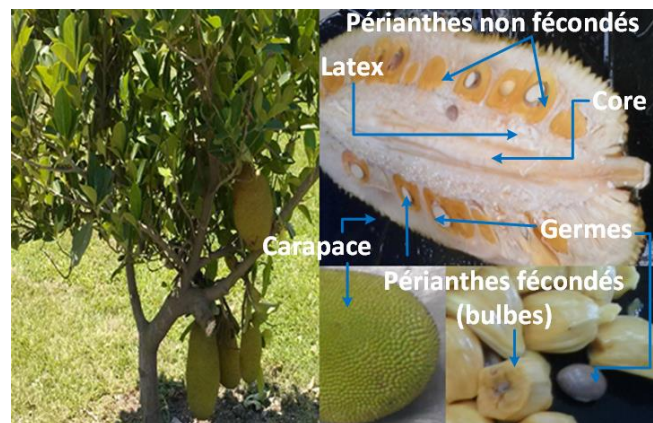
## Résumé en français

### Etude de l'effet des ultrasons couplés à un pilote de filtration tangentielle sur la clarification du jus de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L).

#### Antécédents

Ce projet s'est effectué dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire Rhéologie et Procédés de l'Université Grenoble Alpes (LRP-UGA, Grenoble, France) et le "Laboratorio Integral de Investigación en Alimentos de l'Instituto Tecnológico de Tepic" (LIIA-ITTepic, Tepic, Mexico). L'objectif de cette thèse en co tutelle était d'étudier la clarification de jus de jaca assistée par ultrasons pour la production de jus clarifié (JC).

Le jaca ou jackfruit est un fruit exotique connu pour ses propriétés organoleptiques et nutritionnelles. Il est constitué de bulbes de forme allongée et cylindrique (Figure 1) et peut mesurer de 30 à 40 cm de long pour un poids d'environ 50 kg (Morton, 1987). Leur goût évolue en fonction de leur degré de maturation d'acide à doux, mais un des inconvénients est que leur durée de conservation reste relativement faible.



**Figure 1** Fruit de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.)

Le jaca a été introduit au Mexique en 1997, planté principalement dans les États de Colima, Jalisco, Michoacan, Sinaloa, Veracruz et Nayarit. Sa production annuelle est de 22192 tonnes, dont 91,7% correspond à l'État de Nayarit où se situe l'Instituto Tecnológico de Tepic (SIAP, 2017). Ces dernières années, une forte demande à

l'exportation a été révélée. Cependant, certaines difficultés ont été rencontrées pendant le transport et la conservation une fois atteint le pays destinataire dues aux maladies après récolte et la courte durée de conservation. Une solution envisagée serait de transformer le fruit en différents sous-produits industriels (fruit frais ou sec, jus de fruits).

Le marché des jus naturels à base de fruits exotiques est en perpétuel développement depuis ces dernières années (Bhat, 2000; Bicas y cols., 2011). Afin de pouvoir les rendre propres à la consommation, les jus doivent être stabilisés microbiologiquement (Mb) tout en gardant leurs propriétés sensorielles. Dans ce contexte, les procédés de séparation par membrane en mode tangential opérant à température ambiante permettent d'apporter des solutions nouvelles pour la clarification de ces jus de fruits et le développement de nouveaux produits.

Ces procédés de séparation sont employés pour concentrer, épurer ou enlever les solutés de la solution. C'est actuellement une technologie prouvée dans beaucoup de domaines importants, tels que la purification d'eau, l'agroalimentaire et les industries laitières.

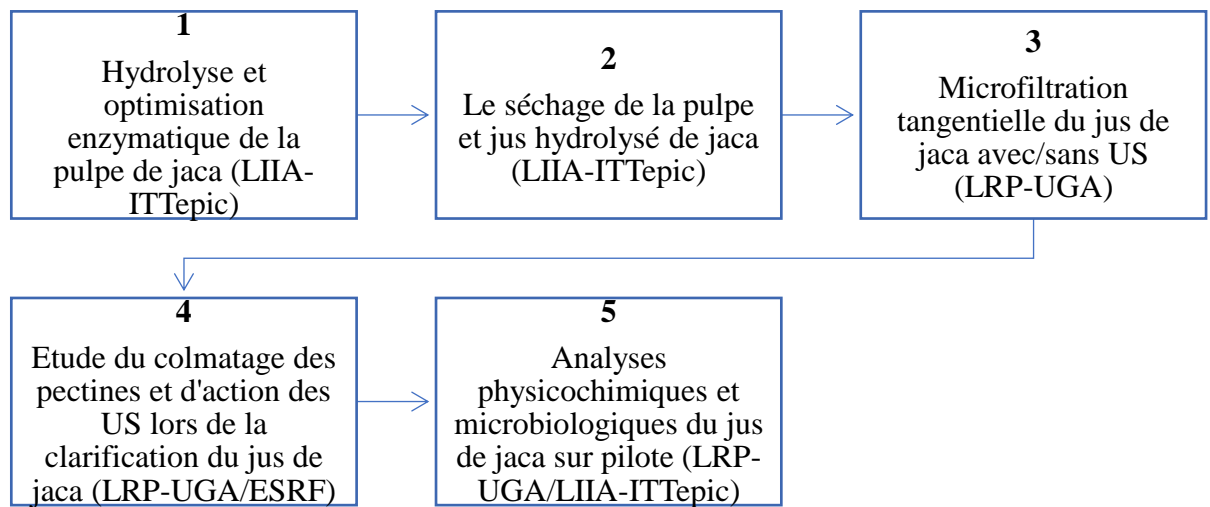
La microfiltration ou l'ultrafiltration tangentielle sont parmi les procédés membranaires les plus utilisés dans l'industrie. Bien qu'elles présentent de nombreux avantages, ces technologies sont principalement limitées par l'accumulation de la matière sur la surface de membrane qui mène à deux phénomènes polarisation de concentration et colmatage. Plusieurs techniques ont été développées afin de surmonter ces limitations mais toutes présentent des inconvénients.

Les ultrason (US) sont un outil efficace dans plusieurs secteurs des procédés industriels. Il est basé sur la propagation d'ondes ultrasonores dans le liquide, menant à l'effet combiné de la cavitation, de courants acoustiques, ou de streaming. L'application d'US dans la filtration sur membrane conventionnelle a été peu étudiée, et diverses études indiquent l'amélioration du procédé de filtration sous US. Au « laboratoire Rhéologie et Procédés, un nouveau procédé d'ultrafiltration couplé à un dispositif d'US a été développé ces dernières années. Il pourrait être un apport non

négligeable pour limiter les colmatages des membranes et favoriser le transfert de matière au sein du procédé pour la clarification des jus de fruits.

### La méthodologie :

Dans ce contexte le projet s'est articulé autour de différentes tâches accomplies au sein des deux laboratoires (figure 2).



**Figure 2** Différentes tâches principales de la thèse en co tutelle.

Une première phase du projet a été d'effectuer la production de pulpe de jaca (PJ) pour l'ensemble des 4 ans de thèse et des différentes analyses/procédés mis en œuvre. Durant cette étape, des fruits bruts de maturation avancée ont été récoltés transformés (nettoyés dans des bains d'eau de javel, épluchés, broyés, et filtrés) afin d'obtenir de la pulpe concentrée de jaca. Ces jus possèdent des viscosités élevées qui causent des problèmes dans les procédés de clarification. Une étape préliminaire d'hydrolyse enzymatique est généralement entreprise pour réduire la viscosité des jus par une action sur les pectines qu'ils contiennent.

**1) Etude et optimisation de l'hydrolyse enzymatique de la PJ:** Six traitements enzymatiques (Pectinex Ultra Pulp® (PUP®), Celluzyme® (C®), Celluzyme x Conc® (CC®) et leurs mélanges) ont été testés sur la pulpe de jaca (PJ) en conditions constantes d'incubation, et une optimisation par la méthodologie de surface de réponse

(MSR) a été menée, où les facteurs temps et concentration ont eu comme réponse les sucres réducteurs et la viscosité.

**2) Séchage de la pulpe et du jus par atomisation:** Deux concentrations de maltodextrine ont été sélectionnées pour le séchage par atomisation de la PJ et le jus hydrolysé (JH) à conditions constantes; les performances de séchage et le comportement rhéologique définissent le meilleur tmt.

**3) Microfiltration tangentielle (MFT) de jus de jaca avec et sans US (mode préventif) sur cellule de laboratoire et pilote semi industriel:** Les jus séché par atomisation ont été reconstitués et microfiltrés dans une cellule de laboratoire, et l'influence de plusieurs paramètres, la taille des pores de la membrane (0,1 et 0,22  $\mu\text{m}$ , PVDF planes), le débit tangentiel (0,5 et 0,3 L/min) et l'application des US (avec/sans) (20 kHz, 8  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) ont été étudiés sur le flux et les propriétés physicochimiques. Le meilleur tmt a été évalué dans un pilote (TAMI 60 cm) avec/sans US (35 kHz, 27  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ).

**4) Mécanisme de colmatage des pectines mis en évidence par diffusion de rayons X aux petits angles (SAXS):** Des expériences de microfiltration tangentielle sous US (mode correctif) de jus-modèle (12% saccharose, 0.6% acide citrique et 0.75% pectine) ont été menées, et à partir de conditions optimales des mesures en diffusion de Rayons X aux petits angles ont été réalisées à l'ESRF de Grenoble sur des cellules couplant filtration/SAXS. Des profils de concentration de pectines ont été mis en évidence pour la première fois durant la filtration.

**5) Analyse microbiologique et propriétés physicochimiques du JC dans le pilote :** Les JC avec/sans US ont été analysés pour identifier l'effet des US sur leur qualité et flore microbiologique.

#### **Les résultats :**

Les enzymes C®+PUP® à 1% de concentration d'enzyme et 3 h d'incubation permettent une réduction de 94,5% de la viscosité. La méthodologie de surface de réponse indique que la diminution de la viscosité dépend du temps d'incubation, en raison de la teneur en pectine dans la PJ (3,2-5,8%), principal responsable de la

viscosité. Au contraire, l'augmentation de sucres réducteurs dépend de la concentration enzymatique, due à la dépolymérisation des carbohydrates présents dans la PJ, c'est-à-dire à plus concentration d'enzyme plus serait la libération des sucres réducteurs.

Pour le SA le meilleur tmt pour la PJ et le JH était 25 et 50% de concentration de maltodextrine, avec une performance de séchage de 57 et 74% respectif, sans affecter son comportement rhéologique. Car, le JH avec 50% de maltodextrine avait le meilleur rendement et présentait des comportement rhéologique et propriétés physicochimiques similaires à celles du produit frais. En plus, le produit sèche présente des caractéristiques d'humidité et d'activité d'eau lui donnant une stabilité pendant le stockage. D'un autre côté, leur température de transition vitreuse était influencée par l'addition de maltodextrine, ce qui induisait l'effet plastifiant de l'eau dans les traitements en raison de l'addition de sucres simples.

Lors de la microfiltration tangentielle sur cellule de laboratoire, l'application de US sur la membrane de 0,1  $\mu\text{m}$  a permis de doubler le flux aux faibles pressions transmembranaires, car une augmentation de celle-ci provoque une accumulation de particules à la surface de la membrane, ce qui diminue le flux. Par ailleurs, dans la membrane de 0,22  $\mu\text{m}$ , une diminution progressive du flux a été observée jusqu'à 1,2 bar, probablement due à du colmatage par blocage de pores, car la taille des particules est similaire à celle du pore. L'application des US n'affecte pas les propriétés physicochimiques du jus traité et favorise la libération de composés d'intérêt (caroténoïdes totaux et acide ascorbique). Enfin, les conditions de fonctionnement de la vitesse de recirculation générée par le débit tangentiel d'alimentation, ainsi que la taille de pore de la membrane et l'application des US, agissent en synergie, augmentant le rendement et conférant une plus grande stabilité du procédé.

Lors de la microfiltration sur pilote, le flux a augmenté en présence d'US, mais une réduction des caroténoïdes et des microorganismes du JC a été observée en lien avec le mode d'application des US, le perméat étant directement au contact des US (dégradation par effet thermique), à la différence de la filtration sur la cellule de laboratoire.

Les mesures de SAXS durant la MFT du jus-modèle ont révélé pour la première fois l'accumulation de pectine à la surface de la membrane induisant une diminution du

flux ; ces résultats ont mis en évidence un effet de synergie entre le débit tangentiel et l'US pour la réduction des couches concentrées.

### **Les conclusions :**

Le traitement enzymatique appliqué à la pulpe de jaca a favorisé les propriétés physico-chimiques en augmentant la teneur en caroténoïdes totaux et en réduisant les sucres. De plus, le séchage par atomisation n'a pas affecté les caractéristiques physicochimiques et rhéologiques du jus hydrolysé + maltodextrine (50% sst / poids) avec un rendement de 74%. Concernant la microfiltration sur cellule de laboratoire, un effet de couplage entre le débit tangentiel d'alimentation et les ultrasons sur les performances de filtration a été révélé, et mis en évidence par la diminution de la turbidité du jus d'alimentation et la libération de composés d'intérêt. D'autre part, la filtration à une échelle pilote assistée par ultrasons assure la stabilité microbiologique du jus de fruit du jaca clarifié. Toutefois, les propriétés physico-chimiques dépendent des conditions de fonctionnement telles que le diamètre des pores, la pression transmembranaire, le débit d'alimentation et les ultrasons (fréquence et mode de fonctionnement). Finalement, grâce à la diffusion de RX aux petits angles, il a été démontré que les pectines à la surface de la membrane sont à l'origine de la diminution des performances de filtration, ce qui entraîne le phénomène de colmatage, et l'effet de couplage entre le débit d'alimentation et les ultrasons permet la diminution de la couche de concentration à la surface de la membrane.

## RÉSUMÉ

Navarrete-Solis, Adriana. DCA. Université Grenoble Alpes et Instituto Tecnológico de Tepic, Decembre 2019. **Etude de l'effet des ultrasons couplés à un pilote de filtration tangentielle sur la clarification du jus de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L).** Directeurs de la thèse : Baup Stéphane, Ortiz-Basurto Rosa Isela.

L'utilisation des ultrasons (US) couplés aux systèmes de filtration représente une alternative innovante pour la réduction des phénomènes de colmatage dans la clarification de jus de fruits complexes tels que le jaca, car une augmentation de la performance du processus a été rapportée dans systèmes assistés. Par contre, les pectines sont l'un des principaux responsables de l'encrassement lors de la clarification des jus, mais aucun travail à ce jour n'a pu concrètement le mettre en évidence. Des études menées entre le Laboratoire de Rhéologie et Procédés et l'European Synchrotron Radiation Facility de Grenoble ont montré la formation de couches de dépôt et l'effet des US sur la filtration de solutions d'intérêt industriel, en utilisant la diffusion de Rayons X aux petites angles (SAXS). L'objectif de cette étude était d'évaluer l'effet du couplage des US sur un pilote de filtration tangentielle sur les performances du procédé, les propriétés physicochimiques et la stabilité microbiologique du jus de jaca clarifié. L'étude était divisée en 5 étapes : 1) Hydrolyse enzymatique : Un traitement enzymatique a été optimisé par la méthodologie de la surface de réponse. Les facteurs temps (1,2 et 3 h) et concentration enzymatique (1, 2 et 3%) avaient comme réponse : sucres réducteurs et viscosité. 2) Stabilisation par séchage par atomisation : Deux concentrations de maltodextrine ont été évaluées pour le séchage par atomisation du jus hydrolysé (110 ° C, 8.3 mL.min<sup>-1</sup> et 0.3 MPa) et de la pulpe de jaca (110 ° C, 16.8 mL.min<sup>-1</sup> et 0.2 MPa) par la performance de séchage et le comportement rhéologique. 3) Microfiltration sous US (mode préventif): La microfiltration en laboratoire du jus reconstitué a été évaluée par l'influence de la taille des pores (0.1 et 0.22 µm, membrane plate de PVDF), du débit tangentiel (0.5 et 0.3 L / min) et de la application de US (avec/sans) (20 kHz; 8 W.cm<sup>-2</sup>), sur le flux et les propriétés physicochimiques du jus; ensuite, les meilleures conditions ont été testées dans un système de niveau pilote (TAMI 60 cm) avec/sans US (35 kHz; 27 W.cm<sup>-2</sup>). 4) Élucidation du colmatage de la pectine et action des US (mode correctif) par SAXS : Des expériences de microfiltration d'un jus modèle (12% saccharose, 0.6% acide citrique et 0.75% pectine) ont été réalisées dans une cellule de filtration couplée aux US et SAXS. 5) Analyse microbiologique et propriétés physicochimiques du jus clarifié avec et sans US dans le système pilote. Les enzymes Celluzyme® + Pectinex ultra pulp® (1% ; 3h) ont permis une réduction de 94.5% de la viscosité. De plus, la méthodologie de la surface de réponse indiquait que sa diminution dépendait de la durée d'incubation, en raison de la teneur en pectine de la pulpe de jaca (3.2 à 5.8%), principal responsable de la viscosité. Au contraire, l'augmentation des sucres réducteurs dépendait de la concentration de l'enzyme car, en augmentant la quantité d'enzyme, il se produisait une dépolymérisation accrue des glucides. En séchage par atomisation, le meilleur traitement pour la pulpe de jaca et le jus hydrolysé était une concentration de maltodextrine de 25 et 50%, avec un rendement de séchage de 57 et 74% respectivement, sans affecter son comportement rhéologique. La microfiltration avec une membrane de 0.1 µm et US a montré un effet couplé entre le débit et les US, en doublant le flux à faibles pressions transmembranaires. Par ailleurs, lors de la filtration avec la membrane de 0.22 µm, une diminution immédiate du flux, liée à la taille des particules, a été observée, car celles-ci lors du passage dans le pore ont induit son obstruction et la formation subséquente de la couche de dépôt, tandis que les US, à mesure que la pression transmembranaire augmentait (1.2 bar), induisait la formation de microbulles, ce qui impliquait le déplacement des particules à la surface de la membrane. En outre, les US ont conservé les propriétés physicochimiques déterminées dans le jus traité et ont favorisé la libération de composés d'intérêt dans les conditions de l'étude. Dans le système de filtration pilote, le flux a augmenté avec les US, mais une diminution des caroténoïdes et de microorganismes du jus clarifié a été observée en fonction du mode d'application. Les mesures du SAXS lors de la microfiltration du jus modèle ont révélé pour la première fois l'accumulation de pectine à la surface de la membrane induisant une diminution du flux. Il était également évident l'effet synergique entre le flux tangentiel et les US pour la réduction des couches concentrées.

**Mots clés :** Microfiltration, Ultrasons, Jus de Jaca, Pectine, SAXS, Propriétés physicochimiques.

## RESUMEN

Navarrete-Solis, Adriana. DCA. Université Grenoble Alpes e Instituto Tecnológico de Tepic, Diciembre 2019. **Estudio del efecto del ultrasonido acoplados a un piloto de filtración tangencial sobre la clarificación del jugo de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L).** Directores de tesis: Baup Stéphane, Ortiz-Basurto Rosa Isela.

El uso de sistemas de filtración acoplados directamente a ultrasonido (US) representan una alternativa innovadora para la reducción de los fenómenos de colmatación en la clarificación de jugos de frutas complejos como el de jaca, debido a que se ha reportado un incremento del rendimiento de proceso en los sistemas asistidos, aplicados indirectamente a través de baños ultrasónicos. Por otra parte, las pectinas son unas de las principales responsables de la colmatación durante la clarificación de jugos, sin embargo, hasta el momento ningún estudio ha logrado evidenciar su acumulación en la superficie de la membrana. Estudios realizados entre el Laboratoire de Rheologie et Procédés y el European Synchrotron Radiation Facility de Grenoble, han mostrado la formación de capas de deposición y el efecto del US en la filtración de soluciones de interés industrial, por medio de la difusión de rayos X a ángulos pequeños (SAXS). El objetivo de este estudio fue evaluar el efecto del acoplamiento de ultrasonido a un piloto de filtración tangencial sobre el rendimiento de proceso, propiedades fisicoquímicas y calidad microbiológica del jugo clarificado de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L), así como el efecto sobre el mecanismo de colmatación en una solución modelo. El estudio se dividió en 5 etapas: 1) Hidrólisis enzimática: Se optimizó un tratamiento enzimático por metodología de superficie de respuesta. Los factores tiempo (1,2 y 3 h) y concentración enzimática (1,2 y 3 %) tuvieron como respuesta los azúcares reductores y viscosidad. 2) Estabilización: Se evaluaron 2 concentraciones de maltodextrina para estabilizar por secado por aspersión del jugo hidrolizado (110°C, 8.3 mL.min<sup>-1</sup> y 0.3 Mpa) y pulpa de jaca (110°C, 16.8 mL.min<sup>-1</sup> y 0.2 Mpa) a través del rendimiento de secado y comportamiento reológico. 3) Microfiltración acoplada a US (modo preventivo): La microfiltración a nivel laboratorio del jugo reconstituido, fue evaluada por la influencia del tamaño de poro (0.1 y 0.22 µm, PVDF plana), flujo tangencial (0.5 y 0.3 L.min<sup>-1</sup>) y la aplicación de US (con/sin) (20 kHz; 8 W.cm<sup>-2</sup>), sobre el flux y las propiedades fisicoquímicas del jugo, las mejores condiciones se probaron en un sistema a nivel piloto (TAMI 60 cm) con/sin US (35kHz; 27 W.cm<sup>-2</sup>) con membranas minerales. 4) Cinética de colmatación de pectina y de acción de US (modo correctivo) por SAXS: Se microfiltró una solución modelo (12% sacarosa, 0.6% ácido cítrico y 0.75% pectina), en una celda de filtración acoplada a US (modo correctivo) y al SAXS. 5) Análisis microbiológico y propiedades fisicoquímicas del jugo microfiltrado con y sin US en el sistema piloto. Las enzimas cellulzyme®+pectinex ultra pulp® (1%; 3h) permitieron una reducción del 94.5% en la viscosidad. Además, la metodología de superficie de respuesta indicó que su disminución dependió del tiempo de incubación, debido al contenido de pectina en la pulpa de jaca (3.2 a 5.8%), principal responsable de la viscosidad. Por el contrario, el aumento de azúcares reductores dependió de la concentración de la enzima, ya que, al incrementar la cantidad de enzima, se produjo mayor despolimerización de carbohidratos. En el secado por aspersión, el mejor tratamiento para la pulpa de jaca y el jugo hidrolizado fue 25 y 50% de concentración de maltodextrina, con un rendimiento de secado de 57 y 74% respectivamente, sin afectar su comportamiento reológico. La microfiltración con la membrana de 0.1µm, mostró un efecto acoplado entre el flujo de alimentación y los US, al duplicar el flux a bajas presiones transmembrana. Por otra parte, en la filtración con la membrana de 0.22 µm se observó la disminución inmediata del flux, relacionado con el tamaño de partícula, ya que éstas al pasar a través del poro, indujeron su obstrucción y posterior formación de la capa de deposición. Al aplicar US, a medida que incrementó la presión transmembrana (1.2 bar), se indujo la formación de microburbujas, las cuales al implotar desplazaron las partículas en la superficie de la membrana. Además, los US conservaron las propiedades fisicoquímicas determinadas en el jugo tratado y promovieron la liberación de carotenoides totales y vitamina C, bajo las condiciones de estudio. En el sistema de filtración piloto, el flux se incrementó con los US, pero una disminución de los carotenoides totales y el contenido microbiano del jugo clarificado fue observada en relación con el modo de aplicación. Las mediciones del SAXS durante la microfiltración del jugo modelo revelaron por primera vez la acumulación de pectina en la superficie de la membrana, la cual disminuye el flux, y también, se evidenció el efecto sinérgico entre el flujo tangencial y los US sobre la reducción de la capa de concentración.

**Palabras clave:** Microfiltración, Ultrasonido, Jugo de jaca, Pectina, SAXS, Propiedades Fisicoquímicas.



## ABSTRACT

Navarrete-Solis, Adriana. DCA. Université Grenoble Alpes and Instituto Tecnológico de Tepic, December 2019. **Study of ultrasound effect coupled to a tangential filtration pilot on the clarification of jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L).** Thesis Directors: Baup Stéphane, Ortiz-Basurto Rosa Isela.

The use of ultrasound (US) coupled to filtration systems represents an innovative alternative for the reduction of clogging phenomena in clarification of complex fruit juices such as jackfruit, because an increase in process performance has been reported in assisted systems applied by ultrasonic baths. On the other hand, pectins are one of the main responsible for the clogging during the juice's clarification, however, so far, no study has been able to show its accumulation on the membrane surface. Studies conducted between the Laboratoire de Rheologie et Procédés and the European Synchrotron Radiation Facility of Grenoble, have shown the formation of deposition layers and the effect of the US on the filtration of solutions of industrial interest, through of small angles X-rays scattering (SAXS). The aim of this study was to evaluate the effect of the coupling of the US to a tangential filtration pilot on the process performance, physicochemical properties and microbiological stability of clarified jackfruit juice. The project was divided into 5 steps: 1) Enzymatic hydrolysis: An enzymatic treatment was optimized by response surface methodology. The factors time (1,2 and 3 h) and enzymatic concentration (1, 2 and 3%) had as a response: reducing sugars and viscosity. 2) Stabilization by spray drying: 2 maltodextrin concentrations were evaluated for spray drying of the hydrolyzed juice (110 °C, 8.3 mL.min<sup>-1</sup> and 0.3 Mpa) and jackfruit pulp (110 °C, 16.8 mL.min<sup>-1</sup> and 0.2 Mpa) through drying performance and rheological behavior. 3) Microfiltration with US (preventive mode): Laboratory-level microfiltration of the reconstituted juice was evaluated by the influence of pore size (0.1 and 0.22 µm, flat PVDF), tangential flow (0.5 and 0.3 L / min) and the US application (with / without) (20 kHz; 8 W.cm<sup>-2</sup>), on the flux and the physicochemical properties of the juice; afterwards, the best conditions were tested in a pilot-level system (TAMI 60 cm) with / without US (35kHz; 27 W.cm<sup>-2</sup>). 4) Elucidation of pectin clogging and US action (corrective mode) by SAXS: Microfiltration experiments of a model juice (12% sucrose, 0.6% citric acid and 0.75% pectin) were performed in a filtration cell coupled to US and SAXS. 5) Microbiological analysis and physicochemical properties of clarified juice with and without US in the pilot system. Results: Celluzyme® + Pectinex ultra pulp® enzymes (1%; 3h) allowed a 94.5% reduction in viscosity. In addition, the response surface methodology indicated that its decrease depended on the incubation time, due to the content of pectin in the jackfruit pulp (3.2 to 5.8%), mainly responsible for the viscosity. On the contrary, the increase in reducing sugars depended on the enzyme concentration, since, by increasing the amount of enzyme, greater carbohydrate depolymerization occurred. In spray drying, the best treatment for jackfruit pulp and hydrolyzed juice was 25 and 50% maltodextrin concentration, with a drying yield of 57 and 74% respectively, without affecting its rheological behavior. Microfiltration with the 0.1µm membrane and US, showed a coupled effect between the feed flow and the US, by doubling the flux at low transmembrane pressures. On the other hand, in the filtration with the 0.22 µm membrane, the immediate decrease of the flux was observed, related to the particle size, since these when passing through the pore, induced its obstruction and subsequent formation of the deposition layer, while the US, as the transmembrane pressure increased (1.2 bar), induced the microbubbles formation, which involved displacing the particles on the membrane surface. In addition, the US retained the physicochemical properties determined in the treated juice and promoted the release of compounds of interest, under study conditions. In the pilot filtration system, flux increased with the US, but a decrease in total carotenoids and microorganisms of clarified juice was observed in relation to the mode of application. The measures of the SAXS during the microfiltration of the model juice revealed for the first time the accumulation of pectin on the surface of the membrane inducing a decrease in flux, also, it was evident the synergistic effect between the tangential flow and the US for the reduction of concentrated layers.

**Keywords:** Microfiltration, Ultrasound, Jackfruit juice, Pectin, SAXS, Physicochemical Properties.

## CONTENIDO

INDICE DE CUADROS .....	xiii
INDICE DE FIGURAS .....	xiv
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1. ANTECEDENTES .....	3
1.1 Características generales del fruto de jaca ( <i>Artocarpus heterophyllus</i> L.).....	3
1.1.1 Composición química y compuestos de interés.....	3
1.1.2 Producción Nacional .....	5
1.1.3 Industrialización .....	5
1.2 Hidrólisis enzimática.....	6
1.3 Tecnología de filtración con membranas (TFM).....	8
1.3.1 Modos de filtración tangencial y frontal.....	9
1.3.2 Membranas de Filtración.....	9
1.3.3 Permeabilidad de la membrana.....	10
1.3.4 Colmatación de la membrana .....	10
1.3.5 Condiciones de Operación.....	12
1.3.5.1 Presión transmembrana.....	12
1.3.5.2 Temperatura.....	12
1.3.5.3 Velocidad de recirculación .....	12
1.3.6 Tecnología de filtración con membranas en el procesamiento de jugos .....	13
1.4 Ultrasonido .....	15
1.4.1 El ultrasonido en alimentos .....	16
1.4.2 Filtración asistida por ultrasonido .....	18
1.5 Elucidación de la efectividad de la filtración asistida por US a través de dispersión de rayos X a ángulos pequeños (SAXS) in-situ y en tiempo real. ....	22
1.5.1 Dispersión de rayos-X a ángulos pequeños (Small angle X-ray Scattering SAXS). ....	23
1.5.2 Principio del SAXS (Small angle X-ray scattering).....	24
1.5.3 Factor de forma.....	26
1.5.4 Factor estructura .....	26
1.5.5 Intensidad dispersa .....	27
1.6 Reometría .....	28
1.6.1 Principios generales.....	28
1.6.2 Comportamiento de flujo de diferentes tipos de líquidos .....	30
CAPÍTULO 2. JUSTIFICACIÓN.....	34
CAPÍTULO 3. HIPÓTESIS .....	35

CAPÍTULO 4. OBJETIVOS .....	36
4.1 Objetivo general .....	36
4.2 Objetivos específicos.....	36
CAPÍTULO 5. METODOLOGÍA GENERAL .....	37
5.1 Materiales .....	37
5.1.1 Enzimas .....	37
5.1.2 Pulpa de jaca.....	37
5.1.3 Solución modelo de pectina.....	37
5.1.4 Membranas .....	37
5.1.5 Sistema de filtración .....	38
5.2 Métodos.....	40
5.2.1 Diseños experimentales .....	40
5.2.1.1 Primera etapa: Hidrólisis y optimización enzimática de la pulpa de jaca. ....	41
5.2.1.2 Segunda etapa: Estabilización de la pulpa de jaca mediante secado por aspersión. ....	42
5.2.1.3 Tercera etapa: Microfiltración en flujo tangencial del jugo de jaca tratado con /sin ultrasonido (US).....	42
5.2.1.4 Cuarta etapa: Estudio de la colmatación de las pectinas y de acción de los US durante la clarificación de jugo de jaca. ....	43
5.2.1.5 Quinta etapa: Análisis fisicoquímicos y microbiológicos del jugo clarificado de jaca en el piloto.....	44
5.3 Metodología .....	44
5.3.1 Color.....	44
5.3.2 Determinación de humedad.....	44
5.3.3 Determinación de la actividad de agua ( $a_w$ ).....	45
5.3.4 Determinación de cenizas.....	46
5.3.5 Carbohidratos totales .....	46
5.3.6 Determinación de pH.....	47
5.3.7 Determinación de Acidez Titulable.....	47
5.3.8 Turbidez.....	47
5.3.9 Sólidos Solubles Totales.....	48
5.3.10 Carotenoides totales.....	48
5.3.11 Estimación de ácido ascórbico (vitamina C) .....	49
5.3.12 Mediciones reológicas .....	49
5.3.13 Determinación de azúcares reductores .....	50
5.3.14 Cuantificación de carbohidratos por cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC) .....	50
5.3.15 Análisis microbiológicos .....	51
5.4. Proceso de microfiltración .....	52

5.4.1 Determinación del Flux .....	52
5.4.2 Carácter de reversibilidad de la colmatación (Espinasse y cols., 2008) .....	52
5.5 Aplicación de ultrasonido.....	53
a)Cálculo de la potencia .....	53
b)Modo de aplicación .....	54
5.6 SAXS condiciones de medición y análisis .....	54
5.7 Estudio del mecanismo de colmatación de las pectinas y de acción de los ultrasonidos en la clarificación de jugos.....	57
<b>CAPÍTULO 6. RESULTADOS Y DISCUSIONES.....</b>	<b>59</b>
6.1 Rheological and physicochemical stability of hydrolyzed jackfruit juice ( <i>Artocarpus heterophyllus</i> L.) processed by spray drying.....	59
6.1.1 Introducción.....	59
6.2 Microfiltration of jackfruit juice ( <i>Artocarpus heterophyllus</i> L.) assisted by ultrasound: Effect of operating conditions on process performances, physicochemical properties, and fouling reversibility. ....	71
6.2.1 Introducción.....	71
6.3. Microfiltración en piloto de filtración acoplado a ultrasonidos .....	95
6.4 Estudio del mecanismo de colmatación de las pectinas y de acción de los ultrasonidos en la clarificación de jugos.....	101
<b>CAPÍTULO 7. CONCLUSIÓN GENERAL Y PERSPECTIVAS DE INVESTIGACIÓN .....</b>	<b>111</b>
7.1 Conclusión General .....	111
7.2 Perspectivas de Investigación.....	112
<b>CAPÍTULO 8. BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>115</b>
<b>CAPÍTULO 9. ANEXOS .....</b>	<b>121</b>
9.1 Abreviaturas .....	121
9.2 Unidades.....	123

## INDICE DE CUADROS

Cuadro 1.1 Composición de la parte comestible (100 g porción comestible) de bulbos de jaca (base húmeda).....	4
Cuadro 1.2 Estudios previos de hidrólisis enzimática en frutos.....	7
Cuadro 1.3 Jugos de fruta tratadas con microfiltración.....	13
Cuadro 1.4 Jugos de frutas tratados con US.....	17
Cuadro 5.1 Diferentes términos para describir la potencia ultrasónica y su valor respectivo.....	54
Table 1. Values of correlation coefficient ( $R^2$ ) and k based on the Hermia model at different transmembrane pressure during the microfiltration jackfruit treated with and without US.....	82
Table 2 US effect on the physicochemical parameters and compounds of interest of clarified and retained jackfruit juice collected after entire Espinasse procedure.....	89
Cuadro 6.3.1 Análisis fisicoquímicos del jugo retenido (JR) y jugo clarificado (JC) de la filtración tangencial en el piloto (P) acoplado a US modo preventivo.....	97
Cuadro 6.3.2 Análisis microbiológico del jugo retenido (JR) y jugo clarificado (JC) de la filtración tangencial en el piloto (P) acoplado a US modo preventivo.....	100

## INDICE DE FIGURAS

Figure 1 Fruit de jaca ( <i>Artocarpus heterophyllus</i> L.).....	i
Figure 2 Différentes tâches principales de la thèse en co tutelle.....	iii
Figura 1.1 Fruto de jaca ( <i>Artocarpus heterophyllus</i> L.).....	3
Figura 1.2 Cavitación inducida por ultrasonido (Cheng y cols., 2015).....	16
Figura 1.3 Comportamiento de partículas en un sistema filtración en flujo tangencial A) sin ultrasonido, B) con ultrasonido (Chemat y cols., 2011). ....	19
Figura 1.4 Diagrama de sistema de filtración en flujo tangencial asistido con ultrasonido en baño de agua (Kobayashi y cols., 1999).....	20
Figura 1.5 Celda de filtración tangencial acoplado a ultrasonido “In situ” (Hengl y cols., 2014). ....	21
Figura 1.6 Funcionamiento del sincrotrón ESRF (EPSIM 3D/JF Santarelli, 2005). ....	24
Figura 1.7 Dispersión elástica (Jin, 2014). ....	25
Figura 1.8 Perfil del SAXS (rojo) de la dispersión concentrada: un producto del factor forma (punteado verde) de una sola partícula con el factor estructura (delineado azul) de las partículas vecinas (Jin, 2014). ....	27
Figura 1.9 Representación esquemática de medición reológica (David y cols., 2008). ....	30
Figura 1.10 Comportamiento reológico de diferentes fluidos, a) curva de estrés, b) curva de viscosidad (Jin, 2014). ....	30
Figura 1.11 Cambio microestructural de una dispersión coloidal entre diferentes comportamientos al flujo (Wagner y Brady, 2009). ....	33
Figura 5.1 Sistema de filtración tangencial acoplado a ultrasonido (20kHz) nivel laboratorio: a) Diagrama y b) foto del piloto.....	39
Figura 5.2 Diagrama del sistema de filtración tangencial piloto acoplado a ultrasonido (35 kHz), utilizado en el “Laboratoire de Rhéologie et Procédés”.....	40
Figura 5.3 Etapas de investigación de la tesis en cotutela.....	41
Figura 5.4 Diagrama de la metodología propuesta por Espinasse y cols. (2008) para la determinación del carácter reversible de la colmatación. ....	53
Figura 5.5 a) Espectros de difusión 2D de la pectina a distintas concentraciones, b) integrados en una curva de intensidad difundida en función del vector de onda en modo log-log y c) asociados a través de la curva intensidad difundida contra concentración de pectina. ....	56
Figura 5.6 a) Medición del SAXS in-situ b) en la celda de filtración tangencial con ultrasonido c), durante el proceso de microfiltración (Adaptado de Pignon y cols. (2012)). ....	57

Figura 5.7 Perfil de concentración de pectinas durante la filtración tangencial obtenido por SAXS. ....	58
Figure 1 Diagram of tangential filtration process coupled to ultrasound (20 kHz) device (laboratory level) and provided with a flowmeter (FI), pressure (P) and temperature (T) sensors. ....	76
Figure 2 Influence of transmembrane pressure, feed cross flow (0.3 and 0.5 L.min <sup>-1</sup> ), pore size ( $D_{\text{pore}}=0.1$ and 0.22 $\mu\text{m}$ ) membrane (PVDF) and ultrasound (20kHz, 70% amplitude, 1.65 W.cm <sup>-2</sup> ) application (with and without) in preventive mode, on the permeate flux in the microfiltration of jackfruit juice at 25°C. Different letters between bars indicate significant difference between treatments ( $p < 0.05$ ). ....	81
Figure 3 Permeation flux against the transmembrane pressure variation and time with 0.1 $\mu\text{m}$ membrane (PVDF) at two feed flows a) 0.3 and b) 0.5 L.min <sup>-1</sup> without and with US (20kHz, 70% amplitude, 1.65 W.cm <sup>-2</sup> ) in preventive mode at 25 °C. ....	86
Figure 4 Permeation flux against the transmembrane pressure and time with 0.22 $\mu\text{m}$ membrane (PVDF) at two feed flows a) 0.3 and b) 0.5 L.min <sup>-1</sup> without and with US (20kHz, 70% amplitude, 1.65 W.cm <sup>-2</sup> ) in preventive mode at 25 °C.....	87
Figura 6.3 Flux en función del tiempo en sistema piloto de filtración tangencial a 50 kg.h <sup>-1</sup> , 0.5 Bar y 20 °C. ....	96
Figura 6.4 Flux en función del tiempo de la filtración tangencial (celda) de jugo modelo a) sin (12% sacarosa y 0.6% ácido cítrico) y b) con pectina 1.5%, mediante la metodología de Espinasse y cols. (2008) a 0.5 L.min <sup>-1</sup> en una membrana 0.1 $\mu\text{m}$ PVDF.....	102
Figura 6.5 Flux contra tiempo del proceso de filtración de jugo modelo de pectina, a baja velocidad de alimentación, experimento en el ESRF (0.06L.min <sup>-1</sup> , 1.2 bar, membrana 0.1 $\mu\text{m}$ PVDF). ....	103
Figura 6.6 a) Concentración en función de la distancia sobre la membrana (0.1 $\mu\text{m}$ , PVDF), medido con SAXS y b) espectros de difusión correspondientes a la duración del proceso de filtración (Bajo filtración, a 0.06 L.min <sup>-1</sup> , 1.2bar)....	104
Figura 6.7 a) Concentración en función de la distancia sobre la membrana (0.1 $\mu\text{m}$ , PVDF), medido a lo largo de la membrana y b) espectros de difusión correspondientes (Bajo filtración 0.06 L.min <sup>-1</sup> , 1.2 bar).....	105
Figura 6.8 Extraído de la tesis de Rey (2017): Campo de vector de velocidad durante un flujo en la celda de filtración obtenido por micro- PIV, Q= 0.2 L.min <sup>-1</sup> , PTM=1.1 bar, T=25°C.....	106

Figura 6.9 Perfil de concentración del efecto del US (20 kHz, 2.86 W.cm <sup>-2</sup> ) en modo correctivo después de la formación de la capa de deposición (bajo filtración, 0.06 L.min <sup>-1</sup> , 1.2 bar, membrana 0.1 μm PVDF).....	107
Figura 6.10 Flux contra tiempo del proceso de filtración (Bajo filtración, 0.06 L.min <sup>-1</sup> , 1.2 bar, membrana 0.1 μm PVDF) de jugo modelo de pectina, variación del flujo de alimentación (0.06 a 0.48 L.min <sup>-1</sup> ) y aplicación de US (20 kHz, 2.86 W.cm <sup>-2</sup> ), experimento en el ESRF.....	108
Figura 6.11 a) Perfil de concentración contra distancia de la membrana (0.1 μm PVDF) del efecto de los US (20 kHz, 2.86 W.cm <sup>-2</sup> ) y el flujo de alimentación sobre la disminución de la concentración de pectina y b) gráfica de espectros de difusión correspondientes (Bajo filtración, 0.06 a 0.48 L.min <sup>-1</sup> , 1.2 bar).....	109



# INTRODUCCIÓN

---

## INTRODUCCIÓN

La jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.) es un fruto tropical proveniente de la India que fue introducido a México en 1997. Nayarit es el principal productor a nivel nacional con una producción de 22, 193 toneladas anuales (SIAP, 2017), de las cuales el 90.5% es destinada a exportación (SIAP, 2016), sin embargo, se han encontrado algunas dificultades durante el transporte y conservación en fresco, asociado a enfermedades poscosecha y vida de anaquel corta. Debido a lo anterior, es indispensable encontrar una alternativa para su industrialización, ya que este fruto ha tomado una importancia económica a nivel internacional cada vez mayor en el mercado de jugos exóticos (Bicas y cols., 2011; SIAP, 2016). El procesamiento de jugos de frutas requiere de la pasteurización para la reducción de carga microbiana y la obtención de productos microbiológicamente estables, sin embargo, los compuestos aromáticos y termolábiles son afectados, ocasionando la modificación de las características fisicoquímicas y la pérdida de compuestos funcionales del jugo fresco. La tecnología de filtración con membranas (TFM) ha demostrado ser una tecnología adecuada para la elaboración de jugos clarificados microbiológicamente estables, donde su acoplamiento con otras tecnologías no térmicas, permiten la conservación de alimentos por periodos mayores a 6 meses, similares a la pasteurización (Laorko y cols., 2013), con la ventaja de la conservación de compuestos bioactivos y perfiles sensoriales de los jugos frescos (Liu, 2005). Sin embargo, en el procesamiento de jugos pulposos con alta viscosidad, como es el caso de la pulpa de jaca, la TFM requiere pretratamientos enzimáticos para mejorar el rendimiento de proceso y reducir los fenómenos de colmatación de las membranas de filtración, que disminuyen en gran medida el rendimiento de filtración. Algunos estudios sobre jugo de jaca pretratado enzimáticamente, han reportado flux de permeado de  $25.32 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  utilizando una membrana de  $0.22\mu\text{m}$  (2 bar,  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) (Chauhan y cols., 2004; Chauhan y cols., 2010). En este sentido, Navarrete (2014) reportó un flux de  $54.98 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  en una membrana de  $0.45\mu\text{m}$  con una colmatación irreversible del 30%. A fin reducir los fenómenos de colmatación y mantener rendimientos altos de permeado durante el proceso, se han implementado métodos de limpieza, los cuales presentan algunas limitaciones, sobre todo a nivel industrial. Por lo que se ha propuesto el acoplamiento de ultrasonido (US) en sistemas de filtración por

membranas, a fin de reducir el problema de colmatación y lograr mayor rendimiento del proceso (Behrend and Schubert, 2001; Chemat y cols., 2011; Knorr y cols., 2004), sin embargo, existe poca información de la aplicación de estos sistemas acoplados en sistemas alimentarios complejos como los jugos pulposos de fruta. En este sentido, la literatura señala a las pectinas como la principal causante de la colmatación durante la clarificación de jugos, no obstante, a la fecha no existen estudios que hayan sido capaces de evidenciar la formación de la capa de deposición en la superficie de la membrana. Así, en el "Laboratoire Rhéologie et Procédés" se patentó un dispositivo de filtración acoplado con US que a través de la irradiación de Rayos X a ángulos pequeños de difracción (small angle x-ray scattering: SAXS) in-situ, permite la cuantificación de los sólidos en la superficie de la membrana (colmatación) durante el proceso de filtración y en tiempo real (Pignon y cols., 2012).

En este contexto, en el presente proyecto se planteó el estudio del efecto del acoplamiento del ultrasonido a un piloto de microfiltración tangencial sobre el rendimiento de proceso, propiedades fisicoquímicas y calidad microbiológica del jugo clarificado de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L).

1

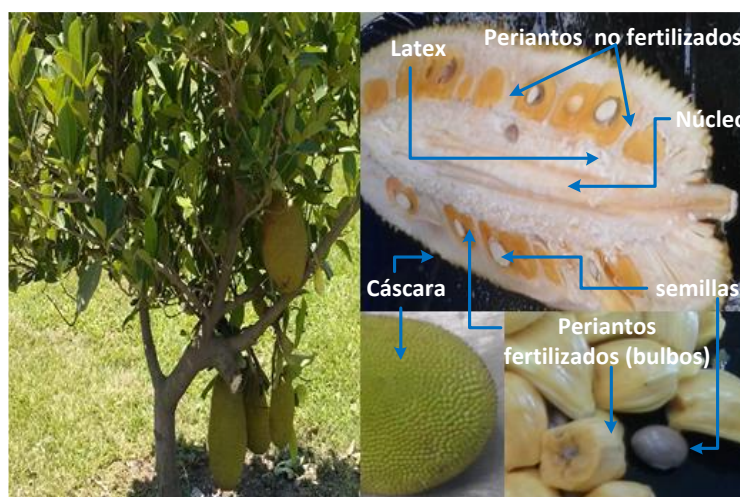
ANTECEDENTES

---

## CAPÍTULO 1. ANTECEDENTES

1.1 Características generales del fruto de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.)

La jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.) es una matriz que contiene múltiples frutos verdaderos conocidos generalmente como “bulbos”, es de forma oblongo-cilíndricos, mide generalmente 30-40 cm de longitud con un peso que oscila entre 4.5-50 kg (Morton, 1987), con una corteza exterior arreglada hexagonalmente que va de verde a amarillo-marrón de acuerdo al estado de madurez, rodeando el carpelo cónico de ápices que cubre una gruesa goma de color blanquecina a amarillenta (Figura 1.1). Los bulbos se mantienen unidos por un fibroso núcleo central; su sabor va de ácido a dulce en madurez de consumo con ligero sabor a plátano. Se considera, dentro de los frutos tropicales como un tipo climatérico, con una velocidad de producción de CO<sub>2</sub> de 50-55 mL·kg<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup> a 20°C; siendo, por tanto, una fruta perecedera con vida de anaquel corta (Biale and Baccus, 1970).



**Figura 1.1** Fruto de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.)

## 1.1.1 Composición química y compuestos de interés

Los bulbos de jaca son fuente rica de hidratos de carbono, minerales, ácidos carboxílicos, fibra dietética, ácido ascórbico, flavonoides, esteroides ácidos, taninos,

tiamina y carotenoides (Cuadro 1.1) (Arung y cols., 2007; de Faria y cols., 2009). Se ha reportado la presencia de 14 carotenoides en concentraciones de 129 a 150 g / 100 g, dentro de los cuales los más abundantes son all-trans-luteína (24-44%), all-trans- $\beta$ -caroteno (24-30%), all-trans-neoxantina (4-19%), 9-cis-neoxantina (4-9%) y 9-cis-violaxanthin (4-10%) (Chandrika y cols., 2004; de Faria y cols., 2009). Sin embargo, su concentración cambia con la variedad del cultivo, temporada de cosecha o lugar (Arung y cols., 2007; Goswami y cols., 2011).

**Cuadro 1.1** Composición de la parte comestible (100 g porción comestible) de bulbos de jaca (base húmeda).

<b>Composición</b>	<b>Fruta joven</b>	<b>Fruta madura</b>	<b>Semilla</b>
Agua (g)	76.2-85.2	72.0-94.0	51.0-64.2
Proteína (g)	2.0-2.6	1.2-1.9	6.6-7.04
Grasa (g)	0.1-0.6	0.1-0.4	0.40-0.43
Carbohidratos (g)	9.4-11.5	16.0-25.4	25.8-38.4
Fibra (g)	2.6-3.6	1.0-1.5	1.0-1.5
Azúcares totales (g)	-----	20.6	-----
Minerales totales (g)	0.9	0.87-0.9	0.9-1.2
Calcio (mg)	30.0-73.2	20.0-37.0	50
Magnesio (mg)	-----	27	54
Fósforo (mg)	20.0-57.2	38.0-41.0	38.0-97.0
Potasio (mg)	287-323	191-407	246
Sodio (mg)	3.0-35.0	2.0-41.0	63.2
Hierro (mg)	0.4-1.9	0.5-1.1	1.5
Vitamina A (IU)	30	175-540	10-17
Tiamina (mg)	0.05-0.15	0.03-0.09	0.25
Riboflavina (mg)	0.05-0.2	0.05-0.4	0.11-0.3
Vitamina C (mg)	12.0-14.0	7.0-10.0	11
Energía (KJ)	50-210	88-410	133-139

**Fuente:** Haq (2006)

Otro componente importante de la jaca son las pectinas, las cuales se encuentran en todas las partes de la fruta, reportándose un contenido de 3.2 a 5.8 % de pectato de calcio en bulbos, seguido de 3.06-4.6% en semillas, 2.86-3.64% en la corteza, 1.95-2.23% en los núcleos y 1.02-2.66% en flores abortadas “periantos o frutos no fertilizados” (Haq, 2006).

### **1.1.2 Producción Nacional**

La jaca fue introducida en México en 1997, sembrada principalmente en los estados de Colima, Jalisco, Michoacán, Sinaloa, Veracruz y Nayarit, con un valor de la producción de casi 143.950 millones de pesos de una producción anual de 22,192 ton, de la cual el 91.7% corresponde al estado de Nayarit (20,360.33 ton) (SIAP, 2017). Se ha reportado un incremento de su exportación entre año 2011 y 2016 del 114%, siendo los principales países destino Estados Unidos y Canadá, donde Nayarit participa con el 90.5% de su producción anual (SIAP, 2016). Sin embargo, se han encontrado algunas dificultades durante el transporte y conservación una vez llegado al país destino, asociado a enfermedades poscosecha y vida de anaquel corta, por lo que resulta importante tomar medidas apropiadas para su comercialización en fresco o bien para su transformación en productos industrializados.

### **1.1.3 Industrialización**

Se han propuesto algunas alternativas de industrialización para el aprovechamiento del fruto de jaca en salsas picantes, jaleas, caramelos y bebidas (Haq, 2006; Corley, 2007). Sin embargo, aún no se han implementado procesos de transformación adecuados, por lo que resulta indispensable y conveniente la aplicación de métodos de procesamiento que coadyuven al aprovechamiento de dicho recurso (Ulloa y cols., 2007).

En los últimos años, debido al aumento global del consumo de jugos de frutas naturales, estos han adquirido gran importancia económica y comercial en las regiones tropicales, especialmente en el mercado de jugos exóticos naturales (Bhat, 2000; Bicas y cols., 2011). Los jugos naturales deben poseer color, aroma y sabor característico de las frutas de las que provienen, aunque su elaboración involucre un precio similar al de los jugos pasteurizados; además su precio en el mercado es generalmente mayor debido a que el consumidor valora principalmente su calidad nutricional y sensorial (sabor natural). No obstante, para la producción de jugos frescos de calidad se requieren métodos que implican la manipulación cuidadosa de la materia prima en su extracción, clarificación y/o estabilización (Bhat, 2000; Manca y cols., 2006). Por otra parte, en el procesamiento de jugos pulposos como lo es el jugo de jaca, existen algunas

problemáticas asociadas al contenido de polisacáridos como hemicelulosas, almidón, pectina, celulosa y lignina (Lee y cols., 2006), que le otorgan al jugo características de turbidez y viscosidad altos, por lo que tienden a precipitar durante el almacenamiento. Esto se puede mejorar con la adición de enzimas hidrolíticas para despolimerizar la pared celular y lograr así la disminución de la viscosidad, mejorando su manejo durante el proceso de filtración, además de otorgarle mayor estabilidad y apariencia homogénea al producto final para obtener jugos clarificados de calidad (Bhat, 2000).

## **1.2 Hidrólisis enzimática**

La pared celular de los frutos se compone de sustancias pécticas, celulosa, xiloglucanos, xilanos, arabinoxilanos, arabinanos, arabinogalactanos, galactanos, glucanos, (galacto)-glucomananos, glicoproteínas y lignina. De las cuales, las pécticas constituyen desde 0.5% a un 35% del peso húmedo del material vegetal (Jayani y cols., 2005). En la elaboración de jugos clarificados, estos constituyentes hacen que sean altamente viscosos, causando problemas en los procesos de clarificación (Rai y cols., 2007). En este sentido, la hidrólisis es uno de los métodos comúnmente más empleados para la reducción de la viscosidad, dentro de las cuales existen la hidrólisis ácida (Lu and Hsieh, 2012; Tonoli y cols., 2012; Zuluaga y cols., 2009) e hidrólisis enzimática (Satyamurthy y cols., 2011; Woehl y cols., 2010). Así, la hidrólisis ácida es corrosiva y puede modificar la superficie de la celulosa y producir desechos químicos (Satyamurthy y cols., 2011). Por su parte los tratamientos enzimáticos son menos agresivos, ya que ayudan a separar las fibras de celulosa de la pared celular (Tonoli y cols., 2012), además de que constituyen un proceso amigable con el medio ambiente, que puede reducir potencialmente los costos operativos y mejorar la eficiencia del proceso (Meyabadi and Dadashian, 2012; Siqueira y cols., 2010; Yu y cols., 2008).

La hidrólisis enzimática es dependiente de varios factores fisicoquímicos como concentración de la enzima, temperatura y tiempo de incubación (Rai y cols., 2004). Sin embargo, Sin y cols. (2006) reportan que la concentración de la enzima es el principal factor de influencia en la clarificación enzimática y costo de operación. Por otra parte, la gran diversidad de componentes pécticos juegan un papel importante en la selección de las enzimas, ya que le confieren a cada fruto características específicas,



razón por la cual es importante la evaluación de mezclas enzimáticas que maximicen el rendimiento de los procesos (Bejarano y cols., 2011).

Se ha reportado la combinación de enzimas para el macerando, extracción y clarificación de jugo de frutas como maracuyá (Vaillant y cols., 1999), plátano (Lee y cols., 2006), papaya (Chauhan y cols., 2004), kiwi, cítricos (Dhiman y cols., 2011), manzana (Nagar y cols., 2012; Renard y cols., 1991), piña (Nagar y cols., 2012; Pal and Khanum, 2011) y jaca (Chauhan y cols., 2004; Navarrete, 2014), donde se ha encontrado un aumento en el rendimiento, la claridad y la disminución de la viscosidad (Cuadro 1.2), por el uso de enzimas hidrolíticas en el fruto.

**Cuadro 1.2** Estudios previos de hidrólisis enzimática en frutos.

Fruto	Enzima	Condiciones	Resultados	Referencia
Maracuyá	Rapidase pomaliq 2F	CE : 0.1 mL t:1 h a T:30°C	46.67% reducción de $\eta$	Vaillant y cols. (1999)
Mango, piña, naranja, zarzamora de castilla, tangerina.	Rapidase pomaliq 2F	CE: 0.1 mL, 1 h a 30°C	Reducción de sólidos 30 a 60%	Vaillant y cols. (2001)
Manzana	Xilanasa	Manzana : CE : 15 IU/g t :30 min T : 40 °C	Manzana Incremento: 22% Claridad 4% de AR Redujo: 11.4 % de $\eta$	Nagar y cols. (2012)
Papaya	Pectinasa (Actividad poligalacturonasa 1590 U.mL <sup>-1</sup> )	CE : 0.85% t : 170 min T : 40 °C	Rendimiento 81.8%	Chauhan y cols. (2004)
Jaca		CE : 0.8% t : 155min T : 40°C	Reducción de 49% de SIA redujo 94.6% la $\eta$	
Piña	Xilanasa	Piña : CE : 10 IU/g t : 60 min T : 40 °C	Piña Incremento 22.5% de AR Redujo: 15% de $\eta$	Nagar y cols. (2012)

Continúa

				Continua
Jaca (Pulpa/Agua=1:1)	Exopectinasa y celulasa (1:1v/v)	CE :1% t : 2.6 h T : 37°C a 200rpm	% de hidrólisis 58% Incremento: 10.22% de AR Redujo: 51% de SIA	Navarrete (2014)

**Nota:** CE: concentración enzimática; t: tiempo; T: temperatura; SIA: Sólidos insolubles en alcohol; AR: azúcares reductores;  $\eta$ : viscosidad.

Por su parte Sreenath y cols. (1994) reportaron la disminución del 23% de la viscosidad en jugo de piña con pectinasas y celulasas, además, la no aceptación sensorial del producto en comparación con el jugo no tratado.

Adicionalmente, algunos estudios reportan el uso de tratamientos térmicos para la eliminación de microorganismos e inactivación de la enzima; antes y después de la hidrólisis enzimática. Los tratamientos térmicos convencionales garantizan la seguridad e incrementan la vida de anaquel de los jugos de fruta, sin embargo, estos procesos causan cambios indeseables en su calidad sensorial y la pérdida de compuestos termolábiles. La tecnología de filtración con membranas es un proceso eficaz que reduce la pérdida de la calidad sensorial y permite la conservación de compuestos termolábiles (Cassano y cols., 2007).

### 1.3 Tecnología de filtración con membranas (TFM)

Los procesos de filtración con membrana, son considerados una tecnología emergente de separación, debido a su constante evolución tecnológica, lo cual permite aplicaciones multidisciplinarias. Se basan en diferentes mecanismos de separación (tamaño, forma, concentración y carga principalmente), en donde una membrana actúa como barrera de permeabilidad selectiva, separando objetivamente componentes de interés de la materia prima, que es logrado a través de la aplicación de una fuerza motriz de separación (principalmente un gradiente de presión) en el proceso (Liu, 2005).

Entre los procesos de filtración baromembranarios, la microfiltración (MF) con diámetros de poro de 2 a 0.1  $\mu\text{m}$ , se ha utilizado con éxito en la industria de alimentos

para la separación de bacterias o partículas en fluidos alimentarios. La MF ha sido utilizada para separar bacterias en leche, cerveza y procesamiento de bebidas clarificadas como jugos vegetales o de frutas (Braddock, 1982).

### **1.3.1 Modos de filtración tangencial y frontal**

Existen dos modalidades de filtración: la frontal y la tangencial. El primero consiste en el paso de la alimentación de manera perpendicular a la membrana y solo hay una corriente influente (la alimentación) y un efluente (el filtrado). En el modo de operación frontal, los contaminantes suspendidos en la corriente de alimentación se acumulan en la superficie de la membrana y se mantienen en su lugar por las fuerzas hidráulicas que actúan perpendicular a la membrana, formando una capa de deposición. Por otro lado, la filtración tangencial, actúa a través de una fuerza de arrastre, ya sea líquido o aire, aplicada paralelamente (tangencial) a la superficie de la membrana y penetra a través de ella debido a una diferencia de presión (conocida como presión transmembrana PTM) que actúa durante la producción del filtrado de manera continua o intermitente. El objetivo de operar en este modo es disminuir al mínimo la acumulación de contaminantes en la superficie de la membrana o capa límite, reduciendo así el ensuciamiento (Charcosset, 2006).

### **1.3.2 Membranas de Filtración**

Las membranas pueden clasificarse acorde con los materiales con los que han sido elaboradas como membranas inorgánicas (cerámicas, metálicas, vítreas, zeolíticas) y orgánicas, elaboradas principalmente de materiales poliméricos tales como celulosa, polisulfona, poliacrilonitrilo (PAN), fluoruro de polivinilideno (PVDF), poliéter cetona (PEK), poliamida (PI), etc. Las membranas deben cumplir con características específicas como: termoestabilidad, durabilidad química, propiedades de resistencia mecánica, resistencia a la erosión microbiana, resistencia a la oxidación y resistencia a los ácidos y bases (Sun y cols., 2013).

Gran parte de las membranas utilizadas en la industria presentan una estructura asimétrica, es decir, están compuestas por dos capas; la capa superior y la inferior, por su parte la capa superior es más densa y de un espesor entre 0.1 y 1.5  $\mu\text{m}$ , mientras la inferior es una capa porosa. La capa inferior juega el papel de soporte confiriéndole a la membrana resistencia mecánica, mientras la superior es de vital importancia en los procesos de filtración ya que el material que la compone define la permeabilidad de la membrana.

### **1.3.3 Permeabilidad de la membrana**

Este parámetro se puede determinar mediante la medición del flux de permeado durante una filtración con un solvente (generalmente agua) a distintas presiones transmembrana. La variación es lineal y sigue la ley de Darcy (Ec 1):

$$J_w = L_p \cdot P_{TM} \quad \text{Ec. 1}$$

Dónde  $J_w$  es el flux volumétrico específico del agua pura que pasa a través de la membrana ( $\text{m}^3 \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ),  $P_{TM}$  es la presión transmembrana (Pa) y  $L_p$  es la permeabilidad hidráulica de la membrana probada ( $\text{m}^3 \cdot \text{m}^2 \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ).

La permeabilidad al agua de una membrana nueva, define su referencia, ya que se espera que este valor sea recuperado después de cada experimento y no reduzca más del 20%. Sin embargo, frecuentemente se observa un decremento de la permeabilidad y por ende del rendimiento durante el proceso de filtración, causado por la colmatación de la membrana (Jin, 2014).

### **1.3.4 Colmatación de la membrana**

La colmatación de las membranas ha sido el mayor reto para la mejora de las operaciones del proceso de membranas y puede ocurrir en consecuencia de varias razones: 1) deposición biológica; la cual, es el crecimiento de especies biológicas sobre la superficie de la membrana, 2) Deposición coloidal; la cual resulta en una pérdida del

flux de permeado a través de la membrana, 3) Deposición orgánica; debido a la deposición de sustancias orgánicas, y 4) escala la cual es definida como la formación de la deposición de precipitados minerales de la corriente de la alimentación a la superficie de la membrana (Durancear, 2001).

La interacción entre los solutos (enlaces cargados, puentes e interacciones hidrofóbicas) y la membrana juegan un papel importante en la deposición de partículas (colmatación), ya que ésta se puede presentar por distintos mecanismos, como son los reportados por El Rayess y cols. (2012):

**Bloqueo completo:** Consiste en la obstrucción de los poros de la membrana por partículas de diámetro similar o más grande que los poros, impidiendo el paso de las partículas.

**Bloqueo estándar:** Donde las partículas se aglomeran directamente en la superficie del poro, contribuyendo al bloqueo y a la acumulación de otras partículas.

**Bloqueo intermediario:** en esta configuración, el diámetro de poro es restringido por la acumulación de partículas más pequeñas en las paredes del poro.

**Formación de la capa de deposición;** en ésta, las partículas se aglomeran en la superficie de la membrana, sin entrar en el interior del poro.

Sin embargo, la disminución del flux no es necesariamente debido a la colmatación. La presión osmótica, compactación de la membrana o la polarización por concentración a causa de los sólidos presentes en la solución de alimentación, también pueden contribuir. Es por ello que la composición de la solución de alimentación (tamaño de partícula, forma y características químicas) es clave en la selección del tipo de membrana y las condiciones de operación para mejorar los procesos (Vigneswaran, 2009).

### 1.3.5 Condiciones de Operación

#### 1.3.5.1 Presión transmembrana

Se define como la presión que empuja el permeado a lo largo de la membrana menos la presión del permeado. Se calcula como el promedio de la presión que existe a ambos lados de la membrana (entrada y salida) menos la presión del permeado (Ec. 2); la cual generalmente tiene un valor muy cercano a 0, razón por la cual este parámetro es ignorado (Girard y Fukumoto, 2000).

$$PTM = \frac{(P_a + P_R)}{2} - P_p \quad \text{Ec. 2}$$

Dónde PTM es la presión transmembrana (bar),  $P_a$  es la presión en la alimentación o entrada de la membrana (bar),  $P_R$  es la presión en el retenido o salida de la membrana (bar) y  $P_p$  representa la presión en el permeado (bar).

#### 1.3.5.2 Temperatura

La temperatura tiene un efecto directamente proporcional con el flujo de permeado, esto se da porque los líquidos disminuyen su viscosidad con el aumento de la temperatura (Cheryan, 1998). El límite máximo de temperatura a utilizar en jugos de frutas estará determinado por el efecto que cause en la calidad nutricional y sensorial del producto final (Vaillant y cols., 2004).

#### 1.3.5.3 Velocidad de recirculación

Es la velocidad lineal promedio del fluido que circula por el equipo de filtración del lado del retenido. Este factor tiene gran influencia en el flujo del permeado y se acepta que a mayor velocidad de recirculación se obtiene un mayor flux, principalmente por el aumento en la turbulencia que causa un mayor cizallamiento contra la membrana y por ende una menor acumulación de materiales sobre ella (Cheryan, 1998).

### 1.3.6 Tecnología de filtración con membranas en el procesamiento de jugos

La TFM en la industria de jugos de frutas y hortalizas se utiliza principalmente para separar y/o concentrar componentes de un fluido alimentario. El uso de esta tecnología ha permitido reemplazar la evaporación térmica y procesos de pasteurización tradicional, a fin de reducir sustancialmente el daño realizado a compuestos de sabor térmicamente lábiles y mejorar los perfiles sensoriales de los jugos (Cuadro 1.3).

**Cuadro 1.3** Jugos de fruta tratadas con microfiltración.

Fruto	Membrana	Condiciones	Resultados	Referencia
Maracuyá	Cerámica, tubular multicanal: DP: 0.2 $\mu$ m AE: 0.48 m <sup>2</sup>	PE: (0.1 mL Rapidase pomaliq 2F,1 h a 30°C) VF : 7 ms <sup>-1</sup> PTM : 150 kPa T : 36°C	f: 1131 Lh <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup> , FRV: 3 Se conservan PFQ	Vaillant y cols. (1999)
Mango, piña, naranja, zarzamora, maracuyá, tangerina.	Mineral tubular multicanal AE: 0.48 m <sup>2</sup> DP:0.2 $\mu$ m	PE (0.1 mL de Rapidase pomaliq 2F, 1 h a 30°C). VF: 77 ms <sup>-1</sup> PTM: 150 KPa.	FRV óptimo: Mango (1.3), Piña (3.5), Naranja (3.2), zarzamora (3.0), maracuyá (3.0), tangerina (3.5).	Vaillant y cols. (2001)
Melón	Cerámica multicanal AE: 0.24 m <sup>2</sup> DP: 0.2 $\mu$ m	PE (0.03% de pectinasa a 25°C por 1h), 2.8 cps PTM: 150 kPa	f: 80 Lh <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup> FRV=3 Reducción del f a un FRV=1 y 1.5, Turbidez 0.61 NTU Concentración de glucosa, fructosa y sacarosa, retención de $\beta$ -caroteno	Vaillant y cols. (2005)
Jaca ( <i>Artocarpus heterophyllus</i> Lam.)	Cerámica multicanal DP: 0.2 $\mu$ m AE: 0.3 m <sup>2</sup>	PE (Pectinasa CCM 1%, 3h a 40°C) T : 35°C PTM: 2 Bar	FRV=1.5 f: 25.32 kgh <sup>-1</sup> m <sup>2</sup> Retención del 63% de componentes volátiles	Chauhan y cols. (2010)
Piña Sólidos solubles totales (SST): 12.5 °Brix	Fibra hueca de polisulfona, AE: 0.011m <sup>2</sup> , DP: 0.2 $\mu$ m	PE (0.03% de pectinasa a 25°C por 1h), VF: 1.2 m/s T: 20 °C PTM: 1 bar	Vida de anaquel 6 meses, SST: 12.8°Brix Conservó: PFQ	Laorko y cols. (2013)

Continúa

Continua

Jaca ( <i>Artocarpus heterophyllus</i> L)	Plana de PVDF DP: 0.45 $\mu\text{m}$ AE: 0.0134 $\text{m}^2$	PE: (Exopectinasa +celulasa; 1%, 2.6 h a 37°C y 200 rpm) PTM: 3 bar 450 rpm T: 25°C	C: 30.28% f: 25.78 $\text{kg h}^{-1}\text{m}^{-2}$ FRV 5.56 (80% volumen) Reducción microbiana 6.18 log Conservó: PFQ	Navarrete (2014)
--	--	---	---	---------------------

**Nota:** AE: Área efectiva de filtrado; DP: Diámetro de poro; PE: Pretratamiento enzimático; PTM: Presión transmembrana; f: Flux; FRV; Factor de reducción volumétrica; C: Colmatación; VF: Velocidad de flujo; T: Temperatura; PFQ: Propiedades Físicoquímicas.

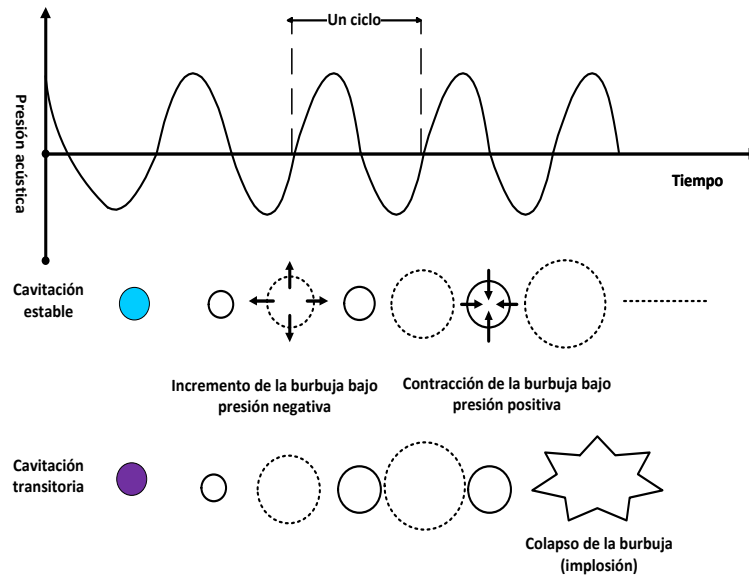
Por otra parte, la clarificación de jugos con alto contenido de pulpa mediante tecnología de filtración con membranas es un gran reto, debido a la alta concentración de sustancias colmatantes en el jugo, las cuales son concentradas en el retenido durante el proceso, así al ser retenidas, se propicia una cinética de colmatación difícil de definir debido a la hidrodinámica de proceso. Se ha reportado en general, que la suspensión de sólidos usualmente responsables de esta colmatación son los polisacáridos de la pared celular de las frutas (Jiraratananon and Chanachai, 1996). El tratamiento enzimático permite disminuir esta problemática y aumentan el flujo de permeado en la microfiltración, ultrafiltración y ósmosis inversa de jugo de frutas y otros líquidos que contienen pectina (Lee, 2006; Vaillant y cols., 2001). Así, se ha confirmado este comportamiento en la filtración de jugo de maracuyá (Vaillant y cols., 1999), mango (Vaillant y cols., 2001), melón (Vaillant y cols., 2005), piña (Laorko y cols., 2013) y jaca (Chauhan y cols., 2004; Chauhan y cols., 2010; Navarrete, 2014). Sin embargo, aunque la hidrólisis disminuye esta problemática, algunas investigaciones con melón reportan la formación de la capa de deposición a un factor de reducción volumétrica (FRV) menor a 1.5 (Vaillant y cols., 2005). En kiwi se ha reportado una colmatación reversible de 29.4% e irreversible de 2.23% usando membranas de 15 kDa (Cassano y cols., 2007) y en jaca de 30.28% de colmatación irreversible (Navarrete, 2014), con rendimiento bajo en la clarificación. Otros estudios remarcan que, al trabajar con sandía, la principal razón por la que el flujo disminuya es la formación de la capa de deposición (Field y cols., 1995; Rai y cols., 2010), además de la concentración y posterior polarización de los sólidos presentes en los jugos (Sablani y cols., 2001). La polarización por concentración es considerada como reversible y puede ser controlada por el incremento de la velocidad de cizallamiento (Sablani y cols., 2001) o cambios en las condiciones hidrodinámicas, además de la deposición de los sólidos sobre la



superficie de la membrana de filtración, dando como resultado un problema muy complejo, que puede ser solucionado con métodos de limpieza como el uso de químicos y flujo inverso. Sin embargo, los fenómenos de colmatación siguen representando un inconveniente en la aplicación de los procesos baromembranarios convencionales, sumando que a menudo se transforma en una tarea problemática y costosa, sobre todo para los procesos a gran escala (Fan and Huang, 2002). En este sentido, para dar solución a este problema, el acoplamiento de ultrasonidos a los procesos de filtración con membranas, han sido propuestos como una alternativa para la mejora de rendimientos en esta tecnología

#### **1.4 Ultrasonido**

El ultrasonido es generado por una corriente eléctrica que se transforma mediante transductores, se basa en ondas mecánicas en una frecuencia por encima del umbral de la audición humana ( $>16$  kHz), las cuales viajan a través de un material o en su superficie a una velocidad que es característica de la naturaleza de la onda y el material a través del que se propague (Knorr y cols., 2004; Raichel, 2006). El efecto del US está asociado a los fenómenos complejos de cavitación gaseosa, que explican la generación y evolución de microburbujas en un medio líquido. La cavitación se produce en aquellas regiones de un líquido que se encuentran sometidas a presiones de alta amplitud que alternan rápidamente (Figura 1.2). Durante la mitad negativa del ciclo de presión, el líquido se encuentra sometido a un esfuerzo tensional y durante la mitad positiva del ciclo, experimenta una compresión. El resultado es la formación ininterrumpida de microburbujas cuyo tamaño aumenta miles de veces en la alternancia de los ciclos de presión. Estas microburbujas alcanzan un tamaño crítico e implosionan o colapsan violentamente para volver a su tamaño original. La implosión supone la liberación de toda la energía acumulada, ocasionando incrementos de temperatura instantáneos y focales, que se disipan sin que supongan una elevación sustancial de la temperatura del líquido tratado. La energía liberada, así como el choque mecánico asociadas al fenómeno de implosión, afectan la estructura de las células situadas en el microentorno.



**Figura 1.2** Cavitación inducida por ultrasonido (Cheng y cols., 2015).

Se considera que, dependiendo de la frecuencia empleada y la longitud de las ondas de sonido, se pueden generar diferentes cambios físicos, químicos y bioquímicos que pueden emplearse en un sin número de aplicaciones y en diferentes campos. Se ha estudiado su efecto en la estimulación de actividad celular, limpieza de superficies de alimentos, actividad enzimática (Herrero, 2006; Knorr y cols., 2004) y puede aplicarse a la producción de extractos de frutas y bebidas (Xianghua y cols., 2008). Por otra parte, se ha reportado su uso como tecnología asistente en procesos como extracción, cristalización, emulsificación, secado, congelado y filtración (Behrend and Schubert, 2001).

#### 1.4.1 El ultrasonido en alimentos

La tecnología de US ha sido empleada en diferentes investigaciones de la industria de alimentos y se puede dar de tres maneras: aplicación directa al producto, acoplada a un dispositivo y sumergida en un baño ultrasónico (Chemat y cols., 2011).

El US es capaz de producir modificaciones benéficas en los parámetros de calidad de los alimentos (reduce la viscosidad y permite la reducción de partículas), no obstante, dependiendo de la intensidad con la que se aplica, los efectos fisicoquímicos de los

tratamientos con US también tienen efectos negativos en la calidad de los productos alimenticios como son: la aparición de sabores desagradables, modificaciones en los parámetros físicos, así como en la alteración de compuestos mayores y menores, debido a las condiciones críticas de temperatura y presión, aliada a la formación de radicales durante la sonocavitación. Tiwari y cols. (2009) reportaron la pérdida de color en mora (Cuadro 1.4), por su parte Santhirasegaram y cols. (2013) encontraron un incremento en la extracción de carotenoides en jugo de mango tratado con US a los 15 y 30 min de sonicación, debido a la inactivación de las enzimas responsables de su pérdida a consecuencia de la cavitación inducida por las ondas y reacciones sonoquímicas. Sin embargo, a los 60 min se observó pérdida de estos, posiblemente debido a la isomerización y al efecto del alto cizallamiento después del tiempo de sonicación.

**Cuadro 1.4** Jugos de frutas tratados con US.

<b>Muestra tratada</b>	<b>Ultrasonido (US)</b>	<b>Condiciones</b>	<b>Resultados</b>	<b>Referencia</b>
Jugo de guayaba AA: 110 mg/mL APO: 10.1 U	Baño de limpieza (Elma®)  Carbonación 250g hielo seco	Fr: 35 kHz T: 30 min	Cb: 115mg/mL (AA) 11 U (APO) US:119 mg/mL (AA) 18 U (APO) Cb+US:125 mg/mL AA 20 U (APO)	Bello Gil y cols. (2006)
Jugo de naranja	Generador electrónico Nexus N198-N	Fr : 500 kHz Pw : 240 W T : 15 min	Sin efectos en el contenido de limonina, y la reducción de microorganismos.	Valero y cols. (2007)
Mora Antocianinas (90.54 mg/100mL)	Ultrasonido de 1.5 kW (VC 1500)	Amplitud 100% T: 10 min Fr 20 kHz	Retención de antocianinas (cianadina-3-glucósido) >94%	Tiwari y cols. (2009)
Jugo de melón	Ultrasonido en sonda a 1500W	Fr : 20 kHz T : 2-10 min 25-45°C	Decremento del contenido de AA, licopeno y CF.	Rawson y cols. (2011)
Mango chokanan ( <i>Mangifera indica</i> L.)	Baño ultrasónico (Branson modelo 3510)	Fr 40 kHz Pw: 130 W T: 15 (S15) y 30 (S30) min	Incremento en carotenoides (4-9%) y polifenoles (30-35%) Reducción de mesófilos del 8% (S15) y 15%(S30)	Santhirasegaram y cols. (2013)

Continúa

Continua

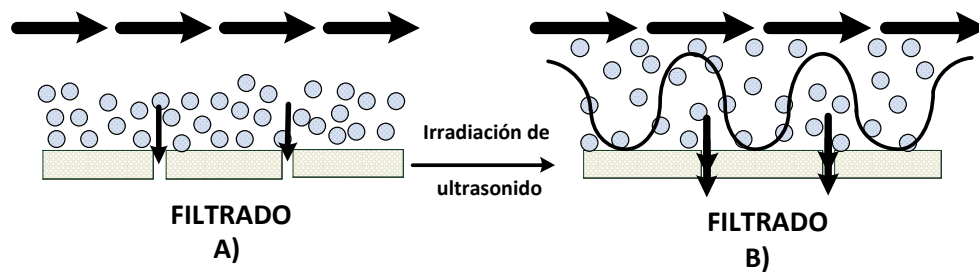
Jugo de manzana AA: 4.2 mg/100 mL CF: 757.49 µg/g equivalentes de ácido gálico FT: 466.82 µg/g equivalentes de catequina	Baño de limpieza con ultrasonido (SB-500 DTY)	Fr 25kHz 20°C Pw : 70% T : 90 min	Radicales libres Porcentaje de inhibición: de 46.18 radical DPPH AA: 5.63 mg/100 mL CF: 829.32 µg/g FT: 607.73 µg/g	Abid y cols. (2013)
--	---	--	---	------------------------

**Nota:** Fr: Frecuencia, Pw: Potencia; T: Tiempo; FT: Flavonoides totales; CF: Compuestos fenólicos; US: ultrasonido; AA: Ácido ascórbico; APO: Actividad de polifenol oxidasa; Cb: carbonación.

En estudios de aplicación de US a jugo de naranja (500 kHz/24 W por 15 min) se reportó una reducción  $< 1.08 \log \text{CFU} \cdot \text{mL}^{-1}$  de microorganismos presentes. No obstante, para prevenir el desarrollo de patógenos en los jugos es necesaria la combinación del ultrasonido con otros métodos de procesamiento con alta potencia antimicrobiana. Cada combinación requiere una investigación para evaluar sus efectos sinérgicos (Valero y cols., 2007). Así, la filtración asistida con ultrasonicación (conocida como filtración acústica) se ha empleado con éxito para mejorar la filtración de aguas residuales industriales, que generalmente son consideradas como difíciles de procesar (Kyllönen y cols., 2006). Sin embargo, el ultrasonido en combinación con TFM, puede ser aplicada en la producción de extractos de frutas y bebidas, debido a que se ha reportado que aumenta la vida útil de los filtros, previniendo la colmatación y deposición de partículas en la superficie de la membrana (Grossner y cols., 2005).

#### 1.4.2 Filtración asistida por ultrasonido

El uso de US se ha aplicado durante la limpieza de las membranas tanto en filtración tangencial (Kobayashi y cols., 2003) como en frontal. Se ha observado que esta tecnología incrementa el flujo, principalmente por el rompimiento de la capa de deposición y por el decremento de la concentración de solutos en la superficie de la membrana (Muthukumaran y cols., 2004); fenómeno que es atribuido al mecanismo de cavitación, el cual remueve las partículas que se depositan sobre la superficie de filtración (Figura 1.3) (Grossner y cols., 2005; Kyllönen y cols., 2005).



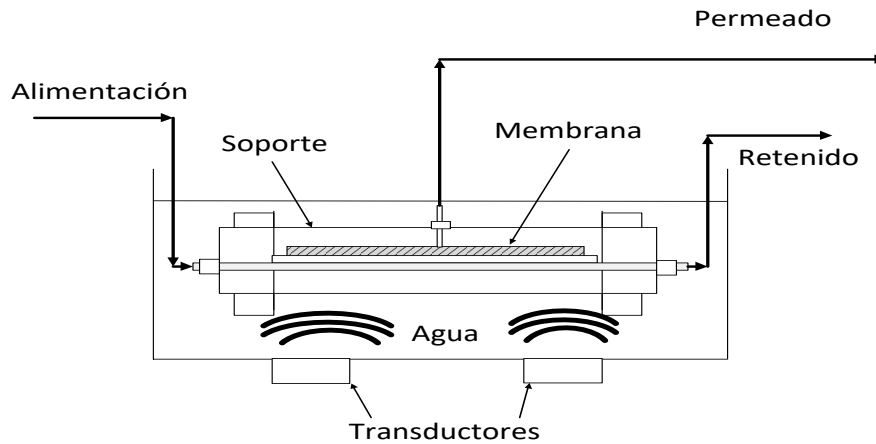
**Figura 1.3** Comportamiento de partículas en un sistema filtración en flujo tangencial A) sin ultrasonido, B) con ultrasonido (Chemat y cols., 2011).

Se ha demostrado un efecto positivo al emplear US de baja frecuencia (entre 20 y 50 kHz) para reducir la colmatación y/o para mejorar rendimientos de filtración (Kyllönen y cols., 2006). Ya que las altas frecuencias, a pesar de generar más burbujas colapsándose por el efecto de la cavitación con respecto al tiempo, son muy pequeñas y colapsan menos energía, por lo que reducen su capacidad de desprender fácilmente las partículas de la capa de deposición (Heikkola and Laitinen, 2005).

Existen dos formas en la que los ultrasonidos pueden actuar en los procesos de filtración, el modo correctivo y el preventivo. El primero consiste en aplicar el flujo de alimentación e inmediatamente la presión transmembrana, seguido de un tiempo de filtración para formar la capa de deposición, para posteriormente aplicar los ultrasonidos durante el proceso con la finalidad de eliminar esa capa formada. Por otra parte, el modo preventivo consiste en suministrar el flujo de alimentación al sistema e inmediatamente aplicar los ultrasonidos, para finalmente aplicar la presión transmembrana, con el objetivo de que los ultrasonidos eviten la formación de la capa de deposición.

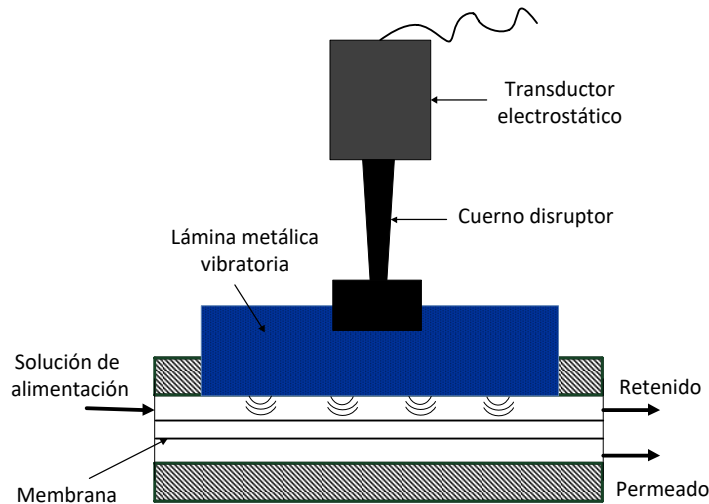
La mayoría de los estudios de filtración con membranas por flujo tangencial asistidos por ultrasonido se han llevado a cabo usando ultrasonido en baños de agua (Figura 2.4) (Kobayashi y cols., 2003; Muthukumarán y cols., 2004). Sin embargo, se ha reportado una alta pérdida de energía acústica, ocasionado por la transmisión de las ondas de ultrasonido desde el transductor a la superficie de la membrana a través del módulo; cabe mencionar que esta configuración no permite un control directo ni preciso de la

aplicación del ultrasonido. Así, a mayor intensidad de potencia, mayor rendimiento de filtración (Matsumoto y cols., 1996; Muthukumaran y cols., 2004).



**Figura 1.4** Diagrama de sistema de filtración en flujo tangencial asistido con ultrasonido en baño de agua (Kobayashi y cols., 1999).

Por otra parte, Hengl y cols. (2014) propusieron el acoplamiento de un dispositivo de ultrasonido de baja frecuencia (20 kHz y 90 W de potencia;  $20.5 \text{ W.cm}^{-2}$ ), a través del desarrollo de una lámina vibratoria que permite el control y aplicación del ultrasonido directamente al sistema de ultrafiltración en flujo tangencial, desde canal de alimentación de la suspensión tratada y a lo largo de toda la membrana. La celda de filtración está diseñada con una sección de canal rectangular para el control hidrodinámico. Las ondas de ultrasonido son propagadas por medio de series de compresión y descompresión a través de toda la solución irradiada (Figura 1.5), aplicada continuamente con largos tiempos de operación sin daño observable en la membrana.



**Figura 1.5** Celda de filtración tangencial acoplado a ultrasonido “In situ” (Hengl y cols., 2014).

Ellos obtuvieron un incremento de flux de 7 a 25  $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$  con la aplicación de ultrasonido, utilizando una presión de alimentación de 60 y 120 kPa respectivamente para el procesamiento de una suspensión Laponite XLG (solución de silicato con bajo contenido de metales pesados). El incremento de 3.5 veces el flux, lo atribuyeron a que el ultrasonido desestabiliza la capa de gel que se forma cerca de la superficie de la membrana, debido a los efectos mecánicos que modifican el comportamiento hidrodinámico de la solución filtrada en la capa límite de la membrana. De esta manera, la alta velocidad de cizallamiento y el aumento del coeficiente de transferencia de masa, reducen la polarización por concentración y por ende la resistencia a la colmatación para la transferencia de masa, además, no observaron efecto significativo de calentamiento por la aplicación de ultrasonido, reportando una temperatura de 25 °C en la entrada y salida de la celda (Hengl y cols., 2014).

Por su parte Lamminen y cols. (2004) propusieron que diversos mecanismos pueden conducir a la liberación de partículas en una superficie colmatada como resultado de la aplicación de ultrasonido. Uno de estos mecanismos es la transmisión acústica, definida como la absorción de energía acústica en el flujo del fluido, es decir, el volumen de agua se mueve cerca y lejos de la capa de deposición, con gradientes de velocidad que

puedan desplazar las partículas de la superficie, sin implicar la implosión de burbujas por la cavitación.

Otro mecanismo es el de generación de microcorrientes independientes del tiempo de circulación del fluido, que ocurre en la proximidad del conjunto de burbujas en movimiento mediante la oscilación que genera el US. Así, las oscilaciones en el tamaño de la burbuja causan fluctuaciones rápidas en la magnitud y dirección del movimiento del fluido, dando como resultado la producción de fuerzas de cizallamiento importantes (Leighton, 1994). El alcance efectivo de este mecanismo está en orden del diámetro de la burbuja (dependiendo de la presión acústica amplitud y la frecuencia  $\sim 1-100 \mu\text{m}$ ) (Verraes y cols., 2000). Cuando una burbuja de cavitación está cerca de una superficie de la capa de deposición, microcorrientes darán lugar a un perfil de velocidad dinámica que ejercerá fuerzas de arrastre sobre las partículas que llevan a su remoción.

Es importante resaltar que cuando una burbuja de cavitación colapsa en presencia de una asimetría (es decir, una superficie u otra burbuja), se forman los microchorros. Durante el colapso, la pared de la burbuja acelera en el sentido opuesto al chocar con una superficie sólida, lo que resulta en la formación de un fuerte chorro de agua con una velocidad estimada de  $100-200 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  (Leighton, 1994). La velocidad máxima estimada de microchorros podría desplazar efectivamente partículas de una superficie de la membrana, sin embargo, la efectividad de los US acoplados en los sistemas de membrana no ha sido bien elucidado.

### **1.5 Elucidación de la efectividad de la filtración asistida por US a través de dispersión de rayos X a ángulos pequeños (SAXS) in-situ y en tiempo real.**

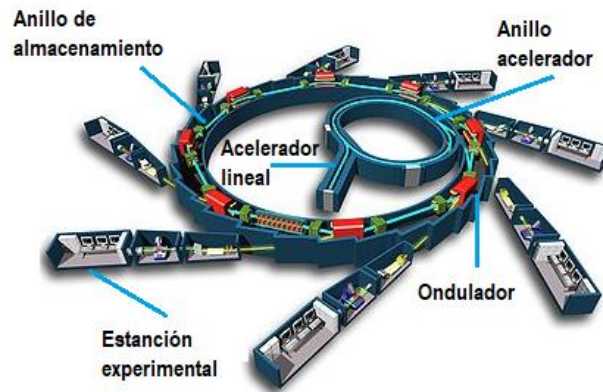
Para entender la efectividad de la filtración con membranas asistida con US se han utilizado diversas técnicas directamente relacionadas con el rendimiento de la filtración, como es el registro del flux de permeado. Sin embargo, el flux no provee ninguna información en tiempo real sobre la cinética de colmatación, las causas de la pérdida de rendimiento de proceso y del mecanismo que ocurre con la concentración de las partículas (incluyendo la polarización por concentración reversible y la deposición irreversible). Para esto, Pignon y cols. (2012) propusieron la utilización de un



dispositivo de monitoreo de rayos X (small -angle X-ray scattering SAXS), que permite la caracterización in-situ, así como la inducción de estructuras y perfiles de concentración en la proximidad de la membrana, cuando la dispersión de alimentación es sometida simultáneamente a una presión, al flujo tangencial y al US (Jin y cols., 2014; Jin y cols., 2015).

### **1.5.1 Dispersión de rayos-X a ángulos pequeños (Small angle X-ray Scattering SAXS).**

Los rayos X son ondas electromagnéticas, que se sitúan en una longitud de la onda de la región no visible, entre la radiación ultravioleta y la radiación gama. La diferencia entre los rayos X utilizados en un hospital y la luz sincrotrón es la brillantez (energía); una fuente sincrotrón es 10 mil billones de veces más brillante que una fuente de rayos X de un hospital. El “European Synchrotron Radiation Facilities” (ESRF) produce rayos X de alta energía en longitudes de ondas de 0.1 a 0.01nm o energía en un rango de 10 a 120 keV. La luz del sincrotrón empieza en una pistola electrónica, para posteriormente, los electrones emitidos son acelerados en el acelerador lineal y transmitidos a un acelerador circular. Así, una vez acelerados a un alcance energético de 6 billones de electrón volts (6 GeV) (Figura 1.6), ésta alta energía de electrones, es inyectada dentro de un largo anillo de almacenamiento, donde los electrones circulan en un ambiente a vacío, a una energía constante, por muchas horas. Cada vez que estos electrones pasan a través de un ondulator, un dispositivo que consta de una serie de magnetos alternos, emiten rayos X, los cuales son dirigidos a través de las líneas de luz (la estación experimental) (Jin, 2014).



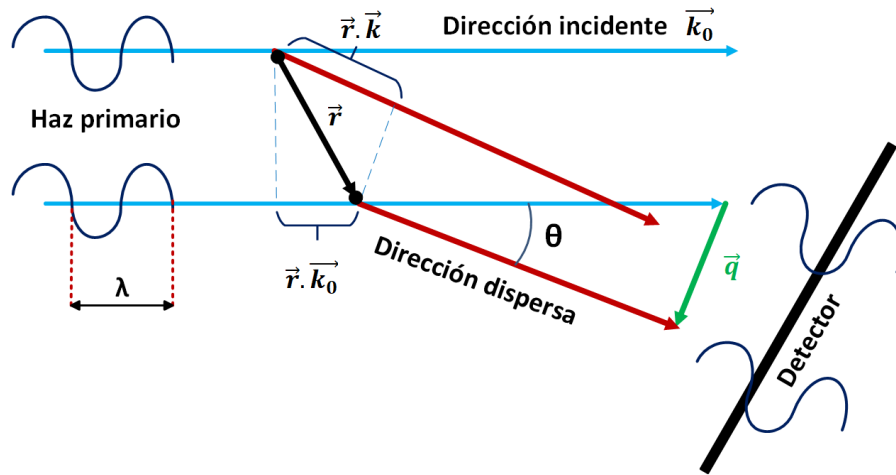
**Figura 1.6** Funcionamiento del sincrotrón ESRF (EPSIM 3D/JF Santarelli, 2005).

### 1.5.2 Principio del SAXS (Small angle X-ray scattering)

Hay dos principales interacciones de los rayos X con el material: Absorción y dispersión. La dispersión puede ocurrir con o sin pérdida de energía, lo cual significa que la radiación dispersada puede tener diferente longitud de onda que la radiación incidente, así como en la dispersión de Compton (difusión inelástica), o puede tener la misma longitud de onda como en la dispersión de Rayleigh o Thomson (difusión elástica) (Heimo y Singh, 2013).

La dispersión de rayos X a ángulos pequeños, en inglés “small angle X rays scattering (SAXS)” se basa en la dispersión elástica la cual es normalmente utilizada para analizar la microestructura y la dinámica en estado transitorio de un material y los sistemas relacionados.

Cuando los rayos X golpean los átomos, los electrones se comportan como si estuvieran libres; la energía de un fotón de rayos X es mayor que la energía de un átomo por lo que cada electrón se convierte en fuente de dispersión de onda y posteriormente, la onda de dispersión de cada electrón produce patrones de interferencia a la posición del detector. (Figura 1.7).



**Figura 1.7** Dispersión elástica (Jin, 2014).

El electrón de diferentes posiciones (Con una distancia de  $\vec{r}$ ) viaja por distintos caminos para llegar al detector creando un cambio de fase. La diferencia de camino  $L$  puede expresarse como:

$$L = \vec{r} \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0) \quad \text{Ec. 3}$$

Con  $\vec{k}_0$  y  $\vec{k}$  la unidad vectorial que indican la dirección incidente y dispersa respectivamente. El cambio de fase  $\phi$  es:

$$\phi = \frac{2\pi}{\lambda} L = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \vec{r} \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0) = -\vec{q} \cdot \vec{r} \quad \text{Ec.4}$$

Dónde

$$\vec{q} = (\vec{k} - \vec{k}_0) \quad \text{Ec. 5}$$

$$q = |\vec{q}| = \frac{4\pi}{\lambda} \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad \text{Ec. 6}$$

Existen distintas denominaciones para  $q$ , entre las cuales resaltan “Longitud del vector de dispersión” o “transferencia de momento”, que son las más utilizadas para describir los patrones de dispersión. Así, la dimensión de  $q$  es uno sobre la longitud ( $\text{nm}^{-1}$ ), lo que explica que un patrón de dispersión generalmente es llamado “La estructura en espacio recíproco”.

### 1.5.3 Factor de forma

La dispersión de una partícula puede ser explicado gracias a un espectro de interferencia producido por todas las ondas enviadas en el detector desde los electrones o átomos al interior de la partícula. El espectro de dispersión correspondiente a una muestra puede ser simplemente descrito en términos de espacio inverso. Si la densidad electrónica de una partícula en un punto definido por el vector  $\vec{r}$  es designado por  $\rho_1(\vec{r})$ , la amplitud de la dispersión local  $A_1(q)$  es la suma de todos los electrones individuales y su desfase correspondiente denotado como  $e^{-i\vec{q} \cdot \vec{r}}$  (Guinier y cols., 1955).

$$A_1(q) = \int_V \rho_1(\vec{r}) \cdot e^{-i\vec{q} \cdot \vec{r}} \cdot d\vec{r} \quad \text{Ec. 7}$$

Esta relación corresponde a la transformada de Fourier de la densidad de un electrón. Entre más electrones estén presentes en el volumen de la muestra mayor serán las ondas dispersas.

Las ondas difundidas son coherentes, es decir que las amplitudes de ondas se pueden sumar las unas con las otras. La intensidad es el resultado del cuadrado del valor absoluto de la suma de las amplitudes,  $A_1(q)$ . Así, para una partícula de volumen  $V_1$  dotado de un electrón de densidad  $\rho_1$ , la intensidad total dispersa está dada por:

$$I_1 = |A_1(q)|^2 = \rho_1^2 \cdot V_1^2 \cdot P(q) \quad \text{Ec.8}$$

Dónde  $P(q)$  es el factor de forma de la partícula.

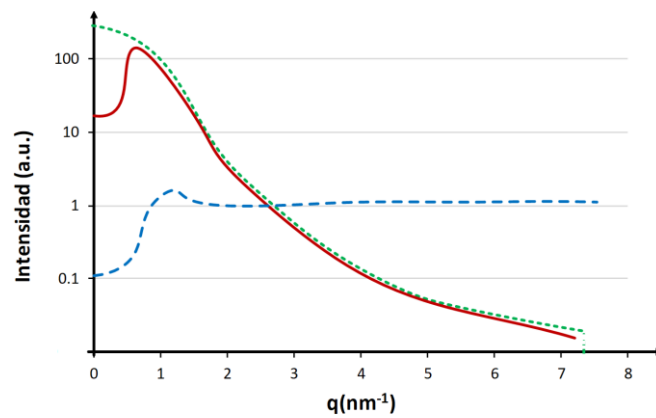
### 1.5.4 Factor estructura

Cuando el sistema partícula se concentra, la distancia interarticular se encuentra dentro del mismo orden de magnitud que las distancias dentro de las partículas. El patrón de interferencia también tendrá contribución de las partículas vecinas, por lo que este se multiplica con el factor forma de la partícula individual y se denomina “factor estructura” (Figura 1.8). En el caso de partículas esféricas monodispersas con

interacciones interparticulares idénticas, la intensidad dispersa puede ser separada dentro de dos términos como lo describe la siguiente ecuación (Zemb y Lindner, 2002).

$$S(q) = 1 + \frac{1}{N} (\sum_{i,j} e^{i\vec{q}(\vec{r}_i - \vec{r}_j)}) N \quad \text{Ec.9}$$

Donde N es el número de partículas,  $\vec{r}_i$  y  $\vec{r}_j$  son la posición de las partículas i y j. En el perfil SAXS, el efecto estructural llega a ser visible a pequeño valor de q por la formación de una onda adicional (Figura 1.7), donde  $q \rightarrow \infty$ ,  $S(q) \rightarrow 1$ .



**Figura 1.8** Perfil del SAXS (rojo) de la dispersión concentrada: un producto del factor forma (punteado verde) de una sola partícula con el factor estructura (delineado azul) de las partículas vecinas (Jin, 2014).

### 1.5.5 Intensidad dispersa

El espectro de difusión SAXS de una muestra es el resultado de todas las ondas dispersas de todas las partículas, el cual es afectado por la interacción entre partículas y el medio. Las partículas incrustadas en la matriz (medio) deben tener una densidad electrónica diferente al de la matriz, de tal modo que sea visible para el patrón SAXS. La visibilidad incrementa con la diferencia en la densidad de electrones entre las dos fases. Si la densidad electrónica de las partículas fueran la misma que la del medio, entonces la partícula no podría distinguirse de su entorno y el patrón del SAXS sería el

mismo que el del medio. Para una muestra monodispersa, la Ec. 6 podría ser modificada para describir el total de la intensidad dispersa ( $q$ ) (Jin, 2014):

$$I(q) = N \cdot \Delta\rho^2 \cdot V_1^2 \cdot P(q) \cdot S(q) \quad \text{Ec. 10}$$

Donde  $\Delta\rho = \rho_p - \rho_m$ , llamado contraste que representa la diferencia de densidad electrónica entre la partícula y el medio. Posteriormente, para un sistema definido partícula-solvente a alto rango de valores de  $q$ , donde  $S(q) = 1$ , la intensidad difundida es proporcional al número de partículas por unidad de volumen (Jin, 2014).

## 1.6 Reometría

### 1.6.1 Principios generales

La reología describe la deformación de un cuerpo bajo la influencia de un estrés. En este sentido un cuerpo puede ser un sólido, líquido o gas. Un sólido ideal se deforma elásticamente. La energía requerida para la deformación es totalmente recuperada cuando el estrés es retirado. Los fluidos ideales como los líquidos y gases se deforman irreversiblemente al flujo. La energía requerida para la deformación es disipada dentro del fluido en forma de calor y no puede ser recuperada fácilmente quitando el estrés.

Solamente pocos líquidos de importancia técnica o práctica están cerca de los líquidos de comportamiento ideal. La mayoría de los líquidos muestran un comportamiento reológico que los clasifica en algunas regiones como líquido y sólidos: Ellos están en diferentes grados, tanto en elástico como en viscoso y por lo tanto pueden denominarse viscoelásticos. Por ello, para poder determinar las propiedades reológicas de diferentes fluidos, es necesario la implementación de algunas técnicas, denominadas reometría. La medición de la viscosidad de fluidos, requiere la definición de parámetros involucrados en el flujo. Isaac Newton fue el primero en expresar la ley básica de la viscosimetría, la cual describía el comportamiento de flujo de un líquido ideal (Ec. 11).

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad \text{Ec.11}$$

Donde:  $\tau$  es el esfuerzo de corte (Pa),  $\eta$  es la viscosidad (Pa. s) y  $\dot{\gamma}$  es la velocidad de deformación ( $s^{-1}$ )

Así, se pueden realizar distintas mediciones con un reómetro, aplicando ya sea un esfuerzo de corte o una velocidad de deformación, y midiendo la variable no aplicada para obtener la viscosidad. Existen diferentes formas de inducir el flujo de un líquido a través de la cizalla en un reómetro:

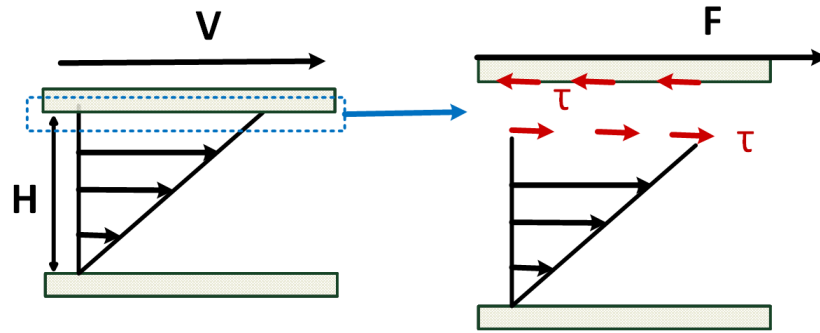
- Flujo entre dos platos planos paralelos.
- Flujo entre un cono y un plato.
- Flujo en el anular gap entre dos cilindros concéntricos.
- Flujo a través tuberías, tubos, o capilares.

La Figura 1.9 presenta un sensor de platos paralelos donde el plato superior es movable y el inferior es estacionario. Una fuerza  $F$  (N) aplicada tangencialmente a un área  $S$ ( $m^2$ ) empieza la interface entre el plato superior y el líquido debajo, conduciendo a una tensión de corte  $\tau$ , que induce un flujo en la capa líquida. Dónde:

$$\tau = \frac{F}{S} \quad \text{Ec.12}$$

La máxima velocidad de flujo  $V$  ( $m.s^{-1}$ ) se encuentra en la placa superior y la interface del líquido, así, cuando la velocidad decrece través del espacio entre las dos placas cuya altura es  $H$  (m) y se reduce a 0 en el límite inferior. La caída de velocidad a través del gap se denomina velocidad de corte, definida por:

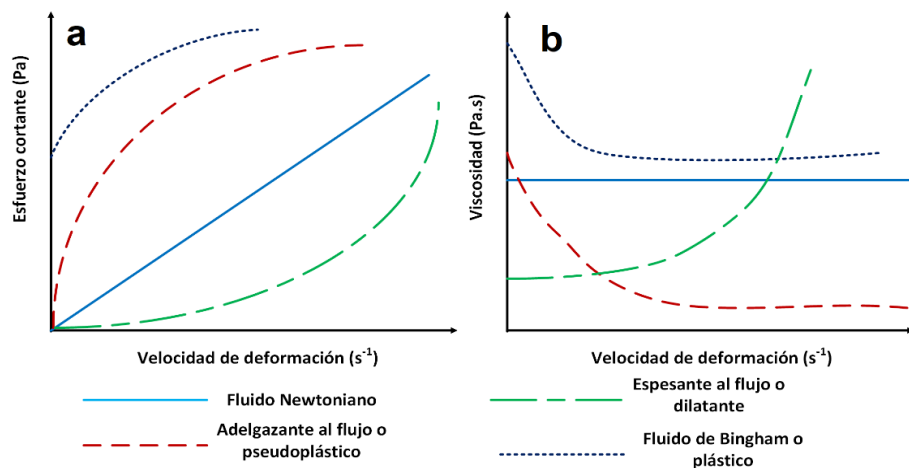
$$\dot{\gamma} = \frac{dV}{dH} \quad \text{Ec. 13}$$



**Figura 1.9** Representación esquemática de medición reológica (David y cols., 2008).

### 1.6.2 Comportamiento de flujo de diferentes tipos de líquidos

La correlación entre el esfuerzo cortante y la velocidad de corte se puede mostrar gráficamente en un diagrama de  $\tau$  en función de  $\dot{\gamma}$ , denominada curva de flujo, la cual define el comportamiento al flujo de un líquido. Otra curva común es la curva de viscosidad, donde  $\eta$  se representa frente a  $\dot{\gamma}$ . Para comparar los comportamientos de flujo de diferentes líquidos, la curva de flujo de diferentes líquidos, curva al flujo o la curva de viscosidad a menudo se grafican en estado constante de cada esfuerzo de corte aplicado. La Figura 1.10 muestra los tipos comunes de comportamiento al flujo de los líquidos.



**Figura 1.10** Comportamiento reológico de diferentes fluidos, a) curva de estrés, b) curva de viscosidad (Jin, 2014).



### **Fluidos Newtonianos**

Son aquellos que cumplen con la ley de Newton, debido a que existe una relación lineal entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación. Por otra parte, en estos fluidos la viscosidad no depende del esfuerzo cortante aplicado.

### **Fluidos no-Newtonianos**

Estos fluidos son caracterizados por la variación de su viscosidad debido a cambios de temperatura o del esfuerzo cortante que se le aplica, el cual no tiene un valor definido de viscosidad. La Figura 1.10 muestra tres tipos comunes de ellos: Fluido adelgazante (pseudoplástico), fluido espesante (dilatante) y el fluido de Bingham (plástico). La viscosidad del pseudoplástico (la medida de su resistencia al flujo) decrementa cuando el esfuerzo cortante aumenta, el cual es lo opuesto del fluido dilatante y otros líquidos con una baja resistencia al flujo. Este valor de estrés ejercido en la muestra se denomina resistencia al flujo, y una vez alcanzada, el líquido fluirá como Newtoniano (fluido plástico de Binham) o no Newtoniano.

Existen distintos modelos que describen estos comportamientos de los fluidos no Newtonianos, como son el de la ley de la potencia y el de la ley de Herschel Bulkley (Macosko, 1994):

$$\text{Ley de la potencia } \tau = k\dot{\gamma}^n \quad \text{Ec. 13}$$

$$\text{Ley de Hershel-Bulkley } \tau = \tau_o + k\dot{\gamma}^n \quad \text{Ec. 14}$$

Donde  $\tau_o$  representa la resistencia al flujo,  $k$  es la consistencia, y  $n$  es el índice de comportamiento ( $n > 1$  para fluidos espesantes y  $0 < n < 1$  para fluidos adelgazantes y  $n = 1$  para fluidos Newtonianos).

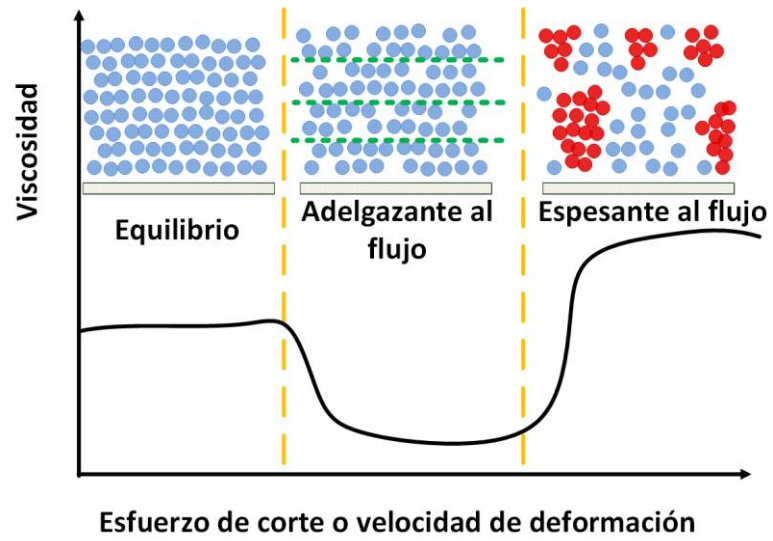
Los líquidos espesantes al flujo (dilatantes) son suspensiones en las cuales se produce un aumento en la viscosidad con el incremento en el gradiente de velocidad, su

comportamiento ocurre cuando una suspensión coloidal sufre una transición de un estado estable a un estado de floculación. Varias propiedades de estos sistemas son debido a la superficie química en dispersión, conocida como coloides. Así, todos los materiales que son dilatantes son tixotrópicos; es decir que estos recuperan su viscosidad inicial tras un lapso de tiempo al finalizar el cizallamiento, la agitación o cualquier tipo de estrés (Wagner y Brady, 2009).

La tixotropía se produce debido a un cambio en la microestructura que llevan a un nuevo equilibrio mediante la competencia entre los procesos de ruptura por estrés y la colisión del flujo inducido. Cuando el flujo para, el movimiento Browniano puede mover los elementos de la microestructura, girando lentamente hacia posiciones más favorables y reconstruye la estructura (barnes, 1997).

Algunas suspensiones, principalmente suspensiones coloidales, pueden mostrar todo lo conocido del fenómeno reológico desde los fluidos dilatantes o pseudoplásticos hasta los dependientes del tiempo (tixotrópico o su opuesto reopéctico) y fuertes efectos extensionales.

Como se muestra en la Figura 1.11, en equilibrio, las colisiones aleatorias entre las partículas las convierte naturalmente resistentes al flujo. Con el aumento del gradiente de la velocidad de corte, las partículas se organizan en el flujo, la cuales bajan su viscosidad, exhibiendo un comportamiento de fluido adelgazante. A velocidad de corte alto, la interacción hidrodinámica entre las partículas se potencializa, e induce hidrocluster (círculos rojos); es decir, fluctuaciones transitorias de la formación de zonas con partículas concentradas, por lo tanto, aparece el comportamiento de fluido espesante.



**Figura 1.11** Cambio microestructural de una dispersión coloidal entre diferentes comportamientos al flujo (Wagner y Brady, 2009).

2

JUSTIFICACIÓN

---

## CAPÍTULO 2. JUSTIFICACIÓN

Nayarit es el estado con mayor producción de jaca en México (20,360.33 tons /año), del cual el 90.5% es destinado a exportación, de esta manera este fruto se posiciona en el mercado internacional. Sin embargo, se han encontrado algunas dificultades durante su transporte y conservación, asociadas a enfermedades poscosecha y vida de anaquel corta, por lo que es indispensable la búsqueda de alternativas de industrialización para prolongar su vida útil, además de dar un valor agregado al fruto no comercializado. El desarrollo de bebidas de frutos exóticos ha incrementado en los últimos años, principalmente de las que su procesamiento permite la conservación de las propiedades sensoriales, nutricionales y compuestos bioactivos. La producción de jugos mediante procesamientos no térmicos, favorecen la conservación de las propiedades sensoriales y compuestos termolábiles. Los procesos de separación con tecnología de filtración con membrana en flujo tangencial, han demostrado ser una tecnología adecuada para la producción de jugos clarificados microbiológicamente estables, así como el desarrollo de nuevos productos a nivel industrial. Se ha reportado la mejora en rendimientos en el proceso microfiltración acoplado con ultrasonido, sin embargo, existen pocos estudios sobre el efecto de esta tecnología acoplada, principalmente en el procesamiento de jugos pulposos y en la elucidación de la cinética de colmatación durante el procesamiento bajo diferentes modos de operación. Por lo cual, el objetivo principal para el desarrollo de este proyecto fue estudiar el efecto del acoplamiento de ultrasonido a un piloto de filtración tangencial sobre el rendimiento de proceso, propiedades fisicoquímicas y calidad microbiológica del jugo clarificado de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L), así como el efecto del acoplamiento de sobre el mecanismo de colmatación en una solución modelo.

# 3

## HIPÓTESIS

---

### **CAPÍTULO 3. HIPÓTESIS**

La microfiltración tangencial acoplada directamente a ultrasonido disminuye la deposición de las partículas responsables de la formación de la capa de polarización en la superficie de la membrana de filtración, ocasionada principalmente por las pectinas presentes en los jugos de frutas pulposos, lo cual incrementa el rendimiento de proceso durante la microfiltración, además de permitir la obtención de jugos clarificados que cumplen con las normas microbiológicas de un jugo procesado y que conservan sus propiedades fisicoquímicas.

4

OBJETIVOS

---



## CAPÍTULO 4. OBJETIVOS

### 4.1 Objetivo general

Estudiar el efecto del acoplamiento de ultrasonido a un piloto de filtración tangencial sobre el rendimiento de proceso, propiedades fisicoquímicas y calidad microbiológica del jugo clarificado de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L), así como el efecto del acoplamiento sobre el mecanismo de colmatación en una solución modelo.

### 4.2 Objetivos específicos

1. Determinar el tratamiento enzimático y las condiciones óptimas para la reducción de la viscosidad de la pulpa de jaca sin afectar sus propiedades fisicoquímicas y nutricionales.
2. Identificar el efecto del acoplamiento del ultrasonido con microfiltración tangencial, sobre el rendimiento del proceso de clarificación de jugo de jaca.
3. Estudiar el mecanismo de colmatación de las pectinas y el efecto combinado de la tecnología de filtración con US en la clarificación de jugo de jaca a través de una solución modelo.
4. Determinar las condiciones de filtración óptimas en el sistema de MF acoplado a US para la obtención de jugo clarificado de jaca.
5. Determinar las características fisicoquímicas y la calidad microbiana del jugo clarificado de jaca.

# 5

## METODOLOGÍA GENERAL

---

## CAPÍTULO 5. METODOLOGÍA GENERAL

### 5.1 Materiales

#### 5.1.1 Enzimas

Se usaron tres enzimas comerciales diferentes; Pectinex Ultra Pulp® (PUP®) de Novozymes® (Estado de México, México), Celuzyme® (C®) y Celuzyme X Conc® (CC®) de PIQ® (Cuautitlán Izcalli, Estado de México).

#### 5.1.2 Pulpa de jaca

Se recolectaron frutos de jaca en madurez de consumo (organoléptica), libres de daños fisiológicos y mecánicos procedentes del Llano, Tepic, Nayarit. Todas las frutas se desinfectaron con hipoclorito de sodio a 200 ppm durante 5 min y se cortaron en cuatro trozos. Se retiró el centro y se extrajeron los bulbos y luego se despulparon en una despulpadora (CONNECTOR 16/20 / 26A) con una malla de 0.5 mm de diámetro para su posterior utilización.

#### 5.1.3 Solución modelo de pectina

Las soluciones modelos formuladas para los estudios llevados a cabo en el ESRF fueron formuladas con pectina (Pectin citrus E440 Cargill, DE=71), ácido cítrico (Prolabo®) y sacarosa (Prolabo®). Se realizó una dilución de ácido cítrico al 0.6% (p/v) y sacarosa al 12% (p/v), posteriormente se agregó en tubos de 50 mL (falcon®) pectina sólida a concentración de 0.75% para la solución modelo y de 2, 4 y 6% (p/v) para las soluciones estándar, posteriormente se taparon y se colocaron en un homogeneizador de rodillos hasta obtener una solución homogénea (12-16 horas). Una vez homogenizada, las soluciones fueron almacenadas en refrigeración (4 °C) para su posterior uso.

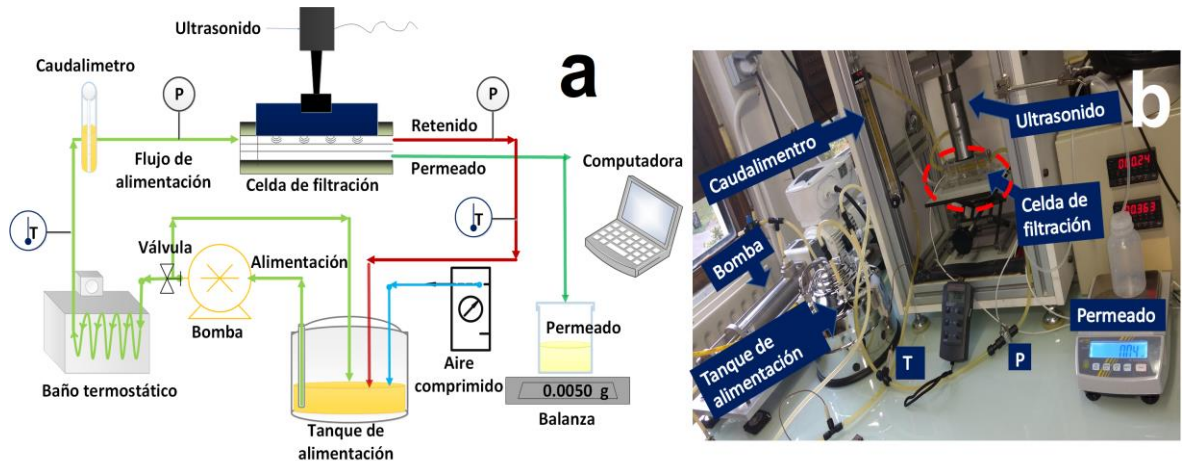
#### 5.1.4 Membranas

A nivel celda de laboratorio se utilizaron membranas planas de fluoruro de polivinilideno (PVDF, Orélis Environnement) con diámetro de poro de 0.1 y 0.22 µm con superficie

de filtración de 0.000408 m<sup>2</sup>. A nivel piloto se utilizó una membrana cerámica monocanal (TAMI Industries) de 0.22 µm con superficie de filtración de 0.02 m<sup>2</sup> (0.6 cm de diámetro interno y 60 cm de longitud).

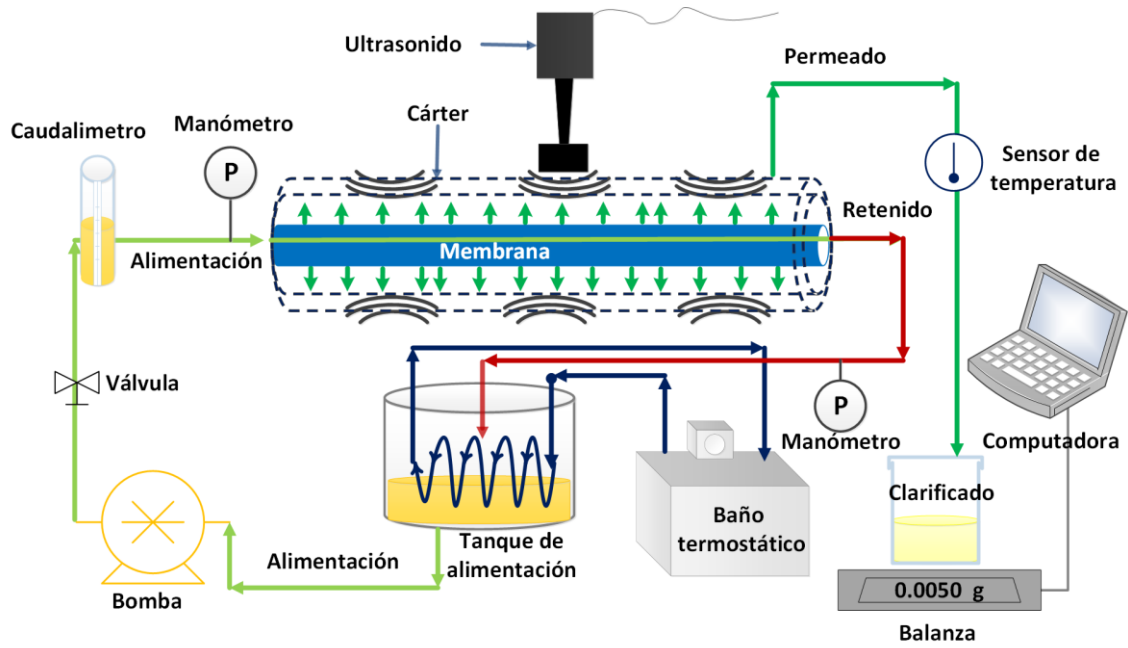
### **5.1.5 Sistema de filtración**

Se utilizaron dos sistemas de filtración con acoplamiento a ultrasonidos, uno a nivel laboratorio y otro a nivel piloto. El primero consistió en una celda de filtración tangencial con una superficie activa de filtración de 0.000408 m<sup>2</sup> (102 cm\*4 mm), acoplada a un sistema ultrasonoro de 20 kHz de frecuencia, en el cual el ultrasonido se aplica directamente en la superficie de la membrana (Figura 5.1). Así, la solución problema fue bombeada (Mono pump LF series) desde el tanque de alimentación resistente a altas presiones (Millipore, capacidad 5 L) hasta la celda de filtración de flujo tangencial, la cual fue monitoreada por un caudalímetro magnético (Optiflux 6300C, Krohne). La presión fue aplicada vía aire comprimido purificado y es monitoreada por dos medidores de presión (FP 110 FGP sensor & instrument; P) a la entrada y salida de la celda de filtración. La temperatura fue mantenida constante (25°C) por un baño termostático (Thermo&scientific SC 150 A25, HAAKE), monitoreado constantemente por dos sensores (YC-747D con K thermocouples) a la entrada y salida de la celda de filtración. El flux del permeado (solución filtrada) fue cuantificado por la medida de variación de masa en un contenedor cada 5s a través de una balanza (Precisa 400 M) y la solución retenida (partículas que no fluyen a través de la membrana) fue recirculada hacia el tanque de alimentación.



**Figura 5.1** Sistema de filtración tangencial acoplado a ultrasonido (20kHz) nivel laboratorio: a) Diagrama y b) foto del piloto.

El sistema piloto (TAMI®) de filtración tangencial (Figura 5.2) estuvo provisto de una membrana tubular monocanal cerámica (inside-out), con una superficie de filtrado de  $0.02 \text{ m}^2$  y acoplado directamente a ultrasonido (35 KHz). Las ondas ultrasonoras fueron transmitidas a través del sonotrodo, el cual estuvo acoplado directamente con el cárter de filtración, quien a su vez propago las ondas ultrasonoras hacia el permeado y posteriormente la membrana. En este sistema, la solución problema fue bombeada (Mono pump LF series) desde el tanque de alimentación (capacidad 50 L) hasta la membrana, donde la solución fue filtrada por flujo tangencial y fue monitoreado por un caudalímetro magnético (Optiflux 6300C, Krohne). La presión fue monitoreada por un manómetro a la entrada y salida del cárter de filtración. La temperatura fue mantenida constante por un baño termostático (Thermo & scientific SC 150 A25, HAAKE), monitoreado constantemente por un sensor (YC-747D con K thermocouples) a la salida del permeado. El flux del permeado fue cuantificado por la medida de variación de masa en un contenedor cada 5 s a través de una balanza (Precisa 400 M).

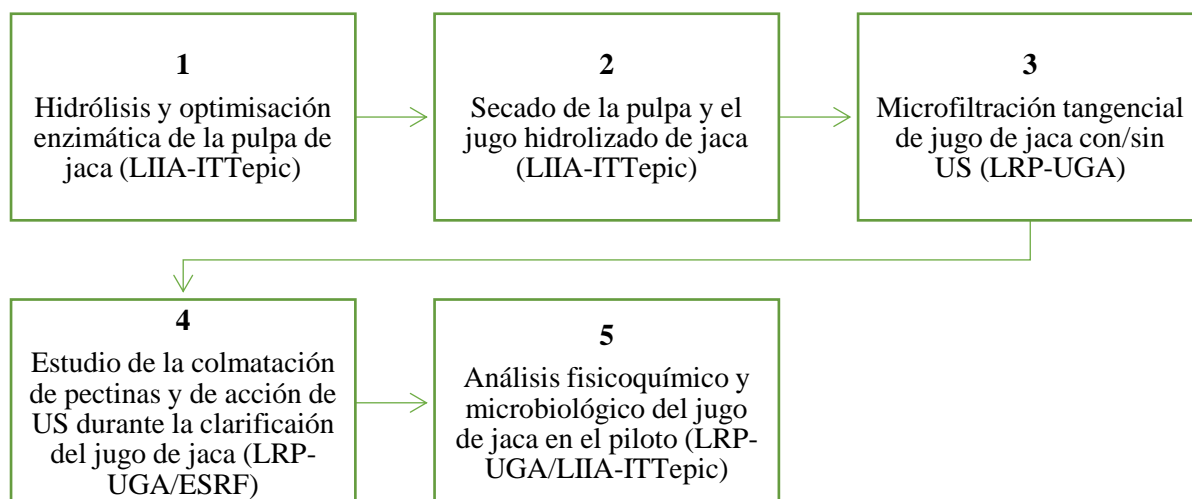


**Figura 5.2** Diagrama del sistema de filtración tangencial piloto acoplado a ultrasonido (35 kHz), utilizado en el “Laboratoire de Rhéologie et Procédés”.

## 5.2 Métodos

### 5.2.1 Diseños experimentales

Para cumplir el objetivo, el trabajo se dividió en 5 etapas, las cuales se describen en la Figura 5.3.



**Figura 5.3** Etapas de investigación de la tesis en cotutela.

#### **5.2.1.1 Primera etapa: Hidrólisis y optimización enzimática de la pulpa de jaca.**

Se evaluaron las 3 enzimas comerciales sobre 100g de pulpa de jaca. Los tratamientos consistieron en su aplicación individual y sus mezclas a condiciones constantes de temperatura (37°C), pH (5.3), velocidad de agitación (200 rpm), tiempo (3 h) y concentración enzimática (3% p/v). Se utilizó un diseño simplex lattice con tres factores (las enzimas individuales), las variables de respuesta viscosidad y azúcares reductores definieron el mejor tratamiento. El tratamiento seleccionado fue optimizado mediante la metodología de superficie de respuesta utilizando un diseño factorial  $3^2$ , donde los factores concentración de la enzima (1,2,3%) y tiempo de incubación (1,2,3 h) a tres niveles fueron evaluados mediante las variables de respuesta viscosidad y azúcares reductores. Una vez obtenidas las condiciones óptimas, se determinó la cinética de reducción de viscosidad de la pulpa de jaca. El análisis de resultados se realizó mediante un Anova ( $\alpha=0.05$ ) y la diferencia de medias con una prueba de LSD con el programa Statistica versión 10. El tratamiento resultante se analizó fisicoquímicamente y se determinó el contenido de carotenoides totales y vitamina C.

### **5.2.1.2 Segunda etapa: Estabilización de la pulpa de jaca mediante secado por aspersión.**

En esta etapa se evaluó el secado por aspersión de la pulpa y jugo hidrolizado de jaca, como método de estabilización para el almacenamiento y transporte. En donde se probaron dos concentraciones de maltodextrina (10 Equivalentes de dextrosa) para la pulpa (10 y 25 % sst/peso) a condiciones constantes de temperatura ( $T=110^{\circ}\text{C}$ ), velocidad de alimentación ( $V_a=16.8 \text{ mL. min}^{-1}$ ) y presión de la esprea ( $P_e=0.2 \text{ MPa}$ ). Por otra parte, el jugo hidrolizado fue formulado con 40 y 50 % (sst/peso) de concentración maltodextrina a condiciones constantes de secado ( $T=110^{\circ}\text{C}$ ;  $V_a=8.3 \text{ mL. min}^{-1}$ ;  $P_e=0.3 \text{ MPa}$ ). Para ambos casos se tuvo como respuestas el rendimiento de secado, los perfiles reológicos para la muestra fresca y la muestra reconstituida después del secado. El mejor tratamiento se caracterizó fisicoquímicamente antes y después del secado.

### **5.2.1.3 Tercera etapa: Microfiltración en flujo tangencial del jugo de jaca tratado con /sin ultrasonido (US).**

En esta etapa el jugo hidrolizado se microfiltró en dos sistemas de filtración acopladas a ultrasonido. 1) Filtración en celda de filtración tangencial. Se utilizaron membranas planas PVDF con dos tamaños de poro 0.1 y  $0.22\mu\text{m}$ , a dos flujos de alimentación ( $0.5$  y  $0.3 \text{ L.min}^{-1}$ ) y la aplicación de ultrasonido en modo preventivo (primero se aplica el flujo de alimentación, posteriormente los ultrasonidos y por último la presión transmembrana), con una potencia ultrasonora de  $1.65 \text{ W.cm}^{-2}$  (70% amplitud). Se determinó el carácter de reversibilidad a través de la metodología propuesta por Espinasse y cols. (2008). 2) Sistema piloto provisto de una membrana cerámica con diámetro de poro de  $0.2 \mu\text{m}$  a condiciones de operación constantes ( $0.5 \text{ Bar}$  de presión transmembrana, velocidad de flujo de  $50 \text{ L.h}^{-1}$ ) y  $25^{\circ}\text{C}$  con y sin ultrasonicación ( $27 \text{ W.cm}^{-2}$ ) El análisis de resultados se realizó mediante un Anova ( $\alpha=0.05$ ) y la diferencia de medias con una prueba de LSD con el programa Statistica versión 10. Se tuvo como variables de respuesta el flux, carotenoides totales, vitamina C, azúcares reductores, azúcares totales, turbidez y sólidos solubles totales para todos los tratamientos.



#### **5.2.1.4 Cuarta etapa: Estudio de la colmatación de las pectinas y de acción de los US durante la clarificación de jugo de jaca.**

En esta etapa el proceso de filtración se realizó en la celda a escala laboratorio en donde el jugo sin pectina (12% sacarosa y 0.6 ácido cítrico) fue filtrado en una membrana de 0.1  $\mu\text{m}$ , a un flujo de 0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  utilizando la metodología de Espinasse y cols. (2008) sin la aplicación de US, este experimento se llevó a cabo en el “laboratoire de rhéologie et procédés”. Por otra parte, para el jugo modelo con pectina (12% sacarosa, 0.6% ácido cítrico y 0.75% pectina) se utilizó la radiación de rayos X en la celda de filtración a través de la técnica SAXS (Small-angle X-ray scattering: dispersión de Rayos X a ángulos pequeños), durante la filtración tangencial con/sin ultrasonido en modo correctivo (aplicación del flujo de alimentación, posteriormente la presión transmembrana y después de la formación de la capa de deposición se emplean los ultrasonidos). El proceso de filtración consistió en la formación de la capa de deposición; para lo cual se utilizó una presión transmembrana de 1.2 bar, 0.06  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  de flujo de alimentación; se realizaron mediciones con los Rayos X in-situ cada 4 min durante el transcurso de la filtración, hasta llegar a una concentración máxima. Posteriormente se realizó una medición a lo largo de la membrana contenida en la celda de filtración (Figura 6.5b), la cual estuvo provista con tres ventanas de medición del SAXS; la entrada (posición= -43 mm, a la izquierda del centro), en medio (posición d=1) y a la salida (posición =+43 mm, a la derecha del centro). La siguiente etapa consistió en la desconcentración de la capa de deposición formada anteriormente, para lo cual se realizó la aplicación de ultrasonidos (20 kHz de frecuencia, 100% amplitud, 2.86  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$  potencia ultrasónica en modo correctivo) manteniendo las condiciones de operación para observar el efecto de los US. Enseguida se incrementó el flujo de alimentación al doble en forma escalonada hasta 0.48  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ , donde el criterio para el tiempo de residencia entre cada uno de los flujos fue la estabilización del flux y la concentración mínima de la capa formada.

### 5.2.1.5 Quinta etapa: Análisis fisicoquímicos y microbiológicos del jugo clarificado de jaca en el piloto.

En la última etapa se realizó la caracterización fisicoquímica (color, viscosidad, pH, acidez titulable, proteínas, vitamina C, carotenoides totales, cenizas, humedad, sólidos solubles totales, azúcares totales y reductores), determinación de carbohidratos por HPLC (High performance liquid chromatography) de la pulpa y el jugo hidrolizado de jaca. Por otra parte, el jugo clarificado en el sistema piloto tratado con y sin ultrasonido se caracterizó a través de los parámetros de vitamina C, carotenoides totales, turbidez, azúcares totales y reductores; así como también fue evaluada su estabilidad microbiana, determinando el contenido de hongos y levaduras, mesófilos totales y coliformes totales al jugo antes de filtrar al jugo retenido y al jugo clarificado.

## 5.3 Metodología

### 5.3.1 Color

El color de la jaca fue medido usando un colorímetro triestímulo (Konica Minolta CR 400), provisto de una lámpara D65 con iluminación desde un ángulo de 10°. El colorímetro fue calibrado usando una baldosa de cerámica blanca. Los valores de color se expresaron como L (claridad/oscuridad), a (enrojecimiento/verdor) y b (amarillos/azules) en valores de escala de Hunter (Saxena y cols., 2012). A partir de los valores de L, a y b, la diferencia de color total ( $\Delta E$ ) se calculará mediante la siguiente relación.

$$(\Delta E) = \sqrt{(L - L_0)^2 + (a - a_0)^2 + (b - b_0)^2} \quad \text{Ec.15}$$

Donde  $L_0$ ,  $a_0$  y  $b_0$  serán los valores de color de los bulbos de jaca fresco o liofilizado en caso de comparar varios tratamientos para determinar  $\Delta E$ .

### 5.3.2 Determinación de humedad

La determinación de la humedad se realizó de acuerdo a la AOAC (1990).

Se colocaron en una estufa de secado unas capsulas de cerámica y sus tapas durante al menos 1 hora a 105 °C, posteriormente, se trasladaron las cápsulas tapadas al desecador y se dejaron enfriar durante 30 a 45 min, enseguida, fueron pesadas con sus tapas y se registraron los pesos ( $m_1$ ). Luego, 5 g de muestra previamente homogeneizada se pesó y registró la masa ( $m_2$ ). Las muestras con las cápsulas destapadas y las tapas fueron colocadas en la estufa a la temperatura y tiempo recomendado de 105 °C durante 5 h. Una vez transcurrido el tiempo, se taparon las cápsulas con las muestras, se sacaron de la estufa, se enfriaron en un desecador durante un periodo de tiempo de 30 a 45 min. El procedimiento de secado se repitió por una hora adicional, hasta que las variaciones entre dos pesadas sucesivas no excedieron de 5 mg ( $m_3$ ). La humedad del producto se expresó en porcentaje y se calculó los resultados por medio de la siguiente relación (Ec. 16)

$$\% \text{ Humedad} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \text{Ec. 16}$$

Dónde  $m_1$  es la masa de la cápsula vacía y de su tapa (g),  $m_2$  es la masa de la cápsula tapada con la muestra antes del secado (g) y  $m_3$  corresponde a la masa de la cápsula con tapa más la muestra desecada (g). Se promediaron los valores obtenidos y expresó el resultado con dos decimales.

### 5.3.3 Determinación de la actividad de agua ( $a_w$ )

La determinación de la actividad de agua ( $a_w$ ) se realizó por el método 978.18 de la AOAC and Horwitz (2005). La medida de la actividad de agua se define como la relación entre la presión de vapor de agua en un producto y la presión de vapor del agua pura a la misma temperatura. Se realiza la medida del agua disponible mediante un medidor automático.

Procedimiento: Se estabilizó el medidor Aqua Lab CX-2 Decagon Devices Inc, Pullman, WA, EUA. encendiéndolo 15-30 min antes de su uso. Posteriormente, se colocó la muestra homogenizada en la cubeta de plástico con ayuda de una espátula hasta lograr una capa uniforme que cubra el fondo, sin sobrepasar la mitad de su altura.

La cubeta con la muestra se introdujo en la cámara medida y se esperó a que el equipo proporcione los valores de  $a_w$  y temperatura.

#### **5.3.4 Determinación de cenizas**

La determinación de cenizas totales (calcinación) se realizó por el método de la AOAC (1990). Dónde se colocó a peso constante un crisol en la mufla durante 2 h aproximadamente a 600°C. Posteriormente, se pesó de 3 a 5 g de muestra en un crisol (la muestra no debe sobrepasar la mitad del crisol) previamente pesado. Luego, se calcinó la muestra con un mechero en la campana hasta que no se desprendieron humos y posteriormente se metió a la mufla durante 2 h cuidando que la temperatura no supere los 550°C. Enseguida se dejó enfriar la muestra en el desecador y se pesó, para finalmente calcular el porcentaje de cenizas.

#### **5.3.5 Carbohidratos totales**

Se determinaron con el método del fenol-sulfúrico (Dubois y cols., 1956). Para ello se preparó una solución o suspensión de la muestra en agua, procurando que los carbohidratos se encontraran en el intervalo de sensibilidad del método (10-100µg/mL). En tubos de ensaye perfectamente etiquetados, se colocó 1mL de la solución o suspensión acuosa de la muestra, en cada tubo se adicionó 0.6 mL de una solución acuosa de fenol al 5%, mezclándolo perfectamente. Posteriormente, se adicionó cuidadosamente 3.6 mL de ácido sulfúrico concentrado, y se homogenizó. Se realizó todo el procedimiento para un tubo antes de seguir con el siguiente. Luego, se dejó enfriar la mezcla a temperatura ambiente (aproximadamente 30 min) y se determinó la intensidad del color naranja obtenido en un colorímetro a 480 nm, frente a un blanco preparado de la misma manera utilizando agua. Finalmente, se calculó la cantidad de carbohidratos presentes en la muestra a partir de una curva patrón preparada con el carbohidrato de interés en el intervalo del método (10-100 µg de glucosa/mL), tratada de la misma manera que la muestra problema.

### 5.3.6 Determinación de pH

Para la determinación del PH se utilizó el método 981.12 de la AOAC y Horwitz (2005), para lo cual se calibró el medidor de pH con dos soluciones tampón de pH 7.00 y pH 4.00. Posteriormente, se colocó aproximadamente 5 mL de muestra, previamente homogenizada, en un vaso de precipitados, posteriormente, se sumergieron los electrodos del medidor de pH en la misma y se realizó la lectura.

### 5.3.7 Determinación de Acidez Titulable

Se utilizó el método 942.15 de la AOAC y Horwitz (2005) para determinar la acidez titulable. La cual se determinó mediante la valoración potenciométrica de la muestra con NaOH hasta pH 8.1, lo cual indica el contenido de ácidos libres (cítrico, láctico, málico, oleico) expresados en porcentaje del ácido predominante en la muestra. Para ello se pesó aproximadamente 10 g de muestra fresca homogenizada en un vaso de precipitados y se mezclaron con 100mL de agua desionizada, se agitó durante 5 min y se determinó el pH de esta solución. Posteriormente, se tituló con hidróxido de sodio 0.1 N de factor conocido, hasta llegar a un valor de pH de 8.1. Los resultados se presentaron en % de ácido cítrico (mg de ácido cítrico/100g de muestra) y se calcularon mediante la siguiente formula (Ec. 17):

$$\text{Acidez total (\% ácido cítrico)} = \frac{N * V_{\text{NaOH}} * f * F_{\text{ac}}}{P_m} * 100 \quad \text{Ec.17}$$

Dónde N es la normalidad de NaOH,  $V_{\text{NaOH}}$  es el volumen de NaOH consumidos en la valoración en mL,  $f$  es el factor de corrección del NaOH,  $F_{\text{ac}}$  es el factor de conversión de ácido cítrico anhidro 0.064 y  $P_m$  es el peso de la muestra en g.

### 5.3.8 Turbidez

La determinación de turbidez se realizó utilizando un turbidímetro, marca HACH 2100 Q15, el cual se calibró con soluciones estándar de 10 a 800 NTU, una vez calibrado, se

colocó la muestra de jugo para su medición. Los resultados se reportaron como unidades nefelométricas de turbidez (NTU).

### 5.3.9 Sólidos Solubles Totales

Los sólidos solubles totales fueron determinados por el método de la AOAC (1990) utilizado por James (1999), por medio de la medición del índice de refracción, el cual consistió en colocar una o dos gotas de la solución problema en el prisma del refractómetro de campo adecuadamente calibrado. Posteriormente, se cerró la tapa suavemente, teniendo en cuenta que la muestra cubriera completamente la superficie del prisma. Enseguida, se miró la escala a través de la “mirilla” y se leyó en la escala la intersección de los campos. Después, se retiró la muestra del prisma, utilizando un papel suave y húmedo. El refractómetro se calibró a 0%, colocando unas gotas de agua destilada en el prisma.

### 5.3.10 Carotenoides totales

Los carotenoides totales se determinaron por triplicado mediante la inmersión de la muestra de 5g en 20 mL de acetona grado reactivo (99.5%, reagent ACS) durante 2 h. La capa de carotenos se separó utilizando éter de petróleo (reagent ACS) a través de un embudo de separación. El volumen se aforó a 50 mL con éter de petróleo y la capa se pasó a través de sulfato de sodio sobre el embudo con el fin de eliminar la humedad de la capa. La densidad óptica de la capa se midió a 452 nm, utilizando éter como blanco (Ranganna, 1986). Los carotenoides totales se calcularon con la siguiente relación:

$$\text{Carotenoides totales} \left( \frac{mg}{100g} \right) = \left( \frac{3.856 * \rho_o * V_a * 100}{P_m * 100} \right) \quad \text{Ec.18}$$

En dónde,  $\rho_o$  es la densidad óptica de la muestra,  $V_a$  es el volumen de aforo y  $P_m$  es el peso de la muestra

### 5.3.11 Estimación de ácido ascórbico (vitamina C)

El ácido ascórbico se determinó por triplicado por el método de 2,6 dicloro indofenol método colorimétrico (AOAC, 1984). En este método, 25 g de la muestra se empaparon en ácido metafosfórico al 3% (ACS Reagent) durante 30 min, se filtró y el volumen se aforó a 50 mL utilizando ácido metafosfórico al 3%. Una alícuota de la muestra (10 mL) se tomó para la titulación contra el colorante 2,6 dicloro indofenol (Sigma Aldrich) hasta llegar a color rosado. El factor de coloración se calculó mediante titulación del estándar de ácido ascórbico (Sigma Aldrich) contra el colorante 2,6-dicloro indofenol. El ácido ascórbico se calculó utilizando la siguiente fórmula. Factor de coloración= 0.5 / valor de titulación

$$\text{Ácido ascorbico} \left( \frac{mg}{100g} \right) = \left( \frac{F_c * V_t * V_r}{P_m * A_c} \right) \quad \text{Ec. 19}$$

Donde  $F_c$  es el factor de coloración,  $V_t$  corresponde al valor de titulación,  $V_r$  es el volumen realizado,  $P_m$  es el peso de la muestra y  $A_c$  es la alícuota tomada para el cálculo.

### 5.3.12 Mediciones reológicas

Para las determinaciones reológicas se utilizó un reómetro DISCOVERY HR-1 (TA Instrument, New Castle DE) con un sistema de placa Peltier conectado a un baño de agua en circulación (Wise Circu, Corea, Mod. WCR-P6), a temperatura controlada (25 ° C), con geometría de cono y plato (Diámetro = 60 mm, ángulo de 2 °). Las propiedades mecánicas se midieron bajo flujo de cizallamiento simple. El módulo de almacenamiento ( $G'$ ) y el de pérdida ( $G''$ ) se midieron con una prueba de cizalla oscilatoria con un rango de frecuencia de 0.1 a 200 rad.  $s^{-1}$  (Medina-Torres y cols., 2016). La viscosidad del jugo se determinó utilizando la geometría de cilindros concéntricos con condiciones constantes de temperatura (25°C/35°C), velocidad de deformación (50  $s^{-1}$ ) y tiempo (5 min), con mediciones cada 30 s (10 puntos por década).

### 5.3.13 Determinación de azúcares reductores

Para la determinación de los azúcares reductores se utilizó el método ácido dinitrosalicílico (DNS) descrito por Nielsen (2003).

En tubos de ensayo previamente identificados, se adicionaron 0.1 mL de muestra + 2 mL de ácido dinitrosalicílico (DNS), se sometieron a ebullición en baño maría por 5 min y se le añadieron 5 mL de agua destilada. Se utilizó un blanco añadiendo 0.1 mL de agua destilada en lugar de la muestra. Se determinó la absorbancia de las muestras a una longitud de onda de 575 nm en el espectrofotómetro. Para calcular la concentración de azúcares reductores se utilizó una curva de calibración de glucosa (Molina, 2011).

### 5.3.14 Cuantificación de carbohidratos por cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC)

La concentración de carbohidratos en las muestras se determinó mediante cromatografía de intercambio aniónico de alto rendimiento (HPAEC) en un sistema cromatográfico Dionex ICS-5000 equipado con un detector amperométrico pulsado (PAD) usando un electrodo de oro combinado con un electrodo de referencia de pH - Ag / AgCl. Se utilizó una forma de onda triple en todos los gradientes. Una guarda columna CarboPac PA100 (0,4 x 5 cm) y una columna CarboPac PA100 (0,4 x 25 cm) fue estabilizada a 28° C con NaOH 28 mM a un flujo de 0.28 mL.min<sup>-1</sup> durante 10 min antes de la inyección de 70 µL para cada muestra a una concentración de 0.2 mg / mL. Las muestras y estándares se eluyeron con un gradiente isocrático NaOH 28 mM, a flujo 0.28 mL por minuto durante 65 min a 28°C.

Todas las muestras se centrifugaron a 15.000 rpm durante 10 min a 10 ° C y los sobrenadantes se recuperaron y se filtraron a través de una membrana de 0,45 µm y se usaron para análisis posterior. Para definir el tiempo de elución de los estándares en el gradiente y la curva de concentración, se utilizó una mezcla de estándares de azúcares, donde: α-L-Ramnosa (6-deoxy-L-manosa) monohidratada (≥98.0%), D (+)-manosa (≥99.5%), D-(+)-xilosa(≥ 99.0%), L-(+)-arabinosa (≥99.0%), D-(-)- Fructosa (≥99.0%),



Sacarosa ( $\geq 99.5\%$ ) y D-(+)- Glucosa anhidra ( $\geq 99.5\%$ ) marca sigma Aldrich, se inyectaron a 4 concentraciones conocidas (0.025, 0.05, 0.1 y 0.2 mg/mL).

### **5.3.15 Análisis microbiológicos**

#### **Microorganismos coliformes totales:**

El método es regido por la NORMA Oficial Mexicana NOM-113-SSA1-1994, Bienes y servicios. EL método para la cuenta de microorganismos coliformes totales en placa permitió determinar el número de microorganismos coliformes presentes en una muestra, donde se utilizó un medio selectivo (agar rojo violeta bilis) en el que se desarrollan bacterias a  $35^{\circ}\text{C}$  en aproximadamente 24 h, dando como resultado la producción de gas y ácidos orgánicos, los cuales viran el indicador de pH y precipitan las sales biliares.

#### **Mesófilos aerobios:**

Se realizó mediante el método establecido en la NORMA Oficial Mexicana NOM-092-SSA1-1994, Bienes y servicios. El método para la cuenta de bacterias aerobias en placa permitió contar las colonias que se desarrollan en el medio de elección (Agar cuenta estándar) a  $35 \pm 2^{\circ}\text{C}$  durante  $48 \pm 2$  h.

#### **Mohos y Levaduras:**

Se realizó mediante el método establecido en la NORMA Oficial Mexicana NOM-111-SSA1-1994, Bienes y servicios. El método para la cuenta de mohos y levaduras en alimentos se basó en inocular una cantidad conocida de muestra de prueba en un medio selectivo específico, acidificado a un pH 3,5 e incubado a una temperatura de  $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$ , dando como resultado el crecimiento de colonias características para este tipo de microorganismos.

## 5.4. Proceso de microfiltración

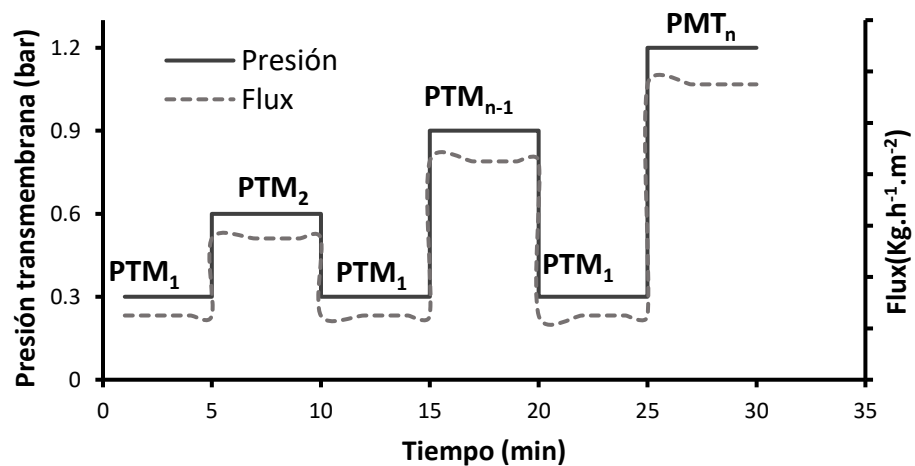
### 5.4.1 Determinación del Flux

El flux se determinó mediante la medición del volumen permeado a través de un área de filtrado en lapso de tiempo a 1 Bar de presión. Expresados en  $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ . Calculado bajo la siguiente relación (Vaillant y cols., 2004).

$$\text{Flux} = \frac{\text{volumen permeado}}{\text{tiempo}\cdot\text{área de filtrado}} \text{ a } 1 \text{ bar} \quad \text{Ec. 20}$$

### 5.4.2 Carácter de reversibilidad de la colmatación (Espinasse y cols., 2008)

La determinación del carácter reversible de la colmatación se llevó a cabo mediante la metodología de Espinasse y cols. (2008). Este método se refiere a un procedimiento alternativo de filtración de aumento-disminución de la presión transmembrana. Usando este procedimiento, se puede determinar la reversibilidad de la capa de deposición de la colmatación en el rango de presión aplicada. También es posible ilustrar el flujo crítico y el flujo límite, que revela el rendimiento de filtración de una dispersión determinada. Para esto se mantuvieron condiciones constantes de flujo de alimentación, tamaño de poro de la membrana y temperatura. Posteriormente se fijó como presión transmembrana inicial ( $\text{PTM}_1$ ) 0.3 Bar y esta fue incrementada 0.3 Bar en forma escalonada ( $\text{PTM}_{n-1}$ ) hasta una presión máxima ( $\text{PTM}_n$ ) de 1.2 bar, regresando entre cada cambio de presión a la inicial ( $\text{PTM}_1$ ), cada presión fue aplicada durante el tiempo en el que el flux se estabilizó (30 min) (Figura 5.4). De esta forma, el valor de flux en la  $\text{PMT}_1$  inicial puede determinar la reversibilidad de la capa de deposición por su variación (Disminución) en los cambios de presión; es decir, la colmatación será reversible si el valor de  $\text{PTM}_1$  se mantiene constante, de lo contrario se dice que la colmatación será irreversible y se fija como flujo límite o crítico el último flujo encontrado con la presión mayor aplicada.



**Figura 5.4** Diagrama de la metodología propuesta por Espinasse y cols. (2008) para la determinación del carácter reversible de la colmatación.

## 5.5 Aplicación de ultrasonido

### a) Cálculo de la potencia

La lámina vibratoria que suministró los ultrasonidos en la celda de filtración a nivel laboratorio fue caracterizada por Jin (2014); el cual explica, que primero se requiere una potencia eléctrica de entrada ( $P_e$ , W) para desencadenar el efecto piezoeléctrico; entonces se generan las ondas de ultrasonido con cierta amplitud, que son las portadoras de energía. Estas ondas se transmiten posteriormente a la suspensión de alimentación a través de la lámina metálica, al mismo tiempo se genera pérdida de energía por calentamiento. La intensidad ultrasónica se usa a menudo para calcular la potencia ultrasónica. Dependiendo de las diferentes referencias, se pueden expresar como potencia de US por unidad de área de la superficie de la lámina ( $I_{en L}$ , W.cm<sup>-2</sup>), potencia de US por unidad de área de la superficie de la membrana ( $I_{en m}$ , W.cm<sup>-2</sup>) o potencia de US por unidad de volumen de la suspensión de alimentación ( $I_{en v}$ , W.cm<sup>-3</sup>) como se muestra en el Cuadro 5.1.

**Cuadro 5.1** Diferentes términos para describir la potencia ultrasónica y su valor respectivo.

<b>Amplitud suministrada (%)</b>	<b><math>P_e</math> (W)</b>	<b><math>I_{en L}</math> (W.cm<sup>-2</sup>)</b>	<b><math>I_{en m}</math> (W.cm<sup>-2</sup>)</b>	<b><math>I_{en v}</math> (W.cm<sup>-3</sup>)</b>
40	2±1	0.57±0.29	0.50±0.25	0.63±0.31
60	4±1	1.14±0.29	1.00±0.25	1.25±0.31
80	7±1	2.00±0.29	1.50±0.25	2.19±0.31
100	10±1	2.86±0.29	2.50±0.25	3.13±0.31

**Nota:**  $P_e$ , potencia entrada;  $I_{en L}$ , intensidad en la lámina;  $I_{en m}$ , intensidad en la membrana;  $I_{en v}$ , intensidad en el volumen de la solución de alimentación.

En este estudio se utilizaron dos amplitudes para los experimentos en la celda de filtración. Para el experimento de filtración del jugo de jaca los US se aplicaron a una amplitud de 70% ( $I_{en L}$ , 1.65 W.cm<sup>-2</sup>) y en el jugo modelo al 100% ( $I_{en L}$ , 2.86 W.cm<sup>-2</sup>). Por otra parte, con respecto al sistema piloto, la amplitud utilizada fue de 50%, a 60% del total de la potencia ( $I_{en L}$ , 27 W.cm<sup>-2</sup>).

### **b) Modo de aplicación**

Existen dos formas en la que los ultrasonidos pueden actuar en los procesos de filtración, el modo correctivo y el preventivo. El primero consiste en aplicar el flujo de alimentación e inmediatamente la presión transmembrana, seguido de un tiempo de filtración hasta formar la capa de deposición, posteriormente, se aplican los ultrasonidos durante el proceso para eliminar esa capa formada. Por otra parte, el modo preventivo consiste en suministrar el flujo de alimentación al sistema e inmediatamente se aplican los ultrasonidos y finalmente la presión transmembrana, con el objetivo de que los ultrasonidos eviten la formación de la capa de deposición.

## **5.6 SAXS condiciones de medición y análisis**

Las mediciones SAXS se llevaron a cabo en el ID02 de alta brillantez (Narayanan y cols., 2001) SAXS Beamline, en la Instalación Europea de Radiación Sincrotrón

(ESRF, en Grenoble, Francia). El rayo-X incidente de longitud de onda ( $\lambda$ ) 0.1 nm (12.4 keV), fue colimado a 20  $\mu\text{m}$  vertical y 200  $\mu\text{m}$  horizontalmente usando rendijas. Las muestras se midieron a distancias donde el detector proporcionó un vector de dispersión de onda ( $q$ ) de 0.01  $\text{nm}^{-1}$  a 6  $\text{nm}^{-1}$ .

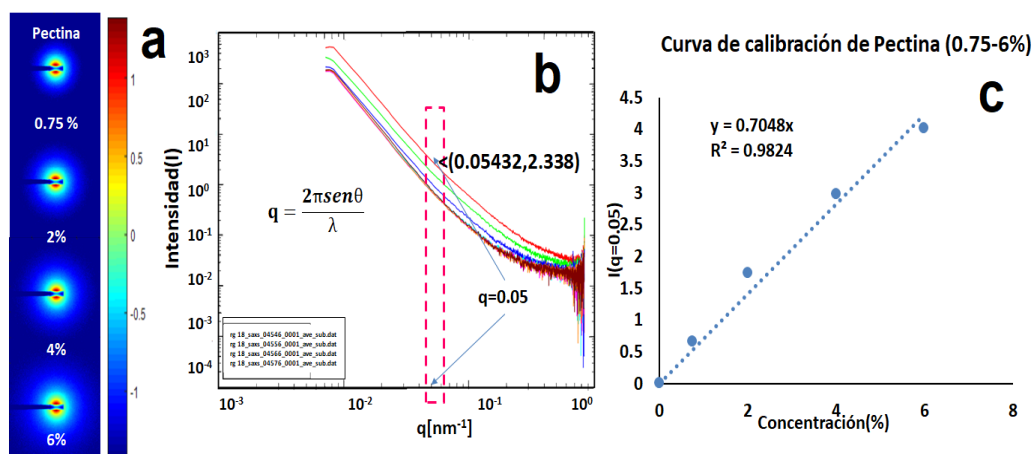
El detector SAXS usado es un FReLoN (lectura rápida, bajo nivel de ruido) acoplado ópticamente a un CCD, basado en el sensor de imagen Kodak KAF-4320. El detector tiene un campo de entrada de 100mm por 100 mm y una velocidad de lectura de fotogramas completa de 3 fotogramas por segundo (2048 x 2048), pero puede alcanzar los 15 fotogramas por segundo en modo de alta velocidad. Este detector registra el patrón de intensidad dispersa bidimensional (2D) de cada medida.

Los datos 2D sin procesar se corrigen primero por artefactos del detector (resta de la corriente oscura y ruido de lectura, división por campo plano y corrección de distorsión espacial). En el segundo paso, las intensidades del pixel se normalizan a intensidades de dispersión absolutas ( $I_m$ ):

$$I_m = \frac{1}{T_s} \cdot \frac{1}{t_s} \cdot \frac{\Delta I_s}{I_i} \cdot \frac{1}{\Delta\Omega} \quad \text{Ec.21}$$

Donde  $I_i$  es el flujo incidente,  $T_s$  es la transmisión de la muestra,  $t_s$  es el espesor de la muestra,  $\Delta I_s$  es la intensidad de píxel corregida y  $\Delta\Omega$  es el ángulo sólido definido por un píxel. Con la resta del fondo del recipiente de la muestra, el solvente, se obtienen las intensidades dispersas absolutas de la muestra.

A partir de los patrones 2D SAXS, (Figura 5.5a) el perfil de intensidad denotado como  $I(q)$  puede ser obtenido, ya que proporciona el tamaño de partícula medio, la forma y su arreglo estructural (David y cols., 2008). La intensidad dispersa se origina a partir de la diferencia de densidad electrónica entre la partícula y el medio en la muestra líquida. Por lo tanto, para un sistema de partículas-solvente definido en un alto rango de valores  $q$  donde  $S(q) = 1$ , la intensidad dispersada es proporcional al número de partículas por unidad de volumen. En otras palabras, la concentración de la solución se puede determinar a partir de la intensidad dispersa en un alto rango de valores  $q$ .

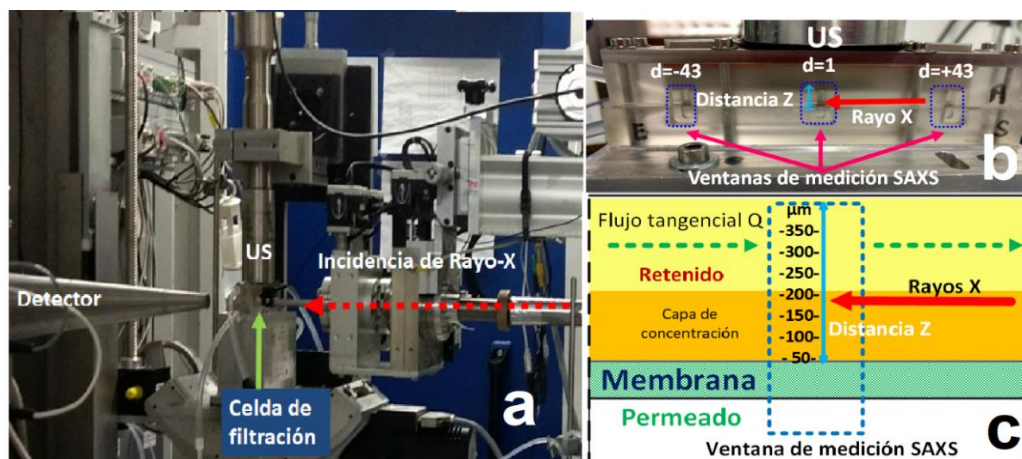


**Figura 5.5** a) Espectros de difusión 2D de la pectina a distintas concentraciones, b) integrados en una curva de intensidad difundida en función del vector de onda en modo log-log y c) asociados a través de la curva intensidad difundida contra concentración de pectina.

Para caracterizar las suspensiones iniciales, se realizó las mediciones en SAXS de 4 dispersiones de concentración conocida de pectina en agua (0.75-6% m/v) en una temperatura controlada ( $25 \pm 1^\circ\text{C}$ ) fluyendo a través de la capilaridad de la celda (flow through cell) (diámetro aprox. 2 mm). A partir de los espectros 2D de difusión obtenidos (Figura 6.4a), se realiza una integración radial para obtener la intensidad difundida  $I(q)$  en función del vector de onda  $q$  ( $\text{nm}^{-1}$ ) a través de la ecuación  $q = (2\pi \sin \theta / \lambda)$ , donde la intensidad difundida es proporcional al número de partículas por unidad de volumen (Figura 5.5b). Esto permitió una relación entre la intensidad de la dispersión y la concentración de la solución, dando lugar a una curva de calibración, mostrada en la Figura 5.4c, fijando un valor de vector de onda  $q = 0.05 \text{ nm}^{-1}$ . Las relaciones se realizaron con ayuda de las curvas en grafico log-log en función de  $q$  (Figura 5.4b), que corresponde al factor de forma.

Las mediciones in-situ se realizaron utilizando la celda de filtración de flujo tangencial (Figura 5.6a) con tres ventanas de monitoreo para el SAXS (Figura 5.6b); a la entrada ( $d=-43$ ), centro ( $d=1$ ) y salida ( $d=+43$ ) del flujo de alimentación. La distancia  $z$  de la membrana fue mapeada con precisión por intensidad transmitida en la medición. La

distancia mínima por encima de la membrana para la obtención de datos SAXS medibles fue de 50  $\mu\text{m}$  (Figura 5.6c). Los datos fueron analizados utilizando un software SAXS utilities, en modo gráfica log-log.



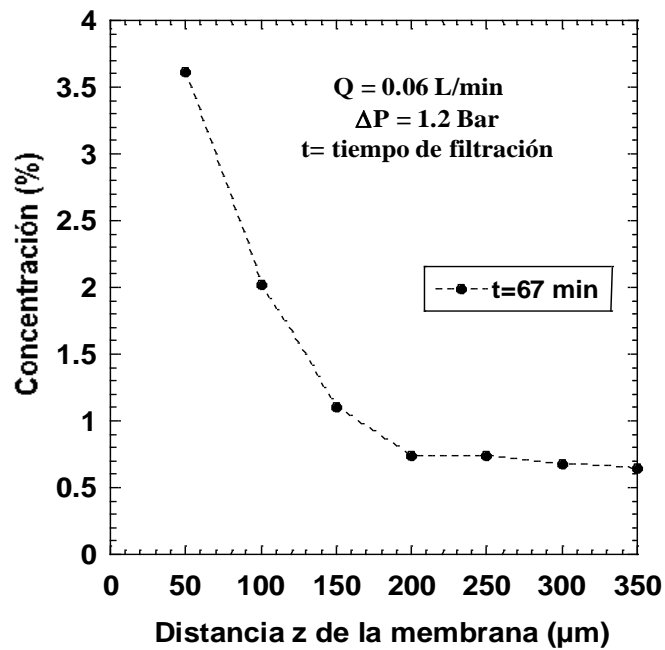
**Figura 5.6** a) Medición del SAXS in-situ b) en la celda de filtración tangencial con ultrasonido c), durante el proceso de microfiltración (Adaptado de Pignon y cols. (2012)).

En la Figura 5.7 se muestra el perfil de concentración obtenido a partir de la medición con SAXS ( $d=1$ ) durante el proceso de filtración. Donde se gráfica la concentración de la muestra contra la distancia sobre la superficie de la membrana (Figura 5.6c).

### 5.7 Estudio del mecanismo de colmatación de las pectinas y de acción de los ultrasonidos en la clarificación de jugos

Una primera fase de este estudio consistió en la filtración del jugo modelo con y sin pectina en el laboratorio, para establecer las condiciones de experimentación a trabajar en el ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), además de corroborar la influencia de la pectina en el rendimiento de filtración. Posteriormente la experimentación fue llevada a cabo en el ESRF (Grenoble), donde una solución modelo con los principales componentes de los jugos pulposos; pectina (0.75%), sacarosa (12%) y ácido cítrico (0.6%) fue analizada a través de la metodología SAXS, durante el proceso de microfiltración ( $0.1\mu\text{m}$  PVDF;  $4.08 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$ ) en la celda de filtración (in situ) y bajo la

aplicación de ultrasonidos (20 kHz, 100% amplitud,  $2.86 \text{ W.cm}^{-2}$  potencia ultrasónica). Este estudio consistió en dos etapas: la formación de la capa de deposición y su desconcentración, por medio del efecto sinérgico entre el flujo de alimentación y los ultrasonidos (resultado obtenido en la filtración del jugo de jaca), monitoreando el flux a través del tiempo y la señal de  $q$  (vector de onda) a las diferentes distancias de la membrana (50-350  $\mu\text{m}$  de la superficie de la membrana).



**Figura 5.7** Perfil de concentración de pectinas durante la filtración tangencial obtenido por SAXS.



# 6

## RESULTADOS Y DISCUSIONES

---

## CAPÍTULO 6. RESULTADOS Y DISCUSIONES

### **6.1 Rheological and physicochemical stability of hydrolyzed jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L.) processed by spray drying**

#### **6.1.1 Introducción**

El 90.5% de la producción de jaca en Nayarit se destina a exportación, sin embargo, se han encontrado dificultades para su transporte y conservación en fresco, asociadas a algunas enfermedades poscosecha y vida de anaquel corta, por lo que es necesaria su industrialización, así, el secado por aspersión (SA) representa una alternativa para el aprovechamiento del fruto, ya que disminuye la  $a_w$ , lo cual evita la proliferación de microorganismos. Sin embargo, su aplicación en frutas representa un problema debido a la baja temperatura de transición vítrea de los mono y disacáridos, componentes que definen el rendimiento del secado por aspersión, por lo que es necesario la utilización de materiales de pared como la maltodextrina, la cual es una de las más utilizadas en la industria. El objetivo de este trabajo fue estudiar el efecto del secado por aspersión sobre las propiedades reológicas y fisicoquímicas en el jugo hidrolizado (JH) de jaca como método de estabilización. Se aplicaron 6 tratamientos enzimáticos a 100 mL de pulpa de jaca (PJ) a condiciones constantes de incubación (3%, 200 rpm, 1 h y 37 °C), así, los azúcares reductores y la viscosidad definieron el tratamiento a ser optimizado por metodología de superficie de respuesta, para la cual se varió el tiempo de incubación (1,2 y 3 h) y la concentración enzimática (1,2 y 3 %) a 3 niveles. El secado por aspersión se llevó a cabo al evaluar 2 concentraciones de maltodextrina (definidas por pruebas preliminares) para la estabilización de la PJ (10 y 25%) y el JH (40 y 50%) a través del rendimiento de secado y comportamiento reológico. Finalmente, se determinaron las propiedades fisicoquímicas y los azúcares simples por HPLC de las muestras. Se obtuvo que la hidrólisis con Celluzyme® y Pectinex Ultra Pulp® fue la mejor, con un valor de azúcares reductores de  $78.50 \pm 1.93$  mg. mL<sup>-1</sup> y una reducción del 94.5% ( $7.94 \pm 0.82$  cps) de la viscosidad. Valores similares se han reportado para frutos de mango y jaca, sin embargo, en este estudio no se utilizó la filtración como pretratamiento de la hidrólisis enzimática. La metodología de superficie de respuesta indicó que la disminución de la viscosidad dependió del tiempo de incubación,

atribuido al contenido de pectina en PJ (3 a 5.2%), que representa la principal causa de la viscosidad en las pulpas de frutas, además que, la cinética de viscosidad mostró que en los primeros 20 min de incubación se obtuvo el 70% de su reducción y a medida que el tiempo incrementa, esta disminuye hasta 95%. Por el contrario, el aumento de azúcares reductores dependió de la concentración enzimática puesto que, estos son liberados por la despolimerización de sus respectivos polisacáridos, así, a mayor concentración de enzima, mayor será el contenido de azúcares producidos por la hidrólisis de la mezcla enzimática, causado por algunas actividades secundarias presentes. En el secado por aspersión el mejor tratamiento se obtuvo a concentración de maltodextrina de 50% en el JH, con rendimiento de secado del 74%, sin afectar su comportamiento reológico y sus propiedades fisicoquímicas. Se concluye que el tratamiento enzimático optimizado aplicado a PJ favorece las características fisicoquímicas del JH. El tratamiento JH (50%) posee el mejor rendimiento de secado y conserva el comportamiento reológico del testigo, por lo que es adecuado como método de estabilización.



## Rheological and physicochemical stability of hydrolyzed jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L.) processed by spray drying

Adriana Navarrete-Solis<sup>1,2</sup> · Nicolas Hengl<sup>2</sup> · Juan Arturo Ragazzo-Sánchez<sup>1</sup> · Stéphane Baup<sup>2</sup> · Montserrat Calderón-Santoyo<sup>1</sup> · Frédéric Pignon<sup>2</sup> · Ulises Miguel López-García<sup>1</sup> · Rosa Isela Ortiz-Basurto<sup>1</sup>

Revised: 21 August 2019 / Accepted: 6 September 2019  
 © Association of Food Scientists & Technologists (India) 2019

**Abstract** Spray drying represents a viable alternative for the stabilization of juice and extract of a great diversity of plant in tropical zones, such as jackfruit from Nayarit, Mexico. The jackfruit powder allows physicochemical and microbiological stability for storage, transportation, and marketing. In addition, this allows expansion of consumption and use of these exotic tropical fruits. The aim of this work was to find the best enzymatic hydrolysis and spray drying treatment for obtaining jackfruit pulp and juice in powder without affecting its rheological and physicochemical properties. Jackfruit pulp was treated with three commercial enzymes and their mixtures, and the best treatment was then optimized by Response Surface Methodology. The jackfruit pulp and the hydrolyzed juice were spray dried using maltodextrin as a carrier agent. The best hydrolysis was obtained with Celluzyme<sup>®</sup> and Pectinex Ultra Pulp<sup>®</sup> and the optimal conditions were 1% of enzyme concentration, during 3 h at 37 °C ( $p = 0.92$ ), that leads reducing sugar of  $78.50 \pm 1.93 \text{ mg mL}^{-1}$  and viscosity of  $7.94 \pm 0.82 \text{ cps}$  (94.7% reduction). The enzyme concentration is a direct function of reducing sugars content, while incubation time is an inverse function of viscosity. The spray drying treatment with the highest yield (74%) without affecting rheological and physicochemical properties compared to the fresh hydrolyzed juice was the treatment with 50% (TSS/weight) maltodextrin.

**Keywords** Jackfruit · Spray drying · Rheological behavior · Hydrolyzed fruit juice · Maltodextrin

### Introduction

Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* L.) is an exotic fruit that can be described as a rich source of carbohydrates, minerals, carboxylic acids, dietary fiber, ascorbic acid, flavonoids, acid sterols, tannins, thiamin, carotenoids (De Faria et al. 2009) and functional compounds, including anticancer compounds (Sun et al. 2017). However, another important component are pectins, with a content of 3.2–5.8% in bulbs (Haq 2006). Pectins are the mainly responsible for the viscosity in fruits and may represent a problem for the handling and processing of jackfruit pulp. Enzymatic hydrolysis is an alternative, which improves the sensory and physicochemical properties (Chauhan et al. 2010). Additionally, this climacteric tropical fruit is perishable and has a reduced shelf life (Prette et al. 2013). The edible fruit is processed in jams, snacks, fruit wine, fruit juice and dehydrated products (Zhang et al. 2017). Recently, the industrialization of fruit juice powder has grown in economic importance. This physical state provides stability during storage, increases shelf life and facilitates transportation (Shrestha et al. 2007).

Spray drying is a widely used method for dehydrating fruits juices and is based on the exposition of the liquid feed to a hot stream of air in order to obtain dry powders (Chong and Law 2011). However, spray drying of fruit concentrates is a problem due to the sticky behavior of the powders. This is due to the low glass transition temperatures ( $T_g$ ) of fruits sugars (glucose, fructose and sucrose). When the  $T_g$  of the carbohydrates is exceeded during drying, a physical change takes place; the increase of the

✉ Rosa Isela Ortiz-Basurto  
 riobasurt@ittec.edu.mx

<sup>1</sup> TecNM-Instituto Tecnológico de Tepic, Laboratorio Integral de Investigación en Alimentos, Av. Tecnológico # 2595, Col. Lagos del Country, C.P. 63175 Tepic, Nayarit, Mexico

<sup>2</sup> Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP Institute of Engineering LRP, 38000 Grenoble, France

specific heat and molecular mobility induces a decrease in viscosity, causing the dust to stick on dryer walls (Goula et al. 2008). This effect can be avoided by increasing the  $T_g$  of the mixtures by addition of wall materials such as maltodextrin. Maltodextrin is one of the chief wall materials due to its ability to form a cover for aromas and flavors, thereby minimizing exposure to oxygen, this is a key feature for powder stabilization (Pourashouri et al. 2014). The microparticles obtained by spray drying are able to protect the nuclei for prolonged periods and release them under digestive conditions. Therefore, spray drying in presence of wall materials that increase the  $T_g$  of the drying mixture is suitable to increase the stability of the bioactive compounds during storage of the obtained capsules, preserving their biological activity (Mahdavi et al. 2014). The aim of this work was to optimize the enzymatic hydrolysis using Response Surface Methodology (RSM), in order to obtain jackfruit pulp and juice in powder by spray drying, without affecting its rheological and physicochemical properties.

## Materials and methods

### Sample preparation

The raw material used in this work was obtained from Compostela Nayarit, Mexico (21°14'17"N, 104°54'0"W altitude of 850 m). All the fruits were disinfected with sodium hypochlorite at 200 ppm for 5 min and cut into four pieces. The center was removed and the bulbs were extracted and then pulped in a pulper (CONNECTOR 16/20/26A) with 0.5 mm diameter mesh. Then, the obtained jackfruit pulp (JP) was enzymatically treated, resulting in the hydrolyzed juice (HJ).

The HJ and JP were processed by spray drying, where the JP was diluted with 50% water (DJP) and filtered through a 300  $\mu\text{m}$  diameter sieve. Thereafter, the DJP and HJ were mixed with two different maltodextrin concentrations (DJPM and HJM). After the spray drying treatment, the samples were reconstituted (DJPMR and HJMR) in water to the initial total soluble solids concentration.

### Enzymes

Three different commercial enzymes were used; (1) Pectinex Ultra Pulp® (PUP®) with pectinlyase activity provided by Novozymes® (Cauatitlán Izcalli, México), (2) Celluzyme® (C®) where the cellulase, hemicellulase, and beta-glucanase activities are the principal, and (3) Celluzyme X Conc® (CC®) with xylanase as main activity and hemicellulase and beta-glucanase as secondary activities.

C® and CC® enzymes were provided by PIQ® (Cauatitlán Izcalli, México).

### Enzymatic hydrolysis

A volume of 100 mL of jackfruit pulp was treated with the 3 individual commercial enzymes (Pectinex Ultra Pulp®, Celluzyme® and, Celluzyme X C®) and their binary mixtures (3 treatments) in a ratio of 1:1 (volume/volume), under constant incubation conditions (37 °C, pH 5.3, 200 rpm, 3 h, concentration 3% v/v). A simplex lattice mixture design with 3 factors (individual enzymes) was used, using the Analysis of variance (ANOVA) for the comparison of means with the viscosity and reducing sugar as studied responses. Then, the best enzymatic treatment was optimized by RSM with 2 chosen factors (enzyme concentration and incubation time) at three levels (Table 1). A 2-second order polynomial model (Eq. 1) was used for the response parameter ( $\hat{y}$ ), measured as viscosity ( $\hat{y}_{\text{viscosity}}$ ) and reducing sugars ( $\hat{y}_{\text{RS}}$ ):

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_0 x_i + \sum_{i=1}^k \beta_2 x_i^2 + \sum_{i < j} \sum_j \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (1)$$

STATISTICA version 10.0 software package was used for statistical analysis.

### Spray drying

Drying was carried out in a rotary disc particle dryer LPG-5 (CIMA INDUSTRIES INC, China). Two different spray drying conditions were used for the samples. The DJP was dried at 110 °C inlet temperature ( $T_i$ ), 16.7 mL min<sup>-1</sup> feed speed ( $F_s$ ), 25,000 rpm nozzle rotation velocity ( $R_n$ ), 10 and 25% maltodextrin concentration (MC) in relation to the total soluble solids/weight (TSS/w). The HJ was dried at 110 °C ( $T_i$ ), 8.3 mL min<sup>-1</sup>  $F_s$  and to 40 and 50% MC (TSS/w).

**Table 1** Factorial 3<sup>2</sup> experimental design used by RSM for the enzymatic hydrolysis with PUP® + C® applied to jackfruit pulp

Treatments	Enzyme concentration (EC) $x_1$ (%w/v)	Incubation time (T) $x_2$ (h)
1	1	1
2	1	2
3	1	3
4	2	1
5	2	2
6	2	3
7	3	1
8	3	2
9	3	3

### Drying yield

Drying yield was calculated by the relation between the solid content in powder and the solid content in the feeding material (Eq. 2):

$$\text{Yield} = \frac{\text{Solids content in powder}}{\text{Solids content in the feeding material}} \times 100 \quad (2)$$

### Rheological measurements

The rheological study was performed on the samples (JP, DJP, HJ, DJPM and HJM) before the drying process, as well as on the reconstituted powders (DJPMR and HJMR), using a DISCOVERY HR-1 (TA Instrument, New castle DE) rheometer with a Peltier plate system attached to a circulating water bath (WiseCircu, Korea, Mod. WCR-P6), at controlled stress and temperature (25 °C), with cone and plate geometry (d = 60 mm, 2° angle). The mechanical properties were measured under simple shear flow. The storage ( $G'$ ) and loss modulus ( $G''$ ) were measured under small-amplitude oscillation with a frequency range from 0.1 to 200 rad s<sup>-1</sup> (Medina-Torres et al. 2016). The juice viscosity was measured under constant conditions of temperature (25 °C) and deformation speed (50 s<sup>-1</sup>) during 5 min, with measurements each 30 s (10 points per decade).

The enzymatic hydrolysis was estimated by a viscosity reduction curve. First, the enzymatic mixture was added to 3 kg jackfruit pulp contained in an incubation tank with controlled temperature, provided with a pump ProMinent (Heidelberg, Germany) for the sample recirculation (3.3 L min<sup>-1</sup>). Then, 5 mL of sample were taken and immediately placed in the rheometer for the viscosity determination. The first measurements were taken each 30 s during 20 min at incubation temperature, later the samples were taken and measured, each 20 min for 3 h.

### Physicochemical properties

The physicochemical properties were determined according to the following methods: The humidity, water activity ( $a_w$ ), titrable acidity, total ash, total soluble solids (TSS), reducing sugars content (dinitrosalicylic acid DNS), ascorbic acid (2,6 dichloro indophenol colorimetric method) were determined by AOAC and Horwitz (2005). The total sugars using the methodology of DuBois et al. (1956), the solubility with the method described by Eastman and Moore (1984) and the color using a tristimulus colorimeter (Konica Minolta CR 400, Japan) under D65 lamp (Saxena et al. 2012). All samples were evaluated in triplicate and analyzed by one-way ANOVA at a

significance level of  $p < 0.05$  and a LSD test for mean differences with STATISTICA version 10.0.

### Total carotenoids

5 g of sample were immersed in 20 mL of acetone reactive grade (99.5%, reagent ACS) for 2 h. The carotene layer was separated using petroleum ether (reagent ACS) through a separating funnel. The volume was adjusted to 50 mL with petroleum ether and the layer was passed through sodium sulfate over the funnel in order to remove moisture. The optical density of the layer was measured at 452 nm using a CARY 50 Bio UV visible spectrophotometer (Agilent Technologies, CA, United States) and ether as a blank (Ranganna 1986). The total carotenoids were calculated with Eq. 3.

$$\text{Total carotenoids} \left( \frac{\text{mg}}{100 \text{ g}} \right) = \frac{(3.856 * \rho_o * V_m * 100)}{W_s * 100} \quad (3)$$

where:  $\rho_o$  = optical density of the sample (mg/mL);  $V_m$  = adjusted volume (mL);  $W_s$  = weight of sample (g).

### Differential scanning calorimetry

4 mg of powder samples equilibrated at 20 °C were placed in a perforated aluminum pan (aluminum standard, 40  $\mu$ L of internal volume) and an empty perforated crucible was used as the reference before heating. Two cycles of heating and cooling ramp from 0 to 110 °C at 10 °C min<sup>-1</sup> with a nitrogen gas flow (60 mL min<sup>-1</sup>) were used for the differential scanning calorimetry analysis (Mettler-Toledo 823, Greifensee, Switzerland).

### Quantification of carbohydrates by high performance anion exchange chromatography (HPAEC)

The concentration of carbohydrates was determined by HPAEC thanks to a Dionex ICS-5000 (Thermo Fisher Scientific, CA, USA) chromatographic system equipped with a pulsed amperometric detector (PAD). A guard column and a CarboPac PA100 column were stabilized at 28 °C with 28 mM NaOH with a 0.28 mL min<sup>-1</sup> flow rate for 10 min before the injection of 70  $\mu$ L of each sample at a concentration of 0.2 mg mL<sup>-1</sup>. Samples and standards were eluted with a 28 mM isocratic NaOH gradient, at a flow rate of 0.28 mL min<sup>-1</sup> for 65 min at 28 °C. To define the elution time of the standards in the gradient and the concentration curve, a mixture of standard sugars was used ( $\alpha$ -L-rhamnose (6-deoxy-L-mannose) monohydrate ( $\geq 98.0\%$ ), D(+)-mannose ( $\geq 99.5\%$ ), D-(+)-xylose ( $\geq 99.0\%$ ), L-(+)-arabinose ( $\geq 99.0\%$ ), D-(-)-fructose ( $\geq 99.0\%$ ), sucrose ( $\geq 99.5\%$ ) and D-(+)-anhydrous glucose ( $\geq 99.5\%$ ), all of them from Sigma Aldrich) were



injected at 4 concentrations (0.025, 0.05, 0.1 and 0.2 mg mL<sup>-1</sup>).

## Results and discussion

### Enzyme selection

All enzymatic treatments show important reductions from 88.52 to 94.76% in the viscosity values compared with the control (Table 2). Nagar et al. (2012) report a decrease of 11.4% and 15.04% for apple and pineapple fruits respectively. Sreenath et al. (1995) performed enzymatic liquefaction in pulp of some mango varieties, where the highest yield was obtained for the Raspuri variety with Pectinex and Cellulast, resulting in a reduction between 60 and 80%. Finally, Chauhan et al. (2004) achieved a viscosity reduction up to 94.6% in jackfruit pulp after filtration through muslin cloth, this coincides with the current study without filtering after enzymatic hydrolysis, for treatments with CC<sup>®</sup>, the mixture of CC<sup>®</sup> with PUP<sup>®</sup> and the mixture of PUP<sup>®</sup> with C<sup>®</sup> (Table 2). In this sense, the matrix composition defines the initial viscosity, which is affected by enzymatic treatment. However, there is a statistically significant difference between the viscosity measured for samples treated by an enzymatic mixture and the viscosity measured for samples obtained by single enzyme treatment ( $p < 0.05$ ).

Regarding reducing sugars (RS) (Table 2), a statistically significant difference was also found among the treatments, where the greatest release of reducing sugars was obtained with the treatment with the enzyme PUP<sup>®</sup>, followed by its mixing PUP<sup>®</sup> + C<sup>®</sup> and PUP<sup>®</sup> + CC<sup>®</sup>. In this sense, Nagar et al. (2012) reported an increase for this parameter by 4.01 and 18.35% in apple and pineapple pulp respectively, these samples were treated with xylanase. In this regard, Molina (2011) attribute the RS increase to the polysaccharides hydrolysis into monosaccharides. In this way, the pectin in the samples is hydrolyzed in

galacturonic acid by the action of pectinase. However, this increase is influenced by the specificity of the enzymes involved in the treatments, in relation with the composition of substrates (polysaccharides) contained in the food matrix. GuptaU and RaoC (1963) reported the presence of L-rhamnose, D-xylose, L-arabinose, D-glucose, D-galactose and D-galacturonic acid as the main components in jackfruit after acid hydrolysis. In this study, the presence of fructose, glucose, sucrose, and mannose in the jackfruit pulp was found (Table 2); an increase of the first three sugars and a diminution of mannose by enzymatic hydrolysis were observed.

Sreenath et al. (1995) reported when treating mango pulp with Pectinex and Cellulast a reduction of viscosity higher than that obtained by the exclusive use of individual enzymes. It can be attributed to the synergy that exists when combining enzymes with pectinolytic and cellulase activities; long chains of pectin and cellulose are separated simultaneously and each substrate is more available for enzymatic reactions (Vaillant et al. 1999). Taking the viscosity reduction as the first criterion and the RS increase as the second criterion, the best treatment ( $p < 0.05$ ) appeared to be the mixture C<sup>®</sup> + PUP<sup>®</sup> with 94.76% and 347% respectively. Therefore, this treatment was the most appropriate to be optimized.

### Enzymatic optimization using response surface methodology (RSM)

A correlation model was found for viscosity parameter ( $\hat{y}_{\text{viscosity}}$ ) with a value of  $p$  equal to 0.98 for lack of fit test (Eq. 4). The contour graph shows an inverse dependence between viscosity and time (T); as time increases, viscosity decreases and the lowest value is obtained at 3 h (Fig. 1a). However, viscosity is not really influenced by enzyme concentration (EC). This can be explained by the amount of pectin present in the pulp (from 3.2 to 5.8%), since pectin is the main polymer responsible for viscosity (Haq 2006). An important consideration is the mixture of the

**Table 2** Effect of the enzymatic treatments of the jackfruit pulp on the viscosity and reducing sugars

Treatment (tmt)	Viscosity (Cps)	Viscosity reduction (%)	Reducing sugars (mg mL <sup>-1</sup> )	Increase reducing sugars (%)
1 Celluzyme (C) <sup>®</sup>	12.57 ± 6.41 <sup>ab</sup>	91.70 ± 3.67 <sup>ab</sup>	24.54 ± 0.19 <sup>c</sup>	39.64 ± 1.1 <sup>e</sup>
2 Celluzyme X C (CC) <sup>®</sup>	10.88 ± 3.74 <sup>a</sup>	92.82 ± 2.14 <sup>a</sup>	32.46 ± 1.35 <sup>d</sup>	84.74 ± 7.7 <sup>d</sup>
3 Pectinex Ultra Pulp (PUP) <sup>®</sup>	17.39 ± 0.60 <sup>b</sup>	88.52 ± 0.35 <sup>b</sup>	98.31 ± 3.28 <sup>a</sup>	459.51 ± 18.69 <sup>a</sup>
4 C <sup>®</sup> + CC <sup>®</sup>	12.37 ± 4.87 <sup>ab</sup>	91.83 ± 2.78 <sup>ab</sup>	30.55 ± 4.83 <sup>de</sup>	73.86 ± 27.49 <sup>de</sup>
5 C <sup>®</sup> + PUP <sup>®</sup>	7.94 ± 0.82 <sup>a</sup>	94.76 ± 0.47 <sup>a</sup>	78.50 ± 1.93 <sup>b</sup>	346.77 ± 11 <sup>b</sup>
6 CC <sup>®</sup> + PUP <sup>®</sup>	9.93 ± 2.25 <sup>a</sup>	93.45 ± 1.28 <sup>a</sup>	63.74 ± 0.38 <sup>c</sup>	262.8 ± 2.2 <sup>c</sup>

(n ± SD) Different letters in the same column indicate significant difference between enzymatic treatments ( $p < 0.05$ ). Initial viscosity value = 141.46 ± 0.85 cps; initial reducing sugar value = 17.57 ± 0.55 mg mL<sup>-1</sup>

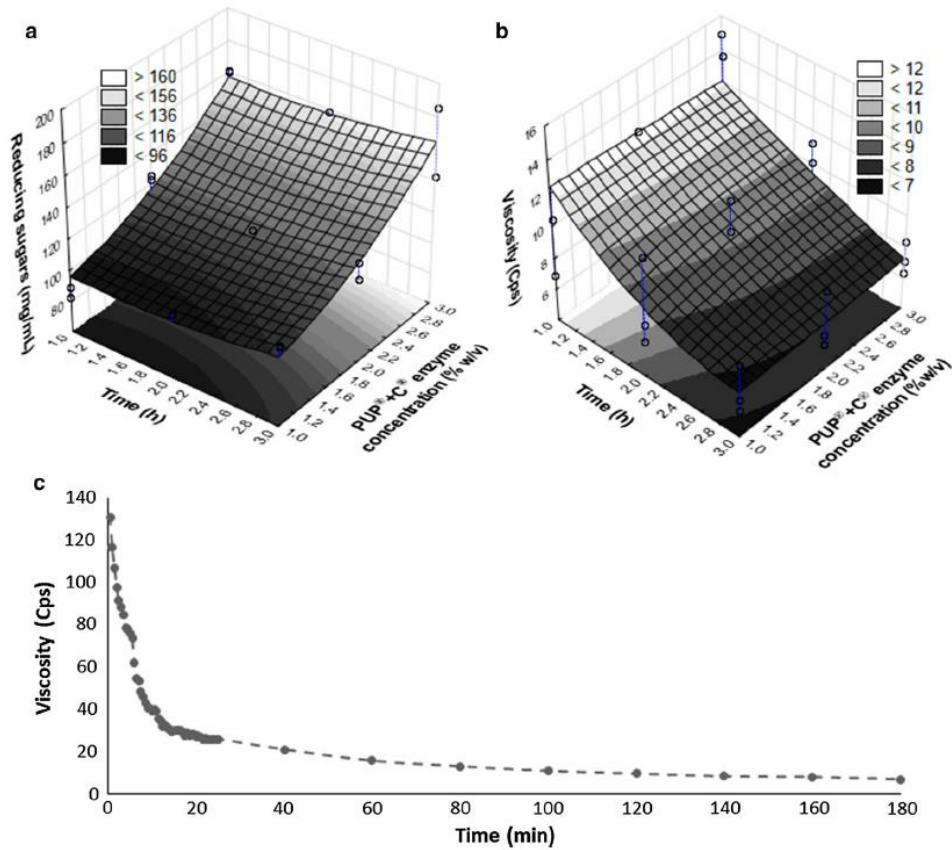


Fig. 1 Contour plot of the influence of PUP® + C® enzyme concentration and incubation time on a viscosity and b reducing sugars. c Decrease in viscosity due to the effect of treatment with PUP® + C® at (1%, 3 h) on the jackfruit

enzymes, which includes pectinlyases for PUP® as cellulases, hemicellulase and beta glucanases for C®, acting together in a synergistic and specific manner. In a first time, the cellulases and hemicellulases depolymerize the cell wall, and then, the pectinlyase catalyzes the eliminatory cleavage of (1,4)- $\alpha$ -D-galacturonan methyl ester (Vaillant et al. 1999). In this sense, increased hydrolysis times let to a complete hydrolysis of polysaccharides complexes.

$$\hat{y}_{\text{viscosity}} = -14.2078T + 2.8388T^2 - 5.8160EC + 0.9873EC^2 + 7.8423TEC - 1.4016TEC^2 - 1.9481T^2EC + 0.3581T^2EC^2 \quad (4)$$

Regarding reducing sugars parameter ( $\hat{y}_{RS}$ ), the proposed response surface model (Eq. 5) presented a satisfactory value of  $R^2$  of 0.9213. The contour plot indicates RS directly depends on the enzymatic concentration, since the maximum values are obtained at high enzyme

concentration (2.8–3%) and the minimum at low enzyme concentrations (1%). On the other hand, it was observed that the reducing sugars liberation is not time dependent (Fig. 1b). Thus, while viscosity depends directly on the incubation time due to the concentration of pectin in the bulbs of jackfruit, the release of RS is dependent on enzyme concentration, because their release is controlled by the depolymerization of polysaccharides in the pulp. Chowdhury et al. (1997) found the main sugars in the edible part of the jackfruit were glucose, fructose and sucrose.

$$\hat{y}_{RS} = 127.05T - 19.95T^2 + 152.39EC - 23.98EC^2 - 131.42TEC + 26.78TEC^2 + 21.72T^2EC - 4.24T^2EC^2 \quad (5)$$

Finally, the viscosity kinetics shows a decrease of 79.28% (27.09 cps) in the first 20 min with respect to the



initial value (130.81 cps) and up to 94.6% (7.03 cps) at 180 min (Fig. 1c).

### Rheological behavior of the different juices

The simple shear test was carried out for different samples: controls (DJP and HJ), HJ with maltodextrin (40 and 50% w/TSS) before (HJM) and after of drying (HJMR), as well as for DJP with maltodextrin (10 and 25% w/TSS) before (DJPM) and after drying (DJPMR).

Non-Newtonian fluid behavior was observed for shear thinning to flow (pseudoplastic), (Fig. 2a) for all samples; as the shear rate increases, the viscosity decreases. Also, these materials present structural changes as the deformation increases, which can generate a break or rearrangement of the chains until reaching a more stable state. At high concentrations, the polysaccharide molecules become entangled and unraveled after a period of time, being stabilized by intermolecular hydrogen bonding associations and non-covalent interactions (Garcia-Cruz et al. 2013). Thus, for the HJM (40%), a behavior very similar to starch is observed, due to the maltodextrin content. This sample has a non-Newtonian behavior because when the shear rate increases, its viscosity slightly decreases until it reaches a plateau; this behavior may be due to the low viscosity of the HJ and the possible rupture of the chains during spray drying.

For the oscillatory shear stress test for DJP, DJPM (10%), DJPM (25%), DJPMR (25%), HJMR (40%), HJM (50%) and HJMR (50%), it was observed that the storage ( $G'$ ) or elastic modulus is greater than the loss ( $G''$ ) or viscous modulus. This evidences the formation of a strong gel (Fig. 2b). This behavior coincides with that reported for mango peel pectin (Koubala et al. 2009). On the other hand, for the samples of HJ, DJPMR (10%), HJM (40%)

the viscous modulus ( $G''$ ) is greater than the elastic ( $G'$ ), this is characteristic of samples without gelatinization due to their low viscosity. Thus, it was found that DJPMR (10%) and HJMR (40%) do not exhibit a behavior similar to that of the control (DJP and HJ), nor to their controls before drying (DJPM (10%) and HJM (40%)). This is possibly due to the low concentration of the encapsulating material. The thermal treatment and the atomization could generate a breakdown of the structures, so that they lose their capacity to rearrange.

### Glass transition temperature and drying performance

The  $T_g$  value (Table 3) in the samples decreases with the addition of maltodextrin in mixtures with high sugar contents, this phenomenon is attributed to the interaction of the simple sugar (Table 4) in the jackfruit samples and the maltodextrin (glucose and fructose at  $0.22 \pm 0.07 \text{ mg mL}^{-1}$  and sucrose at  $0.15 \pm 0.03 \text{ mg mL}^{-1}$ ) with the water causing a plasticizing effect. In this sense, Goula et al. (2008) reported the plasticizing behavior in mango fruit with above 40% maltodextrin content (weight fraction). This is explained by the interaction of water with the insoluble material (pulp) and the soluble low-molecular-weight carbohydrates by means of dipole-dipole interactions of intra and inter macromolecular hydrogen bonds of water with soluble solids (sugars), this difficult the drying process and increase the humidity in the powder (Goula and Adamopoulos 2010) as a result of low moisture diffusibility. Moreover, there is a relationship between the concentration of sugars and acids present in the samples with the easy of water evaporation during drying. Shavakhi et al. (2012) found drying indexes of 0.27, 0.51 and 0.85 for fructose, glucose, and sucrose respectively; this

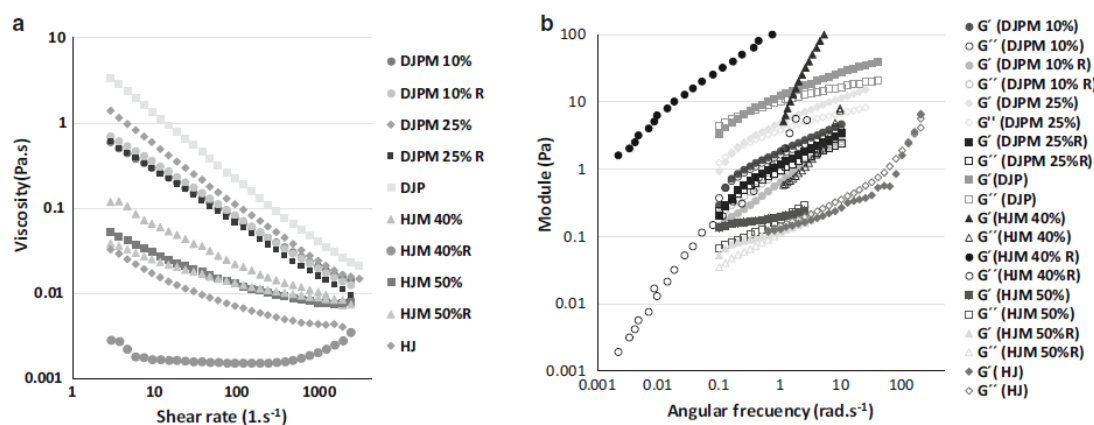


Fig. 2 Graphics simple test (a) and oscillatory shear (b) in pulp samples (JP) and hydrolyzed juice jackfruit (HJ) spray dried

**Table 3** Physicochemical characteristics of samples treated by spray drying and controls

Treatment	TSS (°Brix)	Viscosity (cps)*		T <sub>g</sub> (°C)	Drying yield (%)
		Initial solution	Reconstituted solution		
1 DJP	11.7 ± 0.8 <sup>f</sup>	79.61 ± 11.68 <sup>c</sup>	UD	UD	UD
2 DJPM 10%	13.5 ± 0.5 <sup>c</sup>	100.83 ± 11.17 <sup>ba</sup>	96.72 ± 11.86 <sup>ba</sup>	65.76 ± 0.41 <sup>a</sup>	50 ± 1.8 <sup>c</sup>
3 DJPM 25%	15.6 ± 0.3 <sup>d</sup>	130.89 ± 16.90 <sup>aA</sup>	123.57 ± 14.93 <sup>aA</sup>	44.62 ± 0.50 <sup>c</sup>	57 ± 4.7 <sup>bc</sup>
4 HJ	24.6 ± 1.4 <sup>c</sup>	7.66 ± 0.45 <sup>d</sup>	UD	UD	UD
5 HJM 40%	31.2 ± 1.7 <sup>b</sup>	13.27 ± 0.74 <sup>dA</sup>	11.53 ± 0.06 <sup>cA</sup>	57.25 ± 0.42 <sup>b</sup>	65.4 ± 5.8 <sup>ab</sup>
6 HJM 50%	35.3 ± 0.2 <sup>a</sup>	15.12 ± 0.41 <sup>dA</sup>	14.33 ± 0.1 <sup>cA</sup>	40.76 ± 0.64 <sup>d</sup>	74 ± 3.3 <sup>a</sup>

(n ± SD) Different lowercase letters in the same column indicate significant difference between samples ( $p < 0.05$ ) and \*different uppercase letters in the same row indicate significant difference between the viscosity values ( $p < 0.05$ ). Total soluble solids (TSS), Diluted jackfruit pulp (DJP at 50%), Hydrolyzed juice (HJ), Maltodextrin (M), Glass transition temperature (T<sub>g</sub>), Undetermined (UD)

**Table 4** Physicochemical characteristics of the best treatments in enzymatic hydrolysis, spray drying and control

Physicochemical characteristics	JP	HJ	HJM*	HJMR*
Humidity (%)	74.92 ± 0.26 <sup>c</sup>	79.38 ± 0.00 <sup>d</sup>	71.38 ± 0.00 <sup>b</sup>	69.06 ± 1.14 <sup>a</sup>
Ashes (%)	0.78 ± 0.01 <sup>b</sup>	0.78 ± 0.01 <sup>b</sup>	0.69 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.70 ± 0.01 <sup>a</sup>
Titratable acidity (%AC)	0.40 ± 0.02 <sup>a</sup>	0.55 ± 0.02 <sup>bc</sup>	0.49 ± 0.02 <sup>b</sup>	0.62 ± 0.05 <sup>c</sup>
TSS (°Brix)	24.1 ± 0.42 <sup>a</sup>	24.25 ± 0.78 <sup>a</sup>	31.40 ± 0.42 <sup>b</sup>	32.0 ± 0.85 <sup>b</sup>
Total sugars (g/100 g)	12.41 ± 4.52 <sup>b</sup>	15.12 ± 1.37 <sup>b</sup>	21.75 ± 1.13 <sup>a</sup>	23.85 ± 1.49 <sup>a</sup>
Reducing sugars (g/100 g)	4.27 ± 0.07 <sup>b</sup>	15.96 ± 2.57 <sup>a</sup>	16.69 ± 0.38 <sup>a</sup>	16.95 ± 1.84 <sup>a</sup>
Glucose and fructose (mg mL <sup>-1</sup> )	1.35 ± 0.14 <sup>a</sup>	2.18 ± 0.27 <sup>a</sup>	2.33 ± 0.65 <sup>a</sup>	2.18 ± 0.74 <sup>a</sup>
Sucrose (mg mL <sup>-1</sup> )	1.20 ± 0.07 <sup>a</sup>	1.85 ± 0.21 <sup>a</sup>	1.69 ± 0.69 <sup>a</sup>	1.65 ± 0.91 <sup>a</sup>
Mannose (mg mL <sup>-1</sup> )	1.0 ± 0.14 <sup>a</sup>	0.14 ± 0.14 <sup>b</sup>	0.33 ± 0.21 <sup>b</sup>	0.27 ± 0.16 <sup>b</sup>
Ascorbic acid (mg/100 g)	15.67 ± 1.15 <sup>a</sup>	17.33 ± 4.62 <sup>a</sup>	17.33 ± 2.52 <sup>a</sup>	18.33 ± 2.08 <sup>a</sup>
Total carotenoids (µg/100 g)	64.40 ± 5.99 <sup>b</sup>	113.37 ± 0.55 <sup>a</sup>	81.74 ± 0.55 <sup>ab</sup>	71.72 ± 22.36 <sup>b</sup>
Color				
L	41.89 ± 1.83 <sup>a</sup>	42.15 ± 3.3 <sup>a</sup>	35.18 ± 0.30 <sup>b</sup>	34.43 ± 0.05 <sup>b</sup>
a	- 0.95 ± 0.34 <sup>a</sup>	- 2.46 ± 1.03 <sup>ab</sup>	- 2.96 ± 0.48 <sup>b</sup>	- 3.77 ± 0.69 <sup>b</sup>
b	25.17 ± 0.66 <sup>a</sup>	23.19 ± 0.71 <sup>ab</sup>	18.59 ± 2.55 <sup>bc</sup>	19.51 ± 1.08 <sup>c</sup>

(n ± SD) Different letters in the same column indicate significant difference between samples ( $p < 0.05$ ). Citric acid (CA), \*(50%: TSS/weight)

indicates that fructose is more difficult to dry followed by glucose and sucrose. This behavior is in accordance with the results obtained for this study, where lower fructose, glucose and sucrose concentrations were found for the DJP than for the HJ (Table 4). This explains the lower required maltodextrin concentration for DJP drying, compared to the amount used for the HJ. In addition, the quantity of water presents in the sample before drying is related to performance process. Thus, a low yield was observed in the DJP drying, which is due to the energy required for evaporating the water of the sample in the drying process. According to Grabowski et al. (2006), hydrolyzed samples with high solids contents and low viscosity show high drying performance (Table 3), because of the enzymatic treatment and the addition of maltodextrin. In this way, the

HJM 50% treatment presents a higher performance and its rheological properties are not affected by spray drying. Then, this treatment is suitable for the stabilization of the hydrolyzed jackfruit pulp.

In another hand, the physical parameters of the spray drying treatments and the controls (DJP and HJ) show an increase in TSS and viscosity with the addition of maltodextrin. This is in accordance with the results found by Quek et al. (2007) in watermelon juice. A non-significant reduction in viscosity was found between the initial and reconstituted solution in the treatments; this behavior can be associated with the rearrangement capacity of the sample's molecules, induced by the spray drying temperature and the particle size (Goula and Adamopoulos 2010).

### Physicochemical characterization

The physicochemical characteristics of JP and the optimized enzymatic hydrolysis treatment (HJ), show an increase of moisture, titratable acidity, reducing sugars, total carotenoids content and a decrease of the concentration of mannose in HJ (Table 4,  $p < 0.05$ ). This can be explained by the hydrolysis treatment, since these components are liberated by cellular wall depolymerization of jackfruit. Chauhan et al. (2004) reported an increase in titratable acidity, related to the release of carboxyl groups from the pectin molecules. Also, Faria et al. (2009) reported a total carotenoids content from 34.13 to 150.34  $\mu\text{g}$  per 100 g of the jackfruit fresh sample depending on the state of ripeness of the fruit. This coincides with the results obtained in this study. An increase of 75% in the total carotenoid content was observed in the HJ with respect to the JP, due to the release of compounds by enzymatic hydrolysis. In addition, a statistically significant difference ( $p < 0.05$ ) was not found between the HJM and the HJMR, which means that drying temperature does not affect the carotenoid content, due to the protector effect of maltodextrin.

Moreover, a statistically significant difference is observed between the hydrolyzed juice and the hydrolyzed juice plus maltodextrin in the percentage of humidity, ash and total soluble solids (TSS). The hydrolyzed juice plus maltodextrin reconstituted presents lower humidity (69.0%), but higher ash (0.78%) while hydrolyzed juice presents higher humidity (79.38%) and lower ash (0.70%). This is due to the high amount of TSS present in the sample, because the maltodextrin addition increases the TSS from 24.25° Brix (hydrolyzed juice) to 32° Brix.

For the color parameter, Chauhan et al. (2004) observed a decrease of this parameter after enzymatic hydrolysis. This could be associated with the heat treatment for enzymatic inactivation. However, in this study, no statistically significant difference was found between the color parameter of pulp and the hydrolyzed juice. However, a statistically significant difference was found between the pulp, the HJM and the HJMR in all the parameters. This is due to the addition of the encapsulating material (maltodextrin), but there was no statistically significant difference between the hydrolyzed juice maltodextrin and the hydrolyzed juice maltodextrin reconstituted. In fact, for these parameters, it indicates that juice is not affected by the drying process.

The physicochemical characteristics of the spray dried jackfruit with 50% maltodextrin (TSS/w) were determined and values were obtained for humidity  $7.4 \pm 0.13\%$ , ash  $2.06 \pm 0.05$ , water activity ( $a_w$ )  $0.1987 \pm 0.0042$ , solubility  $98.90 \pm 0.09\%$ , color L  $98.90 \pm 0.09$ ,  $a^*$

$-2.03 \pm 0.25$  and  $b^* 21.32 \pm 1.92$ . These results differ from those obtained by Thaiphaniit (2012) when treating hydrolyzed jackfruit juice added with maltodextrin (38% w/volume) and spray drying (150 °C). A humidity of 57.37% and ash of 0.36% were reported. Additionally, Wong and Tan (2017) reported a humidity content of 6.68%,  $a_w$  of 0.2, solubility of 98.71%, L values of 86.49,  $a^*$  of 0.90 and  $b^*$  of 38.89 for jackfruit powder spray dried at 160 °C, with 30% maltodextrin from juice hydrolyzed with Cellulast® (yields of 66.9%); they consider that the values obtained for  $a_w$  are considered stable ( $< 0.6$ ) against the browning, microbial activity, hydrolytic, enzymatic and auto-oxidation reactions (Marques et al. 2007). Furthermore, values lower than 10% for humidity are considered safe (Tze et al. 2012), the difference of colors obtained are influenced by the raw material and this differs depending on the state of maturity, harvest season and place of production (Goswami et al. 2011).

### Conclusion

The enzymatic treatment with cellulzyme® and Pectinex Ultra Pulp® applied to the pulp of jackfruit favored the physicochemical properties by increasing the content of total carotenes and reducing sugars. They were released thanks to the synergistic action of the pectinase and cellulase activities. In the same way, the response surface model indicates a direct relationship between viscosity and incubation time, due to the concentration of pectin in the bulbs of jackfruit, as well as a dependence of the reducing sugars on enzyme concentration, since reducing sugars are released by the depolymerization of their respective polysaccharides present in the pulp. In fact, the viscosity reduction curve was correlated with the obtained response surface model with respect to the initial value (130.81 cps) up to 94.6% (7.03 cps) at 180 min. On the other hand, the hydrolyzed juice spray-dried with 50% of maltodextrin had the best yield and presents the rheological and physicochemical properties similar to the fresh product. However, the vitreous transition temperature of jackfruit powder was influenced by the addition of maltodextrin, inducing the plasticizing effect of water in the treatments because the simple sugars addition. In this case, we can conclude that the spray drying is suitable for jackfruit juice because it does not modify its physicochemical characteristics and rheological behavior.

**Acknowledgements** Authors thank CONACYT-Mexico for student grant number 339958, Biotecsa-Novozym® for the enzymes used in this work and “Frutos Tropicales de la Bahía S.P.R. DE R.L.” from Compostela Nayarit, México for providing jackfruits.



## Compliance with ethical standards

**Conflict of interest** The authors declare that there is no conflict of interests.

## References

- AOAC, Horwitz W (2005) Official methods of analysis of the AOAC International, vol 18. The Association, Gaithersburg
- Chauhan AS, Afroz SG, Rao RMN, Yadav AR, Narayan RM, Shyam RR (2004) Optimization of enzymatic liquefaction of papaya (*Carica papaya* L.) and jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* L.) pulp using response surface methodology. *J Food Agric Environ* 2:108–113. <https://doi.org/10.1234/4.2004.176>
- Chauhan AS, Iboyaima SN, Jagan Mohan Rao L, Rekha MN, Ramteke RS (2010) Physicochemical changes during microfiltration (MF) of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* Lamk) Juice. *Electron J Environ Agric Food Chem* 9:720–737
- Chong CH, Law CL (2011) Drying of exotic fruits. In: Jangam SV, Law CL, Mujumdar AS (eds) *Drying of foods, vegetables and fruits*, vol 2. Springer, Singapore, pp 3–5
- Chowdhury FA, Azizur Raman M, Jabbar Mian A (1997) Distribution of free sugars and fatty acids in jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*). *Food Chem* 60:25–28. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(96\)00294-4](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(96)00294-4)
- De Faria AF, De Rosso VV, Mercadante AZ (2009) Carotenoid Composition of Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*). Determined by HPLC-PDA-MS/MS. *Plant Foods Hum Nutr* 64:108–115. <https://doi.org/10.1007/s11130-009-0111-6>
- DuBois M, Gilles KA, Hamilton JK, Rebers PA, Smith F (1956) Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Anal Chem* 28:350–356. <https://doi.org/10.1021/ac60111a017>
- Eastman JE, Moore CO (1984) Cold-water-soluble granular starch for gelled food compositions. <https://patents.google.com/patent/US4465702A/en>. Google Patents
- Faria AF, de Rosso VV, Mercadante AZ (2009) Carotenoid composition of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*). Determined by HPLC-PDA-MS/MS. *Plant Food Hum Nutr* 64:108–115. <https://doi.org/10.1007/s11130-009-0111-6>
- Garcia-Cruz EE, Rodriguez-Ramirez J, Mendez Lagunas LL, Medina-Torres L (2013) Rheological and physical properties of spray-dried mucilage obtained from *Hylocereus undatus* cladodes. *Carbohydr Polym* 91:394–402. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.08.048>
- Goswami C, Hossain MA, Karder HA, Islam R (2011) Assessment of physicochemical properties of jackfruits' (*Artocarpus heterophyllus* Lam) pulps. *J Horticult For Biotechnol* 15:26–31
- Goula AM, Adamopoulos KG (2010) A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innov Food Sci Emerg Technol* 11:342–351. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2009.12.001>
- Goula AM, Karapantsios TD, Achilias DS, Adamopoulos KG (2008) Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. *J Food Eng* 85:73–83. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.07.015>
- Grabowski JA, Truong V-D, Daubert CR (2006) Spray-drying of amylase hydrolyzed sweetpotato puree and physicochemical properties of powder. *J Food Sci* 71:E209–E217. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2006.00036.x>
- Gupta U KS, Rao C VN (1963) The pectic acid from the pulp of jackfruit (*Artocarpus Integrifolia*). I. Methylation studies. *Bull Chem Soc Jpn* 36:1683–1688. <https://doi.org/10.1246/bcsj.36.1683>
- Haq N (2006) Jackfruit, *Artocarpus heterophyllus*. Douthampton centre for underutilised crops. University of Southampton, Southampton
- Koubala BB, Kansci G, Garnier C, Mbome IL, Durand S, Thibault J-F, Ralet M-C (2009) Rheological and high gelling properties of mango (*Mangifera indica*) and ambarella (*Spondias cytherea*) peel pectins. *Int J Food Sci Technol* 44:1809–1817. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2009.02003.x>
- Mahdavi SA, Jafari SM, Ghorbani M, Assadpoor E (2014) Spray-drying microencapsulation of anthocyanins by natural biopolymers: a review. *Dry Technol* 32:509–518. <https://doi.org/10.1080/07373937.2013.839562>
- Marques LG, Ferreira MC, Freire JT (2007) Freeze-drying of acerola (*Malpighia glabra* L.). *Chem Eng Process Intensif* 46:451–457. <https://doi.org/10.1016/j.ccep.2006.04.011>
- Medina-Torres L et al (2016) Structure preservation of Aloe vera (*barbadensis* Miller) mucilage in a spray drying process. *LWT - Food Sci Technol* 66:93–100. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.10.023>
- Molina MPO (2011) Evaluación del uso de pectinasas obtenidas de *Aspergillus flavipes* FP-500 para la producción de jugo de naranja y su comparación con preparaciones enzimáticas comerciales. Universidad Nacional Autónoma de México, Mexico City
- Nagar S, Mittal A, Gupta V (2012) Enzymatic clarification of fruit juices (Apple, Pineapple, and Tomato) using purified *Bacillus pumilus* SV-85S xylanase. *Biotechnol Bioprocess Eng* 17:1165–1175. <https://doi.org/10.1007/s12257-012-0375-9>
- Pourashouri P, Shabanpour B, Razavi SH, Aubourg SP (2014) Oxidative stability of spray-dried microencapsulated fish oils with different wall materials. *J Aquat Food Prod Technol* 23(6):567. <https://doi.org/10.1080/10498850.2012.738357>
- Prette AP, Almeida FdAC, Villa-vélez HA, Telis-Romero J (2013) Thermodynamic properties of water sorption of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* Lam.) as a function of moisture content. *Food Sci Technol* 33:199–208. <https://doi.org/10.1590/S0101-20612013005000030>
- Quek SY, Chok NK, Swedlund P (2007) The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chem Eng Process Process Intensif* 46:386–392. <https://doi.org/10.1016/j.ccep.2006.06.020>
- Ranganna S (1986) *Handbook of analysis and quality control for fruit and vegetable products*. Tata McGraw-Hill Education, New York City
- Saxena A, Bawa AS, Raju PS (2012) Effect of minimal processing on quality of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* L.) bulbs using response surface methodology. *Food Bioprocess Technol* 5:348–358. <https://doi.org/10.1007/s11947-009-0276-x>
- Shavakhi F, Boo HC, Osman A, Ghazali HM (2012) Effects of enzymatic liquefaction, maltodextrin concentration, and spray-dryer air inlet temperature on pumpkin powder characteristics. *Food Bioprocess Technol* 5:2837–2847. <https://doi.org/10.1007/s11947-011-0686-4>
- Shrestha AK, Ua-arak T, Adhikari BP, Howes T, Bhandari BR (2007) Glass transition behavior of spray dried orange juice powder measured by differential scanning calorimetry (DSC) and thermal mechanical compression test (TMCT). *Int J Food Prop* 10:661–673. <https://doi.org/10.1080/10942910601109218>
- Sreenath HK, Sudarshana Krishna KR, Santhanam K (1995) Enzymatic liquefaction of some varieties of mango pulp. *Food Sci Technol LEB* 28:196–200. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)91424-2](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)91424-2)
- Sun G et al (2017) Chemoprevention of colorectal cancer by artocarpin, a dietary phytochemical from *Artocarpus heterophyllus*. *J Agric Food Chem* 65:3474–3480. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b00278>

- Thaiphanit S (2012) Enzymatic processing and spray drying of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* Lamk.) Syrup. Powder J Food Technol Siam Univ 7:31–39
- Tze NL, Han CP, Yusof YA, Ling CN, Talib RA, Taip FS, Aziz MG (2012) Physicochemical and nutritional properties of spray-dried pitaya fruit powder as natural colorant. Food Sci Biotechnol 21:675–682. <https://doi.org/10.1007/s10068-012-0088-z>
- Vaillant F, Millan P, O'Brien G, Dornier M, Decloux M, Reynes M (1999) Crossflow microfiltration of passion fruit juice after partial enzymatic liquefaction. J Food Eng 42:215–224. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00124-7](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00124-7)
- Wong CW, Tan HH (2017) Production of spray-dried honey jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) powder from enzymatic liquefied puree. J Food Sci Technol 54:564–571. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2501-3>
- Zhang L et al (2017) Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* Lam.) peel: a better source of antioxidants and α-glucosidase inhibitors than pulp, flake and seed, and phytochemical profile by HPLC-QTOF-MS/MS. Food Chem 234:303–313. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.003>

**Publisher's Note** Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

## **6.2 Microfiltration of jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L.) assisted by ultrasound: Effect of operating conditions on process performances, physicochemical properties, and fouling reversibility.**

### **6.2.1 Introducción**

El uso de sistemas de filtración acoplados a ultrasonido (US) representan una alternativa innovadora para la reducción de los fenómenos de colmatación en la clarificación de jugos de frutas complejos como el de jaca, debido a que se ha reportado un incremento del rendimiento de proceso en los sistemas asistidos, sin embargo, estos pierden intensidad al ser difundidos a través del agua e incrementan la temperatura del fluido. En el “Laboratoire de Rhéologie et procédés”, se ha desarrollado un dispositivo que, por medio de una placa metálica acoplada a un transductor electrostático, suministra las ondas de US directamente en la superficie de la membrana sin incrementar la temperatura. La aplicación de este sistema acoplado, no ha sido evaluado en jugos pulposos, por lo que se propuso estudiar el efecto del acoplamiento de los US a un sistema de microfiltración tangencial sobre el rendimiento de proceso, las propiedades fisicoquímicas y compuestos de interés del jugo de jaca. La microfiltración bajo US (modo preventivo) se realizó en un sistema a nivel laboratorio evaluada por la influencia del tamaño de poro (0.1 y 0.22  $\mu\text{m}$ , PVDF plana), flujo tangencial (0.5 y 0.3  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ ) y la aplicación de US (con/sin) (20 kHz; 8  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ), sobre el flux y las propiedades fisicoquímicas del jugo. La microfiltración con US en la membrana de 0.1 $\mu\text{m}$ , duplicó el flux a bajas presiones transmembranas y alto flujos de alimentación, esto pudo deberse al efecto sinérgico que ejercieron los US con el flujo de alimentación. Así, el flujo de alimentación incrementó la hidrodinámica del sistema, mientras los US tuvieron la capacidad de inducir la formación de microcorrientes y microburbujas, que evitaron la deposición de las partículas en la superficie de la membrana. En la filtración con la membrana de 0.22  $\mu\text{m}$  se observó la disminución inmediata del flux, relacionado con el tamaño de las partículas, ya que éstas al pasar a través del poro de la membrana, indujeron su obstrucción y posterior formación de la capa de deposición, mientras los US, a medida que incrementó la presión transmembrana (1.2 bar), indujeron la formación de microburbujas, las cuales al implotar desplazaron las partículas en la superficie de la membrana. Además, los US conservaron las propiedades fisicoquímicas determinadas

en el jugo tratado y promovieron la liberación de compuestos de interés bajo las condiciones de estudio.

### **Abstract**

Microfiltration coupled to low-frequency ultrasound (US) device applied to the clarification of Jackfruit juice was study in terms of ultrasonic wave effect on process performance, physicochemical properties and components of nutritional interest. Hermia model and Espinasse methodology were used to reveal clogging phenomena under several experimental conditions. US irradiation performed during filtration with 0.1 $\mu$ m PVDF membrane increased 3 times the flux at low transmembrane pressure due to the synergy between the feed cross flow and US by changing the hydrodynamics at the membrane surface. In this sense, the microfiltration with US and 0.22  $\mu$ m PVDF membrane showed flux stability with the pressure variation. The cake layer formation and intermediate pore blocking were confirmed by Hermia model. US does not affect the physicochemical properties of the juice and promotes the release of carotenoids from the feed juice inside the permeate.

### **Highlight**

Reversible fouling is possible with low frequency ultrasound during juice filtration.

The ultrasound application doubled the flux at low transmembrane pressure.

Ultrasound coupled with microfiltration released carotenoids from jackfruit juice.

Stability of the process by ultrasound irradiation in preventive mode was observed.

A synergic effect was shown between the feed cross-flow and ultrasound irradiation.

**Keywords:** Ultrasound; Microfiltration; jackfruit juice; Fouling reversibility; Hermia model.

## 1 Introduction

Membrane filtration technology (MFT) in food industry is mainly used to separate and concentrate components of interest present in fruit and vegetal juices. The use of this technology has allowed replacing traditional pasteurization processes and thermal evaporation for concentration, substantially reducing the damage to thermally labile compounds and preserving the aromatic compounds that define the sensory profiles of the juices. The clarification of juice with high pulp content by MFT is a great challenge, due to the high concentration of fouling substances such as fruit cell-wall polysaccharides, which are concentrated in the retained during the filtration process (Jiraratananon and Chanachai, 1996). To reduce this drawback in microfiltration systems (MF), and others process the juice is generally pretreated with enzymes (Vaillant et al., 2001). However, although hydrolysis decreases this problem, some investigations report the formation of the deposition layer even at low values of volumetric reduction factors (VRF) between 1 and 1.5 in melon juice (Vaillant et al., 2005). This deposition generates reversible fouling of 29.4% and irreversible of 2.23% in the case of kiwi juice at a VRF of 3.5 (Cassano et al., 2007), indicative of low process performance. In jackfruit, an irreversible fouling of 30.28% was reported in a stirred tank frontal system using 0.45 $\mu$ m membranes (Navarrete Solis, 2014). The coupling of some emerging technologies has been proposed to reduce fouling problems, achieve stability and better process performance, among which ultrasound (US) stands out (Behrend and Schubert, 2001). Ultrasound is generated by an electric energy that is transformed by transducers, its effect is associated with complex phenomena such cavitation, which explains the generation and evolution of microbubbles in a liquid medium, generating compounds release and changes in the hydrodynamic of the process (Chemat et al., 2011; Madrona et al., 2019), acoustic streaming refers to a flow in the direction of sound field, or microstreaming (Leighton, 1997).

Thus, ultrasonic assisted filtration through water baths (Kobayashi et al., 2003; Muthukumaran et al., 2004), has been used successfully to increase filtration yields of industrial wastewater, which are generally considered difficult to process (Kyllönen et al., 2005). It can also be applied to the production of fruit extracts and beverages, it has



been reported that it increases the useful life of the filters, preventing the fouling and deposition of particles on the membrane surface (Grossner et al., 2005) by applying low frequency US (between 20 and 50 kHz) in filtration units (Kyllönen et al., 2006). On the other hand, Hengl et al. (2014) coupled a tangential flow ultrafiltration system with a low frequency ultrasound device (20 kHz; 90 W power; 20.5 W.cm<sup>-2</sup>), through the development of a vibratory blade which allows the control and direct application of ultrasound; from the feed channel of the treated suspension and along the entire membrane. The filtration cell is designed with a rectangular channel section for hydrodynamic control. The ultrasound waves are propagated by means of series of compression and decompression throughout the entire irradiated solution, applied continuously with long operating times, with no apparent damage to the membrane (Jin, 2014). This system managed to increase the permeate flux about 3 times for Laponite clay suspension, demonstrating the effectiveness of the coupling. However, there are no reports of the use of this coupling in the treatment of pulp juices to obtain a clarified beverage.

In order to evaluate the effectiveness of the coupling of ultrasound / microfiltration during the clarification of jackfruit, the reversibility of clogging has recently been studied by means of the technique proposed by Espinasse et al. (2008), consisting in an alternative filtration procedure of increase-decrease transmembrane pressure, and Hermia (1982) which proposed a model to reveal the different mechanisms of clogging of the membranes.

In this sense, the Hermia models together with the Espinasse methodology can provide enough information to understand the phenomena of membrane clogging and help identify the effectiveness of ultrasound during the Jackfruit filtration process. Therefore, the objective of this work was to study the effect of the coupling of US to a tangential microfiltration system on the process performance for different operating conditions. Physicochemical properties, components of nutritional interest of jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L) was also analyzed during microfiltration process and the discussion was stated on the effect of the filtration parameters.

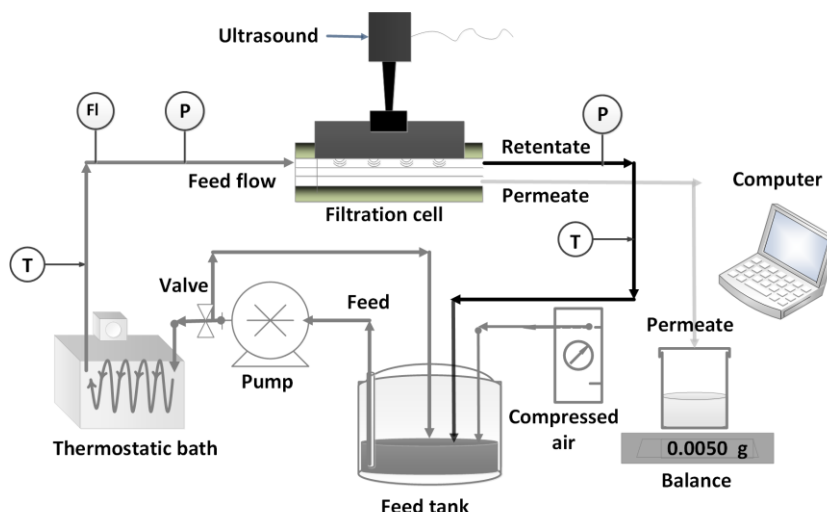
## 2 Materials and methods

### 2.1 Juice preparation

Jackfruit juice used in this work was made from hydrolyzed powder juice obtained by spray drying according to the methodology used by Navarrete-Solis et al. (2019). This powder was reconstituted in water at 24 ° Brix for each experiment.

### 2.2 Filtration unit and preventive mode operation

The cross-flow filtration system (effective surface= $4.08 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ ) is presented in Figure 1 (Jin, 2014). During the filtration, the feed solution, denoted as retained, was pumped (Mono pump LF series) from a high-pressure resistant vessel (Millipore, capacity 5 L) to the filtration cell and the cross-flow rate was quantified by magnetic flow meter (Optiflux 6300C, Krihne). The pressure was applied via purified compressed air, and was monitored by two pressure gauges (FP 110 FGP sensors& Instrument) at both the inlet and outlet of the filtration cell. The filtration temperature was maintained at 25°C by a thermostatic bath (Thermos & Scientific SC 150 A25, HAAKE) and it was verified constantly by two sensors (YC-747D with K thermocouples) at both inlet and outlet of the filtration cell. The permeate flux  $J_v$  was monitored by measuring the mass variation in the reservoir vessel every 5 s with an accuracy of 0.001g (Balance Precisa 400M). Polyvinylidene fluoride (PVDF, Orélis Environnement) flat membranes with two pore sizes 0.1 and 0.22 $\mu\text{m}$  were used, at two feed flows (0.5 and 0.3 L.min<sup>-1</sup>) and the application of ultrasound in preventive mode consisting firstly that the feed flow is applied, then the ultrasound and finally the transmembrane pressure was performed. An ultrasonic power per area of the blade surface of 1.65 W.cm<sup>-2</sup> (70% amplitude) was used (Jin et al., 2015).



**Figure 1** Diagram of tangential filtration process coupled to ultrasound (20 kHz) device (laboratory level) and provided with a flowmeter (FI), pressure (P) and temperature (T) sensors.

### 2.3 Membrane conditioning

Before utilization, the membrane was delicately cut from the sheet to adapt the filtration channel with a dimension of 102 mm long in tangential flow direction and 4 mm x 8 mm (width x length) in the flow section. Then the membrane conditioning was carried out immediately by rinsing, immersing and compaction. Firstly, the membrane was thoroughly rinsed with abundant deionized water for 5 min. Then it was immersed in ethanol solution and deionized water (1:3 v/v) successively for 5 min every time; the operation was repeated three times for to remove of glycerin preservative of a new membrane. Finally, the membrane was rinsed again with abundant deionized water to finish the immersing step.

Afterwards, the membrane was mounted into the filtration module and compaction was carried out. Then a filtration run using deionized water was executed (Transmembrane pressure=1.2 bar for 1 hour) for the shaping of definitive inner porous structure of the membrane.

## 2.4 Filtration procedure

For each filtration process, permeate flux is a key parameter that requires a measurement as accurate as possible. In this study, permeate flux was determined by mass variation ( $\Delta m$ , kg) at certain interval of time ( $\Delta t$ , s), described by the following equation:

$$J_v(\Delta t) = \frac{1}{\rho_p \cdot S_m} \cdot \frac{\Delta m}{\Delta t} \quad \text{Eq. 1}$$

Where  $J_v$  ( $\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ), is the permeate flux within a time interval  $\Delta t$  (s)  $\rho_p$  is the density of permeate ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ),  $S_m$  is the effective surface of membrane ( $\text{m}^2$ ). The permeate mass was recorded every 5 s by the balance, instantaneous permeate flux was calculated based on 10-values averaged mass.

Filtration runs were carried out according to Espinasse et al. (2008) method; this refers to an alternating increase-decrease of transmembrane pressure (TMP) during the filtration. Using this procedure, reversible fouling can be distinguished from deposit at the range of applied transmembrane pressure (TMP). It also illustrates critical flux and limiting flux, which reveals the filtration performance of a given dispersion (Jin et al., 2014).

In addition, it is important to consider that within the filtration processes there are that decrease the process performance, due to the following possibilities; complete pore block, standard pore block, intermediate pore block and deposition layer. In this sense, Hermia (1982) proposed a model corresponding to each of the existing clogging mechanisms to identify the decrease in flux during the filtration process, based on the law of power for non-Newtonian fluids.

Thus, the model of complete pore block ( $n = 2$ ) corresponds to the following expression:

$$\ln\left(\frac{1}{J}\right) = \ln\left(\frac{1}{J_0}\right) + K_1 t \quad \text{Eq 2}$$

Where  $J$  is the flux,  $J_0$  is the flux initial,  $t$  is time and,  $k$  is a constant whose dimension depends on the values on  $n$ . In this state, the size particle is equal that the membrane pore, then, when the particle is arriving at the membrane surface these block the pores.

In the case of standard pore blocking ( $n=1.5$ ) the model is (Eq 3):

$$\frac{1}{\sqrt{J}} = \frac{1}{\sqrt{J_0}} + K_2 t \quad \text{Eq 3}$$

In this model the particles are smaller than the membrane pores diameter, so they can be introduced through of the pore and adhere to the walls, which reduces the volume of the pore.

The model for the intermediate pore blocking ( $n=1$ ) is follow for the eq 4:

$$\frac{1}{J} = \frac{1}{J_0} + K_3 t \quad \text{Eq 4}$$

In this case, the particles are similar to pore diameter, so the particle arriving at the membrane and can seal some pores or overlap with other particles, this is similar to complete pore blocking but it is less restrictive.

Finally, the cake filtration model ( $n=0$ ) is represented by the equation 5:

$$\frac{1}{J^2} = \frac{1}{J_0^2} + K_4 t \quad \text{Eq 5}$$

The model represents the case where the particles diameter is larger than the membrane pores diameter, then the pores are blocked and the cake layer is form on the membrane surface.

## 2.5 Physicochemical properties

The physicochemical properties were determined through the following methods: The total soluble solids (TSS), reducing sugars content (dinitrosalicylic acid DNS),

ascorbic acid (2,6 dichloro indophenol colorimetric method) were determined by AOAC and Horwitz (2005). The total sugars using the methodology of Dubois et al. (1956). All samples were evaluated in triplicate and analyzed by one-way ANOVA at a significance level of  $P < 0.05$  and a LSD test for mean differences with STATISTICA version 10.0.

## 2.6 Total carotenoids

Five grams of sample were immersed in 20 mL of acetone reactive grade (99.5%, reagent ACS) for 2 h. The carotene layer was separated using petroleum ether (reagent ACS) through a separating funnel. The volume was adjusted to 50 mL with petroleum ether and the layer was filtered in sodium sulfate over the funnel in order to remove moisture. The optical density of the layer was measured by the absorbance at 452 nm using a CARY 50 Bio UV visible spectrophotometer (Agilent Technologies, CA, United States) and ether as a blank (Ranganna, 1986). The total carotenoids were calculated with Eq 6.

$$\text{Total carotenoids} \left( \frac{\text{mg}}{100\text{g}} \right) = \frac{(3.856 * \rho_o * V_m * 100)}{W_s * 100} \quad \text{Eq. 6}$$

Where:  $\rho_o$  = Optical density of the sample (mg/mL);  $V_m$  = Adjusted volume (mL);  $W_s$  = weight of sample (g).

## 2.7 Turbidity

The turbidity was determined using a turbidimeter (HACH 2100 Q15), the which through of measurement of the intensity of light scattered by a standard reference suspension, calculated the turbidity value of the sample. Firstly, the turbidimeter was calibrated with standard solutions (10 to 800 NTU), later, the juice sample was placed in the vial for its measure and the results were reported as nephelometric turbidity units (NTU).

## 2.8 Statistical Analysis

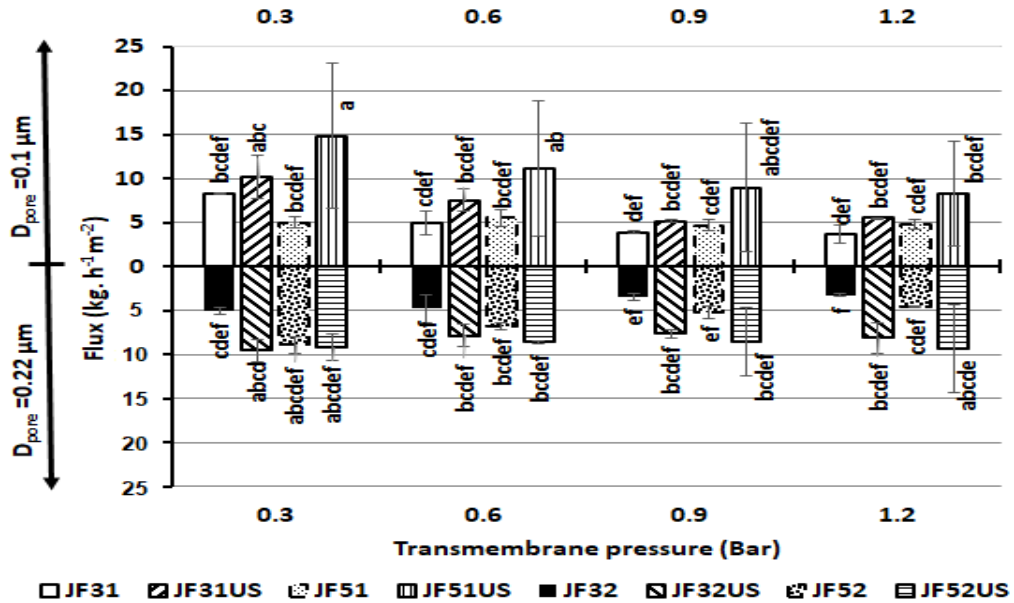
For the filtration process a  $2^3$  design was used, where the pore size (0.1 and 0.22 $\mu\text{m}$ ), volumetric flow (0.3 and 0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ ) and treatment with and without US (20 kHz, 70% amplitude; 1.65  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) were varied in two levels; the response variables evaluated were the flux for the filtration and total soluble solids (TSS), turbidity, total sugars, reducing sugars, ascorbic acid, total carotenoids in clarified (CJ) and retained juice (RJ). Three runs of each treatment were carried out, and the data analysis was performed with an ANOVA ( $\alpha=0.05$ ) and the comparison of means by LSD with the software STATISTICAL 10.0.

## 3 Results and discussions

### 3.1 Effect of operating conditions and ultrasound on permeate flux

Tangential filtration of the jackfruit juice with the 0.1 $\mu\text{m}$  membrane and feed cross flows (Q) of 0.3 (FJ31) and 0.5 (FJ51)  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ , showed a decrease of flux regarding the increase of transmembrane pressure (TMP) (Figure 2). This reduction is the consequence of the particles deposition on the membrane surface due to pressure gradient, where generally the larger particles block the pores of the active filtration layer, forming a cover (false membrane), which increases the retention capacity (table 2) mainly in the treatment without US, and consequently reduces the filtration performance over time. This behavior was confirmed by the  $R^2$  value for the Hermia model, these shows that the principal resistance force present into filtration without US is the cake layer formation ( $n=0$ ) (Table 1). However, with the Q increase, a tendency of the average steady-state flux decrease was observed; this response is contrary to the US application in preventive mode (Figure 2), the coupled effect of the feed flow and ultrasound irradiation prevent the immediate fouling of the membrane; in addition, the flux was increased 3 times more than the treatment without US at  $\text{TMP} = 0.3$  bar, this behavior suggests a synergistic effect. Moreover, at low TMP, the concentrated layer formed may be less cohesive than at high TMP, then, ultrasound which generates a constant shear stress value may be more effective at low TMP when interaction

between solutes is weaker. According to  $R^2$  value (0.94 at 0.3 Bar) the cake layer is the clogging model overriding at this condition.



**Figure 2** Influence of transmembrane pressure, feed cross flow (0.3 and 0.5 L.min<sup>-1</sup>), pore size ( $D_{pore}$ =0.1 and 0.22  $\mu\text{m}$ ) membrane (PVDF) and ultrasound (20kHz, 70% amplitude, 1.65 W.cm<sup>-2</sup>) application (with and without) in preventive mode, on the permeate flux in the microfiltration of jackfruit juice at 25°C. Different letters between bars indicate significant difference between treatments ( $p < 0.05$ ).

Then, when the TMP increases from 0.6 to 1.2 bar (Figure 2), the flux were decreased (Table 1) since, the pressure promoted the addition of particles on surface of membrane, producing the increased of resistance forces, the intermediated ( $R^2=0.93$ ) and standard ( $R^2=0.92$ ) pore-blocking were presented mainly. In this sense, Chen et al. (2006) reported that filtration with US is affected by the concentration and feed solution properties, these being more effective with low concentration solutions and large particle size. At high concentration, the nuclei number available for the cavitation bubbles generation is increased, resulting in the attenuation of the ultrasound waves both by dispersion and by the cavitation bubbles absorption. These matched with the obtained in this study, pending the treatment without US and 0.1  $\mu\text{m}$  membrane was found the decrement performance at low transmembrane pressures and when it is



difficult to identify the clogging forces at high TMP. Nevertheless, the treatment with US in preventive mode, showed an influence of US on the clogging phenomena during the filtration process when TMP varying. It means that US has yet influence in the clogging process of the membrane, proving their interaction effect with the concentrated layer behavior.

**Table 1.** Values of correlation coefficient ( $R^2$ ) based on the Hermia model at different transmembrane pressure during the microfiltration jackfruit treated with and without US.

Tmt	TMP (Bar)	n=2	n=1.5	n=1	n=0
		$R^2$	$R^2$	$R^2$	$R^2$
<b>JF51</b>	0.3	0.20	0.30	0.38	0.50
	0.6	0.69	0.71	0.73	0.74
	0.9	0.31	0.20	0.19	0.18
	1.2	0.12	0.12	0.12	0.13
<b>JF51US</b>	0.3	0.53	0.63	0.72	0.86
	0.6	0.70	0.92	0.93	0.94
	0.9	0.51	0.55	0.58	0.62
	1.2	0.42	0.71	0.49	0.25
<b>JF31</b>	0.3	0.45	0.51	0.56	0.62
	0.6	0.66	0.67	0.67	0.66
	0.9	0.12	0.10	0.09	0.06
	1.2	0.02	0.02	0.02	0.10
<b>JF31US</b>	0.3	0.14	0.23	0.31	0.45
	0.6	0.78	0.79	0.80	0.80
	0.9	0.15	0.21	0.20	0.17
	1.2	0.19	0.76	0.58	0.62
<b>JF52</b>	0.3	0.41	0.51	0.59	0.71
	0.6	0.90	0.92	0.94	0.96
	0.9	0.48	0.52	0.56	0.59
	1.2	0.38	0.41	0.43	0.44
<b>JF52US</b>	0.3	0.08	0.08	0.08	0.08
	0.6	0.74	0.80	0.82	0.82
	0.9	0.48	0.52	0.56	0.62
	1.2	0.67	0.69	0.72	0.75

Continua

					Continua
<b>JF32</b>	0.3	0.71	0.79	0.86	0.93
	0.6	0.59	0.63	0.66	0.70
	0.9	0.17	0.17	0.17	0.17
	1.2	0.63	0.67	0.69	0.72
<b>JF32US</b>	0.3	0.28	0.41	0.51	0.65
	0.6	0.57	0.61	0.64	0.71
	0.9	0.79	0.79	0.79	0.78
	1.2	0.29	0.32	0.36	0.42

**Note:** Tmt: treatment, TMP: transmembrane pressure.

On another hand, the filtration process without US for the 0.22 $\mu$ m membrane (JF32), a significant difference ( $p < 0.05$ ) in flux was found with respect to the 0.1 $\mu$ m membrane (JF31) at low Q and with the increase in TMP (Figure 2). This behavior seems to be directly related to the cake layer formation ( $R^2=0.93$  at 0.3 bar) and the intermediated membrane blocking ( $R^2=0.86$  at 0.3 bar) mainly (Table 1), since the particles having a smaller size than the pore, can be adhered to the walls during their passage through the membrane, decreasing the effective pore size and consequently the flux. This blockage hinders the passage of other particles and promotes the deposition layer formation (Alventosa-deLara et al., 2014). In this sense, as the TMP increases the flux decrease and the cake layer ( $R^2=0.73$  at 1.2 bar) is hard to remove. On the other hand, when Q increases to 0.5 L.min<sup>-1</sup>(JF52), an increase in flux is observed with respect to JF32 treatment (Figure 2), due to the increase in the recirculation speed, that strengthens the cross-flow by dragging the particles from the filtration surface, which prevents the deposition particles at low TMP (0.3 bar), this hypotheses match with the  $R^2$  (0.71 at  $n=0$ ) value with respect to treatment at low Q (JF32). On the contrary, when increasing TMP since 0.6 to 1.2 bar, the flux decreases to 50%, this behavior is due to the strong adhesion of the particles into membrane pore. The  $R^2$  fit with the Hermia model suggests the influence of the four clogging-phenomena (Table 1) on flux decrease, including the complete pore blocking. The same behavior was reported in studies conducted for membrane cleaning (Alventosa-deLara et al., 2014). In this sense, the increase in TMP could cause that, the particles detached from the deposition layer in the membrane and are located near to the surface of the membrane, to return to deposition layer. Also, the TMP could press them into the pore structure, then, they could be compacted over filtration time, causing a considerable decrease in the flux.

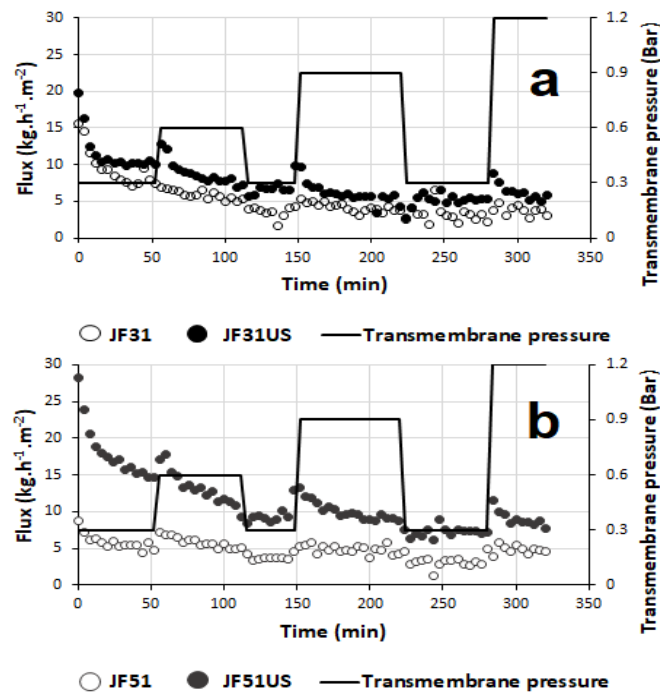
The 0.22 $\mu\text{m}$  membrane at  $Q$  of 0.3  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  with US (FJ32US) showed a fall in the flux with respect to treatment with 0.1  $\mu\text{m}$  membrane (FJ31US) at same flow, however, a subsequent stabilization of the flux (Figure 2) was observed during the increase of the TMP. The clogging model shows that the cake layer formation and intermediate blocking were present at 0.3 and 0.6 bar (Table 1), then the flux was fit to four model clogging with  $R^2$  value of 0.78 and finally at high pressure was not significant fit ( $R^2 < 0.4$ ), in this case, this behavior means that has reached a state of equilibrium. This may be due to a coupled effect of the feed flow, US and membrane pore diameter. Alventosa-deLara et al. (2014) reported that when there is pore blockage due to particles smaller than the membrane pore size, the deposition layer is formed, promoting flux reduction, then comes a point in which particles that accumulate tend to be in balance with the particles that are carried away from the membrane by the action of shear forces produced by the cross-flow., explaining a more stable flux. In addition, Mirzaie and Mohammadi (2012) reported that transmembrane pressure plays a very important role over flux in assisting US in filtration. Thus, a high TMP increases the flux until a limit value dependent on the composition of the fluid that is processed. Upon reaching the critical TMP, the hydrodynamic conditions of the system change due to the accumulation of solids in the retentate, so that the recirculation speed generated by the feed flow is no longer sufficient to drag particles.

However, for treatments at a flow of 0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  (JF52US) no increase in flux was observed in the first 50 min, with respect to treatment without US (JF52), but the flux remains stable until reaching TMP of 1.2 bar, where initial flux value was recovered. In addition, the  $R^2$  fit value shows the non-influence of US in the clogging phenomenon at 0.3 bar, but, as the TMP increase of 0.6 to 1.2 bar the four fouling models were presented, which indicates that the forces involved can still influence in the process yield. This behavior can be related to the possible passage of particles through the pore of the membrane. In this sense, Chen et al. (2006) reported in the filtration with US that, when the particle size is small, the drag and lift forces created by turbulence are smaller and as TMP increases, the deposition layer is compressed, hindering the diffusion of the fluid through of the membrane, which reflects in the flux reduction. On another hand, the increase of the TMP (1.2 bar) decreases the number of the bubbles, however, they collapse more strongly due to high velocity of bubble wall

during the explosion, promoting the decline of the deposition layer, this could explain the improvement in the filtration performance at 1.2 bar.

### **3.2 Fouling reversibility under ultrasound**

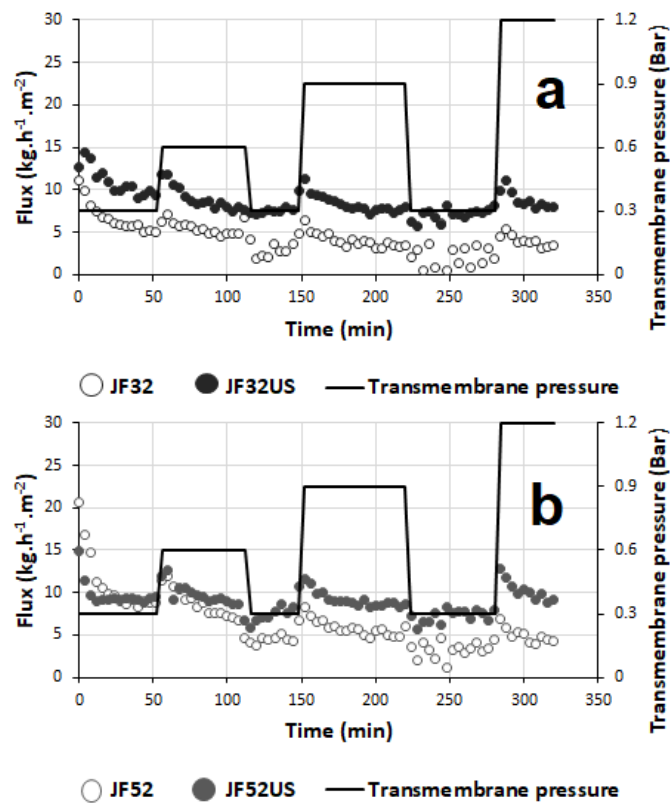
Regarding the fouling reversibility using 0.1  $\mu\text{m}$  membrane at  $Q = 0.3 \text{ L. min}^{-1}$  (FJ31), an immediate clogging was observed (Figure 3a) due to cake layer formation mainly (Table 1) and as the TMP increasing the four resistances forces were present. Regarding the ultrasound irradiation (FJ31US) in preventive mode the flux was increased from 10 to 12  $\text{kg.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$  at a transmembrane pressure of 0.6 bar in the first 10 minutes, but then the limit flux appears at 7  $\text{kg.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$ ; setting to 0.3 bar how the value in which the fouling can be reversible (Espinasse et al., 2008). Also, it is observed that by increasing the feed cross flow to 0.5  $\text{L. min}^{-1}$  the experiment without US (FJ51) shows an immediate decrease in the flux (Figure 3b), due to the formation of the deposition layer on the surface of the membrane mainly at low TMP, as previously revealed (Table 2). Nevertheless, using ultrasound (FJ51US, Figure 3b), a yield three times superior at low transmembrane pressures is obtained, which allows proposing a synergy of the feed flow and US and build-up of the concentrated layer. Since the cross flow was increased (from 0.3 to 0.5) the thickness of the layer became thinner providing a better effect of ultrasound. When the TMP was increased the permeate flux was decreased with a limiting flux of 10  $\text{kg.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$  at 1.2 bar. This behavior can be attributed to the appearance of concentration polarization layer due to the composition of the Jackfruit pulpy juice (polysaccharides and haze-forming components). Kanani et al. (2008) attribute the decrease in the flux to the phenomena of fouling and polarization concentration due to the union of solutes at the limit of the selective layer of the membrane, where the mass transfer takes place and a decrease in effective transmembrane pressure due to osmotic backpressure. In addition, the fouling involves the deposition of the material on the surface or inside the membrane pore (Yiantsios et al., 2005), such as polysaccharides (pectins, cellulose, hemicellulose, and starch) and haze-forming components (suspended solids, colloidal particles, proteins, and polyphenol) (Das Gupta and Sarkar, 2012).



**Figure 3** Permeation flux against the transmembrane pressure variation and time with 0.1  $\mu\text{m}$  membrane (PVDF) at two feed flows a) 0.3 and b) 0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  without and with US (20kHz, 70% amplitude,  $1.65 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) in preventive mode at 25  $^{\circ}\text{C}$ .

In the filtration of the jackfruit juice with the 0.22  $\mu\text{m}$  membrane and  $Q=0.3 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  (FJ32) a flux drop of 30% with respect to the 0.1  $\mu\text{m}$  membrane (FJ31) was observed (Figure 4a), as well as a limiting flux of  $5 \text{ Lh}^{-1}\text{m}^{-2}$  at a transmembrane pressure of 0.6 bar, presenting a decrease in flux and instability as TMP increases. This behavior could be due because the particle size is similar to membrane pore so the blocking pore effect and cake layer formation could be presented, decreasing the flux in the clarification process (Table 2); this phenomenon is reported as irreversible. However, when US (FJ32US) is applied (Figure 4b) the flux increases considerably, due to the US preventive mode since this prevents the immediate accumulation of particles, after, the flux remains stable when increasing TMP. It should be explained for the formation of concentrated cake layer during cross-flow filtration, resulting in a balance between the TMP and shear induced by the hydrodynamic force in the filtration channel caused by the feed flow and US, this behavior is match with the information provided by the Hermia model. Thus, in treatments with a feed flow of  $0.5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  (FJ52) a limit flux of  $10 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  at a pressure of 0.6 bar was determined, this performance was influenced by a smaller the particle size than the membrane pore diameter which induced the

clogging phenomena. In case of treatments with US (JF52US) was found that the flux was set to a value of  $10 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  during the TMP variation up to 1.2 bar where an increase to  $12 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  was observed, without establishing a limit flux, this explained by the effect coupled with the operating conditions with US. The ultrasonic force induces shear stress by the localized high velocity circulatory flow within the pulpy juice particles, therefore the possible phenomena cavitation, then the feed flow increased the hydrodynamic of system, induced the shear stress in the membrane surface.



**Figure 4** Permeation flux against the transmembrane pressure and time with  $0.22\mu\text{m}$  membrane (PVDF) at two feed flows a)  $0.3$  and b)  $0.5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  without and with US ( $20\text{kHz}$ ,  $70\%$  amplitude,  $1.65 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) in preventive mode at  $25^\circ\text{C}$ .

### 3.3 Effect of ultrasound and operating conditions on the physicochemical characteristics of clarified and retained jackfruit juice

The physicochemical analyses performed on the permeate, identified as clarified juice (CJ), retained (RJ) and witness sample, corroborated the positive effect of US on the filtration of the jackfruit juice. Nevertheless, due to the different clogging phenomena found (Table 1) during the microfiltration process, filtration time and permeated volume, some components of smaller size than pore membrane microfiltration (reducing sugar, vitamin C and total carotenoids) were retained in the juice feed. In this sense, no statistically significant difference ( $p > 0.05$ ) was found between the composition of the witness (WJ) and retained juice in both membranes (0.1 and 0.22  $\mu\text{m}$ ) and both feeds flows (0.3 and 0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ ) for the parameters of total sugars, reducing sugars, vitamin C and total soluble solids (Table 2). This is quite important result because it means that part of juice in direct contact with ultrasonic waves is not degraded during our experimental operating time (300 min at least). At low TMP, under high cross-flow and ultrasound, permeation flux was increased, and the sugar content and vitamin C was not affected by ultrasound.

Conversely, in the retained juice treated with US at a cross flow of 0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  with the 0.1  $\mu\text{m}$  membrane (JR51US), a decrease of the turbidity is observed, in addition to the increase in total carotenoids in the retained (JR51US) and clarified juices (JC51US). It can be cause by the US. Indeed, release of some compounds contained in the jackfruit juice matrix due to depolymerization of carbohydrates can occur under ultrasonic waves, leading to the turbidity diminution. On another hand, a difference ( $p < 0.05$ ) between the clarified juice at 0.3  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  (JC31US) and clarified juice at 0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$  (JC51US) in total soluble solids and vitamin C (table 2) was observed. A synergistic effect of the feed cross flow and US were highlighted (Figure 2). When high feed cross flow (0.5  $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ ) was imposed, an improve of the shear stress at the membrane surface is observed; then coupled with US, it helps to release the carotenoids, vitamin C and sugars content by the mechanical disruption of the cell membrane of the fruit, reducing the size particles (turbidity diminution). In this way, Santhirasegaram et al. (2013), were reported that the US is able to depolymerize the carbohydrates present in the juice, promoting the release of compounds as well as sugars and the decrease of

suspended particles. Moreover, regarding the turbidity, it is important to state that clarification process occurs since turbidity decreases from a value of 772.5 NTU in the WJ to an average value of 2.2 NTU in clarified juices. This result also shows that ultrasound did not affect the membrane structure.

**Table 2** US effect on the physicochemical parameters and compounds of interest of clarified and retained jackfruit juice collected after entire Espinasse procedure.

Tmt	TSS (°Brix)	Turbidity (NTU)	Vitamin C (mg/100g)	Total Sugars (g/100g)	Reducing sugars (g/100g)	Total Carotenoids (µg/100g)
<i>WJ</i>	24.18±0.13 <sup>a</sup>	772.57±55.72 <sup>a</sup>	0.21±0.03 <sup>c</sup>	35.89±1.98 <sup>ab</sup>	21.03±1.98 <sup>a</sup>	347.04±49.08 <sup>cd</sup>
<b>RJ31US</b>	24.26±0.18 <sup>a</sup>	<b>751.35±49.29<sup>ab</sup></b>	0.21±0.01 <sup>c</sup>	<b>35.81±5.08<sup>ab</sup></b>	20.37±1.42 <sup>ab</sup>	<b>429.95±19.08<sup>bc</sup></b>
<b>RJ51US</b>	21.82±1.62 <sup>ab</sup>	<b>693.2±8.91<sup>b</sup></b>	0.23±0.01 <sup>c</sup>	<b>34.47±2.77<sup>ab</sup></b>	20.37±2.17 <sup>ab</sup>	<b>507.06±95.43<sup>ab</sup></b>
<b>RJ32US</b>	22.53±0.10 <sup>ab</sup>	<b>767.6±30.12<sup>a</sup></b>	0.21±0.02 <sup>c</sup>	<b>40.99±13.31<sup>a</sup></b>	18.22±3.96 <sup>ab</sup>	<b>285.34±49.08<sup>de</sup></b>
<b>RJ52US</b>	22.94±0.33 <sup>a</sup>	<b>764.7±24.04<sup>a</sup></b>	0.2±0.03 <sup>c</sup>	<b>34.22±7.50<sup>ab</sup></b>	19.36±2.11 <sup>ab</sup>	<b>562.98±5.45<sup>a</sup></b>
<b>CJ31US</b>	16.49±2.61 <sup>d</sup>	<b>2.03±0.69<sup>c</sup></b>	1.82±0.1 <sup>a</sup>	<b>24.67±3.25<sup>b</sup></b>	15.18±1.58 <sup>bc</sup>	<b>136.89±2.73<sup>f</sup></b>
<b>CJ51US</b>	19.89±0.29 <sup>bc</sup>	<b>1.51±0.18<sup>c</sup></b>	2.03±0.19 <sup>a</sup>	<b>30.11±2.19<sup>ab</sup></b>	20.59±2.11 <sup>a</sup>	<b>190.87±84.53<sup>ef</sup></b>
<b>CJ32US</b>	15.29±0.83 <sup>d</sup>	<b>1.60±0.86<sup>c</sup></b>	0.91±0.34 <sup>b</sup>	<b>24.92±1.03<sup>b</sup></b>	12.72±1.52 <sup>c</sup>	<b>140.75±2.72<sup>f</sup></b>
<b>CJ52US</b>	17.16±1.70 <sup>cd</sup>	<b>3.97±3.90<sup>c</sup></b>	0.74±0.1 <sup>b</sup>	<b>29.35±7.89<sup>ab</sup></b>	16.38±2.97 <sup>abc</sup>	<b>291.13±73.62<sup>de</sup></b>

**Note:** \*(n ± SD) Different letters in the same column indicate significant difference between samples (p<0.05). Flow at 0.3 (3) and 0.5 (5) L.min<sup>-1</sup> in PVDF filtration membranes with two pore diameters 0.1 (1) and 0.22 (2) µm. Ultrasound frequency = 20 kHz and ultrasonic power = 1.65 W.cm<sup>-2</sup>. Treatment (Tmt), Witness juice (WJ), Retained juice (RJ), Clarified juice (CJ), Nephelometric turbidity units (NTU).

For the 0.22µm membrane, the total sugars concentration in the RJ (RJ32US and RJ52US) and the low content of these compounds in the permeate (CJ32US and CJ52US) confirm the internal fouling of the membrane combined with cake layer formation predicted by Hermia model (Table 1), inducing a decrease of the permeate flux during the process (Figure 4). On another hand, the presence of higher content of total carotenoid and reducing sugars in the RJ and CJ at a feed flow of 0.5 L.min<sup>-1</sup> can again be associated the acoustic effects (Gonzalez-Avila et al., 2012) generated by the vibrating blade. Furthermore, Santhirasegaram et al. (2013) reported an increase in carotenoids by applying ultrasound individually at low frequency of 40 kHz in mango



pulp; Chanukya and Rastogi (2017) have shown a higher anthocyanins concentration using ultrasound coupled osmotic filtration at 30 kHz.

Finally, US irradiation coupled to microfiltration process not only prevents the immediate clogging of the membrane (modification of hydrodynamics conditions in the vicinity of the membrane), but also induces the release of compounds that are contained in the food matrix, maintaining its physicochemical properties.

#### **4 Conclusion**

This work is the first study dedicated to cross flow microfiltration of Jackfruit assisted by in situ ultrasound to control fouling and increase mass transfer during the process. Microfiltration was performed with two pore size membranes (0.1 and 0.22  $\mu\text{m}$ ) under different hydrodynamics conditions. 20 kHz low frequency ultrasound was applied in the feed channel by means of a vibrating blade. Membrane filtration behavior was analyzed with the help of Espinasse experimental procedure and with Hermia model to reveal the fouling mechanisms.

A synergistic effect was observed between the feed flow, the membrane pore size and the use of US for specific conditions (0.1  $\mu\text{m}$  pore size,  $Q= 0.5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  and  $\text{TMP}=0.3$  bar). An important increase of the permeation flux was observed for experiments under ultrasound compare to the one without. This coupled effect was observed during filtration with 0.22  $\mu\text{m}$  membrane; maintaining the process stability, but with less performance (low permeate flux).

The US coupled to the cross-flow microfiltration to obtain Jackfruit clarified juice promoted the release of compounds of interest such as carotenoids and vitamin C. It did not significantly affect the physicochemical parameters of the juice, allowed to avoid the immediate membrane fouling, resulting in the apparition of limit flux for reversible fouling.

During the filtration of reconstituted juice, fouling appeared reducing permeation flux. Hermia model revealed that cake layer formation and pore blocking occur for the

duration of the filtration depending on the membrane used. The Espinasse methodology and Hermia models allowed to understand the effect of ultrasound during filtration at different operating conditions.

It is important to note that controlling TMP, cross flow and ultrasound irradiation allowed reaching the best performance of the process. Finally, this study which demonstrated that the coupling in-situ of US with cross-flow microfiltration process is of interest for the clarification pulpy juices, is promising for an industrial point of view and the development of microfiltration processes at pilot scale.

### **Acknowledgment**

Authors thank CONACYT-Mexico for student grant number 339958, Biotecsa-Novozym® for the enzymes used in this work and “Frutos Tropicales de la Bahía S.P.R. DE R.L.” from Compostela Nayarit, México for providing jackfruits. LRP is part of Labex TEC 21 (Investissements d’Avenir - grant agreement n°ANR-11-LABX-0030) and PolyNat Carnot Institut (Investissements d’Avenir - grant agreement no. ANR-11-CARN-030-01) and of program (ANR-15-IDEX-02).

**Conflict of interests:** The authors declare that there is no conflict of interests.

### **References**

- Alventosa-deLara, E., Barredo-Damas, S., Alcaina-Miranda, M.I., Iborra-Clar, M.I., (2014). Study and optimization of the ultrasound-enhanced cleaning of an ultrafiltration ceramic membrane through a combined experimental–statistical approach. *Ultrason Sonochem.* 21(3), 1222-1234.
- AOAC, Horwitz, W., (2005). *Official Methods of Analysis of the AOAC International*. The Association, Gaithersburg, USA.
- Behrend, O., Schubert, H., (2001). Influence of hydrostatic pressure and gas content on continuous ultrasound emulsification. *Ultrason Sonochem.* 8(3), 271-276.
- Cassano, A., Donato, L., Drioli, E., (2007). Ultrafiltration of kiwifruit juice: Operating parameters, juice quality and membrane fouling. *J. Food Eng.* 79(2), 613-621.

- Chanukya, B.S., Rastogi, N.K., (2017). Ultrasound assisted forward osmosis concentration of fruit juice and natural colorant. *Ultrason Sonochem.* 34, 426-435.
- Chemat, F., Zill e, H., Khan, M.K., (2011). Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrason Sonochem.* 18(4), 813-835.
- Chen, D., Weavers, L.K., Walker, H.W., (2006). Ultrasonic control of ceramic membrane fouling: Effect of particle characteristics. *Water Res.* 40(4), 840-850.
- Das Gupta, S., Sarkar, B., (2012). Membrane Applications in Fruit Processing Technologies, in: CRC Press, N.Y. (Ed.), *Advances in Fruit Processing Technologies*.
- Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Rebers, P.A., Smith, F., (1956). Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. *Anal Chem* 28(3), 350-356.
- Espinasse, B., Bacchin, P., Aimar, P., (2008). Filtration method characterizing the reversibility of colloidal fouling layers at a membrane surface: Analysis through critical flux and osmotic pressure. *J Colloid Interf Sci.* 320(2), 483-490.
- Gonzalez-Avila, S.R., Prabowo, F., Kumar, A., Ohl, C.-D., (2012). Improved ultrasonic cleaning of membranes with tandem frequency excitation. *J Membrane Sci.* 415-416, 776-783.
- Grossner, M.T., Belovich, J.M., Feke, D.L., (2005). Transport analysis and model for the performance of an ultrasonically enhanced filtration process. *Chem. Eng. Sci.* 60(12), 3233-3238.
- Hengl, N., Jin, Y., Pignon, F., Baup, S., Mollard, R., Gondrexon, N., Magnin, A., Michot, L., Paineau, E., (2014). A new way to apply ultrasound in cross-flow ultrafiltration: Application to colloidal suspensions. *Ultrason Sonochem.* 21(3), 1018-1025.
- Hermia, J., (1982). Constant pressure blocking filtration laws-application to power-law non-Newtonian fluids. *Chem. Eng. Res. Des.* 60, 183-187.
- Jin, Y., (2014). Procédés de séparation membranaire de colloïdes : caractérisation des mécanismes aux échelles nanométriques et intensification par ultrasons. Université Grenoble Alpes, p. 299.
- Jin, Y., Hengl, N., Baup, S., Pignon, F., Gondrexon, N., Magnin, A., Sztucki, M., Narayanan, T., Michot, L., Cabane, B., (2014). Effects of ultrasound on colloidal organization at nanometer length scale during cross-flow ultrafiltration probed by in-situ SAXS. *J Membrane Sci.* 453(0), 624-635.
- Jin, Y., Hengl, N., Baup, S., Pignon, F., Gondrexon, N., Sztucki, M., Romdhane, A., Guillet, A., Aourousseau, M., (2015). Ultrasonic assisted cross-flow ultrafiltration of starch and cellulose nanocrystals suspensions: Characterization at multi-scales. *Carbohydrate Polymers* 124(0), 66-76.

- Jiratananon, R., Chanachai, A., (1996). A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice. *J. Membrane Sci.* 111(1), 39-48.
- Kanani, D.M., Sun, X., Ghosh, R., (2008). Reversible and irreversible membrane fouling during in-line microfiltration of concentrated protein solutions. *J Membrane Sci.* 315(1), 1-10.
- Kobayashi, T., Kobayashi, T., Hosaka, Y., Fujii, N., (2003). Ultrasound-enhanced membrane-cleaning processes applied water treatments: influence of sonic frequency on filtration treatments. *Ultrasonics* 41(3), 185-190.
- Kyllönen, H., Pirkonen, P., Nyström, M., Nuortila-Jokinen, J., Grönroos, A., (2006). Experimental aspects of ultrasonically enhanced cross-flow membrane filtration of industrial wastewater. *Ultrason Sonochem.* 13(4), 295-302.
- Kyllönen, H.M., Pirkonen, P., Nyström, M. (2005). Proc, of 3rd Ultrasound in Environmental Applications Symposium In *Proceedings of the Conference Name*], Conference Location].
- Leighton, T.G., (1997). *The Acoustic Bubble*. Elsevier Science.
- Madrona, G.S., Terra, N.M., Coutinho Filho, U., de Santana Magalhaes, F., Cardoso, V.L., Reis, M.H.M., (2019). Purification of phenolic compounds from genipap (*Genipa americana* L.) extract by the ultrasound assisted ultrafiltration process. *Acta Sci. Technol.* 41(1).
- Mirzaie, A., Mohammadi, T., (2012). Effect of ultrasonic waves on flux enhancement in microfiltration of milk. *J Food Eng.* 108(1), 77-86.
- Muthukumar, S., Yang, K., Seuren, A., Kentish, S., Ashokkumar, M., Stevens, G.W., Grieser, F., (2004). The use of ultrasonic cleaning for ultrafiltration membranes in the dairy industry. *Sep Purif Technol.* 39(1-2), 99-107.
- Navarrete-Solis, A., Hengl, N., Ragazzo-Sánchez, J.A., Baup, S., Calderón-Santoyo, M., Pignon, F., López-García, U.M., Ortiz-Basurto, R.I., (2019). Rheological and physicochemical stability of hydrolyzed jackfruit juice (*Artocarpus heterophyllus* L.) processed by spray drying. *Journal of Food Science and Technology*.
- Navarrete Solis, A., (2014). Microfiltración de jugo de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.): Evaluación de la reducción microbiana utilizando *Escherichia coli* O157:H7 como indicador microbiológico. Instituto Tecnológico de Tepic, p. 131.
- Ranganna, S., (1986). *Handbook of analysis and quality control for fruit and vegetable products*. Tata McGraw-Hill Education.
- Santhirasegaram, V., Razali, Z., Somasundram, C., (2013). Effects of thermal treatment and sonication on quality attributes of Chokanan mango (*Mangifera indica* L.) juice. *Ultrason Sonochem.* 20(5), 1276-1282.

Vaillant, F., Cisse, M., Chaverri, M., Perez, A., Dornier, M., Viquez, F., Dhuique-Mayer, C., (2005). Clarification and concentration of melon juice using membrane processes. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 6(2), 213-220.

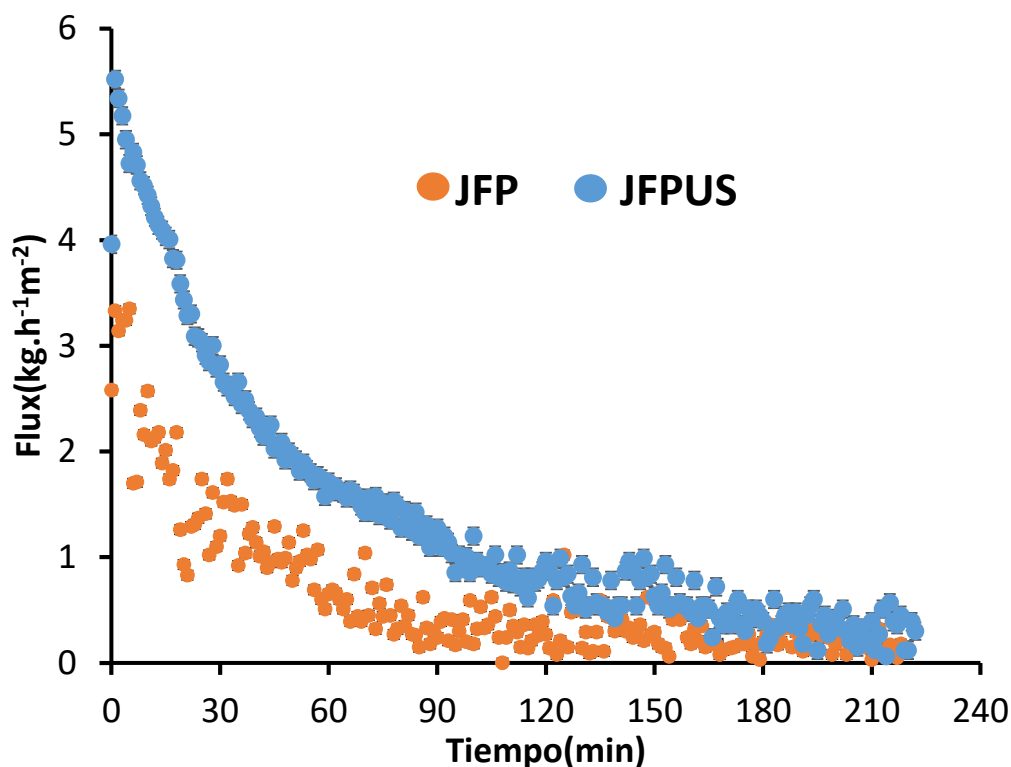
Vaillant, F., Millan, A., Dornier, M., Decloux, M., Reynes, M., (2001). Strategy for economical optimisation of the clarification of pulpy fruit juices using crossflow microfiltration. *J. Food Eng.* 48(1), 83-90.

Yiantsios, S.G., Sioutopoulos, D., Karabelas, A.J., (2005). Colloidal fouling of RO membranes: an overview of key issues and efforts to develop improved prediction techniques. *Desalination* 183(1), 257-272.

### 6.3. Microfiltración en piloto de filtración acoplado a ultrasonidos

La filtración tangencial en la celda de laboratorio acoplada con US, definió el proceso de clarificación con la membrana de 0.22  $\mu\text{m}$  como el de mayor estabilidad con respecto a la variación de la presión transmembrana, por lo que se extrapoló el uso de este diámetro de poro para la validación de resultados a nivel piloto.

En la microfiltración tangencial con el piloto de filtración sin ultrasonido, se observó la disminución del flux de permeado entre 30 y 120 min (Figura 6.3), tiempo en el que se alcanzó el flux mínimo, este comportamiento estuvo relacionado con la colmatación de la membrana de filtración, la cual se refleja en la disminución del flux de permeado que pudo ser causado por la deposición de las partículas presentes en el jugo de jaca (pectinas, celulosas, hemicélulosas, almidón, sólidos suspendidos, partículas coloidales, proteínas y polifenoles) sobre la superficie de la membrana como lo reporta Cassano y cols. (2007). Por su parte, el tratamiento con US (35.01kHz, 27 W.cm<sup>-2</sup>) en modo preventivo, incrementó 60% el flux de permeado al inicio del proceso, sin embargo, a partir de los 30 min hasta los 240 min la filtración presentó una disminución gradual, debido a la colmatación de la membrana a causa de la concentración de sólidos en el retenido. En este sentido, se observó que los ultrasonidos tienen menos efecto cuando la solución de alimentación incrementa la concentración de sólidos; la alta concentración de sólidos produce una atenuación de las ondas ultrasónicas que pasan a través del flujo tangencial de la solución, lo cual produce un aumento en la resistencia del medio al paso de las ondas sonoras (impedancia acústica) (Kobayashi y cols., 1999). También se ha reportado que los ultrasonidos no son efectivos para remover material incrustado dentro de los poros de la membrana, lo cual pudo haber ocurrido en este experimento. Así, al tener un tamaño de partícula menor al tamaño de poro de la membrana, estas pasan a través de él, incrustándose en las paredes, reduciendo el tamaño del poro, lo cual induce al bloque del poro, seguido de la formación de la capa de deposición y por lo tanto la disminución del flux.



**Figura 6.3** Flux en función del tiempo en sistema piloto de filtración tangencial a 50 kg.h<sup>-1</sup>, 0.5 Bar y 20 °C.

Con respecto a los análisis fisicoquímicos (Cuadro 6.3.1) del jugo retenido (JRP), jugo clarificado (JCP) y jugo testigo (JTP) en el sistema piloto, se encontró que no hubo diferencia estadísticamente significativa ( $p > 0.05$ ) en los parámetros de azúcares reductores y totales para todos los tratamientos. Por lo contrario, existió un incremento de vitamina C en el jugo clarificado para ambos tratamientos (con y sin US), este comportamiento indica que el US no tuvo efecto sobre este parámetro. Esto puede ser explicado por la relación entre el tamaño de poro de la membrana y el tamaño de los solutos presentes en el jugo, cuando los solutos tienen un tamaño menor al poro de la membrana, se facilita su difusión, la cual es regulada por la concentración de los sólidos presentes en la solución inicial, debido a ello, se observa generalmente una relación directa entre la concentración de sólidos en el permeado y el jugo retenido. Por otra parte, esta concentración dependerá de la relación entre el volumen permeado con respecto al volumen retenido (factor de reducción volumétrica), ya que a medida que aumenta el volumen permeado, la solución retenida incrementará su concentración, hasta llegar un punto en que tiende al equilibrio osmótico. Esto se

confirma por lo reportado por Jesus y cols. (2007) quienes evidenciaron que a medida que la concentración de sólidos incrementa, la concentración osmótica en la alimentación, promueve el paso por la membrana de compuestos de menor tamaño hasta lograr el equilibrio osmótico. En adición, se han reportado estudios con jugo de naranja que señalan a la microfiltración como la más recomendable para la conservación de algunos parámetros fisicoquímicos incluyendo la vitamina C (Toker y cols., 2014).

Los valores reportados de turbidez permiten confirmar la capacidad de retención de 99.75% de sólidos suspendidos, con lo cual se logró una clarificación efectiva del jugo con la membrana de microfiltración, al disminuir la turbidez de 954.5 NTU en el jugo retenido y el jugo testigo, a 2.38 NTU en el jugo clarificado. Por su parte, los sólidos solubles totales no presentaron diferencia entre el jugo clarificado y el retenido con y sin US al mismo FRV, los valores de sólidos solubles totales se mantienen similares, debido a que no hay retención de estos compuestos por el tamaño de los azúcares presentes, así, estos pudieron pasar por el poro de la membrana promoviendo un intercambio de sólidos entre ambos fluidos (jugo retenido y clarificado) por efecto de la presión osmótica presente en jugo concentrado.

**Cuadro 6.3.1** Análisis fisicoquímicos del jugo retenido (JR) y jugo clarificado (JC) de la filtración tangencial en el piloto (P) acoplado a US modo preventivo.

Tmt	SST (°Brix)	Turbidez (NTU)	Vitamina C (mg/100g)	Azúcares totales (g/100g)	Azúcares reductores (g/100g)	Carotenoides totales (µg/100g)
JT	24.08±0.02 <sup>a</sup>	954.5±7.78 <sup>a</sup>	0.19±0.0 <sup>b</sup>	33.90±7.30 <sup>a</sup>	23.65±1.65 <sup>a</sup>	347.04±49.08 <sup>a</sup>
JRP	23.25±0.30 <sup>ab</sup>	985±60.81 <sup>a</sup>	0.22±0.04 <sup>b</sup>	33.71±0.30 <sup>a</sup>	21.88±1.12 <sup>a</sup>	285.34±16.36 <sup>b</sup>
JRPUS	21.74±2.12 <sup>bc</sup>	929±91.92 <sup>a</sup>	0.20±0.02 <sup>b</sup>	33.54±3.06 <sup>a</sup>	20.80±3.83 <sup>a</sup>	131.10±10.91 <sup>c</sup>
JCP	20.20±1.72 <sup>abc</sup>	1.92±0.06 <sup>b</sup>	0.38±0.0 <sup>a</sup>	31.01±3.49 <sup>a</sup>	18.47±0.13 <sup>a</sup>	7.71±0.0 <sup>d</sup>
JCPUS	19.46±0.0 <sup>c</sup>	2.38±0.96 <sup>b</sup>	0.35±0.04 <sup>a</sup>	32.85±0.67 <sup>a</sup>	20.01±2.70 <sup>a</sup>	9.64±2.73 <sup>d</sup>

**Nota:** \*(n ± DE) Letras diferentes medias estadísticamente diferentes p<0.05. US=35.01 kHz, 27 W.cm<sup>2</sup>. Jugo testigo (JT), Jugo retenido en el piloto (JRP) sin y con ultrasonido (JRPUS), Jugo clarificado en el piloto (JCP) sin y con ultrasonido (JCPUS).

El análisis estadístico de los resultados de carotenoides (Cuadro 6.3.1) revela que hubo diferencia estadísticamente significativa (p<0.05) entre el jugo testigo y el jugo



retenido sin US, esto debido a que, las condiciones de operación de la microfiltración (velocidad de recirculación) y algunos factores externos (luz) pudieron disminuir este parámetro, ya que los carotenoides son compuestos termo y fotosensibles, los cuales pueden ser fácilmente oxidados al liberarse de la matriz alimentaria. Por otra parte, el jugo retenido con US mostró una disminución del 55% del contenido de carotenoides, con respecto al jugo retenido sin US, este comportamiento se puede explicar por la manera en que los ultrasonidos fueron aplicados, así, mientras en el equipo a nivel laboratorio se suministraron directamente a la solución de alimentación por medio de una placa metálica, en el equipo piloto se aplicaron desde el cárter de filtración (figura 6.2), es decir, el sonotrodo estuvo acoplado al cárter de filtración, el cual contuvo la membrana cerámica tubular (capa activa de filtración en modo inside-out). Por lo tanto, las ondas ultrasónicas suministradas por el sonotrodo y posteriormente propagadas a lo largo del cárter, entran en contacto directo con el jugo clarificado, lo cual pudo afectar el contenido de este parámetro a través de algunas reacciones sonoquímicas (oxidación e isomerización). Esto coincide con lo estudiado por Vercet y cols. (2001), quienes reportaron una disminución del contenido de  $\beta$ -caroteno en jugo de naranja tratado con ultrasonido a 20 kHz a través de un baño ultrasónico, atribuyéndolo a la generación de los radicales libres producidos por los ultrasonidos. En este sentido, se ha reportado que estos radicales libres son producidos en tres regiones diferentes: 1) dentro de la burbuja de implosión debido a las altas temperaturas y presiones alcanzadas las cuales promueven la volatilidad de compuestos; 2) en la interfaz entre burbujas y el líquido, donde existen gradientes de alta temperatura y presión que permiten mayor concentración de radicales y 3) en el líquido a granel, en donde los radicales libres generados pueden reaccionar con compuestos disueltos en el líquido. Además, los radicales libres son muy inestables (la vida promedio del radical hidroxil es  $10^{-8}$  s) y estos tienden a reaccionar lo más cerca del sitio donde fueron generados. De acuerdo a esto, la posibilidad de que una molécula no volátil reaccione con un radical libre generado por ultrasonido, dependerá de su concentración y su hidrofobicidad, al incrementarse estos parámetros, incrementará la posibilidad de reacción con los radicales libres generados durante la implosión de la burbuja. Así, los carotenoides pudieron estar en contacto con éstas tres zonas de formación de radicales libres, ya que estos se encuentran en mayor concentración con respecto a la vitamina C, además, el carácter hidrofóbico de los

carotenoides, los hace susceptibles a reacciones con los radicales libres formados durante el proceso de cavitación, produciendo su isomerización y reacciones de oxidación. Así, el carácter hidrofóbico de los carotenoides dificulta su transporte en el solvente que compone la solución de alimentación (agua), lo cual provoca su deposición en la superficie de la membrana (formación de la capa de deposición), de esta manera, al producirse las burbujas de cavitación en la superficie de la membrana e implotar, se pueden tener algunas reacciones con los radicales libres, los cuales son producidos principalmente por la ruptura de los puentes de hidrógeno del agua presente en el jugo.

Sobre esta base, esta disminución pudo estar asociada a que, en el sistema piloto a diferencia de la pequeña celda de filtración, los parámetros de operación fueron diferentes, ya que en la celda de filtración se utilizó frecuencia de 20 kHz, mientras que en el piloto se aplicó de 35.01 kHz, lo cual implica mayor generación de ondas con respecto al tiempo. Sumado a ello, la potencia varió de 1.62 en la celda a 27 W.cm<sup>-2</sup> en el sistema piloto, con superficie activa de filtración de 0.000408 y 0.02 m<sup>2</sup> respectivamente, en complemento, se ha reportado que las burbujas de cavitación formadas implotan con temperaturas de hasta 4730 °C y presiones arriba de 1000 atmosferas, lo que produce ondas de energía de corte muy altas y turbulencia en la zona de cavitación (Chanukya y Rastogi, 2017). Finalmente, la forma de aplicación del US en la celda de filtración a nivel laboratorio, fue directamente en la superficie de la membrana y en contacto con la solución de alimentación, mientras que en el sistema piloto, los ultrasonidos fueron transmitidos a través del cárter metálico que soporta la membrana tubular, que contiene la superficie activa de filtración en la parte interna (configuración “inside out”), por lo que las ondas de cavitación estuvieron en contacto directo con el permeado y posteriormente con la membrana. En este sentido, la utilización de membranas en modo outside-in podría ser una alternativa para el tratamiento de los jugos, ya que, de esta manera, el tiempo de residencia del jugo de alimentación en el cárter de filtración disminuiría debido a la velocidad del flujo tangencial, además que como se observó en el equipo a nivel laboratorio, se pudiese promover la liberación de algunos compuestos que aún se encuentran contenidos dentro de la matriz.

Los resultados microbiológicos para coliformes totales, mesófilos totales, hongos y levaduras, muestran una reducción del 100% del contenido inicial de microorganismo en el jugo clarificado con y sin aplicación de ultrasonido (Cuadro 6.3.2), lo cual evidencia que si bien en algunos compuestos de la fruta, se promueve mayor difusividad en la membrana, no se pierde la capacidad de las membranas de filtración en la retención de microorganismos y permite cumplir con los estándares establecidos por la norma NOM-130-SSA1-1995 para jugos y néctares pasteurizados (Mesófilos aerobios; 100 UFC/mL, hongos y levaduras; 25 UFC/mL, coliformes totales; <10 UFC/mL). Esto coincide con Laorko y cols. (2013) quienes reportaron la eliminación de levaduras, mohos y bacterias en jugo de piña por medio de una membrana de fibra hueca de polisulfona con un diámetro de poro igual al evaluado en este estudio de 0.2  $\mu\text{m}$ . Además, que evaluaron el contenido microbiano en el almacenamiento a 4, 27 y 37 °C y reportaron una estabilidad de 6 meses. Por otro lado, Pirez y Mota (2006) reportaron que las bacterias de interés médico tienen un tamaño entre 0.4 y 2  $\mu\text{m}$ , por lo que el uso de una membrana de 0.2  $\mu\text{m}$  asegura la estabilidad microbiana del jugo tratado en este estudio.

**Cuadro 6.3.2** Análisis microbiológico del jugo retenido (JR) y jugo clarificado (JC) de la filtración tangencial en el piloto (P) acoplado a US modo preventivo.

<b>Tratamientos</b>	<b>Coliformes totales (UFC/mL)*</b>	<b>Mesófilos (UFC/mL)*</b>	<b>Hongos (UFC/mL)*</b>	<b>Levaduras (UFC/mL)*</b>
Jugo inicial	<10	580	44	<10
Jugo retenido	<10	375	<10	<10
Jugo clarificado	<1	<1	<1	<1
Jugo retenido US	<10	325	<10	<10
Jugo clarificado US	<1	<1	<1	<1

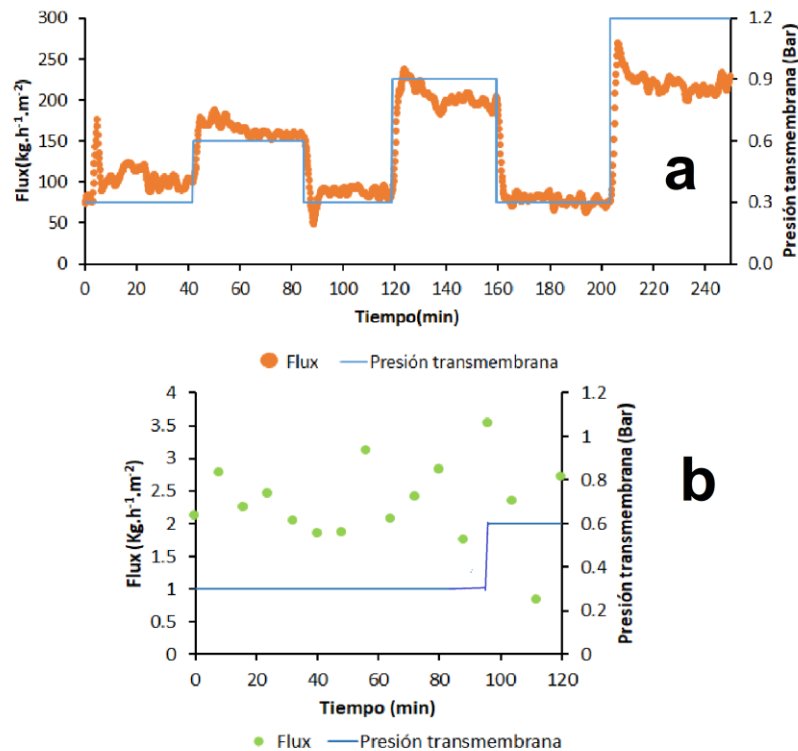
**Nota:** \*UFC: Unidades Formadoras de Colonia, <1 no se detectó presencia Nota: US: Ultrasonido a 35.01 kHz frecuencia, 21-27 W.cm<sup>-2</sup> de potencia, 50% amplitud; Flujo: 50 L. h<sup>-1</sup>; Presión transmembrana 0.5 bar; membrana cerámica tubular 0.2 $\mu\text{m}$ .

Con respecto a los jugos retenidos con y sin US (Cuadro 6.3.2), se encontró que el contenido microbiano no incrementa en la cuantificación de coliformes totales y levaduras, en complemento, se observa una disminución para mesófilos aerobios y hongos en los jugos retenidos tratados con y sin US. En este sentido, Vaillant y cols. (2005) reportaron que la flora total de jugo retenido de melón no incrementó durante la microfiltración tangencial en una membrana cerámica de  $0.22\mu\text{m}$  esto debido a que los microorganismos que son retenidos por la membrana podrían ser parcialmente afectados por la tensión de cizallamiento alta en el sistema. En este sentido, se ha reportado que las bacterias Gram positivas tienen un espesor de membrana celular de 20 a 80 nm y resisten presiones de 25 a 35 bar, mientras que las Gram negativas tienen un espesor de la membrana celular de 2-6 nm y resisten presiones menores en el rango de 0.3 a 0.5 bar, siendo éstas últimas las principales causantes de infecciones alimentarias. En relación a lo antes expuesto, las presiones de operación utilizadas (0.3 a 1.2 bar), en conjunto con las condiciones hidrodinámicas y el ultrasonido, pudieron inducir a la ruptura de la pared celular de las bacterias, lo cual ocasiona su pérdida de viabilidad o muerte. Esto explica la disminución de la concentración de mesófilos y hongos en los jugos retenidos durante el proceso de microfiltración.

#### **6.4 Estudio del mecanismo de colmatación de las pectinas y de acción de los ultrasonidos en la clarificación de jugos**

La filtración del jugo modelo sin y con pectina (1.5% p/v) en el laboratorio de reología y procedimientos (LRP), permitió corroborar la influencia de este biopolímero en el fenómeno de colmatación y rendimiento de la filtración, el flux del jugo modelo sin pectina (Figura 6.4a) incrementó 5000 veces el valor del flux del jugo con pectina (Figura 6.4b) en un rango de 2 a  $100\text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  a los 3 Bar (membrana de  $0.1\mu\text{m}$  a  $0.5\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ) y a medida que la variación de presión transmembrana ( $\Delta\text{PTM}$ ) incrementó, el valor del flux aumentó respectivamente, a diferencia del jugo con pectina quien no mostró un incremento en razón de  $\Delta\text{PTM}$ . Esto coincide con lo encontrado por Chanukya y Rastogi (2017), quien, al trabajar con ósmosis inversa, propusieron una solución modelo con pectina y sacarosa, donde reportaron que la presencia de pectina en la solución de alimentación causaba una polarización por concentración severa de las partículas, en la capa externa de la membrana y la formación de una capa de gel, la

cual ocasiona la disminución del flujo. En este sentido, el incremento del flux observado en la solución sin pectina, puede ser explicado por el tamaño molecular de la sacarosa y ácido cítrico, así, se ha reportado el paso de estos solutos a través del poro de las membranas de microfiltración. Sin embargo, los materiales de alto peso molecular, sólidos en suspensión y microorganismos, son retenidos en estos procesos. Además, que la formación de geles en presencia de un medio ácido (ácido cítrico), es una de las propiedades que caracteriza a las pectinas de alto metoxilo, como la utilizada en este estudio (70% grado de metilación).

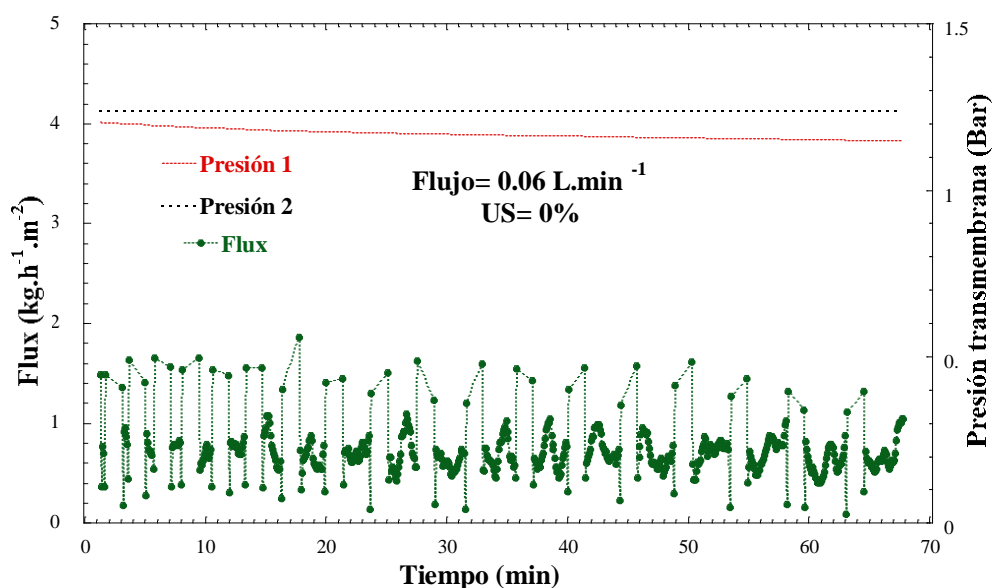


**Figura 6.4** Flux en función del tiempo de la filtración tangencial (celda) de jugo modelo a) sin (12% sacarosa y 0.6% ácido cítrico) y b) con pectina 1.5%, mediante la metodología de Espinasse y cols. (2008) a  $0.5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  en una membrana  $0.1 \mu\text{m}$  PVDF.

La microfiltración de la solución modelo (0.75% pectina, 12% Sacarosa, 0.6 % ácido cítrico) con pectina, se realizó a una concentración de 0.75%, a fin de poder observar

mediante la dispersión de rayos X (SAXS) la formación de la capa de deposición a concentraciones que estuviesen dentro de la curva de calibración.

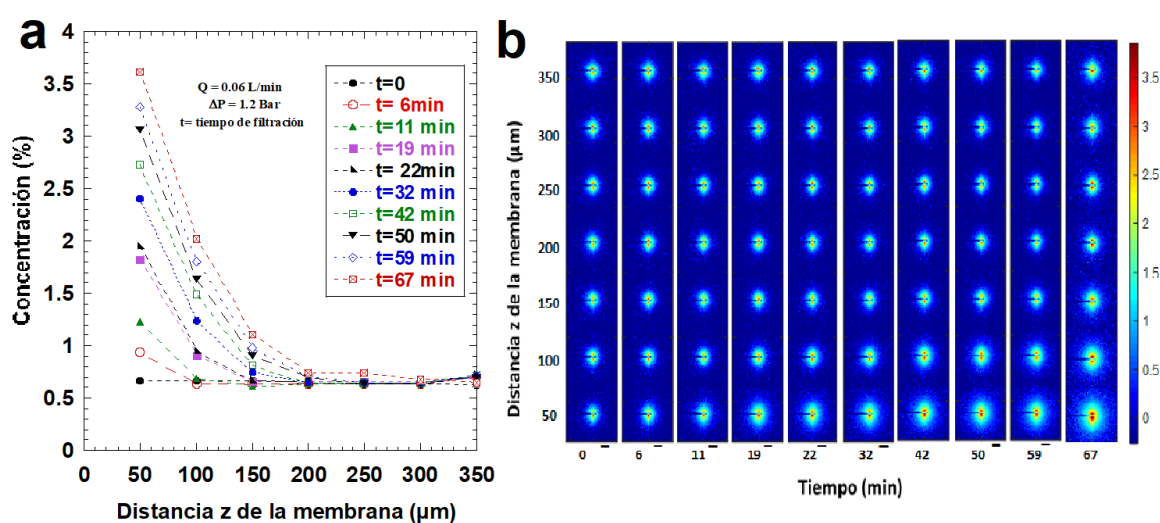
La solución modelo analizada en el European Synchrotron Radian Facility (ESRF) a través de la difusión de rayos X a ángulos pequeños (SAXS), mostró que en la filtración a  $0.06 \text{ L. min}^{-1}$ , 1.2 bar, sin ultrasonido, se redujo el 99% del flux con respecto al del agua ( $278 \text{ kg.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$ ) y se mantuvo constante a lo largo del tiempo (Figura 6.5) durante los primeros 70 min. Esta disminución del flux estuvo correlacionada con el incremento de la concentración de la pectina en la superficie de la membrana (Figura 6.6a), es decir, la disminución del flux fue consecuencia del incremento de la capa de deposición, lo cual indica que el aumento de la concentración de las pectinas en la superficie de la membrana, promueve la formación de la capa de deposición, así esta capa formada, disminuye el flux durante el proceso de filtración.



**Figura 6.5** Flux contra tiempo del proceso de filtración de jugo modelo de pectina, a baja velocidad de alimentación, experimento en el ESRF ( $0.06 \text{ L.min}^{-1}$ , 1.2 bar, membrana  $0.1 \mu\text{m}$  PVDF).

La gráfica (Figura 6.6a) de concentración contra la distancia mínima medible sobre la superficie de la membrana (Z), muestra que hay un incremento gradual de la concentración de la solución inicial con respecto al transcurso del tiempo de filtración y a medida que la distancia hacia la superficie de la membrana disminuye,

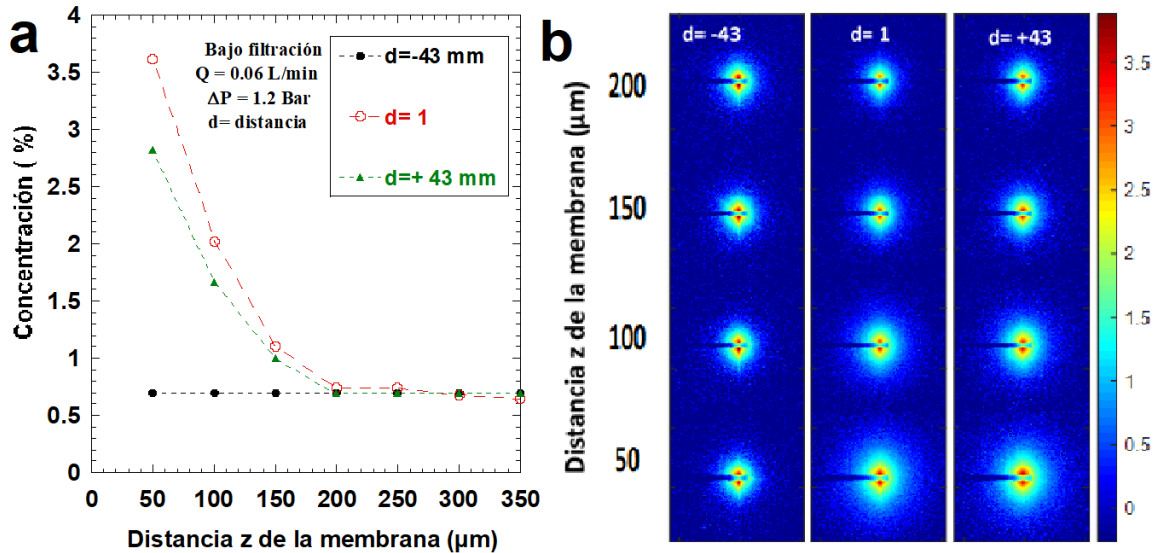
obteniéndose una concentración máxima de 3.7% a 50  $\mu\text{m}$  en un tiempo de 67 min. Este comportamiento permite poner en evidencia la relación entre la disminución del flux de permeado, durante la filtración a causa de la acumulación de pectina en la superficie de la membrana. De lo cual fue posible verificar que, a medida que la distancia a partir de la superficie de la membrana incrementa, la concentración de la solución disminuye hasta llegar al valor inicial (0.75%) a 200  $\mu\text{m}$ ; es decir que los sólidos de la suspensión se acumularon por efecto de la presión transmembrana y el flujo de alimentación, de tal manera que formaron la capa de deposición que ocasiona la disminución del flux. Este comportamiento se puede observar a través de la gráfica de los espectros de difusión (Figura 6.6b), los cuales reflejan una coloración más intensa a medida que la concentración aumenta. Esto coincide con lo reportado por Jin y cols. (2014), quienes ultrafiltraron una solución de micelios de caseína y minerales en una membrana de 8 kDa, lograron inducir los perfiles de concentración sobre la superficie de la membrana y encontraron capas de concentración de 120 a 160 mm sobre la superficie de la membrana.



**Figura 6.6** a) Concentración en función de la distancia sobre la membrana (0.1 $\mu\text{m}$ , PVDF), medido con SAXS y b) espectros de difusión correspondientes a la duración del proceso de filtración (Bajo filtración, a 0.06 L.min<sup>-1</sup>, 1.2bar).

Además, una vez formada la capa de deposición se realizó un escáner de la concentración de solutos a lo largo de la membrana, así, se observó que la acumulación de las pectinas a la entrada de la celda (posicionada a 43 mm a la izquierda de la

ventana del centro) es menor que en el centro ( $d=1$ ) y a la salida de la celda de filtración (posicionada a 43 mm a la derecha de la ventana central). Esto se observa en la gráfica de perfil de concentración (Figura 6.7a) y los espectros de difusión correspondientes (b).

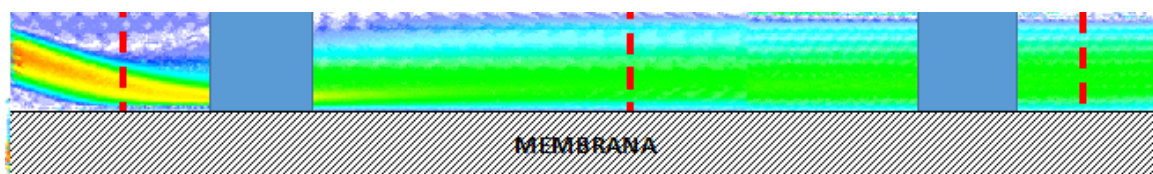


**Figura 6.7** a) Concentración en función de la distancia sobre la membrana ( $0.1 \mu\text{m}$ , PVDF), medido a lo largo de la membrana y b) espectros de difusión correspondientes (Bajo filtración  $0.06 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ,  $1.2 \text{ bar}$ ).

En este contexto, Rey (2017) trabajó con la misma celda de filtración y propuso la hidrodinámica del flujo de alimentación en la celda de filtración a través de un estudio con micro-PIV (Micron resolution particle image velocimetry), en el cual reportó que, en la entrada de la celda, no se forma ninguna capa de sólidos, debido a la manera en cómo el flujo alimentación es suministrado. Así, la alimentación entra a la celda con una velocidad inicial y con forme establece contacto con la membrana, esta velocidad va disminuyendo a lo largo de la celda, el flujo se estabiliza y las pectinas se acumulan en la superficie de la membrana. Además, se observó además que la capa de deposición está ligeramente más concentrada en la salida, debido a la forma de la salida del flujo y a la configuración de la celda, como se muestra en la Figura 6.8. Esto coincide con lo encontrado en este estudio, así, los perfiles de concentración mostrados en la figura 6.7 son corroborados por la hidrodinámica propuesta por Rey (2017), la

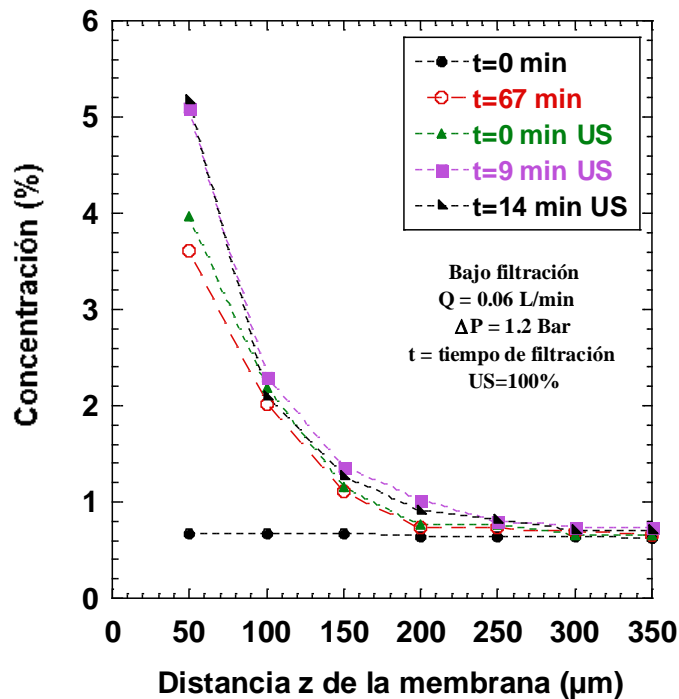


cual dependerá de la solución de estudio, ya que, en este trabajo la solución evaluada presentó una mayor viscosidad y cantidad de sólidos.



**Figura 6.8** Extraído de la tesis de Rey (2017): Campo de vector de velocidad durante un flujo en la celda de filtración obtenido por micro- PIV,  $Q= 0.2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ,  $\text{PTM}=1.1 \text{ bar}$ ,  $T=25^\circ\text{C}$ .

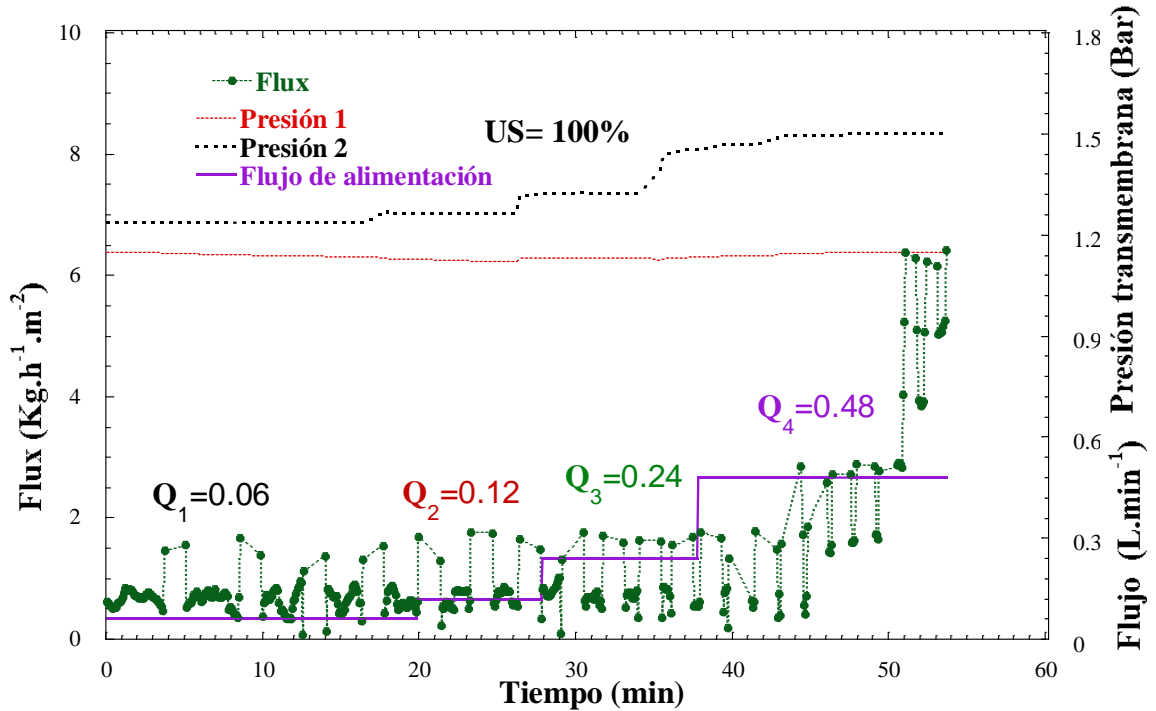
La aplicación del US en modo correctivo, mantuvo constantes el flujo de alimentación ( $Q$ ) y la presión transmembrana. La Figura 6.9 muestra el efecto del US sobre la disminución de la concentración de pectina a partir de los 14 min de aplicación, tendiendo a desconcentrar desde la distancia más lejana a la membrana hacia la superficie. Esto difiere con lo reportado por Kobayashi y cols. (1999), quienes mencionan que el ultrasonido tiene menos efecto a altas concentraciones de la alimentación, la viscosidad generada por la alta concentración de partículas produce una gran atenuación de las ondas de sonido, ya que éstas pasan a través del flujo tangencial de la solución, debido al incremento de la impedancia acústica (resistencia del medio a las ondas sonoras). Así, para la solución de pectina la reversibilidad de la capa de deposición fue observada en este estudio, esto por efecto de los ultrasonidos, que evitan la desconcentración de los solutos en la superficie de filtración, los cuales inicialmente, desplazan las partículas situadas en el límite superior de la capa formada hasta llegar hacia la superficie de la membrana.



**Figura 6.9** Perfil de concentración del efecto del US (20 kHz, 2.86 W.cm<sup>-2</sup>) en modo correctivo después de la formación de la capa de deposición (bajo filtración, 0.06 L.min<sup>-1</sup>, 1.2 bar, membrana 0.1 μm PVDF).

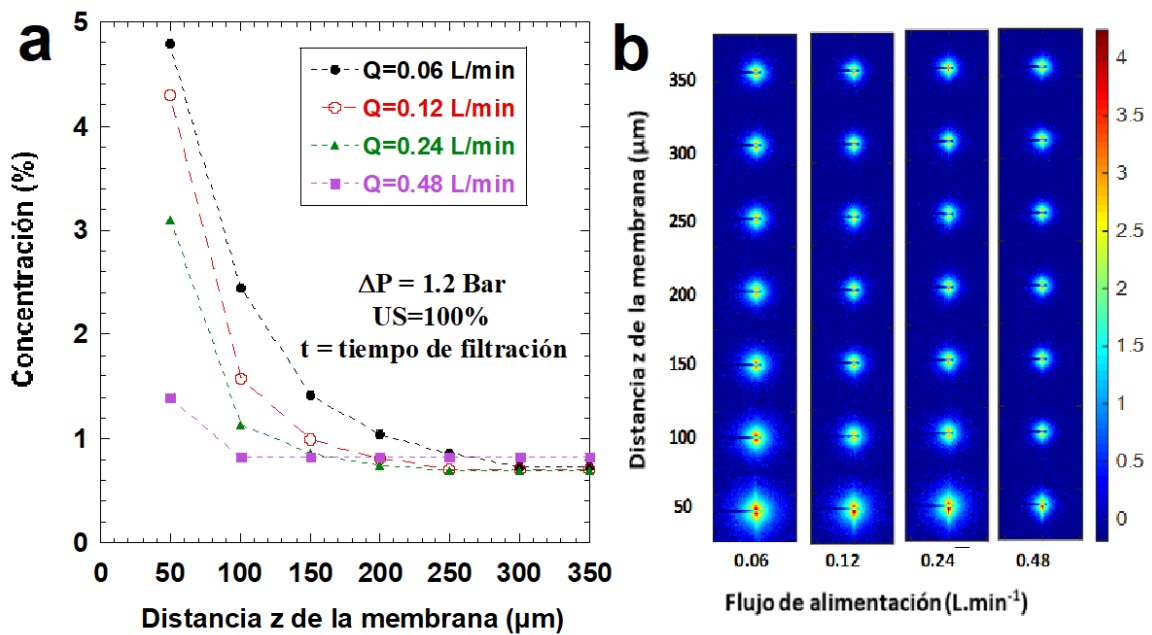
Al duplicar el flujo de alimentación  $Q$  en forma escalonada hasta 0.48 kg.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>, sin cambiar las condiciones de operación y mantienen las condiciones de aplicación de US, se observó que el flux incrementa en respuesta al incremento del flujo de alimentación (Figura 6.10). Esto difiere con lo reportado por Jin y cols. (2014), quienes no lograron disminuir la capa de sólidos depositada en la superficie de filtración de la membrana con la aplicación de ultrasonidos, por lo que ellos concluyen que la acumulación de solutos en la superficie de filtración forma una capa rígida, que genera una colmatación irreversible. Este estudio muestra que la acumulación de material en la superficie de la membrana para las pectinas puede ser reversible gracias al efecto sinérgico ejercido entre el flujo de alimentación y los ultrasonidos. Así, los ultrasonidos pueden romper la capa de deposición y disminuir la concentración de los solutos que se encuentran en la superficie de la membrana gracias a los efectos de cavitación acústica, microcorrientes y microchorros. El flux incrementa en función del flujo de alimentación y en presencia del ultrasonido, la capa de deposición puede ser

eliminada por la acción del esfuerzo de corte ocasionado por efecto de las microcorrientes producidas por la implosión de las burbujas de cavitación, las cuales son transportadas continuamente desde la superficie de la membrana hasta el flujo de alimentación.



**Figura 6.10** Flux contra tiempo del proceso de filtración (Bajo filtración,  $0.06 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ,  $1.2 \text{ bar}$ , membrana  $0.1 \mu\text{m}$  PVDF) de jugo modelo de pectina, variación del flujo de alimentación ( $0.06$  a  $0.48 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ) y aplicación de US ( $20 \text{ kHz}$ ,  $2.86 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ), experimento en el ESRF.

De este modo se observó que a medida que  $Q$  aumentó de  $0.06$  a  $0.12 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , existió un incremento del flux de  $0.69$  a  $0.76 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  y un decremento de la concentración de pectina de  $5.5$  a  $4.7 \%$  a  $50 \mu\text{m}$ . El aumento de  $Q$  a  $0.48 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  incrementó el flux al  $200\%$  ( $1.48 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ) con respecto al flux inicial ( $0.69 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ), y la concentración de pectina disminuyó a  $1.3\%$  (Figura 6.11a).



**Figura 6.11** a) Perfil de concentración contra distancia de la membrana ( $0.1 \mu\text{m}$  PVDF) del efecto de los US ( $20 \text{ kHz}$ ,  $2.86 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) y el flujo de alimentación sobre la disminución de la concentración de pectina y b) gráfica de espectros de difusión correspondientes (Bajo filtración,  $0.06$  a  $0.48 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ,  $1.2 \text{ bar}$ ).

Lo cual evidencia, que la mecánica de fluidos que se genera con un aumento del flujo de alimentación en el sistema en flujo tangencial, favorece un incremento de régimen intermedio que reduce la concentración de la pectina en la superficie de la membrana y favorecen así un incremento en el flux (Figura 6.11 b). De esta forma se demuestra que hay una relación directa entre el rendimiento de filtración (flux) y la concentración de los solutos (pectinas) en la superficie de la membrana. Espinasse y cols. (2008), reportan que la acumulación de la materia en la superficie de la membrana puede ser reversible si el material acumulado puede ser dispersado. Esto coincide con lo encontrado en este estudio, ya que, gracias a la sinergia entre el flujo de alimentación y los ultrasonidos, se logró incrementar el rendimiento de proceso de filtración. Este fenómeno se explica gracias al esfuerzo de corte producido en la superficie de la membrana, inducido por: 1) la fuerza ultrasónica, la cual es ocasionada por la implosión de la burbuja de cavitación que provoca el incremento de la velocidad de circulación del flujo y 2) el flujo de alimentación, que aumenta la hidrodinámica del sistema.

A pesar de que existe un gran número de reportes que proponen a la pectina como uno de los compuestos presentes en los jugos y/o extractos vegetales que genera mayor problema de reducción del rendimiento de filtración por su colmatación en la superficie de la membrana de filtración. Los resultados obtenidos con este experimento, representan el primer reporte que permite evidenciar la cinética de este fenómeno en jugo pulposo de frutas, los cuales son uno de los mayores retos para el procesamiento de fluidos en la industria de alimentos. De esta manera, estos resultados obtenidos en este estudio, permitirán mayor entendimiento de este fenómeno de colmatación en el procesamiento de jugos pulposos.

# 7 CONCLUSIÓN GENERAL Y PERSPECTIVAS DE INVESTIGACIÓN

---

## CAPÍTULO 7. CONCLUSIÓN GENERAL Y PERSPECTIVAS DE INVESTIGACIÓN

### 7.1 Conclusión General

En este proyecto en cotutela se estudió el efecto de la filtración acoplada directamente a ultrasonido de baja frecuencia para mejorar rendimiento de proceso, conservar las propiedades fisicoquímicas y la calidad microbiológica del jugo clarificado de jaca en un sistema de filtración a nivel laboratorio y piloto. Así como la influencia de la pectina presente en los jugos pulposos sobre la formación de la capa de deposición en la superficie de la membrana, a fin de entender como la concentración de este biopolímero presente en el fruto afecta el rendimiento de proceso.

El seguimiento de azúcares reductores y la determinación de viscosidad permitió seleccionar una mezcla enzimática (Celluzyme® y Pectinex Ultra Pulp®) con actividades celulolítica y pectinolítica, que por acción sinérgica disminuye la viscosidad e incrementa el contenido de azúcares reductores. La reducción de la viscosidad estuvo directamente relacionada con el tiempo de incubación y no con la concentración de la enzima, debido a la complejidad de polisacáridos presentes en la pulpa. Sin embargo, la concentración de azúcares reductores mostró dependencia de la concentración del complejo enzimático, es decir, a mayor contenido de enzima la liberación de azúcares reductores incrementó.

El acoplamiento directo del ultrasonido de baja frecuencia en los sistemas de filtración tangencial, mejoró el rendimiento del proceso. La configuración del ultrasonido en cada piloto presentó efectos contrarios: a escala laboratorio, el contacto directo de las ondas ultrasónicas al jugo de alimentación, conservó las propiedades fisicoquímicas y promovió la liberación de carotenoides totales y vitamina C. Mientras que, a escala piloto, el contacto directo con el jugo clarificado, conservó el contenido de vitamina C y redujo la concentración de carotenoides totales. Debido al diámetro de poro utilizado en ambos sistemas, fue posible obtener jugo clarificado con calidad microbiológica de un jugo pasteurizado.

En el sistema a escala laboratorio, un diseño factorial definió un flujo de alimentación de  $0.5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  y  $0.3 \text{ Bar}$  de presión transmembrana como las mejores condiciones de operación en una membrana de  $0.1 \mu\text{m}$ . La aplicación de ultrasonido en modo continuo incrementó 3 veces el rendimiento de proceso lo que evidencia un efecto sinérgico. Sin embargo, al utilizar una membrana de  $0.22 \mu\text{m}$  las condiciones óptimas se definieron a un flujo de alimentación de  $0.5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  y  $1.2 \text{ Bar}$  de presión. El efecto acoplado del ultrasonido y condiciones de operación permitió la recuperación gradual de la permeabilidad inicial de la membrana. El ajuste de los datos obtenidos del flux al modelo de Hermia permitió confirmar la influencia de las ondas ultrasónicas sobre los fenómenos de colmatación durante el proceso de microfiltración.

El análisis in-situ y en tiempo real de la filtración del jugo modelo de pectina con el SAXS, en el equipo de filtración a nivel laboratorio, permitió cuantificar por primera vez la acumulación de la pectina en la superficie de la membrana y establecer una relación entre el incremento de la concentración de sólidos y la disminución del rendimiento de proceso. Además, se demostró que existe un efecto acoplado entre el flujo de alimentación y el ultrasonido sobre la disminución de la capa de concentración en la superficie de la membrana, lo cual sustenta la teoría mencionada en la filtración con jugo de jaca.

Sobre la base de los resultados obtenidos, se confirma que la utilización del sistema acoplado microfiltración-ultrasonidos con el contacto directo de las ondas ultrasónicas al jugo de alimentación es una tecnología adecuada para clarificar jugos pulposos sin la pérdida de nutrientes, que además permite rendimientos de filtración altos con mayor estabilidad en el proceso

## **7.2 Perspectivas de Investigación**

Los resultados obtenidos en este trabajo de tesis permiten visualizar nuevas líneas de investigación para profundizar en cada uno de los distintos temas abordados.



Respecto a la hidrólisis enzimática de la pulpa de jaca, es importante hacer un seguimiento de las enzimas presentes naturalmente en la pulpa en cada etapa del proceso de elaboración del jugo. Principalmente de las enzimas polifenol oxidasa y metil esterasa, que son las principales responsables del pardeamiento enzimático y pueden afectar negativamente la calidad sensorial durante el procesamiento si no se asegura su inactivación. Se ha reportado la inhibición de estas enzimas por los ultrasonidos a bajas frecuencias por lo que, el seguimiento de su actividad antes y después de la filtración con membranas bajo US podría ser pertinente.

Los resultados obtenidos en el secado por aspersion de la jaca en presencia de maltodextrina, sugieren la posible encapsulación de compuestos de interés, por tal motivo es interesante investigar el contenido, características y liberación de estos compuestos. Además de la vida de anaquel y el uso de materiales de pared que incrementa el rendimiento de secado.

Por otra parte, se ha reportado que la jaca tiene un importante contenido de compuestos bioactivos y de carácter anticancerígeno, por lo que la evaluación del proceso de elaboración del jugo mediante el seguimiento de estos compuestos se vuelve de vital importancia. Los resultados obtenidos en la celda de filtración con respecto al contenido de carotenos totales, señalan que entre los principales reportados son el  $\beta$ -caroteno y el catecol, los cuales de acuerdo a la bibliografía son los que le confieren el carácter anticancerígeno a la jaca, por esto se sugiere un estudio para 1) la cuantificación de estos compuestos en el jugo y 2) la evaluación anticancerígena in-vitro e in-vivo.

En la microfiltración con ultrasonido en la celda de laboratorio, los fenómenos de colmatación por bloqueo y formación de la capa de concentración estuvieron presentes en la filtración con y sin US, por lo que el estudio a través de las características reológicas de la capa de deposición formada en la superficie de la membrana, mediante el uso de la metodología de superficie de respuesta, puede ser una alternativa para generación de modelos matemáticos predictivos de los factores que afectan los procesos de clarificación de jugos pulposos.

En lo que respecta a la filtración en el sistema piloto, una de las alternativas para disminuir el efecto sobre los compuestos termolábiles, es el uso de las membranas en configuración outside-in ya que de esta manera el US estaría en contacto con la solución de alimentación y la capa activa de la membrana, de este modo se espera obtener mismos efectos reportados en el sistema a nivel laboratorio.

Un aspecto indispensable en la evaluación de los nuevos procesos y productos, es el análisis y aceptación sensoria, así como su vida de anaquel, comparado con los productos procesados convencionalmente.

Finalmente, los resultados del análisis de formación de capa de deposición a causa de la pectina a través del SAXS, sugieren el estudio de la ultrasonicación de la pectina a distintas concentraciones, para comprender el efecto de los US sobre la dinámica y el comportamiento reológico de la capa de concentración formada durante la microfiltración.

8

BIBLIOGRAFÍA

## CAPÍTULO 8. BIBLIOGRAFÍA

Abid, M., Jabbar, S., Wu, T., Hashim, M.M., Hu, B., Lei, S., Zhang, X., Zeng, X., 2013. Effect of ultrasound on different quality parameters of apple juice. *Ultrasonics Sonochemistry* 20, 1182-1187.

Bejarano, A.I., Quispe, C.S., Matos, C.A., 2011. Licuefacción enzimática en el proceso de extracción de pulpa de fruta, in: CONACIN (Ed.), I Congreso Nacional de Investigación, Perú, pp. 1-9.

Bello Gil, D., Carrera Bocourt, E., Díaz Maqueira, Y., 2006. Determinación de azúcares reductores totales en jugos mezclados de caña de azúcar utilizando el método del ácido 3,5 dinitrosalicílico. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar* vol. XL, núm. 2, 45-50.

Bhat, M.K., 2000. Cellulases and related enzymes in biotechnology. *Biotechnol Adv.* 18, 355-383.

Braddock, R.J., 1982. Ultrafiltration and Reverse Osmosis Recovery of Limonene from Citrus Processing Waste Streams. *Journal of Food Science* 47, 946-948.

Cai, M., Zhao, S., Liang, H., 2010. Mechanisms for the enhancement of ultrafiltration and membrane cleaning by different ultrasonic frequencies. *Desalination* 263, 133-138.

Cassano, A., Donato, L., y Drioli, E. 2007. Ultrafiltration of kiwifruit juice: Operating parameters, juice quality and membrane fouling. *J. Food Eng.*, 79(2), 613-621.

Chanukya, B., y Rastogi, N. K. 2017. Ultrasound assisted forward osmosis concentration of fruit juice and natural colorant. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 426-435.

Corley, H., 2007. Fruits for the Future 10. jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*). By N. Haq. Southampton, UK: Southampton Centre for Underutilised Crops (2006), pp. 192, available free on request to national scientists of developing countries. ISBN 0854328394. *Experimental Agriculture* 43, 407-408.

Chandrika, U., Jansz, E., Warnasuriyaz, N., 2004. Analysis of carotenoids in ripe jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) kernel.

Cheng, X., Zhang, M., Xu, B., Adhikari, B., Sun, J., 2015. The principles of ultrasound and its application in freezing related processes of food materials: A review. *Ultrasonics Sonochemistry* 27, 576-585.

- Dhiman, S.S., Garg, G., Sharma, J., Mahajan, R., 2011. Characterization of statistically produced xylanase for enrichment of fruit juice clarification process. *New biotechnol.* 28, 746-755.
- Fan, B., Huang, X., 2002. Characteristics of a Self-Forming Dynamic Membrane Coupled with a Bioreactor for Municipal Wastewater Treatment. *Environmental Science & Technology* 36, 5245-5251.
- FAO, OMS, 2002. Métodos de análisis para ls frutas y las hortalizas elaboradas. Comisión del codex alimentarius 5, 30.
- Field, R.W., Wu, D., Howell, J.A., Gupta, B.B., 1995. Critical flux concept for microfiltration fouling. *Journal of Membrane Science* 100, 259-272.
- Heikkola, E., Laitinen, M., 2005. Model-based optimization of ultrasonic transducers. *Ultrasonics sonochemistry* 12, 53-57.
- Herrero, A.M., 2006. Innovaciones en el proceso de alimentos: Tecnologías no térmicas. Universidad de Navarra: Facultad de Medicina.
- Jayani, R.S., Saxena, S., Gupta, R., 2005. Microbial pectinolytic enzymes: A review. *Process Biochemistry* 40, 2931-2944.
- Jesus, D. F., Leite, M. F., Silva, L. F. M., Modesta, R. D., Matta, V. M., y Cabral, L. M. C. 2007. Orange (*Citrus sinensis*) juice concentration by reverse osmosis. *Journal of Food Engineering*, 81(2), 287-291.
- Jiraratananon, R., Chanachai, A., 1996. A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice. *J. Membrane Sci.* 111, 39-48.
- Jin, Y., Hengl, N., Baup, S., Pignon, F., Gondrexon, N., Sztucki, M., Gésan-Guiziou, G., Magnin, A., Aryan, M., Karrouch, M., y Blésès, D. 2014. Effects of ultrasound on cross-flow ultrafiltration of skim milk: Characterization from macro-scale to nano-scale. *Journal of Membrane Science*, 470(0), 205-218.
- Knorr, D., Zenker, M., Heinz, V., Lee, D.-U., 2004. Applications and potential of ultrasonics in food processing. *Trends in Food Science & Technology* 15, 261-266.
- Kobayashi, T., Chai, X., Fujii, N., 1999. Ultrasound enhanced cross-flow membrane filtration. *Separation and Purification Technology* 17, 31-40.
- Krokida, M.K., Karathanos, V.T., Maroulis, Z.B., 1998. Effect of freeze-drying conditions on shrinkage and porosity of dehydrated agricultural products. *Journal of Food Engineering* 35, 369-380.

- Kyllönen, H.M., Pirkonen, P., Nyström, M., 2005. Membrane filtration enhanced by ultrasound: a review. *Desalination* 181, 319-335.
- Lamminen, M.O., Walker, H.W., Weavers, L.K., 2004. Mechanisms and factors influencing the ultrasonic cleaning of particle-fouled ceramic membranes. *Journal of Membrane Science* 237, 213-223.
- Laorko, A., Tongchitpakdee, S., Youravong, W., 2013. Storage quality of pineapple juice non-thermally pasteurized and clarified by microfiltration. *Journal of Food Engineering* 116, 554-561.
- Larmond, E., 1977. Laboratory methods for sensory evaluation of food. Agriculture Canada, Research Branch, Ottawa.
- Lee, W.C., Yusof, S., Hamid, N.S.A., Baharin, B.S., 2006. Optimizing conditions for enzymatic clarification of banana juice using response surface methodology (RSM). *J. Food Eng.* 73, 55-63.
- Leighton, T.G., 1994. *The acoustic bubble*, Academic press, San Diego.
- Liu, S.X., 2005. Membrane technology for postharvest processing of fruits and vegetables. *Stewart Postharvest Rev.* 1, 1-11.
- Lu, P., Hsieh, Y.-L., 2012. Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from rice straw. *Carbohydrate Polymers* 87, 564-573.
- Manca, d.N.M.C., Saguir, F.M., Alberto, M.R., 2006. Bebidas no Fermentadas, in: Torres, V.M.R., Castillo, A.A. (Eds.), *Microbiología de los Alimentos*, Guadalajara, Jalisco, México, pp. 393-415.
- Matsumoto, Y., Miwa, T., Nakao, S.-i., Kimura, S., 1996. Improvement of Membrane Permeation Performance by Ultrasonic Microfiltration. *JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN* 29, 561-567.
- Meyabadi, T.F., Dadashian, F., 2012. Optimization of enzymatic hydrolysis of waste cotton fibers for nanoparticles production using response surface methodology. *Fibers Polym* 13, 313-321.
- Morton, J.F., 1987. *Fruits of warm climates*, Miami, USA.
- Narayanan, T., Diat, O., Bösecke, P., 2001. SAXS and USAXS on the high brilliance beamline at the ESRF. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 467-468, Part 2, 1005-1009.

Navarrete, S.A., 2014. Microfiltración de jugo de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.): Evaluación de la reducción microbiana utilizando *Escherichia coli* O157:H7 como indicador microbiológico. Instituto Tecnológico de Tepic, p. 131.

NOM-092-SSA1, 1994. Bienes y servicios. Método para la cuenta de las bacterias aerobias en placa, in: Federación, D.O.d.l. (Ed.).

NOM-111-SSA1, 1994. Bienes y servicios. Método para la cuenta de mohos y levaduras en alimentos, in: Federación, D.O.d.l. (Ed.).

NOM-113-SSA1, 1994. Bienes y servicios. Método para la cuenta de microorganismos coliformes totales en placa., in: Federación, D.O.d.l. (Ed.).

Pal, A., Khanum, F., 2011. Efficacy of xylanase purified from *Aspergillus niger* DFR-5 alone and in combination with pectinase and cellulase to improve yield and clarity of pineapple juice. *J. Food Sci. Tech.* 48, 560-568.

Pignon, F., Abyan, M., David, C., Magnin, A., Sztucki, M., 2012. In Situ Characterization by SAXS of Concentration Polarization Layers during Cross-Flow Ultrafiltration of Laponite Dispersions. *Langmuir* 28, 1083-1094.

Rai, C., Rai, P., Majumdar, G.C., De, S., DasGupta, S., 2010. Mechanism of Permeate Flux Decline during Microfiltration of Watermelon (*Citrullus lanatus*) Juice. *Food Bioprocess Technol* 3, 545-553.

Rai, P., Majumdar, G.C., Das Gupta, S., De, S., 2007. Effect of various pretreatment methods on permeate flux and quality during ultrafiltration of mosambi juice. *J. Food Eng.* 78, 561-568.

Rai, P., Majumdar, G.C., DasGupta, S., De, S., 2004. Optimizing pectinase usage in pretreatment of mosambi juice for clarification by response surface methodology. *J. Food Eng.* 64, 397-403.

Raichel, D.R., 2006. The science and applications of acoustics. Springer Science & Business Media.

Rawson, A., Tiwari, B.K., Patras, A., Brunton, N., Brennan, C., Cullen, P.J., O'Donnell, C., 2011. Effect of thermosonication on bioactive compounds in watermelon juice. *Food Research International* 44, 1168-1173.

Renard, C.M.G.C., Searle van Leeuwen, M.J.F., Voragen, A.G.J., Thibault, J.F., Pilnik, W., 1991. Studies on apple protopectin. II: Apple cell wall degradation by pure polysaccharidases and their combinations. *Carbohydr. Polym.* 14, 295-314.

Rey, C. 2017. Conditions hydrodynamiques et organisation structurale dans le dépôt formé lors de l'ultrafiltration tangentielle: application à la bioraffinerie.

Sablani, S.S., Goosen, M.F.A., Al-Belushi, R., Wilf, M., 2001. Concentration polarization in ultrafiltration and reverse osmosis: a critical review. *Desalination* 141, 269-289.

Satyamurthy, P., Jain, P., Balasubramanya, R.H., Vigneshwaran, N., 2011. Preparation and characterization of cellulose nanowhiskers from cotton fibres by controlled microbial hydrolysis. *Carbohydrate Polymers* 83, 122-129.

Saxena, A., Maity, T., Raju, P.S., Bawa, A.S., 2015. Optimization of pretreatment and evaluation of quality of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) bulb crisps developed using combination drying. *Food and Bioproducts Processing* 95, 106-117.

SIAP, 2014. Cierre de la producción agrícola por estado, <http://www.siap.gob.mx/cierre-de-la-produccion-agricola-por-estado/>.

Sin, H.N., Yusof, S., Sheikh Abdul Hamid, N., Rahman, R.A., 2006. Optimization of enzymatic clarification of sapodilla juice using response surface methodology. *Journal of Food Engineering* 73, 313-319.

Siqueira, G., Bras, J., Dufresne, A., 2010. Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications. *Polymers* 2, 728.

Sreenath, H.K., Sudarshanakrishna, K.R., Santhanam, K., 1994. Improvement of juice recovery from pineapple pulp/residue using cellulases and pectinases. *Journal of Fermentation and Bioengineering* 78, 486-488.

Stahl, W., Sies, H., 2005. Bioactivity and protective effects of natural carotenoids. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Molecular Basis of Disease* 1740, 101-107.

Stanner, S., Hughes, J., Kelly, C., Buttriss, J., 2004. A review of the epidemiological evidence for the 'antioxidant hypothesis'. *Public Health Nutrition* 7, 407-422.

Tiwari, B.K., O'Donnell, C.P., Cullen, P.J., 2009. Effect of sonication on retention of anthocyanins in blackberry juice. *Journal of Food Engineering* 93, 166-171.

Toker, R., Karhan, M., Tetik, N., Turhan, I., y Oziyci, H. R. 2014. Effect of ultrafiltration and concentration processes on the physical and chemical composition of blood orange juice. *Journal of Food Processing and Preservation*, 38(3), 1321-1329.



Tonoli, G.H.D., Teixeira, E.M., Corrêa, A.C., Marconcini, J.M., Caixeta, L.A., Pereira-da-Silva, M.A., Mattoso, L.H.C., 2012. Cellulose micro/nanofibres from Eucalyptus kraft pulp: Preparation and properties. *Carbohydrate Polymers* 89, 80-88.

Ulloa, J.A., Rosas, U.P., Flores, J.R., Ulloa, R.B.E., Escalona, H., 2007. Comportamiento del color en bulbos del fruto de la jaca (*Artocarpus heterophyllus*) Auto estabilizados en frascos de vidrio por la tecnología de obstáculos. *Ciencia y Tecnología Alimentaria* 5, 372-378.

Vaillant, F., Cisse, M., Chaverri, M., Perez, A., Dornier, M., Viquez, F., Dhuique-Mayer, C., 2005. Clarification and concentration of melon juice using membrane processes. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 6, 213-220.

Valero, M., Recrosio, N., Saura, D., Muñoz, N., Martí, N., Lizama, V., 2007. Effects of ultrasonic treatments in orange juice processing. *Journal of Food Engineering* 80, 509-516.

Verraes, T., Lepoint-Mullie, F., Lepoint, T., Longuet-Higgins, M.S., 2000. Experimental study of the liquid flow near a single sonoluminescent bubble. *The Journal of the Acoustical Society of America* 108, 117-125.

Woehl, M.A., Canestraro, C.D., Mikowski, A., Sierakowski, M.R., Ramos, L.P., Wypych, F., 2010. Bionanocomposites of thermoplastic starch reinforced with bacterial cellulose nanofibres: Effect of enzymatic treatment on mechanical properties. *Carbohydrate Polymers* 80, 866-873.

Xianghua, W., Pengzhe, S., Xia, H., 2008. Exerting ultrasound to control the membrane fouling in filtration of anaerobic activated sludge--mechanism and membrane damage. *Water Science & Technology* 57, 773-779.

Yu, Y., Lou, X., Wu, H., 2008. Some Recent Advances in Hydrolysis of Biomass in Hot-Compressed Water and Its Comparisons with Other Hydrolysis Methods†. *Energy & Fuels* 22, 46-60.

9

ANEXOS

---

## CAPÍTULO 9. ANEXOS

## 9.1 Abreviaturas

$\Delta I_s$ Intensidad de píxel corregida	C Concentración de la enzima
$I_i$ Flujo incidente	C® Celuzyme®
$T_s$ Transmisión de la muestra	CA Citric acid
$t_s$ Espesor de la muestra	Cb Carbonación
$\hat{y}$ Response parameter/ parámetro de respuesta	CC® Celuzyme X Conc®
$\dot{y}$ Velocidad de deformación	CF Compuestos fenólicos
$\Delta$ TMP Transmembrane pressure variation	CJ Clarified juice/ jugo clarificado
$\Delta E$ Diferencia total de color	CM Concentración de maltodextrina
$\Delta m$ Mass variation/ variación de la masa	D Diameter/diámetro
$\Delta PTM$ Variación de presión transmembrana	d Distancia
$\Delta t$ Time variation/variación del tiempo	DE Desviación estándar
$\Delta \Omega$ Ángulo sólido	DJP Diluted jackfruit pulp
$a^*$ Coordenadas rojo/verde	DJPM Diluted jackfruit Pulp plus maltodextrin
$A_1$ Amplitudes	DJPMR Diluted jackfruit Pulp plus maltodextrin reconstituted
AA Ácido Ascórbico	DP Diámetro de poro
Ac Alícuota tomada para el cálculo	Ec Ecuación
AE Área Efectiva de filtrado	EC Enzyme concentration
Ag Plata	Eq Equation
APO Actividad polifenol oxidasa	$F_{ac}$ Factor de conversión de ácido cítrico anhidro 0.064
AR Azúcares Reductores	f Flux
$a_w$ Actividad del agua	G&F Glucose and Fructose
$b^*$ Coordenadas Amarillo/azul	F Fuerza
	Fc Factor de coloración
	FJ Filtrate Juice/jugo filtrado
	Fr Frecuencia
	FRV Factor de reducción volumétrico
	FRV Factor de Reducción Volumétrica

Fs Feed speed/ velocidad de alimentación	Lp Permeabilidad hidráulica de la membrana
FT Flavonoides totales	LSD Least Significant Difference
G' Storage modulus/ módulo de almacenamiento	m1 Masa de la cápsula vacía y de su tapa, en gramos
G'' Loss modulus/ módulo de pérdida	m2 Masa de la cápsula tapada con la muestra antes del secado, en gramos
H Altura	m3 Masa de la cápsula con tapa más la muestra desecada, en gramos
h Hora	MC Maltodextrin concentration
HJ Hydrolyzed juice	MF Microfiltración
HJM Hydrolyzed jackfruit plus maltodextrin	n Índice de comportamiento
HJMR Hydrolyzed jackfruit plus maltodextrin reconstituted	N Normalidad de NaOH
HPAEC Cromatografía de intercambio aniónico de alto rendimiento	NOM Norma Oficial Mexicana
HPLC Cromatografía líquida de alta eficiencia	Pm Peso de la muestra en g
I <sub>en L</sub> Intensidad en la lámina	P Probabilidad
I <sub>en m</sub> Intensidad en la membrana	P(q) Factor de forma
I <sub>en v</sub> Intensidad en el volumen de la solución de alimentación.	Pa Presión en la alimentación
JCP Juice clarified pilot / jugo clarificado en el piloto	P <sub>e</sub> Potencia entrada
JH Jugo Hidrolizado	PE Pretratamiento enzimático
JP Jackfruit Pulp	PFQ Propiedades fisicoquímicas
JRP Jugo retenido en el piloto	pH Potencial de hidrógeno
Jv Flux volumétrico	PJ Pulpa de jaca
Jw Flux de permeado del agua pura recuperada durante la filtración	P <sub>P</sub> Presión en el permeado
k Consistencia de la muestra	P <sub>R</sub> Presión en el retenido
l Intensidad difundida	Pr Propiedades reológicas
L* Luminosidad	PTM Presión transmembrana
	PUP® Pectinex Ultra Pulp®
	Pw Potencia
	Q Flujo de alimentación
	q Vector de onda
	RJ Retentate juice/jugo retenido

rpm Revoluciones por minuto	VF Velocidad de flujo
Rs Rendimiento de secado	$V_i$ Volumen inicial
RSM Response surface methodology	$V_p$ Volumen permeado
SAXS Small-angle X-ray scattering	$V_r$ Volumen realizado
SD Standard deviation	$V_t$ Valor de titulación
SIA Sólidos Insolubles en Alcohol	W Watt
$S_m$ Effective Surface of membrane/ superficie efectiva de la membrana	w Weight
T Incubation time	Z Distancia desde la superficie de la membrana
t Tiempo	$\eta$ Viscosity/ viscosidad
$T_g$ Glass transition temperatura/ temperatura de transición vítrea	$\theta$ Ángulo de Refracción
$T_i$ Inlet temperature	$\lambda$ longitud de onda
TMF Tecnología de filtración con membranas	$\rho_o$ Densidad óptica de la muestra
tmt Tratamiento	$\rho_p$ Densidad de permeado
TSS Total soluble solids	$\tau$ Esfuerzo de corte
UD Undetermined	$\tau_0$ Resistencia al flujo
UFC Unidades Formadoras de Colonias	$f$ Factor de corrección del hidróxido de sodio.
US Ultrasonido	
$V_{NaOH}$ Volumen de NaOH consumidos en la valoración en mL	
V Velocidad de flujo	
v/ v Volume/ volume	
$V_a$ = Volumen de aforo	
$V_f$ Volumen final	

## 9.2 Unidades

% Por ciento	Cps Centipoids
°C Grados Celsius	g Gramo
$\mu\text{m}$ Micrómetro	h Hora
cm Centímetro	keV Kilo electro Volts
	kg Kilogramo

KHz Kilo Hertz

L Litro

m Metro

mg Miligramo

min Minuto

mL Mililitro

mm Milímetro

nm Nanómetro

NTU Unidades nefelométricas de  
turbidez

s Segundos