

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA

FACULTAD DE CIENCIAS AGROALIMENTARIAS

ESCUELA DE TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

**CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN JUGOS
PULPOSOS Y CLARIFICADOS DE FRUTAS DE EXPORTACIÓN**

Trabajo final de graduación presentado a la Escuela de Tecnología de
Alimentos como requisito parcial para optar por el grado de
Licenciatura en Tecnología de Alimentos

MOISÉS BADILLA PORRAS

Ciudad Universitaria Rodrigo Facio

San José, Costa Rica

Setiembre, 2005

TRIBUNAL EXAMINADOR

Proyecto de graduación presentado a la Escuela de Tecnología de Alimentos como requisito parcial para optar por el grado de Licenciatura en Tecnología de Alimentos.

Aprobado por:


Dra. Ana Mercedes Pérez Carvajal
Directora del proyecto



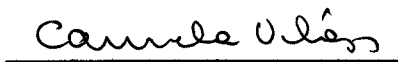
Dr. Fabrice Vaillant Barka
Profesor asesor



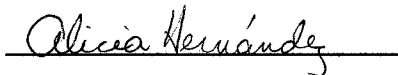
Dra. Alice Pérez Sánchez
Profesora asesora



M.Sc. Carmela Velázquez Carrillo
Profesora designada



M.Sc. Alicia Hernández Peñaranda
Presidenta del tribunal



Ciudad Universitaria Rodrigo Facio

Setiembre, 2005

DEDICATORIA

A mis padres, por darme la oportunidad de desarrollarme profesionalmente, por fortalecer mi espíritu y trasmitirme sus fuerzas para hacerle frente a los problemas del camino.

A mis compañeros y amigos que me apoyaron en estos años y que hicieron del aprendizaje universitario, el lugar idóneo para encontrar los mejores profesionales mediante su empeño y dedicación.

A Gloriana y su familia por creer en mí siempre, por fortalecer mi fe y por sus innumerables muestras de cariño y paciencia ante mis fortalezas y debilidades.

A mis asesores por el interés mostrado en el proyecto y por la confianza brindada a este estudiante.

A todo el personal del Laboratorio de Química del CITA por abrirme las puertas, transmitirme sus conocimientos y aceptarme como su amigo.

Un especial agradecimiento a mi directora Ana Mercedes, por creer siempre en mi proyecto, por su profesionalismo y dedicación y por recibirme siempre con una sonrisa.

Al niño Dios por ser mi ángel de la guarda e iluminar mi sendero.

***Nunca te conceden un deseo
sin concederte también la facultad
de convertirlo en realidad.
Sin embargo, es posible que
te cueste trabajo.***

FINANCIAMIENTO

Se agradece el apoyo financiero del organismo francés AIRE-Développement adscrito al IRD (Institut de Recherche pour le Développement) al Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICIT) y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONICIT) para la realización de este proyecto.

INDICE GENERAL

Portada	i
Tribunal Examinador	ii
Dedicatoria	iii
Financiamiento	iv
Índice General	v
Índice de Figuras	viii
Índice de Cuadros	x
Nomenclatura	xiii
Resumen	xiv
I- INTRODUCCIÓN	01
1.1 Justificación	01
1.1.1 Aporte agrícola en las exportaciones	01
1.1.1.1 La piña en Costa Rica	01
1.1.1.2 El melón en Costa Rica	02
1.1.2 Nuevas alternativas de procesamiento	02
1.1.3 El estudio de aromas	03
1.2 Objetivos	04
1.2.1 Objetivo General	04
1.2.2 Objetivos específicos	05
II- MARCO TEÓRICO	06
2.1 Generalidades del fruto de la piña y el melón	06
2.1.1 Origen y aspectos varietales	06
2.1.1.1 Piña	06
2.1.1.2 Melón	07
2.1.2 Mercado nacional de piña y melón	09
2.1.2.1 Mercado nacional de piña	09
2.1.2.2 Mercado nacional de melón	09
2.2 Caracterización físico-química de las frutas	10
2.2.1 Caracterización física	10
2.2.1.1 Importancia	10
2.2.1.2 Sólidos solubles o grados brix	11
2.2.1.3 Color	12
2.2.2 Caracterización química	14
2.2.2.1 Materia seca o humedad en estufa de vacío	14

2.2.2.2 Acidez total	14
2.2.2.3 pH	14
2.2.2.4 Vitamina C por HPLC	15
2.2.2.5 Compuestos volátiles	15
2.2.2.6 Carotenoides	16
2.3 Jugos pulposos y clarificados	17
2.3.1 Jugos pulposos	17
2.3.2 Jugos clarificados	19
2.4 Nuevas Tecnologías de membranas	20
2.4.1 Generalidades de las tecnologías de membranas	20
2.4.1.1 Beneficios asociados	21
2.4.1.2 Microfiltración tangencial	22
2.4.2 Variables a controlar en un proceso de MT de jugos pulposos	24
2.4.2.1 Membranas	24
2.4.2.2 Pretratamiento enzimático del jugo	25
2.4.2.3 Velocidad tangencial (U)	26
2.4.2.4 Presión transmembranaria (P _{tm})	26
2.4.2.5 Temperatura	27
2.5 El aroma en las frutas	27
2.5.1 Componentes del aroma	27
2.5.1.1 Compuestos volátiles en la piña	27
2.5.1.2 Compuestos volátiles en el melón	28
III- MATERIALES Y MÉTODOS	30
3.1 Localización del estudio	30
3.2 Materia prima	30
3.3 Proceso para la obtención de jugos	31
3.3.1 Flujo de proceso	31
3.3.2 Especificaciones del proceso	32
3.4 Ensayos de MFT	33
3.4.1 Equipo utilizado	33
3.4.1.1 Extracción y concentración de compuestos volátiles	33
3.4.1.2 Análisis cromatográfico (CG-EM)	33

3.4.1.3 Microfiltración tangencial	34
3.4.1.4 Análisis por cromatografía líquida (HPLC)	36
3.5 Análisis físico-químicos	37
3.5.1 Análisis físicos	37
3.5.2 Análisis químicos	37
3.5.3 Extracción de compuestos volátiles	40
3.5.4 Análisis CG-EM	40
3.6 Análisis estadístico	41
IV- RESULTADOS Y DISCUSIÓN	42
4.1 Evolución del flujo de permeado y del FRV durante la MFT de jugo de piña	42
4.2 Evolución del flujo de permeado y del FRV durante la MFT de jugo de melón	53
4.3 Caracterización física y química del jugo pulposo y clarificado de piña	57
4.4 Caracterización física y química del jugo pulposo y clarificado de melón	59
4.5 Componentes del aroma en los jugos pulposos y clarificados de piña	62
4.6 Componentes del aroma en los jugos pulposos y clarificados de melón	70
V- CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	78
5.1 Conclusiones	78
5.2 Recomendaciones	79
VI- BIBLIOGRAFÍA	80
VII- APÉNDICE	86
A- Ensayos de MFT	86
B- Caracterización físico-química de las frutas	96
C- Análisis de aromas en las frutas	97

INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Tipos de tecnologías de membranas disponibles para la industria alimentaria	21
Figura 2.2	Diagrama del proceso de filtración tangencial a través de una membrana tubular	22
Figura 2.3	Diagrama del proceso de microfiltración tangencial de jugos de frutas a través de una membrana tubular	25
Figura 3.1	Flujo del proceso para la obtención de jugo pulposo y clarificado a partir de fruta fresca	31
Figura 3.2	Diagrama de la unidad piloto de microfiltración tangencial	36
Figura 4.1.1	Jp vs. tiempo y FRV durante el I ensayo de MFT de jugo de piña en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 6.5 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración, Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, Ptm = 200 KPa, T = 30°C)	44
Figura 4.1.2	Jp vs. tiempo y FRV durante el II ensayo de MFT de jugo de piña en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 5.0 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, Ptm = 200 KPa, T = 30°C)	48
Figura 4.1.3	Jp vs. tiempo y FRV durante el III ensayo de MFT de jugo de piña en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 6.0 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, Ptm = 200 KPa, T = 30°C)	50
Figura 4.2.1	Jp vs. tiempo y FRV durante el I ensayo de MFT de jugo de melón en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 5.0 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, Ptm = 200 KPa, T = 30°C)	53
Figura 4.2.2	Jp vs. tiempo y FRV durante el II ensayo de MFT de jugo de melón en modo de concentración hasta FRV de 3.4 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, Ptm = 200 KPa, T = 30°C)	54

Figura 4.5.1	Cromatograma del jugo pulposo de piña utilizado en la MFT	62
Figura 4.5.2	Cromatograma del jugo clarificado de piña obtenido por la MFT	67
Figura 4.6.1	Cromatograma del jugo pulposo de melón utilizado en la MFT	70
Figura 4.6.2	Cromatograma del jugo clarificado de melón obtenido por MFT	74
Figura 7.1	Representación gráfica de la relación flujo- presión transmembranaria para la obtención de la permeabilidad promedio en la membrana de 0.2 micras	95
Figura 7.2	Curva de calibración obtenida a partir de la inyección de las disoluciones patrón obtenidas en el cuadro 7.8	98
Figura 7.3	Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 100 ppm de 2- octanol	98
Figura 7.4	Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 250 ppm de 2- octanol	99
Figura 7.5	Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 500 ppm de 2- octanol	99
Figura 7.6	Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 750 ppm de 2- octanol	100

INDICE DE CUADROS

Cuadro 2.1	Principales variedades de melón dentro del área total cultivada en Costa Rica	9
Cuadro 2.2	Valores reportados para la composición química de la piña Cayenne	11
Cuadro 2.3	Valores reportados para la composición química del melón Cantaloupe	11
Cuadro 2.4	Clasificación de la madurez del fruto de la piña de acuerdo a su coloración interna y externa	13
Cuadro 2.5	Compuestos volátiles presentes en la piña de Costa Rica	28
Cuadro 2.6	Compuestos volátiles presentes en el melón cantaloupe fresco	29
Cuadro 4.1	Resumen de los principales parámetros encontrados durante el proceso de MFT de jugo de piña de la variedad MD2.	52
Cuadro 4.2	Resumen de los principales parámetros encontrados durante el proceso de MFT de jugo de melón de la variedad Cantaloupe.	55
Cuadro 4.3.1	Características físico-químicas del jugo pulposo y clarificado de piña.	57
Cuadro 4.4.1	Características físico-químicas del jugo pulposo y clarificado de melón.	59
Cuadro 4.5.1	Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo pulposo de piña utilizado en la MFT.	63
Cuadro 4.5.2	Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo pulposo de piña.	66
Cuadro 4.5.3	Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo clarificado de piña obtenido de la MFT.	68

Cuadro 4.5.4	Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo clarificado de piña.	69
Cuadro 4.6.1	Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo pulposo de melón utilizado en la MFT.	71
Cuadro 4.6.2	Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo pulposo de melón.	73
Cuadro 4.6.3	Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo permeado de melón obtenido de la MFT.	75
Cuadro 4.6.4	Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo clarificado de melón.	77
Cuadro 7.1	Datos obtenidos durante el tercer ensayo de MFT de jugo pulposo de piña (Concentración 250 ppm, $U = 7$ m/s, $P_{tm} = 250$ KPa, $T = 30^{\circ}\text{C}$).	86
Cuadro 7.2	Recuperación de la permeabilidad en la membrana de 0.2 micras luego de finalizado el tercer ensayo de MFT de jugo pulposo de piña.	94
Cuadro 7.3	Procedimiento de limpieza utilizado en la membrana tubular de 0.2 micras después de los procesos de MFT.	95
Cuadro 7.4	Determinación de la humedad en el jugo pulposo, el jugo clarificado y el retenido obtenidos durante el proceso de MFT en el segundo ensayo con piña variedad MD2.	96
Cuadro 7.5	Determinación de la acidez por titulación en el jugo pulposo y clarificado de piña provenientes del segundo ensayo de de MFT de piña variedad MD2.	96
Cuadro 7.6	Determinación de la acidez por medición del pH en el jugo pulposo y clarificado de piña provenientes del segundo ensayo de de MFT de piña variedad MD2.	96
Cuadro 7.7	Concentración e incertidumbre obtenidas de la disolución intermedia del compuesto utilizado como patrón interno en la cuantificación de aromas en los jugos pulposos y clarificados.	97

Cuadro 7.8	Concentración obtenida en los patrones intermedios de 2-octanol.	97
Cuadro 7.9	Concentración de 2-octanol correspondiente a la inyección de tres réplicas de las disoluciones patrón para la obtención de la curva de calibración.	97

NOMENCLATURA

α	Alfa	mg	Miligramos
β	Beta	NTU	Unidades Neofelométricas de Turbidez
$^{\circ}\text{C}$	Grados Celsius	P_0	Presión a la entrada del retenido en el módulo
FRV	Factor reducción volumétrico	P_1	Presión a la salida del retenido en el módulo
g	Gramos	P_f	Presión a la salida del permeado
γ	Gama	ppm	Partes por millón
h	Horas	Ptm	Presión transmembranaria
ha	Hectáreas	s	Segundos
IK	Indice Kovats	SD	Desviación estándar
Jp	Caudal o flujo de permeado	T	Temperatura
Kg	Kilogramos	TM	Toneladas métricas
KPa	Kilo Pascales	t	Tiempo
L	Litros	t_R	Tiempo de retención
m	Metros	U	Velocidad tangencial
m^2	Metros cuadrados	μg	microgramos
MFT	Microfiltración Tangencial		
min	Minutos		

RESUMEN

El objetivo de este estudio fue caracterizar física y químicamente los jugos pulposos y clarificados, además de los compuestos volátiles de dos frutas de exportación de Costa Rica (piña y melón) provenientes de producto de rechazo, por medio de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masa. Se aplicó un tratamiento enzimático utilizando el preparado comercial Rapidase Pomaliq 2f (250 ppm) a base de pectinasas y celulasas en los jugos pulposos. Para el proceso de clarificación se empleó un equipo de microfiltración tangencial (MFT) de membrana tubular multicanal de cerámica-alúmina con una superficie de 0.22 m² y un diámetro de poro de 0.2 micras.

De esta manera fue posible estudiar el efecto de la MFT sobre el perfil de aromas (compuestos seleccionados como marcadores), por medio de una comparación entre los cromatogramas de los jugos pulposos y clarificados. Las condiciones de operación establecidas para la MFT de las frutas permitieron obtener elevados valores de flujo de clarificado (Jp) (75 L/hm² como promedio en piña y 65 L/hm² en melón) y un factor de reducción volumétrico (FRV) (superiores a 5 en piña y a 3.4 en melón) después de 80 minutos de proceso, lo que preliminarmente indicaría la viabilidad técnica para una aplicación industrial. Las variedades de piña MD2 y melón Cantaloupe poseen un elevado contenido de compuestos carotenoides (β -caroteno) presentes mayoritariamente en la pulpa, y responsables de su color característico; sin embargo solamente la primera es muy rica en vitamina C. En el jugo pulposo y clarificado de piña fue posible identificar y cuantificar como compuestos marcadores a: 3-Metiltiopropanoato de metilo, 2,5-Dimetil-4-metoxi-3(2H)furanona, 4-Acetoxihexanoato de metilo, δ -nonalactona y Ftalato de diisobutilo. La concentración global de aromas disminuyó durante la MFT de jugo de piña. En el jugo pulposo de melón se identificaron y cuantificaron los siguientes compuestos "marcadores": Alcohol bencílico, Octanoato de etilo, Acetato de-3-fenilpropílico, Decanoato de etilo y α -farneseno; observándose una importante disminución en la concentración global de aromas. El Alcohol bencílico y el Octanoato de etilo se perdieron durante el proceso de MFT, y fueron imposibles de cuantificar en el jugo clarificado de melón. Se podría optimizar las condiciones del tratamiento enzimático, para lo cual sería recomendable determinar el tipo de enzima, la concentración y temperatura más adecuados con el fin de favorecer la hidrólisis de compuestos colmatantes.

I. INTRODUCCIÓN

1.1 JUSTIFICACIÓN

1.1.1 APOORTE AGRÍCOLA EN LAS EXPORTACIONES

A finales del año 2003 y durante el 2004, Costa Rica fue uno de los más grandes exportadores de frutas frescas del área Centroamericana y del Caribe. Dentro de su inmersión en los mercados mundiales se le conoce como el primer exportador mundial de piña, segundo para el banano y el plátano, tercero para el melón y recientemente el mango ha retomado especial importancia (PROCOMER, 2004). No obstante, las estrictas normas de calidad que rigen para la exportación de los principales productos agrícolas de nuestro país provocan que un importante volumen de fruta de excelente calidad no califique para su comercialización en el exterior, lo que conduce a un incremento en los excedentes de producción y pérdidas considerables para todo el sector. El producto de rechazo y los excedentes de producción no logran ser absorbidos en su totalidad por el mercado nacional (MAG, 2002).

Actualmente los productos agrícolas en Costa Rica representan alrededor de un 23.4% de las exportaciones totales y los principales mercados de exportación son los Estados Unidos, con una participación del 55% y la Unión Europea, con 23% (MAG, 2002).

1.1.1.1 La piña en Costa Rica

El volumen de piña fresca exportado por Costa Rica durante el 2004 sumó 765 542 TM (Elizondo, 2004), de las cuales el 56% fue destinado a los Estados Unidos, un 10% a Italia, un 10% a Alemania y un 12% a Bélgica. El 14% restante se envió a 18 países más. En relación con el año anterior (2003), se dio un incremento de 32.4% en el volumen exportado (Elizondo, 2004); sin embargo las pérdidas por fruta de rechazo alcanzan el 28% de la producción total (MAG, 2004). La agroindustria nacional absorbe aproximadamente un 22.5% de la producción

(CNP, 2002) y actualmente existe un creciente interés mundial por el jugo de piña de alta calidad NFTC del inglés (“*not from thermal concentrate*”).

1.1.1.2 El melón en Costa Rica

Las exportaciones de melón ascendieron en el año 2004 a un total de 270 185 TM (PROCOMER, 2004) provenientes de un área de siembra de 6.674 ha, y constituyó el tercer producto agrícola en importancia sobre el total de las exportaciones. En promedio, un 20% de la producción no califica para exportar, además un 15% es rechazado en planta y destinado para el consumo nacional o la alimentación de ganado (Elizondo, 2002a). El mayor rendimiento se ha obtenido por medio de la variedad cantaloupe y ha oscilado entre 20 y 22 TM/ha (MAG, 2002).

De acuerdo con la situación actual del sector exportador de algunas frutas frescas en nuestro país, existe un volumen apreciable de materia prima de excelente calidad para el sector agroindustrial que no es aprovechado o bien, las diferentes agroindustrias que transforman parte de este volumen de rechazo, emplean procesos y tecnologías clásicas que no permiten conservar en el producto procesado las calidades nutricionales y aromáticas de las frutas frescas.

1.1.2 NUEVAS ALTERNATIVAS DE PROCESAMIENTO

En nuestro país, no se ha aplicado la tecnología de membranas como proceso tecnológico para la concentración o clarificación de jugos de frutas y hortalizas, procedimiento que ha sido objeto de interés por parte de investigadores e industriales en las últimas décadas (Kirk *et al.*, 1983; Wu *et al.*, 1990; Carvalho *et al.*, 1998).

Los métodos convencionales de concentración que involucran un tratamiento térmico causan pérdida de compuestos volátiles, asociados con el aroma característico del producto fresco y pueden inducir la oxidación o la formación de compuestos que alteran el sabor del producto final obtenido, aunque se aplique un proceso de corta duración (Koséoglu *et al.*, 1990).

La microfiltración tangencial resulta ser un proceso de separación de componentes de un fluido presurizado por medio de membranas semi-permeables, obteniéndose una pulpa concentrada fibrosa y una fracción clarificada. Con el fin de limitar el colmataje de las membranas, se debe aplicar a los jugos un pretratamiento enzimático (Wilson & Burns, 1983), que hace disminuir además la viscosidad, incrementando el flujo de jugo clarificado (Thomas *et al.*, 1986). El sabor y olor característicos de la materia prima no son afectados por el pretratamiento enzimático ni por el proceso de filtración tangencial (Lee *et al.*, 1982). Un jugo clarificado de excelente calidad puede ser obtenido por filtración tangencial, al minimizarse las pérdidas en compuestos volátiles (Thomas *et al.*, 1986). El rendimiento de una membrana dada depende de la presión transmembranaria, la velocidad de flujo tangencial, la concentración de sólidos solubles y las características de colmataje de la solución (Philip, 1984).

1.1.3 EL ESTUDIO DE AROMAS

El aroma es uno de los principales criterios de calidad que se debe conservar ya que define en muchos casos la aceptación por parte del consumidor final. El estudio de los compuestos volátiles responsables del aroma resulta muy complejo por varias razones (Parliment, 1986):

- a) Se encuentran en concentraciones muy bajas, en ocasiones en partes por billón, por lo que el equipo analítico para su estudio tiene que ser más sensible.
- b) Los métodos usados para recuperar y concentrar estos compuestos causan modificaciones cualitativas y cuantitativas.
- c) Existen muchos tipos y clases de compuestos y cada uno requiere una técnica diferente de preparación para su análisis.

El propósito del análisis moderno de aromas es descifrar cualitativa o cuantitativamente el perfil de aroma definido por la naturaleza, y más importante, reconocer y priorizar los componentes del aroma y distinguirlos de otros compuestos volátiles que no presentan relevancia sensorial (Parliment, 1986).

Aún hoy en día, con todos los progresos tecnológicos, no existe desafortunadamente un método universal de separación capaz de cubrir el espectro entero de los compuestos volátiles. Por esta razón, dependiendo de la calidad y el estado del producto natural, existen muchos métodos y sistemas instrumentales para separar el concentrado de compuestos volátiles (Hall *et al.*, 1971). El análisis de los compuestos volátiles o aromáticos y su cuantificación en las frutas seleccionadas podrá ser tomado como base para determinar las pérdidas, conservación o producción de aromas durante el procesamiento. Ello hará posible optimizar procesos innovadores atérmicos de estabilización, como las tecnologías de membranas (micro o ultrafiltración tangencial y evaporación osmótica) con el fin de obtener productos de alta calidad aromática.

El objetivo del presente proyecto es caracterizar el contenido de compuestos volátiles que se encuentren presentes en los jugos clarificados y pulposos de dos de las principales frutas producidas en el país, con el fin de poder medir el efecto de diferentes procesos tecnológicos sobre la calidad aromática.

El impacto del presente proyecto consiste en que el productor nacional ligado a la agroindustria frutícola posea información pertinente sobre las principales variedades de las frutas de exportación, más aptas para el procesamiento industrial. Del mismo modo, se podrá determinar la utilidad de las variedades de frutas seleccionadas para la obtención de productos específicos tales como jugos clarificados o jugos concentrados aromáticos.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo General:

- ◆ Caracterizar física y químicamente los jugos pulposos y clarificados, además de los compuestos volátiles de dos de las principales frutas de exportación de Costa Rica provenientes de producto de rechazo, por medio de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masa.

1.2.2 Objetivos específicos:

- ◆ Realizar una caracterización físico-química de los jugos pulposos y clarificados de dos de las principales frutas de exportación de Costa Rica provenientes del producto de rechazo. Se determinará grados Brix, vitamina C, carotenoides, pH, color, acidez total y humedad.

- ◆ Identificar y cuantificar los compuestos volátiles de mayor importancia que se encuentren presentes en los jugos pulposos y clarificados de las frutas estudiadas, por medio de cromatografía de gases (CG) acoplada a espectrometría de masa (EM).

- ◆ Seleccionar los principales compuestos volátiles con base en el análisis cromatográfico de los jugos, que determinan el perfil de aromas de cada una de las frutas estudiadas.

- ◆ Estudiar el efecto de las tecnologías de membranas (microfiltración tangencial) sobre el perfil de aromas (compuestos seleccionados como marcadores), por medio de una comparación entre los jugos pulposos y clarificados.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 GENERALIDADES DEL FRUTO DE LA PIÑA Y EL MELÓN

2.1.1 Origen y aspectos varietales

2.1.1.1 Piña

Se dice que la piña es la fruta tropical por excelencia. Originaria de Brasil o Paraguay, su cultivo se extiende tanto en las regiones tropicales como subtropicales del mundo. Algunos informes indican que el primer contacto de los europeos con esta fruta se dio a partir del 4 de noviembre de 1493, día en que Cristóbal Colón descubrió la isla de Guadalupe, donde pudo degustarla por primera vez. Actualmente, esta fruta se cultiva en todas las zonas tropicales y subtropicales cálidas del mundo, teniendo su mayor desarrollo en las islas del Océano Pacífico, principalmente en Hawai, y a lo largo de la costa oriental de Asia (Py, 1969).

El nombre Ananas deriva de la denominación utilizada para la piña por los indios Guaraníes de Paraguay (ICAITI, 1976; Py, 1969).

La piña (*Ananas comosus*) es miembro de la familia de las bromelias, las cuales son nativas de las zonas tropicales y subtropicales del continente americano (Seeling, 1970). La planta es herbácea perenne. Las yemas axilares del tallo desarrollan plantas nuevas después de recogerse el fruto. Pueden sucederse numerosas generaciones vegetativas pero para la mayoría de los cultivares no es rentable ir más allá de dos o tres cosechas ya que la calidad del fruto descende. Su fruto es compuesto, formado por la coalescencia de frutos individuales, las brácteas subyacentes y el eje de la inflorescencia (Py, 1969). Son numerosas las diferentes especies cultivares que se explotan en el mundo. Py los incorpora en cuatro grandes grupos: Cayenne, Queen, Spanish y Abacaxi.

La piña está compuesta de 100 a 200 frutículos, los cuales se encuentran unidos a un tallo central llamado pedúnculo. Se encuentran ordenados de una manera espiral. La fruta entera tiene una forma cónica ancha

o cilíndrica y posee una corona de hojas en la parte superior de la fruta (Seeling, 1970).

La variedad "MD2" se le conoce comercialmente como Dorado Extra Dulce y goza de una mayor aceptación en el mercado internacional por ser un fruto de magnífica calidad. Los frutos de esta variedad pesan alrededor de dos kilogramos, su forma es cilíndrica, el color de cáscara es amarillo rojizo al madurar y el color de la pulpa varía de amarillo a amarillo intenso. Por otra parte, las hojas de esta variedad sólo tienen espinas en la punta, son de color verde oscuro y de una longitud entre 80 y 100 cm (Cordero, 1986). Por su apariencia, sabor, tamaño y por presentar una vida de almacenamiento o escaparate más duradera, más de 20 días poscosecha, es la más apetecida en el mercado de fruta fresca (Jiménez, 1999).

La piña es considerada como una fruta no climatérica ya que no exhibe el patrón climatérico de actividad respiratoria (Braverman, 1980). Sin embargo algunos autores dudan sobre esta clasificación ya que se ha observado patrones climatéricos también (Rhodes, 1970).

2.1.1.2 Melón

Los melones pertenecen a la familia de las Cucurbitáceas (*Cucurbitaceae*), una especie de herbácea con tallos lisos o estriados que pueden ser trepadores y provistos de zarcillos en las axilas de hojas. La raíz principal logra penetrar hasta 1 metro de profundidad, sin embargo el área de exploración y absorción de las mismas se ubica entre los 40 y 45 cm de profundidad (Valadez, 1993). Las hojas están dispuestas de forma alterna a lo largo del tallo. Tienen formas de ovoides a reniforme con 3-7 lóbulos. Son dentadas y vellosas en el envés y poseen peciolas de 4-10 cm (Tindall, 1987). De acuerdo con el cultivar, el fruto puede presentar una forma esférica u ovoide; la textura de la cáscara puede ser lisa, con surcos o con una "red" y el color tanto externo como interno puede ser verde, amarillo o anaranjado de diferentes tonalidades. La parte comestible del fruto la forma el pericarpio y en menor grado la placenta (León, 1987).

El melón posee como nombre científico *Cucumis melo* L. Las variedades llamadas escritas derivan de la variedad *reticulatus*; las de invierno de la variedad *inodorus* y los cantaloupe de la variedad *cantaloupensis*. El melón es originario probablemente de África del Norte y Asia y se cree que su centro de desarrollo fue Irán, con centros secundarios que incluye las provincias del noroeste de India, Cachemira y Afganistán. El registro más viejo de un melón es una ilustración egipcia de ofrendas funerarias que data del 2400 A.C., en la cual aparece una fruta que algunos expertos han identificado como un melón (Universidad de Arkansas, 1996). Ya en el continente Americano se adaptó en las regiones cálidas con poca precipitación y baja humedad atmosférica, con temperaturas que oscilan entre los 18° C, con una altitud que va desde cero hasta los 900 metros sobre el nivel del mar (Universidad de Arkansas, 1996).

Melón, es el nombre común de las numerosas variedades de frutos dulces que pertenecen a dos especies de enredaderas rastreras. Una de ellas forma los melones verdaderos, en sus variedades Escrito, Amarillo Oro, Tendral, de Invierno, Cantaloupe y "Piel de Sapo", entre otros (Encarta, 1998).

El melón cantaloupe es mal llamado de esta forma, ya que tiene diferentes características de los verdaderos cantalupensis, los cuales presentan costillas prominentes, una pulpa más blanda y una piel prácticamente sin retículo (Fundación Chile, 1994). Son esféricos, ligeramente aplastados y con unas dimensiones que oscilan entre 12 y 15 cm aproximadamente. Las costillas se encuentran poco marcadas, la corteza es delgada y lisa, de color verde gris virando más o menos al amarillo cuando llega a la plena madurez. Algunos tipos de cantaloupe son reticulados (Moll, 1969). En estas variedades el climaterio inicia algunos días antes del estado de madurez óptimo.

Los melones cantaloupe se cultivan mucho en Europa; el nombre procede del pueblo de Cantalupo, cercano a Roma, donde se introdujo esta variedad desde Armenia (Encarta, 1998).

El cuadro 2.1 contempla la participación porcentual de las principales variedades de melón dentro del área total cultivada en Costa Rica. Se observa

que actualmente la variedad de mayor extensión a nivel nacional es la cantaloupe. En orden de importancia le sigue la Honey Dew y la Dorado.

Cuadro 2.1 Principales variedades de melón dentro del área total cultivada en Costa Rica (CNP, 1998)

Variedad	Porcentaje de cultivo (%)
Cantaloupe	65.5
Honey Dew	19.7
Dorado	14.4

2.1.2 Mercado nacional de piña y melón

2.1.2.1. Mercado nacional de la piña

La mayor empresa productora de piña en Costa Rica tiene un área sembrada de aproximadamente 5.500 ha en la región sur del país y otras 8.000 ha como alianzas estratégicas con productores de la región norte. Los rendimientos de esta compañía oscilan alrededor de las 110-120 Tm/ha. Destacan a escala mundial estos rendimientos registrados para Costa Rica, los mayores del mundo y esto se debe tanto a las condiciones agro-ecológicas del país, como a los métodos de producción empleados. De ahí que se ha convertido en el líder mundial en cuanto a volumen exportado (Mercanet, 2003).

Según datos de la Promotora de Comercio Exterior (PROCOMER), las exportaciones de piña fresca durante el primer semestre del 2003 alcanzaron 251.073.887 Tm con valor FOB de US\$ 89.984.383 (Mercanet, 2003).

Las importaciones de piña fresca realizadas por E.U. en la última estación, totalizaron 391.244 Tm, de las cuales el 80% fue procedente de Costa Rica.

2.1.2.2. Mercado nacional de melón

Para la cosecha 2001/2002 existía un área total de melón cultivada para uso exclusivo de la exportación de 4.936 ha sembradas en la región Chorotega y parte del Pacífico Central, lo que representa aproximadamente 119.398 Tm

de fruta. Estos valores son menores respecto a la cosecha anterior donde el área sembrada fue de 6.674 ha y 168.734 Tm en volumen total de producción (US\$52 millones), esto debido al uso de semillas contaminadas con una bacteria y a lluvias excesivas (Mercanet, 2002). Actualmente se maneja un rendimiento de 20-22 Tm/ha para el melón cantaloupe, y de 25 Tm/ha para el Honey dew (Mercanet, 2002).

El principal destino de exportación de esta fruta es Estados Unidos, seguido por Alemania, Reino Unido y Bélgica.

La producción de esta fruta es responsabilidad de 30 empresas, las cuales generan aproximadamente 15.000 empleos directos (Mercanet, 2001). El melón cultivado en el país está ganando prestigio internacional debido a las condiciones climáticas y a la tecnificación en el manejo en el campo y en el proceso poscosecha (Rojas, 2002). El mercado nacional se abastece principalmente con aquel melón que no fue aceptado para la exportación.

2.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DE LAS FRUTAS

2.2.1 Caracterización física

2.2.1.1 Importancia

Los productos agrícolas aún después de la cosecha siguen vivos y por lo tanto respiran. Sus propiedades físicas se ven afectadas por factores como la temperatura y tiempo de almacenamiento, composición y estado fenológico. Los productos agrícolas se diferencian de los materiales utilizados en la ingeniería por su composición heterogénea, su forma irregular, su composición biológica; además, sus propiedades son influenciadas por el estado fisiológico en que se encuentre el producto.

Si se desea establecer un verdadero perfil de una fruta o un producto derivado de ella, es necesario conocer las propiedades físicas y químicas que caracterizan la fruta o la variedad escogida.

Cuadro 2.2 Valores reportados para la composición química de la piña Cayenne (ICAITI, 1976).

Componente	% del fruto fresco
Proteína	0.4-3.5
Humedad	70-86
Grasa	0.5
Fibra	0.3-0.61
Cenizas	0.3-0.6
Azúcares reductores	5.35-6.5
Azúcares totales	8.76-16.17
Celulosa	0.43-0.54
Pectina	0.01-0.16
Almidón	Menos de 0.002
Contenido total de aminoácidos	0.51
Taninos	25
Acidez total (Acido cítrico)	0.47-1.62
pH	3.59-3.95
° Brix	10.8-18.2

Cuadro 2.3 Valores reportados para la composición química del melón Cantaloupe (Abduljalil *et al.*, 2002).

Componente	Fruto fresco
Azúcares totales	4.57 (g/100mL)
Sacarosa	1.73(g/100mL)
Glucosa	1.23(g/100mL)
Fructosa	1.61(g/100mL)
Vitamina C	8.19 (mg /100 mL)
Acidez titulable	0.03-0.05%
pH	6.34-6.83
° Brix	8.50-11.4

2.2.1.2 Sólidos solubles o grados Brix

El grado Brix constituye el porcentaje de sacarosa por peso que contiene una solución de azúcar puro. Se acostumbra considerar que el grado Brix es el porcentaje de sólidos o el total de sólidos disueltos en un líquido (Spencer-Meade, 1963).

La medición de los grados Brix y del índice de refracción se realiza por medio de un refractómetro de Abbé. El refractómetro que más se usa en el

trabajo azucarero es el Abbé, hecho por varios fabricantes de instrumentos ópticos tanto en los Estados Unidos, como en otros países. La caja exterior consta de superficies lisas, sin ángulos agudos. La cubierta y los ejes de los piñones están sellados completamente con material elástico. El grupo de prismas está montado de forma tal que no se puede acumular material en ningún ángulo del instrumento. El eje de rotación del prisma de iluminación está colocado en forma tal que permite limpiar cómodamente ambos prismas. Para hacer una medición, el prisma de iluminación se hace girar hasta que abre, se coloca una gota del líquido a analizar sobre la superficie horizontal del prisma de medición, y se hace girar el prisma de iluminación en sentido contrario, cerrándolo. El límite de reflexión total aparece en el campo del ocular como un borde que separa un campo oscuro de uno claro. La perilla del piñón se usa para fijar dicho límite sobre el centro de la cruceta. Hecho esto, se lee el índice de refracción en la escala cuya imagen aparece en el campo visual. Otra escala, debajo de esta, indica el porcentaje de azúcar. Con luz blanca, se corrige el color en la frontera haciendo girar la perilla del compensador. Si la muestra es de absorción baja, la medición se hace por luz transmitida. Si es de absorción alta, se hace por luz reflejada. La escala de azúcar cubre desde 0 hasta 95% de azúcar, de 0 a 50 por intervalos de 0.5%, y de 50 a 95 por intervalos de 0.2%. El control termostático de la temperatura de los prismas forma parte del nuevo diseño. Para las operaciones a temperaturas elevadas, que no son especialmente interesantes para los laboratorios azucareros, la caja posee conexiones para agua de enfriamiento y se incluye un cartucho desecador, así como otros accesorios complementarios (Spencer-Meade, 1963).

2.2.1.3 Color

Las fuentes de luz emiten radiación electromagnética, la cual se compone de todas las longitudes de onda contenidas en la región visible. Debido a esto el ojo humano percibe la radiación visible como de color blanco. Cuando la luz interactúa con algún material, solo son reflejadas ciertas longitudes de onda, lo cual determina el color de la superficie del material; este

color puede ser un indicador de madurez y calidad del producto (Stroshine & Hamann, 1994).

La medición del color se puede realizar por métodos subjetivos, utilizando como guía: afiches, cambios de color en el producto y porcentaje de cierto color presente. También existen métodos objetivos los cuales utilizan instrumentos como el colorímetro, que miden el color según diferentes escalas y de acuerdo a la reflexión de un haz de luz de características conocidas.

En el caso de la cáscara del fruto de piña, se utiliza una escala de colores que toma en cuenta el cambio de color entre verde y amarillo que existe conforme aumenta la madurez del producto. Según Flath, (1970), en la piña, el estado de madurez real no es determinado únicamente por la coloración externa, sino por el estado de la pulpa misma.

La maduración se mide al dividir visualmente la fruta en seis partes transversales y se observa el porcentaje de avance de la coloración amarilla-anaranjada de la cáscara, síntoma propio de la madurez de la piña. Este se compara con los valores del cuadro de abajo y se obtiene su clasificación de madurez externa. Se procede inmediatamente a partir en dos y longitudinalmente al fruto y se observa el avance de la tonalidad amarilla de la pulpa, característica propia de la maduración asignando así su clasificación de madurez interna. La madurez del fruto se reporta con dos dígitos, el primero correspondiente a la madurez externa y el segundo a la interna (Cirgoc *et al.*; 1998).

Cuadro 2.4 Clasificación de la madurez del fruto de la piña de acuerdo a su coloración interna y externa (Cirgoc *et al.*, 1998)

CLASIFICACIÓN	COLOR EXTERNO (cáscara)	COLOR INTERNO (pulpa)
0	Apenas inician los primeros frutillos (ojo pintón)	Pulpa sin translucirse y de color blanco
1	Amarilla del 1-12%	Amarilla del 1-12%
2	Amarilla del 13-37%	Amarilla del 13-37%
3	Amarilla del 38-62%	Amarilla del 38-62%
4	Amarilla del 63-87%	Amarilla del 63-87%
5	Amarilla del 88-100%	Amarilla del 88-100%

2.2.2 Caracterización química

2.2.2.1 Materia seca o humedad en estufa de vacío

El contenido de humedad en productos agrícolas afecta las propiedades físicas del producto. Cuando el contenido de humedad de un producto agrícola se expresa como un porcentaje de peso total, se habla de contenido de humedad en base húmeda.

En la siguiente ecuación, se describe la forma de calcular este porcentaje.

$$Mw = 100 (Ww/ Wt)$$

Donde:

Mw = Porcentaje de humedad

Ww = Peso del agua

Wt = Peso de muestra de material

2.2.2.2 Acidez total

El método consiste en la titulación de los ácidos presentes en un extracto acuoso de la muestra con NaOH 0.1N.

El punto final de la titulación puede realizarse con un indicador que cambia de color debido a la modificación del pH como la fenolftaleína. La acidez puede ser expresada, convencionalmente en gramos de ácido por cada 100 gramos o 100 mL. del alimento, utilizando un factor apropiado al tipo de ácido que se espera sea el preponderante.

2.2.2.3 pH

Convencionalmente, se considera que todas las disoluciones acuosas contienen iones H^+ o OH^- (presentes como hidratos o como H_3O^+); cuando el número de iones H^+ es igual al número de OH^- , la disolución se dice neutra y; cuando el ión H^+ está presente en exceso, la solución se dice ácida. Finalmente cuando es el ión OH^- el que se encuentra en exceso, la solución se dice alcalina.

2.2.2.4 Vitamina C por HPLC

La cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) es un procedimiento que permite muy buenas separaciones dentro de un gran número de sustancias en un tiempo corto (orden de magnitud: de min. hasta horas). Mientras que la cromatografía de gases (GC) permite separar sustancias que se volatilicen a altas temperaturas sin degradarse o de las cuales se obtienen derivados volátiles reproducibles, la HPLC ofrece la posibilidad de separar sustancias o grupos de sustancias poco volátiles o térmicamente inestables o que sólo se transforman con dificultad en sus derivados volátiles. Puesto que la fase móvil, como indica el nombre de HPLC, es un líquido, es condición imprescindible que la muestra sea soluble en un disolvente.

De forma análoga a la GC, la HPLC permite obtener resultados tanto cuantitativos como cualitativos.

2.2.2.5 Compuestos volátiles

El aroma es solo un componente del sabor. El gusto es otro mayoritario, pero la apariencia, su comportamiento al manipularse, la textura en la boca y hasta los sonidos emitidos al masticar; tienen un rol en el sabor. El aroma se refiere a la sensación subjetiva producida al oler. Los órganos del olfato están localizados en una pequeña área que se llama epitelio olfativo, el cual está situado en la parte superior de la cavidad nasal y por lo tanto normalmente es alcanzado solamente por gases y vapores. Para sustancias que poseen un olor es necesario que su naturaleza sea de carácter volátil, pero debido a la extraordinaria sensibilidad de la nariz hacia algunos componentes, una cantidad muy baja de volatilidad debe ser suficiente.

Para comprender el aroma de una fruta es por lo tanto necesario conocer:

- a. La naturaleza de los constituyentes presentes
- b. La calidad del aroma de cada uno si existen
- c. La cantidad presente de cada uno de ellos
- d. La intensidad del aroma de cada uno

Otro aspecto de interés, es la manera en que varía el patrón de constituyentes significativos en tipo y cantidad durante el desarrollo de la fruta, su almacenamiento o procesamiento (Hulme, 1970). Los constituyentes responsables del aroma pueden ser aislados de los alimentos usualmente en tasas de menos de 100 p.p.m. Las frutas consecuentemente con el impacto inmediato de sus aromas, ocupan el intervalo superior de este ámbito. El aroma de la mayoría de las frutas suele estar constituido por gran cantidad de componentes volátiles, siendo 200 el número más común.

Para la determinación de estos componentes presentes en cantidades del orden de p.p.m. o incluso menores, se debe realizar una concentración del jugo ya sea mediante destilación o extracción con disolventes, seguida de secado y concentración mediante evaporación del disolvente. La esencia obtenida de esta manera es luego separada en sus componentes usualmente mediante cromatografía de gases. Los componentes separados se identifican mediante espectroscopía infrarroja de resonancia magnética nuclear o espectrometría de masas (Hulme, 1970).

Las clases de compuestos encontrados entre los compuestos volátiles de las frutas son no sólo ésteres, caracterizados comúnmente por su aroma a frutas, sino lactonas, alcoholes, ácidos, aldehídos, cetonas, acetales e hidrocarburos, en conjunto con ejemplos de fenoles, éteres y compuestos heterocíclicos de oxígeno (Hulme, 1970).

2.2.2.6 Carotenoides

Se utilizó el procedimiento para la estimación cuantitativa de la provitamina A (carotenoides, beta caroteno, criptoxantina y ésteres de criptoxantina) en algunas frutas utilizando el método de espectrofotometría. La distribución de la provitamina A en las frutas es muy variada. Algunas frutas ricas en provitamina A como melocotones, y mango contienen esencialmente beta caroteno y criptoxantina en cantidades cercanas a la mitad del total de los carotenoides presentes en papaya y mandarina. La pera y la naranja tienen contenidos intermedios en la provitamina A con respecto a tomate y piña, cuyo

contenido es muy pobre. La criptoxantina se presenta de forma acilada con cadenas desde C_8 hasta C_{18} ácidos grasos saturados (Philip & Chen, 1988).

2.3 JUGOS PULPOSOS Y CLARIFICADOS

2.3.1 Jugos pulposos

En el 2002, Costa Rica se convirtió en uno de los principales mercados de exportación para los productos derivados de frutas. En el mercado de jugos y concentrados, se exportó un total de US\$ 55.9 millones. De este total, el principal país de destino lo fue los Estados Unidos con un 52.9%, seguido por Holanda con 24.8% y por Alemania con 3.7% (Elizondo, 2004).

El jugo como tal se exportó principalmente en las siguientes formas. En el caso del fruto de piña, se comercializó el jugo de piña de alta calidad NFC de la variedad MD-2. De igual manera se exportó el jugo concentrado de piña congelado a 60°Brix, el concentrado de jugo de piña refrigerado y congelado a 72°Brix, puré de piña asepticado a 11-16°Brix y piña triturada asepticada basto y fino a 12-16°Brix. Los jugos y concentrados de piña son con mucho la primer partida de importación estadounidense de jugos tropicales. Casi en su totalidad se destinan para combinarlos en diferentes bebidas de fruta y pueden servir de sucedáneo de otros jugos, lo que explica su precio relativamente elevado. En los últimos años, los precios han oscilado mucho, por lo que, el jugo de ananás "entra y sale de las fórmulas" (Kortbech-Olesen, 1997).

Se conoce como jugo al producto obtenido a partir de una fruta u hortaliza exprimida fresca, en buen estado y madura, no fermentado. Puede haber sido concentrado y reconstituido. En ciertos países, la norma exige 100% de jugo y no debe de contener ningún tipo de aditivo. En Costa Rica se permite la adición de azúcares a razón de 10g/Kg.-20g/Kg. para frutas ácidas, o de ácidos (Pérez, 2003).

Se denomina como jugo pulposo aquel que contiene más de 10% (p/p) de sólidos insolubles en suspensión (SIS) que provienen de las paredes celulares del fruto.

Un jugo de frutas se elabora a partir de una fruta fresca por diferentes operaciones unitarias, como prensado, troceado y molienda, seguido o no por

una maceración enzimática y un tamizado o refinado. Los rendimientos de obtención de jugo o de pulpa varían en función de la fruta. Por ejemplo en el caso de la manzana se puede obtener 65L/ 100kg, en cítricos 40L/ 100kg y en piña 50L/100kg. El método de extracción de jugo empleado depende de la estructura de la fruta, de su composición química y de las características químicas del producto final, por ejemplo turbidez, viscosidad o astringencia. En la operación de despulpado se pueden utilizar diferentes tipos de molinos o prensas tales como la hidráulica o de tornillo. El equipo más utilizado es la despulpadora-refinadora tipo "finisher". La pulpa de las frutas se hace pasar a través de una malla por medio de la presión de las paletas giratorias. La malla usada para separar las semillas depende del tipo de fruta y del producto final que se desea obtener (Pérez, 2003).

La temperatura de extracción del jugo varía según la materia prima. De este modo se pueden extraer a temperatura ambiente los jugos de manzana, cítricos y piña. El aumento en la temperatura de extracción está ligado a ciertas ventajas y desventajas. Al incrementar la temperatura de extracción de un jugo es posible obtener un mayor rendimiento, se reduce la carga microbiana y provoca la coagulación de sustancias como proteínas que podrían precipitarse. Sin embargo, este incremento de temperatura produce pérdidas de compuestos volátiles, vitaminas y la aparición de un "sabor a cocido" (Pérez, 2003).

La técnica de extracción de jugos, en el caso de cítricos, ha sufrido un proceso de evolución cuyo objetivo ha sido reducir en el producto final la cantidad de aceites esenciales que se encuentran normalmente en la cáscara. Los aceites esenciales están constituidos en un 95% por limoneno y pueden afectar la calidad sensorial del jugo si su contenido es superior a 0.3 mL/L de jugo (Pérez, 2003).

Aunque existe una demanda muy reducida de productos envasados listos para el consumo, los jugos, los concentrados y la pulpa y el puré de frutas tropicales se importan sobre todo a granel, y sirven de materia prima en diversas industrias (Kortbech-Olesen, 1997).

En general, los usuarios finales de jugos, concentrados, pulpa y puré de frutas tropicales, prefieren el producto en envases asepticados, y no congelado. Aunque tal vez se pierda algo de sabor y de color, se prefieren los envases asepticados por razones de costo y comodidad. Además, su almacenamiento, transporte y manipulación son mucho más baratos. La merma del sabor no tiene tanta importancia, porque, por ejemplo en los Estados Unidos siempre se añaden aromas artificiales al producto final (Kortbech-Olesen, 1997).

2.3.2 Jugos clarificados

Hasta la fecha, en nuestro país no se ha aplicado la tecnología de membranas para la concentración o clarificación de jugos de frutas y hortalizas, proceso que ha sido objeto de interés por parte de investigadores e industriales en las últimas décadas (Pérez & Vaillant, 2003).

Un jugo clarificado de excelente calidad puede ser obtenido por medio de tecnologías de membranas, al minimizarse las pérdidas en compuestos volátiles (Pérez & Vaillant, 2003). La mayoría de los estudios realizados para la obtención de jugos clarificados por filtración tangencial se han centrado en la transformación de frutas de origen templado tales como manzana, pera o uva. Es por ello que resulta interesante evaluar la aplicación de este tipo de tecnologías al desarrollo de jugos clarificados de frutas tropicales (Pérez & Vaillant, 2003).

Los jugos clarificados son productos donde la transparencia y la homogeneidad constituyen dos factores esenciales que pueden ser satisfechos solo por la remoción total de los sólidos en suspensión presentes en el jugo.

Se puede producir un jugo pulposo de calidad superior a partir de jugo clarificado por medio de microfiltración tangencial, el cual conserva las características aromáticas y es estéril comercialmente, adicionando jugo pulposos pasteurizado al jugo clarificado.

Los jugos clarificados o turbios contienen una cantidad de sólidos insolubles en suspensión (SIS) inferior al 10% (p/p).

Un producto novedoso es el cóctel unipulposo, basado en la pulpa de un solo tipo de fruta a la que se le añaden una combinación de jugos clarificados,

obteniéndose una bebida con apariencia uniforme. Los jugos clarificados son secados por aspersion más fácilmente que los pulposos.

Actualmente puede encontrarse en el mercado una amplia gama de nuevos productos, elaborados a partir de jugo clarificado, para los cuales es esencial la remoción completa de los sólidos en suspensión. Entre dichos productos se pueden citar mermeladas, conservas de frutas (con jugo translúcido como sirope), agua mineral aromatizada, bebidas energéticas para deportistas, bebidas alcohólicas, sirope de frutas, edulcorante natural, té frío con sabor a frutas o esencias naturales para pastelería (Pérez & Vaillant, 2003).

2.4 NUEVAS TECNOLOGÍAS DE MEMBRANAS

2.4.1 Generalidades de las tecnologías de membranas

Los métodos convencionales de concentración que involucran un tratamiento térmico, causan pérdida de compuestos volátiles, asociados con el aroma característico del producto fresco y pueden inducir a la oxidación o la formación de compuestos que alteran el sabor del producto final obtenido, aunque se aplique un proceso de corta duración (Pérez & Vaillant, 2003). Es por ello, que la aplicación de las tecnologías de membranas (microfiltración, ultrafiltración, ósmosis inversa) resulta interesante, al trabajar a bajas temperaturas. Esta técnica se ha empleado a nivel comercial, principalmente en la clarificación de jugos y vinos.

Según Daufin *et al.* (2001), los procesos de membranas han sido la principal herramienta en la industria procesadora de alimentos en los últimos 25 años. La mayor aplicación de las tecnologías de membranas ha sido, en primer lugar, en la industria láctea (concentración de proteínas del suero, estandarización de la proteína láctea entre otros), seguido por las bebidas (vinos, cerveza, jugos de frutas entre otros) y los productos derivados de los huevos.

El uso de las tecnologías de membranas es muy diverso. Pueden llevarse a cabo con el fin de concentrar, fraccionar y/o purificar fluidos, para ello se valen de distintos tipos de membranas y de filtraciones en modo tangencial.

La filtración tangencial es un proceso donde un flujo que corre paralelamente respecto a la superficie filtrante es forzado a pasar a través de ella. Este fluido se divide en dos flujos: el permeado y el concentrado o retenido. Se conoce como permeado, aquel que ha atravesado la membrana y como concentrado al flujo enriquecido con los solutos que no atravesaron el medio filtrante y sale por el mismo canal donde el fluido de alimentación entró. Por medio de este diseño, la membrana opera bajo un proceso continuo de autolimpieza, evitándose la formación de una capa de colmataje o "torta filtrante" como la que se desarrolla en una configuración perpendicular. Al emplear este método de filtración se pueden realizar separaciones en el rango de micras, submicras, de moléculas e incluso de iones (Paulson *et al.*, 1984).

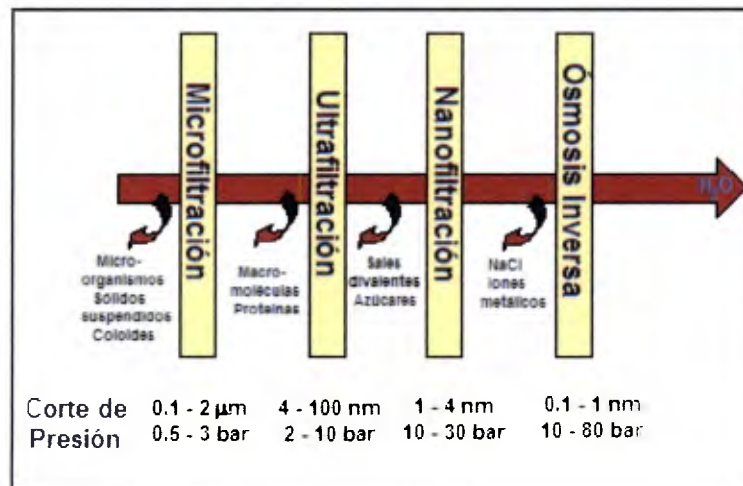


Figura 2.1 Tipos de tecnologías de membranas disponibles para la industria alimentaria.

2.4.1.1 Beneficios asociados

La aplicación de las tecnologías de membranas en la industria alimentaria presenta múltiples ventajas. A continuación se presentan las principales:

- Simplificación de los flujos de proceso (eliminación de dos a más operaciones unitarias) y el mejoramiento de la eficacia del proceso y en la calidad del alimento

- Elaboración de procesos y/o productos innovadores.
- Implementación de un proceso limpio ya que prescinde de materiales contaminantes como lo son los coadyuvantes de filtración; aprovecha subproductos dándoles un valor agregado; es un proceso adaptable al tratamiento de efluentes.
- Facilidad para su implementación; procesos compactos y automatizados (Daufin *et al.*, 2001).

2.4.1.2 Microfiltración tangencial

La microfiltración tangencial es un proceso de separación sólido-líquido de los componentes de un fluido presurizado a través de membranas semi-permeables, que permite obtener una pulpa concentrada fibrosa y una fracción clarificada y la fuerza motriz que logra esta transferencia de masa es la presión, específicamente la presión transmembranaria (P_{tm}) (Vaillant, 2000).

Los poros de las membranas son tan pequeños que se requiere una presión significativa del fluido para conducir el líquido a través de ellos. La presión requerida depende del tamaño de los poros, cuyo diámetro define el tipo de moléculas que son retenidas, en un rango entre 0.02 y 2.0 micras. El flujo de alimentación circula paralelamente a la superficie de la membrana (Pérez & Vaillant, 2003).

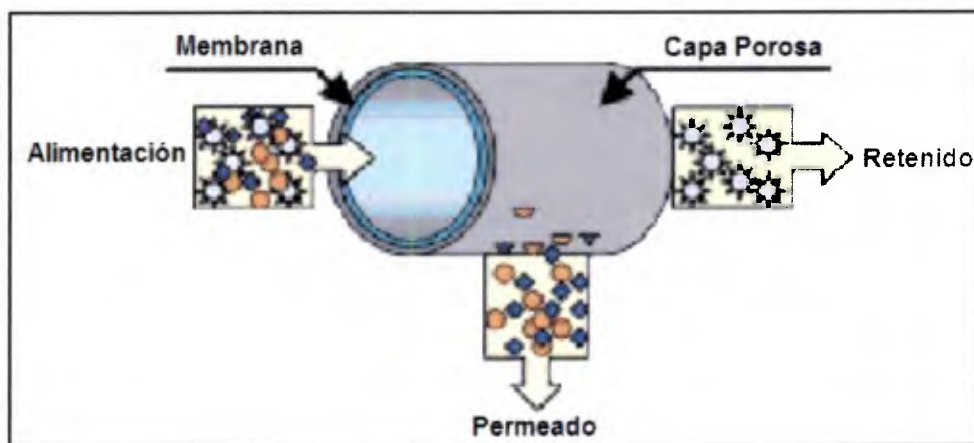


Figura 2. 2 Diagrama del proceso de filtración tangencial a través de una membrana tubular

Esta tecnología ha sido ampliamente aplicada en la industria de jugos pulposos y con fines diversos como los que se presentan a continuación:

- ◆ La producción de jugos clarificados de una forma más sencilla que los métodos convencionales con la ventaja que se puede procesar en frío sin pérdidas de compuestos volátiles o nutricionales debido al calor (O' Brien & Vaillant, 1999).
- ◆ La aplicación de un método de esterilización comercial siempre y cuando se utilicen membranas con diámetro de poro de 0.2 micras o menor, y el permeado se mantenga en medios estériles posterior al proceso (O' Brien & Vaillant, 1999).
- ◆ La obtención de una fracción termosensible del jugo (permeado) que contiene la mayoría de los sólidos solubles, componentes aromáticos y nutricionales. Posteriormente este producto se puede recombinar con el retenido, previamente pasteurizado, obteniendo un jugo pulposo con características sensoriales mejoradas y estéril (O' Brien & Vaillant, 1999).
- ◆ El uso de la microfiltración tangencial (MFT) como un pretratamiento esencial para otros tratamientos como la remoción por medio de resinas de compuestos fenólicos, ácidos, componentes responsables del amargor y la astringencia; recuperación de color y la concentración (Vaillant, 2000).

En el proceso de microfiltración tangencial, se desea buscar mantener un flujo de permeado (J_p) alto, un aprovechamiento máximo de la materia prima y un producto con las características de turbidez y oscurecimiento deseadas para que el proceso sea un método efectivo de clarificación (Fukumoto *et al.*, 1998).

2.4.2 Variables a controlar en un proceso de microfiltración tangencial de jugos pulposos

2.4.2.1 Membranas

Para la elección de la membrana más adecuada se deben de considerar algunos aspectos determinantes como: el tipo de jugo procesado y las propiedades que se desean del jugo permeado, la configuración de la membrana, el material y el tamaño del diámetro de poro (Girard & Fukumoto, 2000).

En la industria alimentaria, la configuración más utilizada es la tubular, ya que para la clarificación permite el uso de canales de gran diámetro de poro que permiten el paso de flujos con grandes cantidades de sólidos en suspensión (Girard & Fukumoto, 2000). Las membranas de tipo tubular están constituidas por una serie de tubos de acero inoxidable perforados y cada uno de ellos recubierto por una membrana. Estos tubos se hallan conectados por sus extremos en serie o en paralelo (Fellows, 1994). El fluido circula por el interior de estos tubos los cuales contienen en sus paredes a la membrana. El permeado pasa a través de las paredes de los tubos y es recogido por un tubo o chaqueta que los envuelve (Paulson *et al.*, 1984). El espesor de la membrana restringe el paso de compuestos más grandes que el tamaño del poro, lo que hace que estas membranas posean un poder de corte molecular absoluto, es decir, retienen el 100% de las moléculas más grandes que el tamaño del poro. Por ello las membranas de MT pueden ser utilizadas para la remoción de microorganismos (Girard & Fukumoto, 2000). Además se obtienen productos con esterilidad comercial si el diámetro de poro es de 0.2 micras o menor (O'Brien & Vaillant, 1999).

Para lograr un proceso efectivo y eficaz de microfiltración tangencial, se deben de controlar las principales variables como: la estructura, material y diámetro de poro de la membrana, los tipos de pretratamientos físicos, químicos o mixtos para bajar la carga de compuestos colmatantes en el jugo; y los parámetros operacionales (velocidad tangencial, presión transmembranaria y temperatura) (Vaillant, 2000).

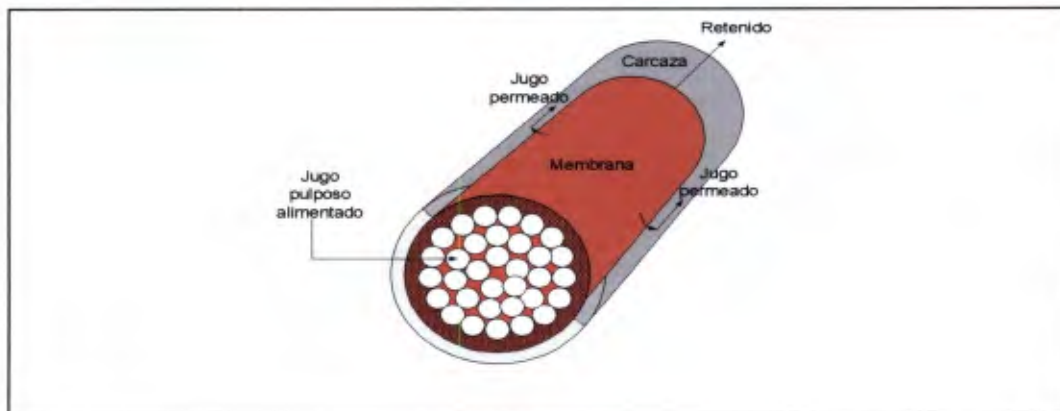


Figura 2.3 Diagrama del proceso de microfiltración tangencial de jugos de frutas a través de una membrana tubular

2.4.2.2 Pretratamiento enzimático del jugo

El desarrollo de esta tecnología de membranas ha ido de la mano con el diseño de diversas técnicas cuyo objeto ha sido la disminución de los fenómenos colmatantes. Un ejemplo de ello es la promoción de la turbulencia en los alrededores de la superficie de la membrana, flujos intermitentes, limpieza con flujo invertido, entre otros.

Sin embargo en el caso de jugos de frutas, resulta más sencillo la aplicación de un pretratamiento al jugo que disminuya al máximo los componentes colmatantes como por ejemplo: la decantación, la centrifugación, tamizado, adición de coadyuvantes de filtración, la prefiltración y los tratamientos enzimáticos (Girard & Fukumoto, 2000).

Los pretratamientos enzimáticos otorgan múltiples ventajas al proceso de microfiltración tangencial como por ejemplo: la disminución de la cantidad de sólidos insolubles en suspensión, solubilizándolos parcialmente en la fase acuosa, sin que se generen desechos. Esto se debe a la hidrólisis de los principales polisacáridos solubles responsables de la alta viscosidad y a la licuefacción de los polisacáridos insolubles de la pared celular, los cuales son retenidos por la membrana. Además el pretratamiento enzimático, al disminuir la viscosidad, incrementa el flujo de jugo clarificado y el rendimiento. Sin embargo la filtración sigue siendo tediosa debido a la resistencia de ciertos coloides al ataque enzimático.

En algunos casos basta con la sola presencia de pectinasas, en otros se requiere de una acción sinérgica entre dos tipos de enzimas como en el caso del jugo de maracuyá donde las pectinasas trabajan mejor junto con las celulasas (Vaillant *et al.*, 1999). Las enzimas son preparados comerciales de mezclas de enzimas con actividades específicas (celulasas, pectinasas, poligalacturonasas) de origen fúngico como *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus niger*, *Trichoderma longibrachiatum* (Pérez, 2003).

2.4.2.3 Velocidad tangencial (U)

La velocidad tangencial se refiere a la velocidad axial promedio del fluido por el lado del retenido. El efecto de esta velocidad sobre el flujo de permeado (J_p) siempre es positivo, entre mayor sea su valor, debido a los efectos de cizallamiento contra la pared evitando la acumulación de materiales. Sin embargo, el aumento en la velocidad tangencial está limitado por aspectos económicos, ya que se ha comprobado que una velocidad tangencial (U) entre 7 y 8 m/s corresponde a un valor adecuado en la industria (Vaillant, 2000).

2.4.2.4 Presión transmembranaria (P_{tm})

La presión transmembranaria (P_{tm}) es la fuerza motriz necesaria para la transferencia de masa a través de la membrana. Se define como la diferencia promedio de presión que existe en el compartimiento donde se encuentra el retenido y el medio externo. Se obtiene a partir de la siguiente ecuación (O'Brien & Vaillant, 1999):

$$P_{tm} = (P_o + p_1)/2 - P_f$$

La presión interna se puede simplificar en un promedio de presiones al inicio y al final a lo largo de la membrana debido a que el flujo del permeado a través de la membrana es despreciable comparado con el flujo de retenido, y además existe una relación lineal de la presión a lo largo de la membrana. Como la presión externa es igual a la presión atmosférica, este valor se elimina

al transformarla en presión relativa de la siguiente manera (O'Brien & Vaillant, 1999):

$$P_{tm} = (P_o + P_1)/2$$

Donde:

P_o = presión a la entrada del retenido en el módulo

P_1 = presión a la salida del retenido en el módulo

P_f = presión a la salida del permeado

Se ha demostrado que la presión transmembranaria óptima para ensayos en concentración, sin recirculación del permeado, es la mínima; con lo que se reducen los fenómenos de compactación de la capa de colmataje.

2.4.2.5 Temperatura

Un aumento en la temperatura, al igual que la velocidad tangencial, afecta positivamente al flujo de permeado (J_p), ya que se produce una disminución en la viscosidad. No se han detectado efectos significativos en la permeabilidad debido a la temperatura. Sin embargo el aumento en el valor de la temperatura está limitado por el efecto que pueda producir en la calidad sensorial y nutricional del producto filtrado (O'Brien & Vaillant, 1999).

2.5 EL AROMA EN LAS FRUTAS

2.5.1 Componentes del aroma

2.5.1.1 Compuestos volátiles en piña

Mientras que algunos, posiblemente todos, los compuestos volátiles producidos por la piña, deben ser parte del sabor de la fruta, recientemente nuevos hallazgos en la relación subjetiva-objetiva del gusto y el olor sugieren extremo cuidado en lo que se refiere a cualquier sustancia química o grupos de sustancias y su función en el sabor y aroma característicos de la fruta. Estudios de los componentes volátiles de la piña han abarcado años y han sido testigos de los avances espectaculares en las metodologías de aislamiento e identificación. La cromatografía, especialmente la de gases, ha proveído al analista de una herramienta muy efectiva para el aislamiento de los

componentes puros provenientes de mezclas complejas; y los desarrollos en espectrometría han suministrado los medios para identificar las pequeñas cantidades de componentes puros disponibles a través de la cromatografía (Silverstein, 1967).

Algunos de los compuestos volátiles identificados en la piña de Costa Rica enlatada se presentan en el cuadro 2.5.

Cuadro 2.5 Compuestos volátiles presentes en la piña de Costa Rica (Wu *et al.*; 1991).

Compuestos	
Acido acético Acetato de etilo 2-pentanona propanoato de etilo 2-pentanol acetato de propilo butanoato de metilo 3-metilbutanol 3-metilpentan-2-ol 2-metilbutanoato de metilo hexanal pentanoato de metilo 1-hexanol 2-butoxietanol malonato de dimetilo	Gama-valerolactona 3-hexenoato de metilo Benzaldehído Fenol Ácido hexanoico Hexanoato de etilo 3-acetoxihexanoato de metilo Gama hexalactona 3-hidroxihexanoato de metilo 2,5 dimetil-4-hidroxi-3 (2H)furanona 4- metilpentanoato de metilo 2-feniletanol 3-hidroxihexanoato de metilo octanoato de metilo heptanoato de etilo

2.5.1.2 Compuestos volátiles en melón

El sabor de la fruta se produce debido a un delicado balance de las cantidades relativas de los compuestos presentes. Los componentes volátiles son los determinantes mayoritarios de la calidad de la fruta según la percibe el consumidor. De esta manera, la naturaleza de los compuestos que constituyen el aroma en el melón cantaloupe ha sido estudiada considerablemente. Mediante múltiples análisis se ha determinado que los constituyentes mayoritarios del aroma del cantaloupe son ésteres presentes en una mezcla de más de 250 compuestos en la fruta. La mayoría de los estudios se han centrado en los compuestos del aroma por su relación con el sabor por los cambios que ocurren durante la maduración de la fruta. Algunos de los

compuestos volátiles identificados en el melón cantaloupe se presentan en el siguiente cuadro.

Cuadro 2.6 Compuestos volátiles presentes en el melón cantaloupe fresco (Lamikanra & Richard, 2002).

Compuestos	
1,3-butanodioldiacetato 1,8 cineol 2-metilbutirato de etilo 2,3-butanodioldiacetato 2-metilbutilacetato de etilo 3-Fenilpropilacetato de metilo Acetato de etilo Acetato de Bencilo Benzotiofeno Ftalato de dietilo Dihidroactinidiolaldehído Acetato de etiltiometilo Acetato de etilfenilo	Heptanoato de etilo Hexanoato de etilo Fenil acetato de etilo Fenil hexanoatode etilo Geranilacetona Hexanoato de hexilo Isobutirato de etilo Hexanoato de metilo Acetato de octilo Propionato de etilo β-ionona

III. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 Localización del estudio

El presente estudio se realizó de forma conjunta en las instalaciones del Laboratorio de Química del Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA) ubicado en San Pedro de Montes de Oca, y en el Laboratorio de Espectrometría de masas del Centro de Investigación de Productos Naturales (CIPRONA) ubicado en San Pedro de Montes de Oca, y dentro del marco del convenio de cooperación con el CIRAD-FLHOR (*Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement*) de Francia.

3.2 Materia prima

Se definió el origen de la fruta de acuerdo con la región y el productor que suministró la materia prima de cada muestra, el modo de recolección y los demás descriptores o estándares de calidad que la identificaron.

Se utilizó como materia prima, dos frutas tropicales frescas escogidas entre las siguientes variedades:

- ◆ Piña: *Ananas comosus*, variedad MD2-(dorada) y grado de madurez 4/2, procedente de la finca CODELA, localizada en Pocora, Guápiles.
- ◆ Melón: *Cucumis melo*, variedad Cantaloupe y madurez 10° Brix, procedente de Guanacaste.

Toda la materia prima utilizada en este proyecto fue producto de rechazo de exportación, sin ningún tipo de daño mecánico que afectara sus características físico-químicas o nutricionales.

3.3 Proceso para la obtención de los jugos

3.3.1 Flujo de proceso

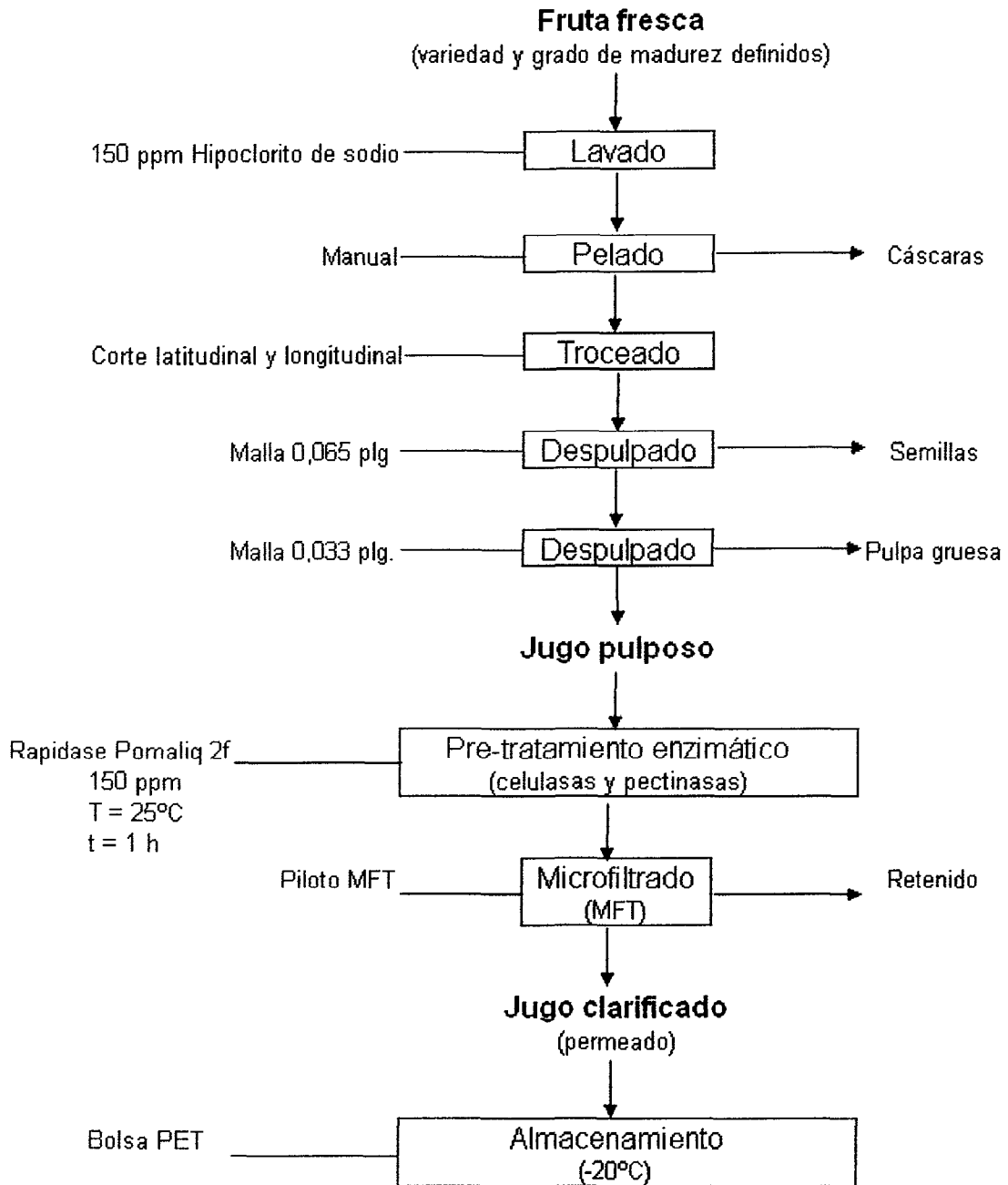


Figura 3.1 Flujo del proceso para la obtención de jugo pulposo y clarificado a partir de fruta fresca.

3.3.2 Especificaciones del proceso

Lavado: Se realizó un lavado con agua clorada (150 ppm hipoclorito de sodio) de las frutas enteras y frescas a temperatura ambiente por dos minutos y luego se enjuagó (Kitinojam & Kader, 1996) con el fin de eliminar restos de materia orgánica y demás suciedad propia de su superficie. En algunos casos fue necesaria la utilización de una esponja o lavabril en la remoción de suciedad y luego se enjuagó.

Pelado: El pelado se realizó de forma manual con cuchillos afilados y con la ayuda de tablas de picar. Se desechó la totalidad de las cáscaras.

Troceado: El troceado se realizó manualmente y el corte se realizó tanto latitudinalmente como longitudinalmente en ambas frutas.

Despulpado: Se utilizó una malla de 0.065 pulgadas y una segunda de 0.033 pulgadas en la despulpadora marca Indiana, Modelo 185 SC. Los corazones y ojos de la piña fueron descartados a la basura, al igual que las semillas del melón.

Microfiltrado: Se realizó el ensayo de microfiltración tangencial bajo condiciones operatorias ya establecidas (ver sección 3.6.2).

Almacenamiento: El jugo pulposo se congeló a -20°C en bolsas PET de alta densidad para su conservación previa a los ensayos de microfiltración tangencial (MFT), a la realización de pruebas físico-químicas y de aromas. Del mismo modo se procedió con el jugo clarificado en cuanto a las condiciones de almacenamiento necesarias para la caracterización de aromas.

Se preparó una muestra compuesta por doce unidades de cada una de las dos frutas seleccionadas, la cual constituyó la cantidad necesaria requerida para los análisis físico-químicos y de aromas de la fruta fresca. Cada uno de los ensayos de microfiltración tangencial (MFT) se realizó a partir de 70-100 Kg. de fruta fresca. El proceso de obtención de la muestra se presenta en el flujo de proceso indicado en la figura 3.1.

Pre-tratamiento enzimático: Se utilizó el preparado comercial de marca Rapidase Pomaliq 2f sobre los jugos pulposos, a una concentración de 150 ppm, con un tiempo de incubación de 1 hora y a una temperatura de 25 °C. Este coctel enzimático estaba compuesto por celulasas y pectinasas.

3.4 Ensayos de MFT

3.4.1 Equipo utilizado

3.4.1.1 Extracción y concentración de compuestos volátiles

Con el fin de aislar los compuestos volátiles de las diferentes muestras de frutas frescas convertidas en jugos pulposos y clarificados, se utilizó una muestra de 250 gramos de cada jugo y se realizó una extracción líquido-líquido por medio de un embudo separador de 500,00 mL utilizando 250 mL de pentano como disolvente extractor en cinco extracciones de 50 mL cada una. El extracto de aromas disuelto en pentano se filtró por medio de un papel N°42, se trasvasó a un balón de fondo redondo de 250 mL y se concentró hasta un volumen cercano a los 2.00 mL en un rotavapor a vacío. El concentrado de aromas se trasvasó a viales de 5.00 mL utilizados en HPLC por medio de una pipeta Pasteur y posteriormente se llevaron a sequedad utilizando una corriente de nitrógeno gaseoso. Cada vial fue pesado y reconstituido con un volumen exacto de pentano cercano a 100 a 200 microlitros. En la inyección de las muestras se utilizó un volumen exacto de 2 microlitros proveniente de los viales reconstituidos.

3.4.1.2 Análisis cromatográfico (CG-EM)

El concentrado de compuestos volátiles obtenido para cada muestra de fruta fresca, se analizó con la ayuda de un cromatógrafo de gases marca Shimadzu GC-17A ver 3, equipado de un Detector Selectivo de Masas "MSD" marca Shimadzu QP-5050 similar a un FID. La columna capilar utilizada (30 m * 0.250

$\mu\text{m} \times 0.25 \text{ mm}$ de diámetro interno) fue una columna tipo SE-54 XTI-5 (Restek) de fase estacionaria apolar (5% difenilpolisiloxano, 95% dimetilpolisiloxano).

La temperatura de la columna se programó por medio de un ajuste desde una temperatura inicial de 40°C hasta una temperatura final de 260°C, con la siguiente programación de temperaturas: inició a 40°C y se incrementa hasta 70°C a una velocidad de 2°C/min; luego se incrementa hasta 260°C a una velocidad de 4°C/min. Finalmente, se mantiene a 260°C por 6 minutos. La temperatura del inyector se mantuvo a 250 °C y la inyección se realizó en modo “splitless”. La temperatura del detector fue de 250 °C. El helio se utilizó como gas de arrastre, con un flujo de 1.0 mL/ min para esta columna. El tiempo total de corrida fue de aproximadamente 68 minutos. Las superficies de los picos se determinaron automáticamente por medio de un integrador propio del programa del instrumento (GC 17A ver 3, Class 5K, Shimadzu). El modo de ionización que se utilizó fue de impacto electrónico con una energía de 78 eV. Los patrones de fragmentación se compararon con la base de datos Nist 107.

3.4.1.3 Microfiltración tangencial

La unidad piloto de microfiltración tangencial utilizada estuvo compuesta de un módulo tubular de membrana multicanal de cerámica alúmina Zircón (SCT Francia), con un área efectiva total de filtración de 0.22 m² y un diámetro de poro promedio de 0.2 micras.

El piloto contó con un sistema de adquisición de datos en tiempo real, velocidad tangencial, presión transmembranaria, temperatura y flujo de permeado. El flujo tangencial se logró a través de una bomba centrífuga alimentada por una bomba volumétrica. El control de la temperatura durante la filtración se realizó mediante un intercambiador de calor anexo al equipo conectado a una corriente de agua a temperatura ambiente y proveniente del alcantarillado. El mínimo volumen muerto de la unidad fue de 4.90 L.

Las presiones interna y externa (expresadas en bar) fueron medidas por dos manómetros, la temperatura interna ($\pm 0.5^{\circ}\text{C}$) por un termómetro de mercurio en el tanque de alimentación y en la salida del permeado y los flujos de alimentación y permeado por flujómetros electromagnéticos (± 0.5 L/h) conectados a un computador vía controlador lógico programable. Este último registró a intervalos de un minuto los siguientes parámetros: flujo de permeado (L/h), temperatura ($^{\circ}\text{C}$), factor de reducción volumétrico, presión externa en la membrana (bar), volumen de permeado y velocidad tangencial (m/s).

Para lograr un proceso efectivo se debió controlar las variables que influyen en el proceso de microfiltración tangencial (MFT), las cuales fueron: la estructura, material y diámetro del poro de la membrana, los tipos de pretratamientos físicos, químicos o mixtos para bajar la carga de compuestos colmatantes en el jugo; y los parámetros operacionales como velocidad tangencial, presión transmembranaria y temperatura (Vaillant, 2000).

Las condiciones en las cuales se llevó a cabo el proceso de MFT son las siguientes: temperatura de alimentación de 25°C , presión transmembranaria (P_{tm}) de 1.5 bar, velocidad tangencial (U) de 7 m/s, módulo tubular de membrana multicanal de cerámica alúmina marca Zircón (SCT Francia) de 0.22 m^2 de superficie y diámetro de poro de 0.2 micras.

Se siguió el procedimiento descrito por Dornier *et al.*, (1993) de "inicio lento" en todos los ensayos, el cual consistió en un aumento paulatino de la presión transmembranaria con el fin de asegurar un mayor cizallamiento. La velocidad no se pudo aumentar de forma paulatina debido a que en el piloto este valor es fijo.

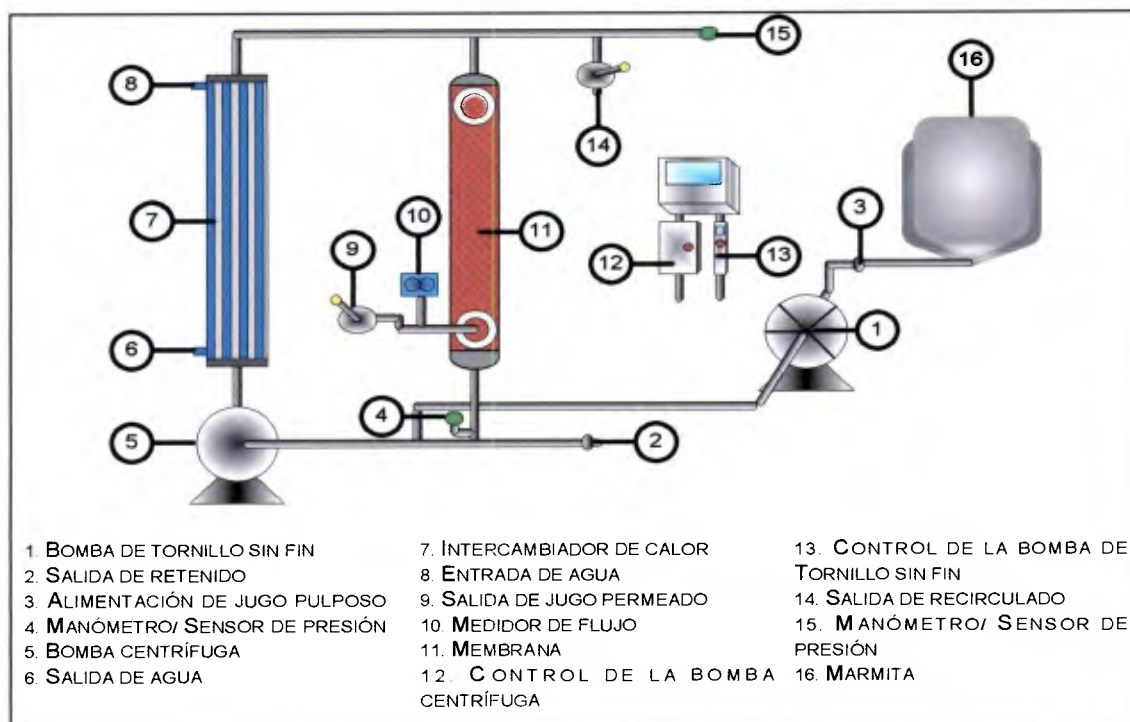


Figura 3. 2 Diagrama de la unidad piloto de microfiltración tangencial

3.4.1.4 Análisis por cromatografía líquida (HPLC)

El equipo que se utilizó en la determinación de vitamina C, estuvo constituido de la siguiente manera:

Detector UV-Visible de marca Shimadzu.

Bomba LC-10AD de marca Shimadzu.

Integrador EZCHROM con doble canal: el canal A trabaja con el detector UV, y el B con el de fluorescencia.

Módulo de reacción post-columna con detector de fluorescencia marca Pickering Laboratories, modelo PCX 3100.

Columna de cromatografía Econosphaera C₁₈, marca Alltech, 5 micrómetros, de 250 mm por 4.6 mm (95% Hexano- 5% Etanol). Precolumna correspondiente.

Equipo para microfiltración de la fase móvil marca Startorius, para usar con filtros para solventes acuosos de 47 mm.

Microfiltros de 45 micrómetros, marca Millipore, de 47 mm de diámetro, 25 mm y/o 13 mm; aptos para filtración de fases acuosas.

Portafiltros para filtros de 25 mm o 13 mm y jeringas para la microfiltración de las muestras.

Baño de ultrasonido para la desgasificación de la fase móvil.

3.5 Análisis físico-químicos

Se realizaron distintos análisis físico-químicos en laboratorio para caracterizar física y químicamente las muestras de jugo pulposo y de jugo clarificado en las dos frutas seleccionadas.

3.5.1 Análisis físicos

Se determinó el contenido de sólidos solubles o grados Brix en las muestras de jugo pulposo y de jugo clarificado en cada uno de los ensayos realizados. Para ello se utilizó el procedimiento descrito en la sección 3.7.1. Este análisis se realizó en el Laboratorio de Química del CITA.

3.5.2 Análisis químicos

a) Materia seca, acidez total y pH

Se determinó el contenido de materia seca, la acidez total y el pH del jugo pulposo y clarificado elaborado, utilizando el procedimiento respectivo descrito en la sección 3.7.2. Estos análisis se realizaron en el Laboratorio de Química del CITA.

b) Vitamina C

Se determinó el contenido de vitamina C para cada fruta por medio de un análisis cromatográfico (HPLC) utilizando el procedimiento descrito en la sección 3.7.2. Este análisis se realizó en el Laboratorio de Química del CITA.

c) Análisis químico de compuestos volátiles

Se ajustaron las condiciones del análisis cromatográfico en función del tipo de fruta analizado. Se fijó un tiempo máximo de análisis cromatográfico y la temperatura máxima de la columna para la integración de los distintos picos separados. Cada uno de los cromatogramas se cortó a un tiempo de retención de 43 minutos con el fin de obtener un cromatograma más claro y para la obtención de un valor total de aromas por figura. Esta actividad se desarrolló en el Laboratorio de Espectrometría de masas del CIPRONA.

Se analizaron por duplicado las tres muestras de jugos pulposos y clarificados para cada una de las frutas estudiadas.

El coeficiente de respuesta (K_j) de un compuesto (j) con respecto a un patrón externo está definido por la relación siguiente (Skoog *et al.*, 1995):

$$K_j = (M_j / M_{pi}) * (A_{pi} / A_j)$$

donde ; M_j : masa del compuesto j
 M_{pi} : masa del patrón interno pi
 A_{pi} : área del pico del patrón interno pi
 A_j : área del pico del compuesto j

Se efectuó una cuantificación aproximada de la masa del compuesto presente en el extracto de aromas analizado, asumiendo que el coeficiente de respuesta para cada compuesto era idéntico (igual a uno). Se calculó un valor relativo para cada compuesto volátil identificado.

Para la cromatografía cuantitativa, la precisión más elevada se obtiene utilizando patrones externos debido a las incertidumbres introducidas por la inyección de la muestra, velocidad de flujo del gas vector, y las variaciones en las condiciones de la columna. En este procedimiento se inyecta una cantidad medida cuidadosamente de un patrón externo realizando una curva de calibración de

varios puntos, donde el parámetro analítico es la relación del área del pico del analito al área del pico de los patrones externos de la curva que mantengan la linealidad. Para que este método sea exitoso es necesario que cada uno de los picos de los puntos que componen la curva de calibración del patrón externo, se encuentren bien separados de los picos de todos los otros componentes de la muestra. Con un estándar externo adecuado, se han de obtener precisiones relativas de 0.5 a 1% (Skoog *et al.*, 1995).

Se cuantificó el contenido total de compuestos aromáticos de las distintas variedades seleccionadas. Se identificaron los compuestos volátiles presentes en las frutas estudiadas por medio de cromatografía de gases (CG) acoplada a espectrometría de masa (EM). Esta actividad se desarrolló en los Laboratorios del CIPRONA.

Se procedió a elegir los principales compuestos “marcadores”, corroborando la identificación por biblioteca informatizada con los datos obtenidos a partir de la masa y de los patrones de fragmentación de los picos seleccionados en el cromatograma. Con ello, se efectuó el análisis cuantitativo de aromas con los respectivos compuestos seleccionados en los cromatogramas de cada fruta. Estos compuestos “marcadores” permitieron evaluar el posterior efecto tecnológico de la microfiltración tangencial sobre los aromas de las frutas estudiadas.

Se cuantificaron los principales compuestos aromáticos identificados previamente por CG-EM en los jugos clarificados por microfiltración tangencial, que determinaron el aroma de cada una de las frutas estudiadas.

d) Determinación de pigmentos carotenoides

Se determinó el contenido de pigmentos carotenoides para cada fruta por medio de un análisis espectrofotométrico utilizando el procedimiento descrito en la sección 3.7.2. Este análisis se realizó en el Laboratorio de Química del CITA.

3.5.3 Extracción de compuestos volátiles

Se definió e implementó el método más adecuado para la extracción de compuestos volátiles, utilizando como disolvente orgánico extractor el pentano.

Se evaluaron dos métodos posibles para la extracción de aromas:

1. El método descrito por Likens & Nickerson (1966) en el cual la unidad de destilación permite la condensación simultánea del vapor destilado y un proceso de extracción con el disolvente inmiscible.
2. La extracción líquido-líquido empleando un embudo separador de 500.00 mL.

Se verificó el posible uso de benzoato de etilo, hexanol, 1-pentanol, 1-octanol y 2-octanol como patrones externos. Tales compuestos químicos fueron inyectados como posibles patrones externos, para cuantificar los aromas detectados tanto al inicio como al final de la corrida del cromatograma.

3.5.4 Análisis CG - EM

El 2-octanol (99.5% de pureza) se escogió como patrón externo con un tiempo de retención de 9.2 minutos.

Se comprobó que el compuesto usado como patrón externo no se encontró presente en las frutas frescas. Se verificó también que no existiera superposición de las superficies del patrón con respecto a algún compuesto aromático presente en la fruta.

Se determinó la cantidad de muestra necesaria para la extracción de aromas, con el fin de obtener resultados con una buena repetitividad. El extracto de aromas de cada fruta se concentró en un rotavapor al vacío. Esta actividad se desarrolló en los Laboratorios del CIPRONA.

Se valoró la posibilidad de añadir a la muestra de fruta fresca un antiespumante, como silicona, a la hora de realizar la extracción (Pérez, 1992).

Se definió y adaptó las condiciones operatorias del equipo para el análisis de aromas o compuestos volátiles por cromatografía de gases; a saber: la temperatura inicial, la velocidad de incremento de la temperatura, y el tiempo de análisis total. Esta actividad se desarrolló en el Laboratorio de Espectrometría de masas del CIPRONA.

3.6 Análisis estadístico

El proceso de obtención de jugo pulposo y jugo clarificado por microfiltración tangencial (MFT) se repitió tres veces para cada una de las dos frutas seleccionadas (ver Fig. 3.1), a partir de tres lotes distintos. Se limitó el número de repeticiones a un máximo de tres.

Cada análisis físico-químico se realizó por triplicado y cada inyección cromatográfica para el análisis de volátiles se hizo por duplicado.

Para el análisis estadístico de las variables respuesta aromas, se calculó el valor promedio, la desviación estándar y los límites de confianza. No se midió la potencia de la prueba.

El concentrado de aromas obtenido de las repeticiones anteriores se inyectó por duplicado. Con ello se obtuvo seis cromatogramas por fruta en los jugos pulposos y seis cromatogramas por fruta en los jugos clarificados. Las variables estadísticas a medir fueron: el promedio y la desviación estándar. No se midió la potencia de la prueba.

El contenido total de compuestos volátiles reportado, fue el promedio de seis inyecciones cromatográficas por fruta analizada y expresado en microgramos de compuestos volátiles por gramo de materia seca. Esta concentración fue un valor acumulado de todos los compuestos volátiles detectados entre 50°C y 200°C y seleccionados como marcadores para cada fruta fresca, restando las superficies de los picos correspondientes al disolvente.

IV. RESULTADOS Y DISCUSION

4.1 Evolución del flujo de permeado y del FRV durante la MFT de jugo de piña

Al comparar los resultados obtenidos en los tres ensayos de piña, se observó que en las curvas de evolución de flujo de permeado (J_p) vrs t y del factor de reducción volumétrico (FRV) vrs t (Figuras 4.1.1 a 4.1.3) no se encontró una tendencia similar o un comportamiento equiparable. Estos resultados difieren de los reportados por Salas (2003) en dos ensayos de MFT de jugo de banano y Chaverri (2003) en dos ensayos de MFT de jugo de melón, quienes encontraron una buena repetitividad ($R^2 > 0.9$), realizados bajo las mismas condiciones de operación. Sin embargo, en el presente trabajo se pudieron identificar 4 etapas distintas durante el proceso de MFT presentes en la primera de las gráficas (Fig. 4.1.1) y, 3 etapas en las dos restantes (Fig. 4.1.2 y 4.1.3) obtenidas a partir de jugo pulposo de piña proveniente de la variedad MD2. La diferencia existente entre las figuras podría deberse a la diferencia en la carga inicial en sólidos suspendidos, la cual no ha sido medida y depende esencialmente del grado de madurez de la fruta a la hora del proceso.

Etapas I. Descenso rápido del J_p : esta etapa comprende desde el inicio del ensayo con valores de flujo que oscilaron entre 150 a 200 L/hm² en los tres ensayos, hasta transcurrido un tiempo cercano a los 10 minutos (Fig. 4.1.1 y 4.1.3) y hasta de 25 minutos (Fig. 4.1.2); cuando el flujo disminuyó drásticamente hasta alcanzar valores de 45 a 90 L/hm², correspondientes al 30-45% de su valor inicial.

Etapas II. Fase de estabilización: esta etapa se llevó a cabo desde los 10 hasta los 35 minutos aproximadamente en la Fig. 4.1.1. En ella se puede presentar la formación de la capa de colmataje en la superficie de la membrana y

al mismo tiempo se da un equilibrio de esta capa con las condiciones hidrodinámicas establecidas. El J_p disminuyó hasta 65 L/hm^2 en plena formación y luego comenzó a recuperarse lentamente, alcanzando un valor de 75 L/hm^2 al darse el equilibrio, poco antes del cambio de fase. En los dos ensayos restantes (Fig. 4.1.2 y 4.1.3) esta fase fue un poco más prolongada; de una duración variable que sobrepasó los 60 minutos y que mantuvo valores de flujo de 45 a 90 L/hm^2 .

Etapa III. Fase de incremento del J_p : esta etapa representa una pequeña área en los dos primeros ensayos y se asocia con un aumento en los valores del J_p hasta alcanzar valores de $55\text{-}115 \text{ L/hm}^2$. Esta fase, se presenta entre los 35 y los 60 minutos en la Fig. 4.1.1 y entre los 65 y 80 minutos en la Fig. 4.1.2. En ella se puede dar la destrucción de la capa de colmataje en la superficie de la membrana, provocando un repunte en los valores de J_p . En las figuras 4.1.2 y 4.1.3 esta fase no se presentó del todo.

Etapa IV. Fase de disminución del J_p : esta etapa se presenta casi al final del ensayo y se asocia con un descenso en los valores del J_p sin posibilidad de recuperación. Esta fase, ocurre entre los 60 y los 80 minutos en las Fig. 4.1.1 y 4.1.3. Los valores del flujo obtenidos, disminuyeron desde un valor máximo de 115 hasta 70 L/hm^2 como valor mínimo alcanzado.

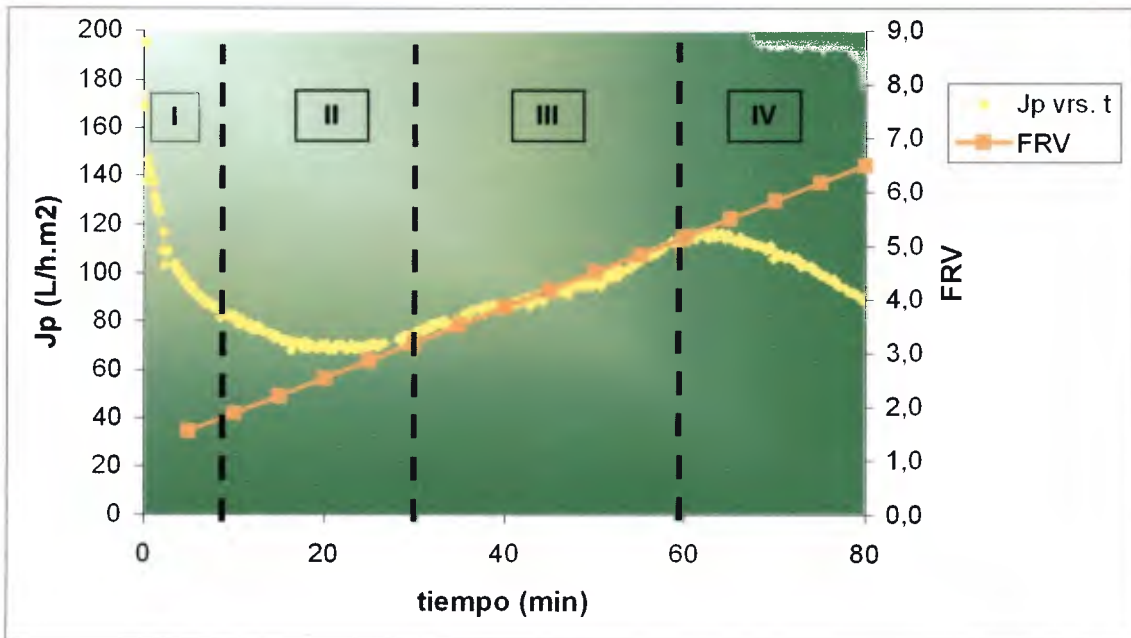


Figura 4.1.1 Jp vs. tiempo y FRV durante el I ensayo de MFT de jugo de piña en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 6.5 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración, Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, P_{tm} = 200 KPa, T = 30°C).

Durante la primera fase presente en la Fig. 4.1.1, se observa un descenso del flujo causado por el inicio de la formación de la capa de colmataje desde un valor inicial cercano a los 200 L/hm² hasta los 75 L/hm² y un FRV cercano a 2. En este primer ensayo, luego de que se estableciera un equilibrio con las condiciones hidrodinámicas establecidas en el sistema a través de la fase II, se presentó un incremento repentino del flujo en la fase III. El flujo alcanzó al cabo de una hora un valor de 115 L/hm² y un FRV cercano a 5.

El comportamiento de Jp vs t y FRV vs. t observado durante la MFT del jugo de piña en modo de concentración del retenido (Figura 4.1.1) no es común al encontrado en jugos que han sufrido algún tratamiento enzimático o pulposos fibrosos, con respecto a los resultados obtenidos en otros jugos sometidos a condiciones similares. Para algunas frutas como naranjilla y mora se ha reportado una fase de aumento del flujo después de la formación de la capa de colmataje en modo de concentración del retenido; sin embargo este aumento se consideró

relativamente pequeño (Vaillant *et al.*, 2001). En la figura 4.1.1, se observa un aumento importante en el valor de J_p , ya que el flujo aumenta de 75 a 115 L/hm² en un lapso de 25 minutos; cercano a un 35-40% del valor del flujo mínimo alcanzado durante la formación de la capa de colmataje.

Un resultado similar fue reportado por Chaverri (2003) durante la MFT de jugo pulposo de melón, quien obtuvo un aumento importante en los valores de J_p de 55 a 80 L/hm² en un lapso de 20 minutos. Vaillant *et al.*, (2005) reportan un aumento en los valores de J_p de 70 a 95 L/hm² en un lapso de 15 minutos para esta misma fruta.

En la primera etapa del proceso de MFT o fase I (descenso rápido del J_p), se concentran en el retenido, fragmentos de la pared celular resistentes al ataque enzimático ricos en lignina y celulosa. Sin embargo, estos fragmentos sólidos generan un barrido continuo que puede desestabilizar parte de la capa de colmataje e inclusive causar su destrucción. Estos factores pueden inducir a un aumento repentino del flujo de permeado (Vaillant *et al.*, 1999). Este aumento se hizo visible a través de la fase III (fase de incremento del J_p) en el primer ensayo, la cual se prolongó hasta los 60 minutos aproximadamente.

El equilibrio hidrodinámico en la superficie de la membrana puede ser roto por la presencia de partículas sólidas de un tamaño similar al espesor de la capa límite. Existen estudios que indican que el J_p puede ser más alto durante la filtración de fluidos que contienen sólidos suspendidos que con aquellos que carecen de estos, tales como el tratamiento con UF de extractos de frijoles y la concentración por medio de OI de jugo de tomate (Girard & Fukumoto, 2000).

Para mejorar el rendimiento en la microfiltración, usualmente se tratan los jugos antes de la filtración por medio de preparaciones enzimáticas como sería el caso del preparado comercial (Rapidase Pomaliq 2F empleado) que están destinadas a hidrolizar la mayoría de los polisacáridos solubles responsables de la alta viscosidad (Chiang & Yu, 1987). Se utilizó un periodo de incubación de una hora, ya que este se considera como el máximo tiempo de residencia aceptado en la industria de las frutas (Vaillant *et al.*, 1999). Este tratamiento es

efectivo en jugos que poseen relativamente un bajo contenido de pulpa. Sin embargo, cuando se aplica a jugos muy fibrosos como es el caso de la piña y el melón, se requiere optimizar las condiciones del tratamiento enzimático, no solamente para reducir la viscosidad, sino para licuar la pared insoluble de polisacáridos que son retenidos por la membrana. Este hecho es válido, sobre todo en el caso del melón, dados los valores de FRV obtenidos.

Resulta interesante observar un incremento inusual del flujo después del decrecimiento inicial. En un estudio similar con el fruto del melón, Vaillant *et al.* (2005) reportan un incremento cercano al 30% en los valores del flujo. Este incremento ocurrido después de la formación de la capa de colmataje, ya había sido descrito para otros jugos pulposos (Vaillant *et al.*; 2001). Sin embargo en el caso del melón este incremento es sorpresivamente alto. Al conservar todas las variables de operación constantes, este fenómeno solo se puede atribuir a un cambio intrínseco en las propiedades reológicas del retenido después de un FRV = 1.5. Una hipótesis sugiere que una alta concentración de los fragmentos de la pared celular provoca un efecto "removedor" sobre la capa de colmataje antes de alcanzar un FRV de 3. En valores de FRV superiores a 3, una elevada concentración de partículas incrementan el riesgo de bloquear algunos de los poros de la membrana (Vaillant *et al.*, 2005). Según Vaillant *et al.*, (1999), un comportamiento similar en el flujo se hizo presente en puré de albaricoque sujeto a un pretratamiento con celulasas y pectinasas antes de la MFT en condiciones de operación similares, pues el flujo aumentó de 60 a 110 L/hm², en un periodo de 4 horas, al ser enzimado con Rapidase Pomaliq 2F en la misma concentración. Este fenómeno varía de acuerdo a la concentración de la enzima y se presenta en su máxima expresión en el transcurso de la fase III.

Después de la adición de la enzima (Rapidase Pomaliq 2F) en una concentración superior a 0.5 mL/L, se observó un leve descenso de 3% en la viscosidad durante el proceso de MFT del jugo de maracuyá, encontrado por Vaillant *et al.*, (1999); sin embargo el mayor descenso en la viscosidad aparente se presentó durante los 60 minutos de incubación.

La actividad pectinasa combinada con la actividad celulásica contenida en el preparado enzimático Rapidase Pomaliq 2F, se utilizó para incrementar el rendimiento del flujo de permeado. Vaillant *et al.*, (1999) reportan que los principales componentes de la pared celular que prevalecían en el jugo fresco de maracuyá eran compuestos pécticos insolubles y celulósicos.

La actividad pectinasa por sí sola, tiene la capacidad de solubilizar toda la pectina soluble presente en el jugo; pero hidroliza al mismo tiempo, solamente una pequeña parte de la fracción insoluble que se encuentra muy cercana a la celulosa en el interior de la pared celular (Vaillant *et al.*, 1999).

El efecto de las preparaciones enzimáticas, principalmente de ambas actividades, la celulásica y la pectinasa, indica la existencia de una sinergia entre estas dos enzimas (Vaillant, 2000).

La combinación de las dos actividades tiene como resultado una gran habilidad para despolimerizar la pared insoluble de polisacáridos constituida mayoritariamente de sólidos suspendidos después de la extracción del jugo. Largas cadenas de pectina y celulosa son simultáneamente rotas y cada sustrato originado resulta más disponible para las reacciones enzimáticas. Este efecto sinérgico que engloba celulasas y pectinasas había sido observado previamente durante la licuefacción del jugo de maracuyá (Vaillant *et al.*, 1999) y otras frutas (Hart & Huxsoll, 1989).

En jugos pulposos como los obtenidos de los frutos de la piña y el melón, la mayor resistencia al flujo de permeado se crea por medio de la acumulación de partículas provenientes de la pared celular de los frutos (Vaillant *et al.*, 1999). Esto indica que la naturaleza de la capa de obstrucción cambió con el aumento en la degradación enzimática, disminuyendo su compresibilidad y sensibilidad a la obstrucción interna. Consecuentemente, para lograr un mayor rendimiento durante la filtración, cualquier preparado enzimático debe de adaptarse a estos sustratos específicos y contener al menos suficiente actividad pectinolítica y celulolítica como en el caso de la Rapidase Pomaliq 2F utilizada en los ensayos de piña y melón.

Debe prestarse especial atención a la formulación de las preparaciones enzimáticas diseñadas para adecuarse a una mejor licuefacción de los polisacáridos de la pared celular de las frutas, previo al proceso de microfiltración tangencial.

En este primer ensayo se obtuvo un FRV de 6.5, y dado que el volumen de alimentación fue de 55 L; se obtuvo un rendimiento en términos de jugo clarificado de 84.5%. Chaverri (2003) decidió trabajar con un FRV de 3, el cual fue escogido como el valor óptimo, correspondiente en sus ensayos al Jp más alto alcanzado, y generándole un rendimiento de 66.78% en términos de jugo clarificado.

Procesos de MFT con rendimientos iguales o superiores a 66% y Jp superiores a los 50 L/hm² son compatibles con procesos industriales (Vaillant, 2000).

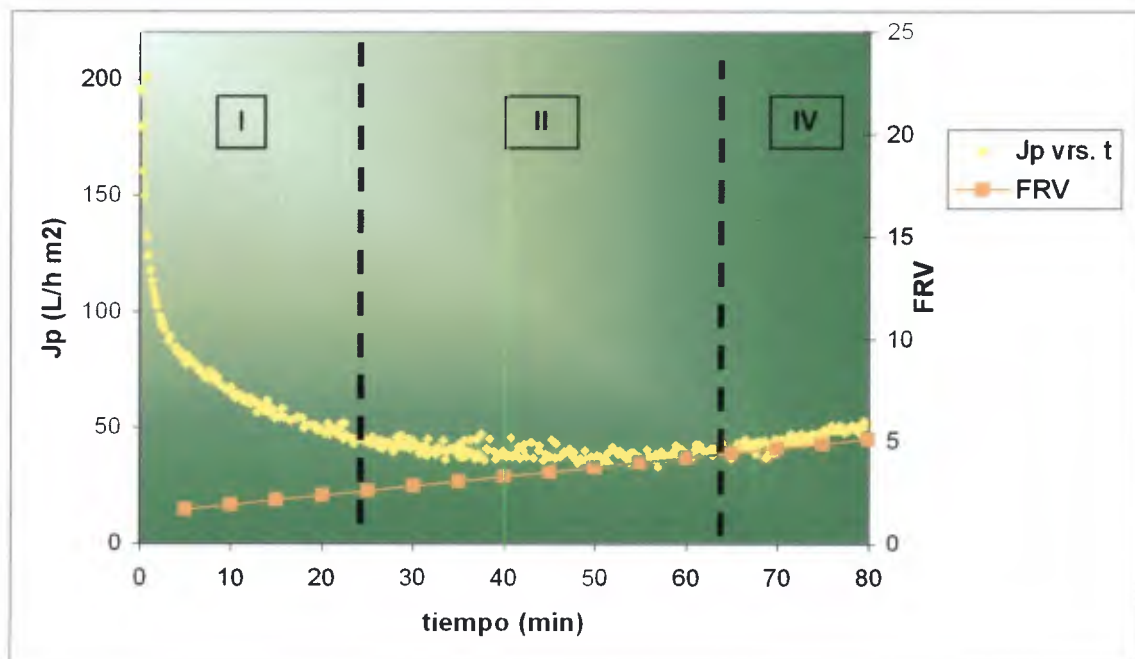


Figura 4.1.2 Jp vs. tiempo y FRV durante el II ensayo de MFT de jugo de piña en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 5.0 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, P_{tm} = 200 KPa, T = 30°C).

Durante el segundo ensayo de MFT realizado con el fruto de la piña (Fig. 4.1.2), en la primera fase, el flujo se comporta de manera similar al observado en

la figura 4.1.1 pues se presenta un descenso rápido del mismo. Inicialmente se obtuvo un valor cercano a los 200 L/hm² y luego descendió hasta los 45 L/hm² al cabo de 25 minutos. Sin embargo, contrario al primer ensayo, el flujo se mantuvo constante a través de la fase II con pequeños altibajos en valores cercanos a 40-45 L/hm², logrando una concentración que alcanzó un FRV de 3. Consecuentemente, no se observó un incremento repentino del flujo una vez finalizada la fase de estabilización; sino un mantenimiento del mismo en la fase IV transcurridos los 80 minutos al final del ensayo. A pesar de ello, se logra una concentración tal, que transcurridos 80 minutos en el proceso, se obtuvo un FRV de 5.

En este ensayo podrían haberse presentado una serie de problemas que repercutieron directamente en esa incapacidad de remontar el flujo.

Uno de ellos es el fenómeno de compactación, el cual se manifiesta por el incremento en el grosor de la membrana o por poros comprimidos, resultando en una reducción del paso del permeado a través de la membrana (Paulson & Wilson, 1987). La pérdida de elasticidad de la membrana se desarrolla a partir de la presión hidráulica utilizada para efectuar la separación.

Otro es la polarización, que ocurre en todas las membranas de flujo tangencial. Ello se refiere a una capa polarizada o de gel, que se deposita en la superficie de la membrana y no puede ser removida incluso después de la acción de autolimpieza de la corriente alimentada de flujo tangencial (Paulson & Wilson, 1987).

Finalmente la obstrucción, que también ocurre en todas las membranas de flujo tangencial y está estrechamente relacionada con la polarización. El término se refiere al crecimiento de la capa polarizada en la superficie de la membrana, hasta que la masa retenida ofrece resistencia hidrodinámica e interfiere con el flujo.

Las proteínas, las grasas y muchos otros sólidos suspendidos tienden a formar geles en la superficie de la membrana (Paulson & Wilson, 1987), afectando los valores de flujo obtenidos.

La diferencia entre obstrucción y polarización puede distinguirse al apagar el sistema. Si la capa de gel se dispersa el problema asociado es la polarización; si permanece se trata de obstrucción.

En la figura 4.1.2 se pudo haber presentado cualquiera de las anteriores posibilidades o una mezcla de ellas. El efecto resultante es una caída del flujo de permeado de forma progresiva y sin posibilidad de recuperación.

En este segundo ensayo se obtuvo un FRV de 5, y un rendimiento en términos de jugo clarificado de 80%.

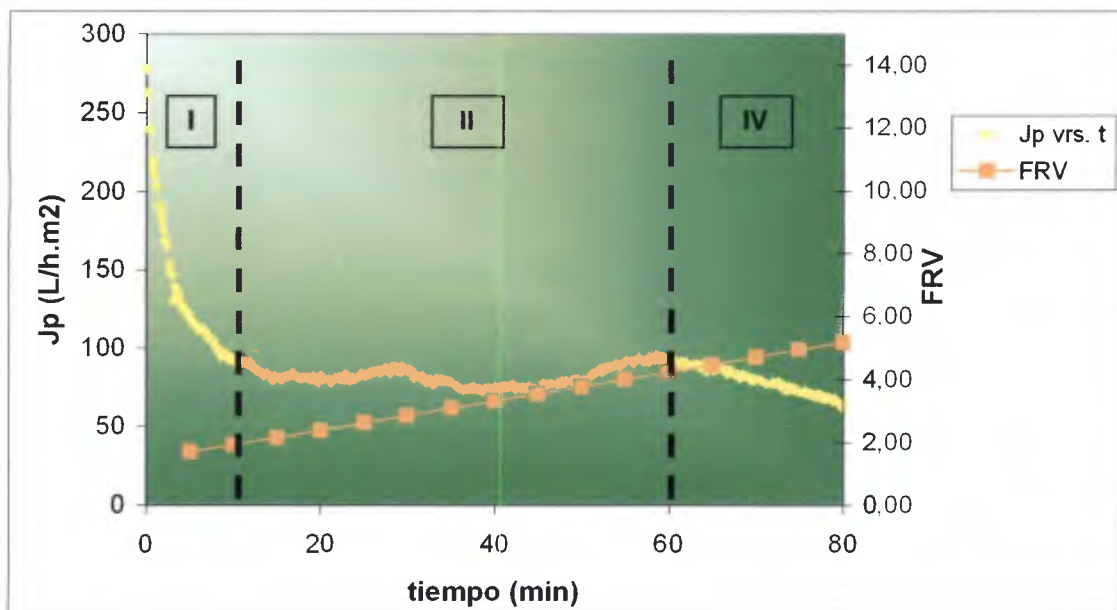


Figura 4.1.3 Jp vs. tiempo y FRV durante el III ensayo de MFT de jugo de piña en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 5.0 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., U = 7 m/s, Ptm = 200 KPa, T = 30°C).

La figura 4.1.3 presenta un comportamiento similar al observado en la figura 4.1.2, con la sola diferencia de que se alcanzó una concentración tal que el FRV al final de los 80 minutos fue superior a 5. El flujo cayó hasta un valor cercano a los 75 L/hm² transcurridos 10 minutos, en donde el FRV fue de 2 y se mantuvo en ese mismo valor con pequeños altibajos a través de toda la fase II. En este punto se sostuvo el valor de flujo de 75 L/hm² y luego se presentó la fase IV donde cayó abruptamente. Es muy probable que de nuevo se hiciera presente alguno de los

problemas que tienen un efecto directo sobre el comportamiento del flujo descritos en la discusión de la figura 4.1.2.

En este tercer ensayo se obtuvo un FRV de 5, y un rendimiento en términos de jugo clarificado de 80%.

En relación a la microfiltración de jugos ricos en pulpa como la piña, la formación de una capa gruesa en la superficie de la membrana, reduce ampliamente el desempeño del proceso. En los jugos de frutas, la obstrucción proveniente de los materiales está principalmente compuesta por una pared celular de polisacáridos, como pectina, celulosa, lignina y hemicelulosa (Yu *et al.*; 1986). Se conoce que estos polisacáridos permanecen químicamente inertes y que tienen poca capacidad de hinchamiento en contraste con los materiales pécticos responsables principalmente de la cohesión de los agregados. Las partículas de la pared celular degradadas por las enzimas se tornan entonces mucho más sensibles al alto cizallamiento ocurrido en la pared de la membrana, originando una capa de colmataje muy fina. Esta capa podría haber estado presente desde la primera etapa del proceso de MFT y perdurar hasta el final.

Otra posible explicación de este resultado puede ser que las sustancias pécticas poseen características físicas diferentes de las proteínas. Las proteínas se pueden visualizar de forma esférica. Al inicio de la formación de la capa de colmataje compuesta por proteínas, la forma esférica deja el espacio suficiente para el paso del permeado. Con la aplicación de la Ptm estos espacios nunca terminan por cerrarse. Las sustancias pécticas se encuentran en la capa de colmataje en formación, de acuerdo con Flath (1980), como una especie de cadena compuesta de múltiples combinaciones de ácido galacturónico unido por puentes de hidrógeno. Cuando se comprime la capa, estos puentes pueden colapsar y las cadenas fragmentadas obstruirían la membrana.

El Jp promedio obtenido para los tres ensayos realizados con el jugo pulposo de piña MD-2 fue cercano a 75 L/hm². Otros autores como Vaillant *et al.*; (2005) reportan para la piña un valor de 70 L/hm², muy similar al obtenido en este caso.

Cuadro 4.1 Resumen de los principales parámetros encontrados durante el proceso de MFT de jugo de piña de la variedad MD2.

# Ensayo	FRV _{prom}	FRV _{t=80 min}	Jp _{prom} (L/hm ²)	Jp _{min} (L/hm ²)	%Rend (jugo clarif. t = 80 min)
I	4.0	6.5	91.9	69.4	84.5
II	3.4	5.0	52.9	33.2	80.0
III	3.4	5.0	87.6	62.1	80.0

El cuadro 4.1 presenta un resumen de los principales parámetros encontrados durante el proceso de MFT de jugo de piña de la variedad MD2 bajo las mismas condiciones de operación. En el se aprecia como los valores de FRV promedio en los 3 ensayos se mantuvo por encima de 3.4 y el FRV después de 80 minutos de proceso tuvo un valor mínimo de 5. Con respecto al Jp promedio se encontraron flujos que oscilaron desde 52.9 en el segundo ensayo, hasta 91.9 L/hm² en el primero. Lo más importante es que los valores alcanzados de Jp promedio son superiores al valor mínimo para una posible aplicación industrial mencionado por Chaverri (2003) de 50 L/hm². Los valores de Jp mínimos alcanzados en los ensayos oscilaron de 33.2 L/hm² de nuevo en el segundo ensayo hasta 69.4 L/hm² en el primero de los ensayos.

Finalmente, en los tres ensayos se obtuvo porcentajes de rendimiento, en términos de jugo clarificado, superiores al 80%. Estos porcentajes son considerados como elevados, de acuerdo al mínimo mencionado por Chaverri (2003) de 66.7% que, de nuevo los hacen factibles para una aplicación industrial.

Al comparar los resultados obtenidos en los ensayos anteriores con los obtenidos por Carvalho *et al.* (1998) en jugo de piña, quienes emplearon una membrana de cerámica tubular de 0.22 µm sin pretratamiento enzimático, se aprecia como en sus ensayos obtienen un Jp promedio de 52 L/hm² y un porcentaje de rendimiento de 67.3%.

4.2 Evolución del flujo de permeado y del FRV durante la MFT de jugo de melón

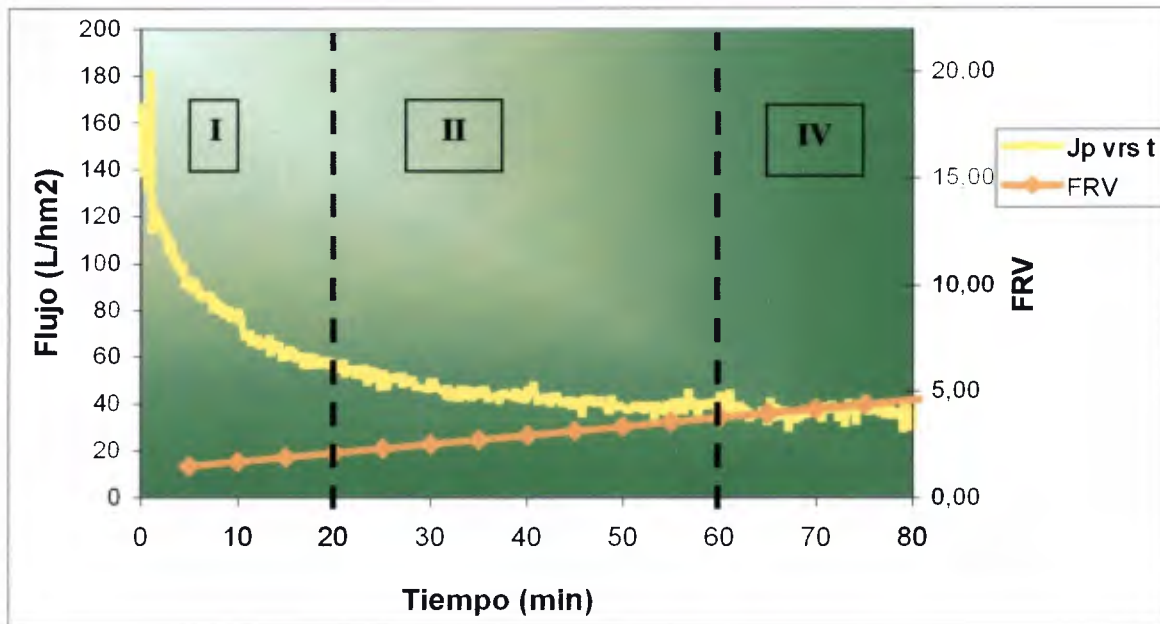


Figura 4.2.1 Jp vrs. tiempo y FRV durante el I ensayo de MFT de jugo de melón en modo de concentración hasta alcanzar un FRV de 5.0 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., $U = 7$ m/s, $P_{tm} = 200$ KPa, $T = 30^{\circ}\text{C}$).

En estos dos ensayos (Fig. 4.2.1 y 4.2.2) se presentan 3 etapas, muy similares a las encontradas en el caso de la piña MD2; con la sola diferencia de que se ubicaron en tiempos distintos durante el proceso de MFT.

La figura 4.2.1 describe el comportamiento del Jp vrs. t y FRV vrs. t en el primer ensayo de jugo pulposo de melón, muy similar al observado en el caso de la piña (figura 4.1.2). En este ensayo se logra una concentración tal que el FRV alcanzó un valor de 5 al cabo de 80 minutos de MFT.

En la primera fase el Jp inició en un valor cercano a los 180 L/hm² y descendió rápidamente en un lapso de 20 minutos hasta un valor de 60L/hm², producto de la formación de la capa de colmataje por alguno de los factores descritos anteriormente. En ese preciso momento el valor de FRV fue de 2.

Al no presentarse una fase de ascenso del flujo donde se presente un crecimiento repentino en el valor de J_p (fase III), sino una fase de estabilización o mantenimiento en los valores del J_p (fase II); se terminó de evidenciar la formación de una capa de colmataje que obstruyó la superficie de la membrana de cerámica y repercutió directamente en los valores de J_p al final de esta fase, alcanzando un valor de 40 L/hm^2 .

El flujo continuó descendiendo lentamente durante la fase IV sin posibilidad aparente de recuperación desde 40 L/hm^2 , hasta alcanzar un valor de 30 L/hm^2 y un FRV de 5 al final del proceso de MFT; por lo tanto el rendimiento en términos de jugo clarificado fue de 80%.

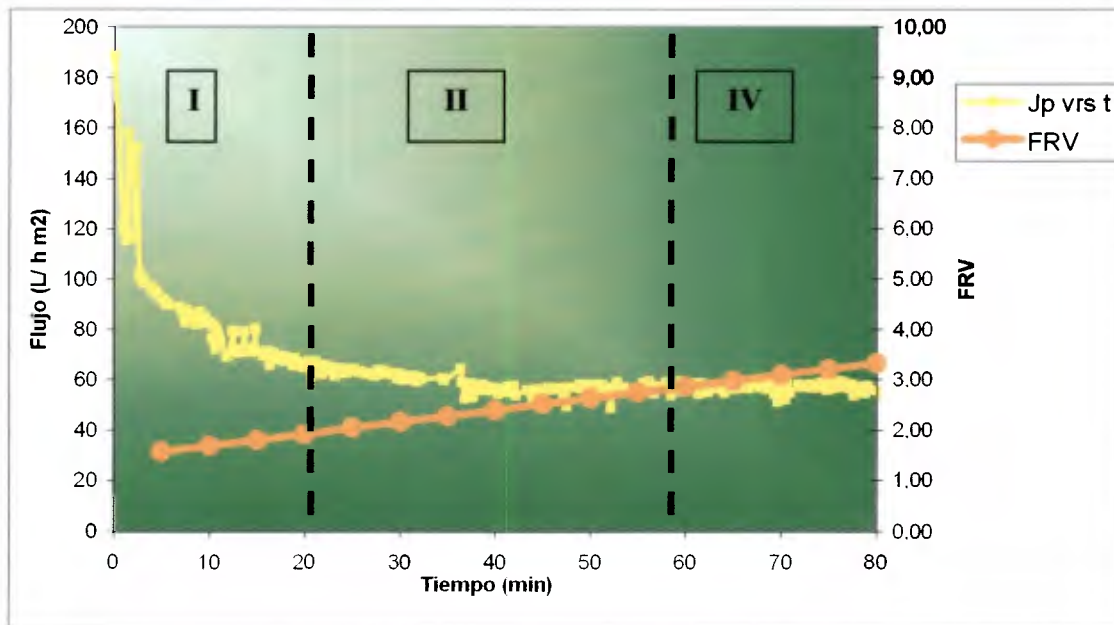


Figura 4.2.2 J_p vrs. tiempo y FRV durante el II ensayo de MFT de jugo de melón en modo de concentración hasta FRV de 3.4 bajo las mismas condiciones de operación (Concentración Rapidase Pomaliq 2f 250 p.p.m., $U = 7 \text{ m/s}$, $P_{tm} = 200 \text{ KPa}$, $T = 30^\circ\text{C}$).

En la figura 4.2.2 se presenta un comportamiento muy similar a la figura anterior (Fig. 4.2.1). La diferencia entre las figuras radica en la concentración de retenido obtenida al final del ensayo, ya que el valor del FRV de 3.4 alcanzado al final de este II ensayo fue inferior transcurridos 80 minutos de proceso; por lo tanto el rendimiento en términos de jugo clarificado fue de 71%. Sin embargo el

comportamiento del flujo de permeado con respecto al tiempo mostró un recorrido casi idéntico, con las mismas fases presentes.

Al inicio de este II ensayo, el flujo indicó un valor cercano a los 180 L/hm² y descendió bruscamente al cabo de 20 minutos hasta 60 L/hm² durante la fase I. En esta primera fase, de nuevo se da una obstrucción en la superficie de la membrana mediante la formación de una capa de colmataje en la superficie de la membrana de cerámica. Durante los siguientes 40 minutos, el flujo desciende levemente hasta alcanzar un valor de 55 L/hm². En esta fase II, se obtuvo el valor máximo en el Jp de 64 L/hm² recién transcurridos 35 minutos en el ensayo. En este preciso momento se observó un pequeño pico en la gráfica del Jp vrs t; además el valor del FRV alcanzado fue de 2.5. En la fase IV, ocurrida de los 60 a los 80 minutos, el flujo continuó descendiendo hasta alcanzar un valor de 50 L/hm² y una concentración tal que el FRV fue de 3.4; por lo tanto el rendimiento en términos de jugo clarificado fue de 70.6%.

Cuadro 4.2 Resumen de los principales parámetros encontrados durante el proceso de MFT de jugo de melón de la variedad Cantaloupe.

# Ensayo	FRV _{prom}	FRV _{t=80 min}	Jp _{prom} (L/hm ²)	Jp _{min} (L/hm ²)	%Rend (jugo clarif., t = 80 min)
I	3.0	5.0	56.72	36.7	80.0
II	2.8	3.4	61.9	51.8	70.6

El cuadro 4.2 presenta un resumen de los principales parámetros encontrados durante el proceso de MFT de jugo de melón de la variedad Cantaloupe bajo las mismas condiciones de operación. Se aprecia cómo los valores de FRV promedio en los 3 ensayos se mantuvo cerca de 3.0 y el FRV después de 80 minutos de proceso tuvo un valor mínimo de 3.4. Con respecto al Jp promedio se encontraron flujos que oscilaron desde 56.72 en el primer ensayo, hasta 61.9 L/hm² en el segundo. Lo más importante es que los valores alcanzados de Jp promedio son superiores al valor mínimo para una posible aplicación

industrial mencionado por Chaverri (2003) de 50 L/hm². Los valores de Jp mínimos alcanzados en los ensayos oscilaron de 36.7 L/hm² en el primer ensayo hasta 51.8 L/hm² en el segundo de los ensayos.

Finalmente, en los dos ensayos se obtuvo porcentajes de rendimiento, en términos de jugo clarificado, superiores al 70%. Estos porcentajes son considerados como elevados de acuerdo al valor obtenido en el primer ensayo de 80%, con respecto al mínimo mencionado por Chaverri (2003) de 66.7% que, de nuevo los hacen factibles para una aplicación industrial.

Al comparar los resultados con los datos obtenidos por Chaverri (2003) se observa como el flujo promedio de permeado para los dos ensayos de melón fue cercano a 60 L/hm². Chaverri obtuvo un valor promedio de 70 L/hm² en sus ensayos, un valor un poco más alto. Por lo tanto, los resultados obtenidos poseen valores intermedios en comparación con el promedio de los flujos obtenidos por Vaillant (2000) con otros jugos pulposos (maracuyá 40 L/hm², piña 70 L/hm², mandarina 50 L/hm² y mango 60 L/hm²). Además, los flujos iniciales de jugo clarificado son muy altos, cercanos a los 180 L/hm². Chaverri (2003) reporta en sus ensayos valores de FRV de 3.5, mientras que en este caso se obtuvo un valor mínimo muy similar de 3.4 y un valor muy alto en el FRV de 5.

Según Vaillant (2000), en estudios de MFT con jugo de maracuyá, se observó una influencia importante del nivel de la concentración de la enzima respecto al Jp. Si la hidrólisis enzimática es leve, la matriz de compuestos colmatantes permanece insoluble y los compuestos circulan en el interior en forma de grandes moléculas que barren la membrana y forman una capa protectora permeable contra el colmataje interno. Si la hidrólisis es intermedia (cuando se emplea una concentración de enzima entre 250-300 p.p.m.), se inicia la solubilización de las macromoléculas destruyendo la estructura de la capa protectora de la membrana. Algunas moléculas de tamaño pequeño pueden introducirse en el interior de los poros causando su bloqueo y aumentando la incidencia del colmataje interno.

El tercer ensayo no pudo ser graficado por problemas en el software a la hora de realizar la toma de los datos; por lo tanto no fue tomado en consideración a la hora de presentar los resultados.

4.3 Caracterización físico-química del jugo pulposo y clarificado de piña

Las características físicas y químicas más importantes del jugo pulposo y clarificado de piña recolectadas a un FRV = 3, se presentan en el cuadro 4.3.1.

Cuadro 4.3.1 Características físico-químicas del jugo pulposo y clarificado de piña.

Parámetro	Jugo pulposo ⁽¹⁾	Jugo clarificado ^(1,2)	Recuperación
Humedad (BH)	86,7(0,7)%	87.0(0,9)%	100%
Acidez	0,55(0,03)%	0,55(0,01)%	100%
pH	3,57(0,07)	3,54(0,04)	99%
Vitamina C (HPLC)	53(6) mg/100g	50(6) mg/100g	94%
Carotenoides	3,8(0,02) µg/g	ND	-
° Brix / 25°C	12,3(0,6)	12,0(0,5)	98%
Turbidez (NTU)	2664(491)	0.56(0,15)	-
L*	65(3)	77(2)	-
Angulo Hue	-77.2(0,4)	-63.97(0,2)	-
Chroma	21.04(0,5)	9.50(0,3)	-

(1) Promedio de tres muestras

(2) Muestras de clarificado recolectadas a FRV = 3

ND No Detectado

El contenido de humedad se mantuvo similar entre el jugo pulposo y el clarificado (86.7-87 %). La acidez se expresó de manera porcentual como ácido cítrico y en ambos jugos se encontró un porcentaje igual a 0.55 %, reflejo de una baja acidez de la variedad MD2, comparada con otras variedades de piña. Flath (1980), reporta para otras variedades, porcentajes de 0.5 a 1.62 %.

El pH fue de 3.57 en el jugo pulposo y de 3.54 en el clarificado, el cual está correlacionado con el valor de acidez de ambos jugos.

La variedad MD-2 es altamente rica en vitamina C (53 mg/100g) en comparación con otras variedades. Por ejemplo, para la variedad Smooth

Cayenne descrita por Dull (1971), se reporta un contenido que varía entre 10 a 25 mg/100g en la fruta fresca.

Sin embargo, se observó una pequeña pérdida en el contenido de vitamina C durante el procesamiento equivalente a un 6 % entre el jugo pulposo y el clarificado. El porcentaje de recuperación fue de 94 %. Esta pérdida se podría deber, a la exposición directa al oxígeno a la cual fue sometido el jugo. Probablemente, esta merma se podría haber reducido si se sometiera el jugo a un proceso de degasificación antes de la MFT.

El contenido de compuestos carotenoides en el jugo pulposo de piña fue de 3,8 $\mu\text{g/g}$, considerado un contenido alto en comparación con variedades como la Smooth Cayenne de 0.2 a 2.9 mg/g (Dull, 1971), en donde se cree que el principal compuesto carotenoide determinado fue el β -caroteno. La mayor cantidad de compuestos responsables en su mayoría de otorgar el color, se encuentran presentes en la pulpa. Como se mencionó anteriormente, estos compuestos insolubles fueron los responsables de la formación de la capa de obstrucción o de colmataje y quedaron retenidos en la superficie de la membrana. Como estos compuestos son insolubles en agua y en su mayoría están asociados con fragmentos de la pared celular, son retenidos en el proceso de MFT por la membrana junto con la pulpa (Vaillant *et al.*, 2005). Por lo tanto, en el jugo clarificado no fue posible detectar la presencia de compuestos carotenoides, en donde el porcentaje de recuperación fue de 0%.

Según Vaillant (2005), se ha observado que al utilizar membranas de cerámica, se retiene una cantidad considerable de pigmentos carotenoides. Estos, corresponden a la mayoría de los pigmentos presentes en la piña.

El contenido de sólidos solubles (12.3 y 12° Brix) de los jugos de piña de la variedad MD2 es un indicador del alto contenido de azúcares en esta fruta. Se obtuvo un porcentaje de recuperación del 98 % en este parámetro (Cuadro 4.3.1). Esta diferencia se debe en su mayoría a la alta presencia de sólidos suspendidos en el jugo pulposo que pudieron interferir en la medición del índice de refracción (Vaillant *et al.*, 1999). Si se hubiese medido la concentración de los principales

azúcares presentes (glucosa, fructosa y sacarosa) por medio de HPLC, quizás no se habría encontrado una gran diferencia en el contenido de azúcares entre los dos jugos.

El color del jugo pulposo obtenido a través de los parámetros (L^* , Ángulo Hue y Chroma) fue un amarillo intenso, en contraste con el jugo clarificado, el cual fue traslúcido con muy pocos matices amarillos casi imperceptibles. La mayoría del color presente en el jugo pulposo no pudo atravesar la membrana y fue recogido y concentrado en el retenido. El β -caroteno se encontró presente mayoritariamente en el retenido como parte de los sólidos insolubles suspendidos dada la interacción química con el material de la membrana que retiene compuestos apolares (hidrófobos). Se formó una capa integrada por fragmentos de la pared celular de los compuestos insolubles presentes en la pulpa.

4.4 Caracterización físico-química del jugo pulposo y clarificado de melón

Las características físicas y químicas más importantes del jugo pulposo y clarificado de melón recolectadas a un FRV = 2.5 se encuentran descritas en el cuadro 4.4.1.

Cuadro 4.4.1 Características físico-químicas del jugo pulposo y clarificado de melón.

Parámetro	Jugo pulposo ⁽¹⁾	Jugo clarificado ^(1,2)	Recuperación
Humedad (BH)	93,6(0,7)%	94,2(0,7)%	100%
Acidez	0,57(0,03)%	0,61(0,03)%	100%
pH	6,25(0,01)	6,82(0,10)	100%
Vitamina C (HPLC)	27(6) mg/100g	14(6) mg/100g	52%
Carotenoides	2,1(0,02) μ g/g	ND	-
° Brix / 25°C	7,4(0,6)	6.0(0,6)	81%
Turbidez (NTU)	3100(428)	0.28(0,15)	-
L^*	24,99(2)	12,94(1)	-
Ángulo Hue	77,54(0,9)	-59,14(0,5)	-
Chroma	11,43(0,6)	0,92(0,2)	-

⁽¹⁾ Promedio de dos muestras

⁽²⁾ Muestras de clarificado recolectadas a FRV = 2.5

ND No Detectado

Se obtuvo un alto contenido de humedad entre el jugo pulposo y el clarificado (93.6-94.2 %). El fruto del melón se considera como una fruta menos fibrosa que la piña; lo cual deriva en un mayor contenido de humedad en ambos jugos. De nuevo, la acidez se expresó porcentualmente como ácido cítrico obteniendo valores de 0.57 y 0.61% en el jugo pulposo y clarificado respectivamente. El pH medido fue de 6.25 en el jugo pulposo y de 6.82 en el clarificado, lecturas tendientes a la neutralidad. Esta diferencia en el resultado entre los dos jugos se podría de nuevo deber principalmente, a la fermentación ocurrida en el clarificado durante el procesamiento y almacenamiento en congelación.

Se observó un pobre contenido de vitamina C en ambos jugos (27 y 14 mg/100g). La pérdida en el contenido conjunto de los ácidos ascórbico y dehidroascórbico durante el procesamiento fue de casi un 52 % entre el jugo pulposo y el clarificado. Esta enorme pérdida se debió mayoritariamente al efecto de la luz y a la exposición directa al oxígeno a la cual fue sometido el jugo a pesar de que esta determinación se realizó el mismo día del ensayo. Vaillant (2005) reportan una pérdida porcentual de 7% en el jugo clarificado con respecto al pulposo para esta fruta y lo atribuye directamente a la exposición al oxígeno durante el procesamiento. Algunos autores como Pratt (1971) mencionan el efecto protector que puede ejercer la acidez sobre el contenido de vitamina C en algunas frutas de baja acidez como las fresas y cuestionan la estabilidad de esta vitamina a pH bajos. Esta disminución en el contenido de vitamina C se podría haber reducido si se sometiera el jugo a un proceso de degasificación antes de la MFT.

Se obtuvo un contenido de compuestos carotenoides en el jugo pulposo de melón de 2,1 µg/g. Abduljalil *et al.* (2002) reportan un contenido total de carotenoides promedio de 12,3(0,23) p.p.m. en 4 muestras de melón Cantaloupe congelado. Mientras que Pratt (1971) reportó un rango de 8-25 p.p.m. en el contenido total de carotenoides. Prácticamente, en todas las frutas pulposas, la mayor cantidad de compuestos responsables de otorgar el color son pigmentos liposolubles que se adsorben sobre la pulpa. Estos compuestos insolubles son los

responsables de la formación de la capa de colmataje y resultan retenidos en la superficie de la membrana provocando un trastorno en el Jp. No fue posible detectar compuestos carotenoides en el jugo clarificado de melón, ya que estos habrían quedado retenidos presuntamente en la superficie de la membrana.

Según Vaillant (2005), el principal compuesto carotenoide encontrado en melón fresco de esta misma variedad fue el β -caroteno, en una concentración de 40,7 mg/L. El β -caroteno quedó atrapado en el retenido probablemente porque está fuertemente asociado con la membrana y las estructuras de la pared celular. Del mismo modo, este pigmento tiene una fuerte atracción por los compuestos hidrófobos contenidos en los sólidos insolubles suspendidos y no es atraído por la fracción soluble. Por ello, paralelamente con la producción de jugo de melón clarificado, la MFT resulta ser una alternativa genuina para concentrar β -caroteno.

Este hecho es de gran interés no solo como fuente natural de β -caroteno, sino por su alta actividad en provitamina A, propiedades colorimétricas en los alimentos y por ser un antioxidante efectivo reportado en estudios clínicos (Vaillant *et al.*, 2005).

El contenido de sólidos solubles fue mayor en el jugo pulposo en comparación con el retenido (7,4 a 6). El porcentaje de recuperación fue de 81%. En el jugo pulposo se encuentran presentes mayoritariamente sólidos suspendidos solubles e insolubles además de azúcares responsables de este valor. Sin embargo, en el jugo clarificado solo se encuentran presentes aquellos compuestos capaces de atravesar la membrana, reduciendo considerablemente el valor obtenido.

El color del jugo pulposo obtenido a través de los parámetros (L^* , Ángulo Hue, Chroma) fue un naranja intenso, en contraste con el jugo clarificado, el cual fue traslúcido con muy pocos matices naranjas casi imperceptibles. La mayoría de los compuestos coloreados presentes en el jugo pulposo fueron incapaces de atravesar la membrana. Estos compuestos fueron recogidos y concentrados durante el proceso de MFT en el retenido. Estos resultados concuerdan con los encontrados por Vaillant *et al.*; (2005) quien reporta 135,3 mg/L como contenido

total de β -caroteno en el retenido para el melón Cantaloupe concentrado 3,3 veces.

Consecuentemente, el retenido puede ser altamente evaluado para ser comercializado como parte importante de las bebidas reconstituidas que combinan propiedades nutricionales y funcionales con el color.

4.5 Componentes del aroma en los jugos pulposos y clarificados de piña

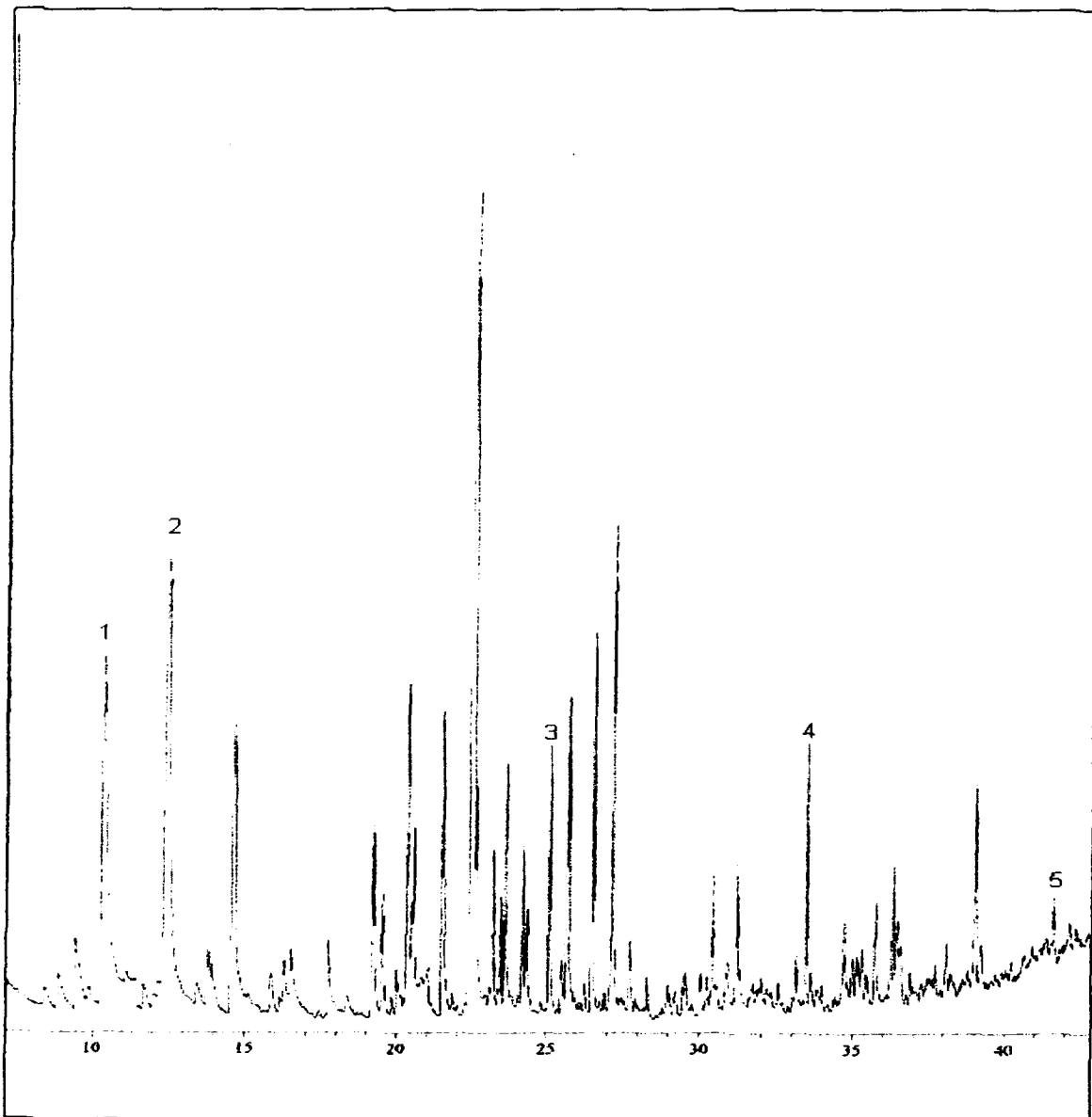


Figura 4.5.1 Cromatograma del jugo pulposo de piña utilizado en la MFT.

La figura 4.5.1 presenta uno de los cromatogramas obtenidos para el análisis de aromas de una muestra de jugo pulposo de piña. Allí aparecen numerados los principales compuestos identificados y seleccionados como marcadores especificados en el cuadro 4.5.1. En esta figura se observa una buena separación de los componentes.

Los compuestos seleccionados como marcadores se presentaron claramente en todas las muestras de jugo pulposo de piña en diversas concentraciones.

Cuadro 4.5.1 Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo pulposo de piña utilizado en la MFT.

# Pico	Compuesto aromático	tR promedio ⁽¹⁾ (min)	IK ⁽³⁾	SI ⁽¹⁾	Concentración mg/L ^(1,2)
1	3-Metiltiopropanoato de metilo	10,33	1513	79	148,8(9,6)
2	2,5-Dimetil-4-metoxi-3(2H)furanona	12,66	1584	90	182,6(96,2)
3	4-Acetoxihexanoato de metilo	25,09	1726	83	75,3(47,9)
4	δ -Nonalactona	33,47	2010	86	43,8(0,5)
5	Ftalato de diisobutilo	41,58	2526	81	47,5(8,1)

⁽¹⁾ Promedio de tres muestras

⁽²⁾ Muestras de jugo pulposo recolectadas a FRV = 3

⁽³⁾ Umano *et al.*, (1992).

El cuadro 4.5.1 contiene los compuestos aromáticos identificados en el jugo pulposo de piña, el tiempo de retención promedio, el Índice de Kovats (IK), la correlación obtenida en la identificación y la concentración promedio en p.p.m.(mg/L) para cada compuesto aromático seleccionado.

Hulme (1970) reporta para la piña un alto contenido de ésteres y, algunas ketonas y lactonas.

Uno de los compuestos identificados fue el 3-Metiltiopropanoato de metilo (Cuadro 4.5.1). Este éster fue identificado por Hulme (1970) quien encontró que el éster representaba una fracción importante de los compuestos volátiles de la piña, por lo que se esperaba que contribuyera ampliamente con el aroma y sabor de la fruta. En el presente estudio se encontró una concentración de 148.8 p.p.m. en

ese compuesto. Sin embargo, en estudios posteriores de otros autores, se determinó por medio de pruebas con ésteres que contenían sulfuros, que la mezcla no brindaba un sabor agradable. En concentraciones elevadas, se percibía como un sabor a sobremaduro. De todos modos, Broderick (1975) sostuvo que el 3-Metiltiopropanoato de metilo fue adaptado para ser utilizado en los aromas de piña comerciales. Sumado a esto, Fenaroli (1971) lo reporta en un listado de compuestos aromáticos en la piña encontrados en baja concentración. La concentración de este tipo de compuestos sulfurados se ve reducida con el progreso de la madurez en el fruto (Takeoka *et al.*, 1991).

Uno de los compuestos más importantes reportados por Hulme (1970) fue el 2,5-Dimetil-4-hidroxi-3(2H) furanona (DMHF). Esta furanona fue también reportada por Pittet *et al.*, (1970) en cuanto a su olor y gusto en agua de 0,1 a 0,3 p.p.m. El olor fue descrito como caramelo, dulce, de carácter frutal y con un alto grado de inestabilidad en presencia de aire. Pittet *et al.*, (1970) lo identificaron como un producto proveniente de la hidrogenólisis del acetilformol. En años pasados, el análisis de los precursores del aroma y de sus intermediarios, especialmente los glicósidos en frutas como uvas, melocotones y papayas, ha recibido especial interés y atención (Schwab & Schreier, 1988). Estos autores encontraron que los compuestos aromáticos presentes en las frutas, podrían estar tanto de forma libre como ligados a los azúcares en forma de glicósidos. En un estudio previo (Wu *et al.*, 1990) reportó la presencia de 2,5-dimetil-4-hidroxi-3(2H)furanona (DMHF) en la piña. La mayoría de los glicósidos volátiles ligados que pudieron ser aislados, fueron hidroxi compuestos y lactonas. El DMHF fue el compuesto más abundante (Wu *et al.*, 1990). Este se considera un producto de la degradación de azúcares, el cual otorga un característico e intenso olor a piña (Naim *et al.*, 1993). Una vez formada esta furanona, puede ser degradada en otros compuestos aromáticos por la acción del aire. Según Silverstein (1971), su aroma puede ser descrito como “piña quemada” o “caramelo”. En el presente estudio no se presentó directamente este compuesto, sino un compuesto muy similar,

probablemente producto de su degradación e identificado como 2,5-Dimetil-4-metoxi-3(2H) furanona, de concentración 182,6 p.p.m.

Algunos olores provenientes de compuestos denominados lactonas se encontraron en la piña, en particular la δ -nonalactona (43,8 p.p.m.), la cual es responsable por el aroma residual a coco presente en el fruto maduro. El aroma característico de varios ésteres alifáticos se hizo presente de la misma manera en la piña, otorgando olores similares a los encontrados en el ron, la manzana, la ciruela y en el banano (Fenaroli, 1971). Algunos de estos ésteres tienen el rol de completar el aroma característico en la fruta. Se encuentra disponible alguna información referente al olor característico de los compuestos insaturados, hidroxí o acetoxi ésteres reportados inicialmente por Fenaroli, (1971).

Hulme (1970) demostró que la concentración de los hidroxí y acetoxi ésteres se incrementa durante la madurez del fruto de piña. Uno de estos compuestos es el 4-Acetoxihexanoato de metilo presente en los ensayos en una concentración de 75,3 p.p.m. y descrito por Muller & Wilhalm (1971) como un éster repulsivo.

El último compuesto identificado y seleccionado como marcador es el Ftalato de diisobutilo, el cual presentó una concentración promedio de 47,5 p.p.m. en el jugo pulposo. Este compuesto aparece con un tiempo de retención de 41,5 minutos debido a su peso molecular. Además, es considerado como un compuesto volátil identificable fácilmente en los sustratos frutales según Muller & Wilhalm (1971).

Cuadro 4.5.2 Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo pulposo de piña.

# Ensayo	Masa jugo pulposo (±0.02) (Kg)	Masa muestra seca en el vial (±0.0003) (g)	Masa Global Aromas (±0.0003) (mg)	Concentración Aromas (±0.3) (p.p.m.)
I (1)	0,24991	0,0475	47,5	190,0
I (2)	0,24900	0,0469	46,9	188,3
II (1)	0,24956	0,0465	46,5	186,3
II (2)	0,24938	0,0239	23,9	95,8
III (1)	0,24969	0,0429	42,9	171,8
III (2)	0,25000	0,0321	32,1	128,4

(1) Primera extracción

(2) Segunda extracción

El cuadro 4.5.2 presenta la determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo pulposo de piña. Para cada ensayo se realizaron dos extracciones bajo las mismas condiciones. Producto de estas concentraciones en el jugo pulposo de piña se obtuvo un promedio de 160 mg/kg de un total de seis extracciones.

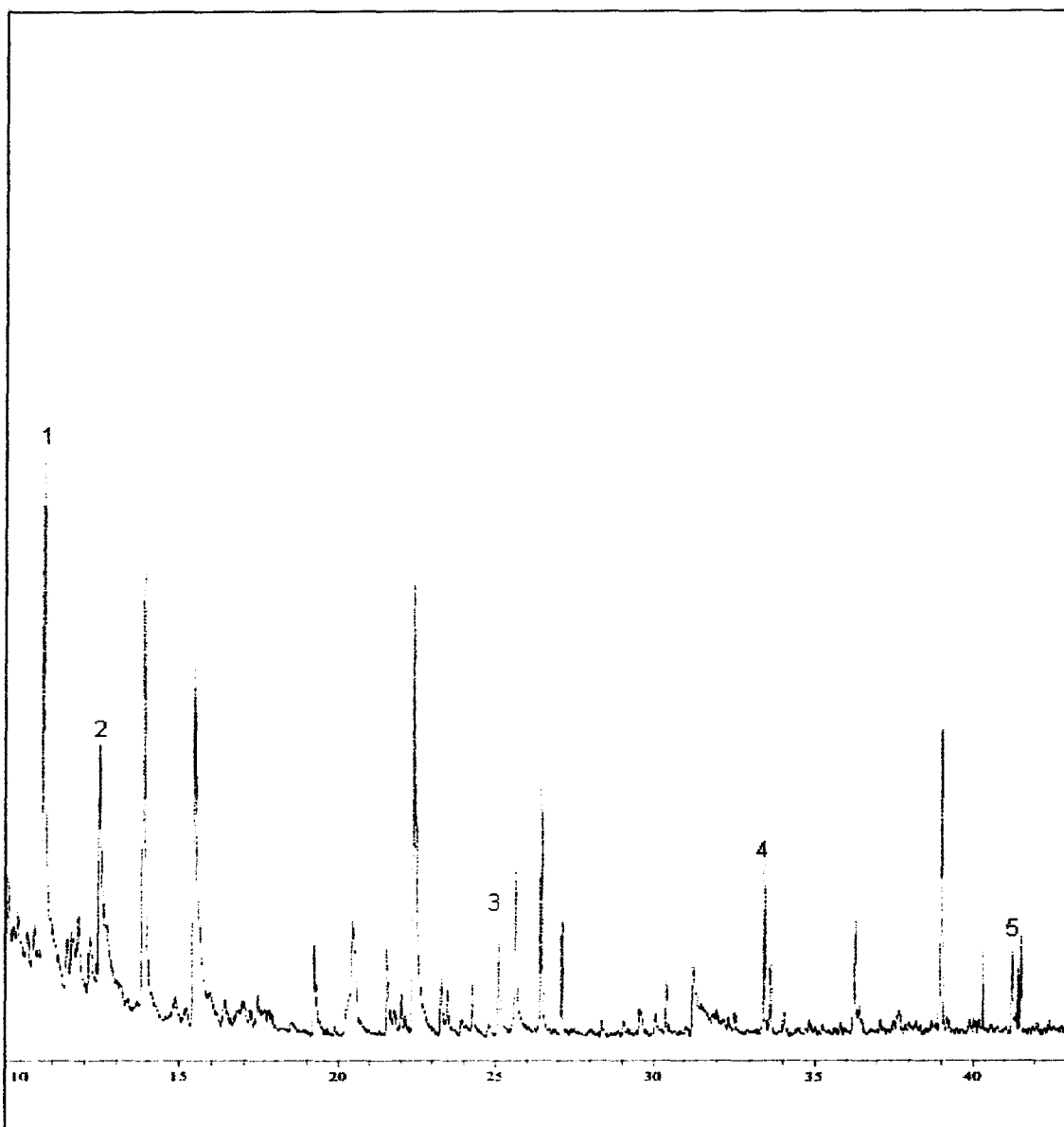


Figura 4.5.2 Cromatograma del jugo clarificado de piña obtenido por la MFT

La figura 4.5.2 presenta uno de los cromatogramas obtenidos para el análisis de aromas de una muestra de jugo clarificado de piña. De nuevo aparecen numerados los principales compuestos identificados y seleccionados como marcadores. A diferencia de la figura 4.5.1., en este cromatograma las áreas representadas por los picos mostraron una menor intensidad, lo que se observa en las concentraciones estimadas para cada compuesto. Además se redujo la cantidad de picos presentes con respecto al jugo pulposo de piña.

Cuadro 4.5.3 Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo clarificado de piña obtenido de la MFT.

# Pico	Compuesto aromático	tR promedio ⁽¹⁾ (min)	IK ⁽³⁾	SI ⁽¹⁾	Concentración mg/L ^(1,2)
1	3-Metiltiopropanoato de metilo	10,33	1513	79	15.7(19,4)
2	2,5-Dimetil-4-metoxi-3(2H)furanona	12,66	1584	90	17,4(0,4)
3	4-Acetoxihexanoato de metilo	25,09	1726	83	10.0(1,9)
4	δ -nonalactona	33,47	2010	86	7.5(0,2)
5	Ftalato de diisobutilo	41,580	2526	81	11.3(0,8)

(1) Promedio de tres muestras

(2) Muestras de clarificado recolectadas a FRV = 3

(3) Umano *et al.*, (1992)

En el cuadro 4.5.3 se presentan los compuestos aromáticos identificados en el jugo clarificado de piña obtenido por el proceso de MFT, correspondientes a los aromas que se señalan como “marcadores” en la figura 4.5.3.

En general, se puede observar en el jugo clarificado de piña un menor contenido de los compuestos volátiles identificados, con pérdidas de 70-90%.

Aunque el proceso de MFT afectó directamente la concentración de todos los compuestos aromáticos seleccionados como marcadores, se encontraron las mayores pérdidas (90% aproximadamente) en los compuestos de bajo peso molecular, con bajo punto de ebullición y que por ende son altamente volátiles, los cuales aparecen en un tiempo de retención inferior a los 20 minutos. Es probable que una gran parte de estos compuestos hayan quedado retenidos en la capa de colmataje.

Cuadro 4.5.4 Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo clarificado de piña.

# Ensayo	Masa jugo pulposo (±0.02) (Kg)	Masa muestra seca en el vial (±0.0003) (g)	Masa Global Aromas (±0.0003) (mg)	Concentración Aromas (±0.3) (p.p.m.)
I (1)	0,250100	0,0330	33,0	131,9
I (2)	0,249334	0,0364	36,4	145,9
II (1)	0,249888	0,0470	47,0	188,0
II (2)	0,249917	0,0478	47,8	191,2
III (1)	0,250100	0,0256	25,6	102,3
III (2)	0,249871	0,0396	39,6	158,4

- (1) Primera extracción
- (2) Segunda extracción

El cuadro 4.5.4 presenta la determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo clarificado de piña. Para cada ensayo se realizaron dos extracciones bajo las mismas condiciones. Producto de estas concentraciones en el jugo clarificado de piña se obtuvo un promedio de 153 mg/kg de un total de seis extracciones.

4.6 Componentes del aroma en los jugos pulposos y clarificados de melón

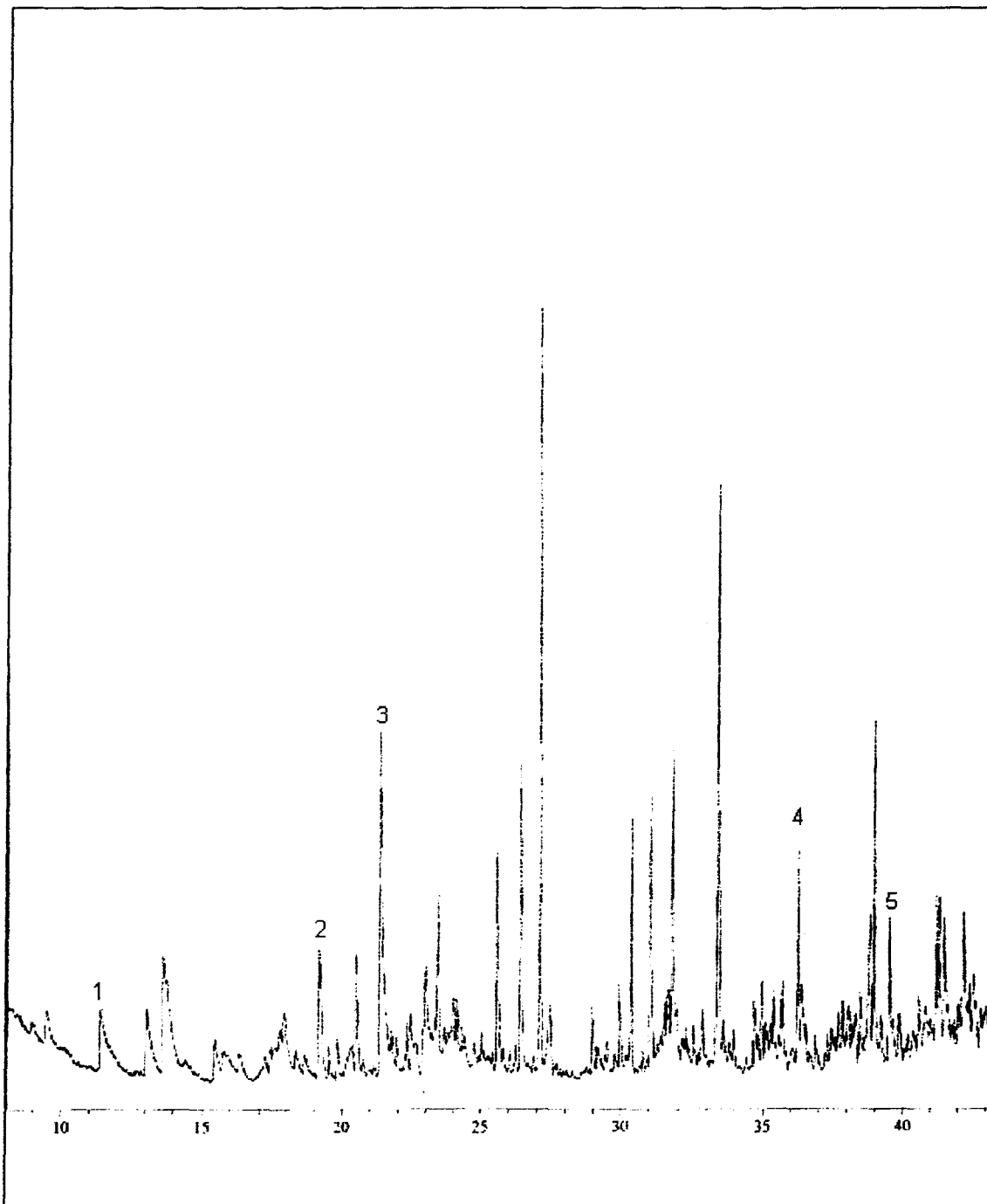


Figura 4.6.1 Cromatograma del jugo pulposo de melón utilizado en la MFT.

La figura 4.6.1 presenta uno de los cromatogramas obtenidos en una muestra de jugo pulposo de melón. En ella aparecen numerados los principales compuestos identificados y seleccionados como marcadores. En los primeros veinte minutos del cromatograma, los picos no se encuentran claramente separados como en el caso de la piña. Probablemente, para el melón, la rampa de temperaturas utilizada, no permitió una adecuada separación de los componentes. Hubiese sido mejor utilizar un incremento en la temperatura de la columna de 1°C/min en vez de 2°C/min para lograr una mejor separación. Sin embargo al alcanzar una temperatura de 70°C, aunque el flujo aumentó a razón de 4°C/min; se logró una separación muy similar a la obtenida en el jugo pulposo de piña.

Cuadro 4.6.1 Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo pulposo de melón utilizado en la MFT.

# Pico	Compuesto aromático	tR promedio ⁽¹⁾ (min)	IK ⁽³⁾	SI ⁽¹⁾	Concentración mg/L ^(1,2)
1	Alcohol bencílico	11,401	1033	82	10,2(2,1)
2	Octanoato de etilo	19,547	1194	81	8,6(1,6)
3	Acetato de 3-fenilpropílico	21,427	1373	88	38,7(10,2)
4	Decanoato de etilo	36,292	1392	87	24(2)
5	α-farneseno	39,510	1496	87	16,7(2,2)

⁽¹⁾ Promedio de dos muestras

⁽²⁾ Muestras de jugo pulposo recolectadas a FRV = 2.5

⁽³⁾ Beaulieu & Grimm, (2001)

El cuadro 4.6.1 presenta los compuestos identificados en el jugo pulposo de melón obtenido por el proceso de MFT, los cuales se señalan en la figura 5.2.1.

Gran parte del sabor en jugos, se debe a componentes volátiles que residen en el espacio de cabeza sobre el jugo. Estos componentes se hallan en concentraciones muy bajas en presencia de grandes cantidades de agua (Parliment, 1986). Según este autor, los compuestos volátiles reportados en el melón Cantaloupe, fueron esencialmente ésteres aromáticos y alifáticos.

El primer compuesto identificado satisfactoriamente fue el alcohol bencílico, el cual se muestra a un tiempo de retención de 11,4 minutos en el cuadro 4.6.1. En este compuesto, la concentración promedio en el jugo pulposo de melón fue de

10,2 mg/L. Los picos de los alcoholes se pueden traslapar con aquellos de los ésteres vecinos por culpa de un incremento o disminución de la temperatura en la columna. El orden de elución de los ésteres permanece constante a pesar de los cambios de temperatura, pero el orden de elución de los alcoholes puede variar considerablemente por este efecto. Esto radica en que los alcoholes están más fuertemente asociados con la fase acuosa que con los ésteres. La contribución de los alcoholes en la presión de vapor del sistema cerrado no es suficiente para el aislamiento de cantidades detectables. Sin embargo, el alcohol bencílico fue detectado de forma constante en los ensayos en concentraciones bajas. De igual manera, debe considerarse posible que los alcoholes sean artífices resultantes de la hidrólisis de los ésteres. Grandes cantidades de los ésteres altamente volátiles juegan un rol crítico en la integración del sabor del melón y son fundamentales para otorgar ese fuerte aroma característico.

La reducción de los ésteres parece ser un paso importante en la pérdida de frescura durante el almacenamiento del melón fresco. Estos ésteres pueden potencialmente servir como compuestos precursores para la síntesis de compuestos volátiles secundarios del aroma. Los ésteres inactivos son enzimáticamente transformados en aldehídos y alcoholes con propiedades antimicrobianas. Los compuestos formados son responsables del sabor amargo y astringente que se encuentra comúnmente en la cáscara de algunas frutas. Estos cambios en las cantidades de ésteres y terpenoides afectan el sabor de la fruta (Lamikanra & Richard, 2002).

El siguiente compuesto identificado fue el Octanoato de etilo, el cual se hizo presente en un tiempo de retención promedio de 19,5 minutos. La concentración presente en el jugo pulposo de melón de este compuesto fue de 8,6 mg/L. Muy cerca de este compuesto apareció el Acetato de 3-fenilpropílico con un tiempo de retención de 21,4 minutos y una concentración promedio de 38,7 p.p.m. Las evaluaciones sensoriales del aroma de melón implican la existencia de compuestos sulfurados que pueden ser identificados en una pequeña porción del cromatograma en forma de tioles, tioésteres o sulfuros.

Con un tiempo de retención de 36,3 minutos se encontró el Decanoato de etilo. La concentración promedio de este compuesto fue considerable y cercana a 24 mg/L.

Finalmente se hizo presente un terpenoide, denominado α -farneseno a un tiempo de retención promedio de 39,5 minutos y con una concentración promedio de 16,7 mg/L.

Todos los compuestos reportados en el cuadro 4.6.1 fueron identificados en un estudio previo por Beaulieu & Grimm (2001) en melón Cantaloupe vía SPME. Del mismo modo, Horvat & Senter (1987) y Lamikanra & Richard (2002) identificaron el Octanoato de etilo, el Decanoato de etilo y el Acetato de 3-fenilpropílico en esta misma variedad.

Cuadro 4.6.2 Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo pulposo de melón.

# Ensayo	Masa jugo pulposo (± 0.02) (Kg)	Masa muestra seca en el vial (± 0.0003) (g)	Masa Global Aromas (± 0.0003) (mg)	Concentración Aromas (± 0.3) (p.p.m.)
I (1)	0,24966	0,0228	22,8	91,3
I (2)	0,25000	0,0236	23,6	94,4
II (1)	0,25017	0,0366	36,6	146,3
II (2)	0,25031	0,0509	50,9	203,3
III (1)	0,24985	0,0738	73,8	295,3
III (2)	0,24939	0,0233	23,3	93,4

- (1) Primera extracción
- (2) Segunda extracción

El cuadro 4.6.2 presenta la determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo pulposo de melón. Para cada ensayo se realizaron dos extracciones bajo las mismas condiciones. Producto de estas concentraciones en el jugo

pulposo de melón se obtuvo un promedio de 154 mg/kg de un total de seis extracciones.

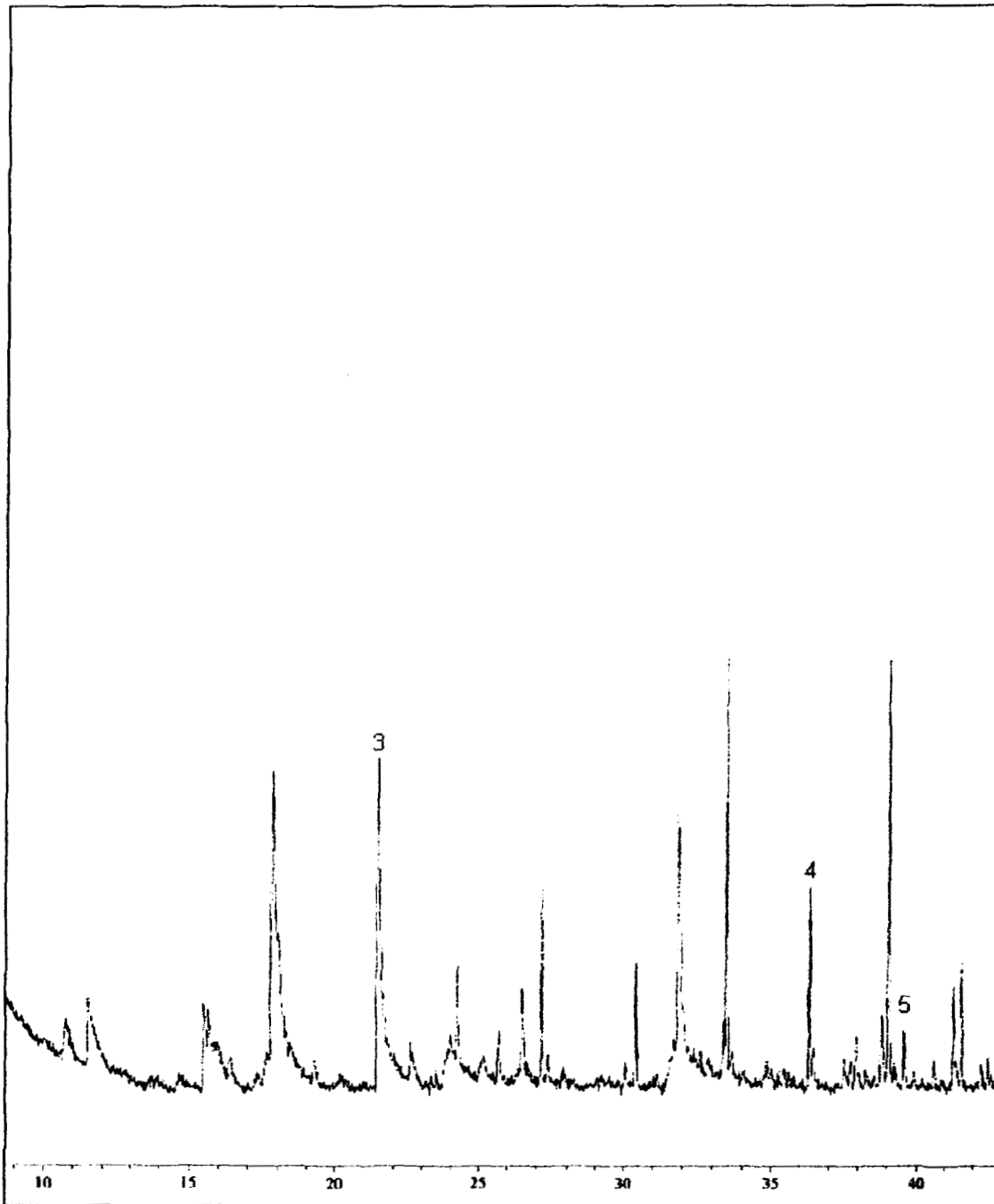


Figura 4.6.2 Cromatograma del jugo clarificado de melón obtenido por MFT

La figura 4.6.2 presenta uno de los cromatogramas obtenidos a partir de una muestra de jugo clarificado de melón. En ella aparecen numerados los principales compuestos identificados y seleccionados como marcadores. En la figura no aparecen los picos #1 y #2 y es probable que su baja intensidad en el jugo clarificado no haya hecho posible su detección.

Al igual que en los cromatogramas del jugo clarificado de piña, la programación de temperaturas utilizada, no facilitó la separación de los componentes más volátiles. En este caso, la relación tiempo/temperatura no ayudó al objetivo de separar, sobre todo los compuestos con mayor volatilidad. El cromatograma de esta figura 4.6.2, presenta ruido e intensidades muy pobres.

Se observa además en el cromatograma (Fig. 4.6.2) la desaparición de numerosos picos en comparación con el cromatograma del jugo pulposo de melón (Fig. 4.6.1).

Cuadro 4.6.3 Cuantificación de los principales constituyentes volátiles identificados en el jugo permeado de melón obtenido de la MFT.

# Pico	Compuesto aromático	tR promedio ⁽¹⁾ (min)	IK ⁽³⁾	SI ⁽¹⁾	Concentración mg/L ^(1,2)
1	Alcohol bencílico	11,401	1033	82	-
2	Octanoato de etilo	19,547	1194	81	-
3	Acetato de 3-fenilpropílico	21,427	1373	88	31,3(8,3)
4	Decanoato de etilo	36,292	1392	87	13(1)
5	Alfa-farneseno	39,510	1496	87	9,6(1,9)

⁽¹⁾ Promedio de dos muestras

⁽²⁾ Muestras de clarificado recolectadas a FRV = 2.5

⁽³⁾ Beaulieu & Grimm, (2001)

El cuadro 4.6.3 presenta los compuestos aromáticos identificados en el jugo clarificado de melón obtenido por el proceso de MFT, correspondientes a los señalados en la figura 4.6.2.

A diferencia del fruto de la piña, en el melón no se detectaron algunos de los compuestos seleccionados como marcadores en el jugo clarificado. Esto se debe a la baja concentración que se hizo presente en los jugos pulposos de melón. Estos compuestos específicamente fueron el Alcohol bencílico y el Octanoato de etilo (picos #1 y #2). En ellos solamente se encontraron trazas presentes en el jugo clarificado imposibles de cuantificar.

En el compuesto denominado Acetato de 3-fenilpropílico el porcentaje de merma fue de 20% entre la porción pulposa y la clarificada. La concentración de este compuesto en la fracción clarificada fue de 31,3 mg/L. El grupo fenilo presente en este compuesto impide en gran medida el rompimiento de la cadena, y con ello la pérdida fue menor.

Por su parte, en el Decanoato de etilo la merma en la concentración promedio entre el jugo pulposo y clarificado aumentó considerablemente hasta un valor porcentual de 45%. En la fracción clarificada se determinó una concentración de 13 p.p.m.

En el terpenoide identificado, el α -farneseno, la merma en la concentración promedio entre las fracciones se mantuvo alrededor de 42%. Esta pérdida es considerable ya que se obtuvo en el jugo clarificado una concentración de 9.6 mg/L.

El tratamiento enzimático no tiene un efecto mayor sobre el perfil aromático y nutricional en el jugo. El único cambio visible se presenta en la viscosidad aparente del jugo. La hidrólisis de las membranas de la pared celular, permite obtener un mayor número de compuestos responsables del aroma y sabor. Por ello, la mayoría de los cambios ocurridos en los perfiles de los jugos clarificados, se le atribuyen al proceso de MFT.

El proceso de MFT de nuevo afectó directamente la concentración de los compuestos aromáticos seleccionados como marcadores en el fruto del melón mediante la disminución de sus intensidades. En todos ellos, el porcentaje de merma estuvo comprendido entre 20 y 45%. En el alcohol bencílico y el octanoato de etilo resultó imposible detectar su concentración en la fracción clarificada. Una

gran parte de estos compuestos forman parte de la capa de colmataje que afectó el Jp en algunos ensayos, y al formar parte de la pulpa en la fruta, la concentración en la fracción clarificada se vio notablemente disminuida.

Cuadro 4.6.4 Determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo clarificado de melón.

# Ensayo	Masa jugo pulposo (± 0.02) (Kg)	Masa muestra seca en el vial (± 0.0003) (g)	Masa Global Aromas (± 0.0003) (mg)	Concentración Aromas (± 0.3) (p.p.m.)
I (1)	0,25009	0,0281	28,1	112,3
I (2)	0,25065	0,0253	25,3	100,9
II (1)	0,25049	0,0052	5,2	20,7
II (2)	0,24978	0,0146	14,6	58,4
III (1)	0,24969	0,0123	12,3	49,2
III (2)	0,25033	0,0419	41,9	167,3

(1) Primera extracción

(2) Segunda extracción

El cuadro 4.6.4 presenta la determinación de la masa global y concentración de aromas en las muestras provenientes de los tres ensayos de MFT del jugo clarificado de melón. Para cada ensayo se realizaron dos extracciones bajo las mismas condiciones. Producto de estas concentraciones en el jugo clarificado de melón se obtuvo un promedio de 85 mg/kg de un total de seis extracciones.

V. CONCLUSIONES y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

- ◆ El rendimiento obtenido en los ensayos de MFT de piña fue superior a 80%, para el melón de 70%, después de 80 minutos de proceso.
- ◆ El Flujo promedio en los ensayos de MFT fue de 75 L/hm² en piña y de 65 L/hm² en melón.
- ◆ Las condiciones de operación empleadas para la MFT de piña y melón permitieron obtener elevados valores de Flujo y Rendimiento, lo que preliminarmente indicaría su viabilidad técnica para una aplicación industrial.
- ◆ La piña tiene un mayor contenido de compuestos carotenoides con respecto al melón, sin embargo se da un gran retención en el retenido durante la MFT.
- ◆ En los jugos pulposos y clarificados de piña se dieron menos pérdidas en vitamina C, con respecto al melón.
- ◆ En el jugo pulposo y clarificado de piña de la variedad MD2 se identificaron los siguientes compuestos seleccionados como marcadores: 3-Metiltiopropanoato de metilo, 2,5-Dimetil-4-metoxi-3(2H)furanona, 4-Acetoxihexanoato de metilo, δ -nonalactona y Ftalato de diisobutilo.
- ◆ En el jugo pulposo de melón de la variedad Cantaloupe se identificaron los siguientes compuestos seleccionados como marcadores: Alcohol bencílico, Octanoato de etilo, Acetato de-3-fenilpropílico, Decanoato de etilo y α -farneseno.
- ◆ El Alcohol bencílico y el Octanoato de etilo, son compuestos volátiles que se perdieron en el proceso de MFT, y fueron imposibles de cuantificar en el jugo clarificado de melón.
- ◆ El proceso de MFT de jugos pulposos de piña y melón produjo una disminución en la concentración de los compuestos seleccionados como marcadores en la fracción clarificada.

5.2 Recomendaciones

- ◆ Se podría optimizar las condiciones de operación (tipo de enzima, Cn, T, t) con el fin de favorecer la hidrólisis de compuestos colmatantes.
- ◆ El retenido principalmente en el procesamiento de melón, puede ser utilizado para la elaboración de bebidas que combinan perfectamente propiedades nutricionales y funcionales con el color.
- ◆ Los jugos pulposos podrían ser expuestos a un proceso de desgasificación antes de la MFT o bien a una atmósfera inerte con nitrógeno, por ejemplo, con el fin de reducir la pérdida de vitamina C producto de la exposición directa al oxígeno.
- ◆ Realizar ensayos de larga duración en ambas frutas (6 a 12 horas) para asegurar su factibilidad para una aplicación industrial.
- ◆ Realizar un estudio posterior de cuantificación en ambas frutas.

VI. BIBLIOGRAFÍA

- Abduljalil D.S. G.; Wrolstad R.E. & McDaniel M.R. 2002. Composition and Quality of clarified cantaloupe juice concentrate. *Journal of Food Processing Preservation*. 26: 39-56.
- AOAC. 1999. *Official Methods of Analysis*. 16 ed. Rev(5). Association of Official Analytical Chemistry. Washington, DC.
- Beaulieu, J. & Grimm, C. 2001. Identification of Volatile Compounds in Cantaloupe at Various Developmental Stages Using Solid Phase Microextraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 49: 1345-1352.
- Braverman, J.B. 1980. *Introducción a la Bioquímica de Alimentos*. II ed. México: Manual Modemo. p.p. 358.
- Broderick, J.J. 1975. Pineapple. Some distance to go. *International Flavours and Food Additives*. 6, 351.
- Carvalho, L.M.; Bento, C.A. & Trindade, A.P. 1998. Clarification of Pineapple Juice (*Ananas comosus* L. Merrill) by Ultrafiltration and Microfiltration: Physicochemical Evaluation of Clarified Juices, Soft Drink Formulation, and Sensorial Evaluation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 46(6):2185-2189.
- Chaverri, M. 2003. *Elaboración de un jugo de melón clarificado por medio de microfiltración tangencial*. Tesis de Licenciatura. Universidad de Costa Rica.
- Chiang, B.H., & Yu, Z.R. 1987. Fouling and flux restoration of ultrafiltration of passion fruit juice. *Journal of Food Science*. 52(2): 369-380.
- CIRGOC. INIFAP. SAGAR. 1998. *Tecnología para la producción de piña en México*. Folleto técnico No 20, División Agrícola, 5-7, 23-24, 45-49.
- CITA. 2001. *Vitaminas A y C en frutas por HPLC, detector UV y fluorescencia. Método de análisis*. Servicios analíticos del Laboratorio de Química. Emisión N°3. San José, Costa Rica.
- CNP. 1998. *Programa de certificación y control de la calidad*. San José, Costa Rica. Comunicación personal.
- CNP. 2002. *Programa de Certificación y Control de la Calidad*. CNP. San José, Costa Rica. pp 54-67.
- Cordero, V. 1986. *La piña (Ananas comosus)*. Guía Agropecuaria de Costa Rica. Año 4.
- Daufin, G.; Escudier, J.P.; Carrère, H.; Bérot, S.; Fillaudeau, L. & Decloux, M. 2001. Recent and emerging applications of membrana processes in the food and dairy industry. *Trans. Échème*. 79: 89-100.

- Dodson, K. ; Young, E. & Soliman, A. 1992. Determination of Total Vitamin C in various Food Matrixes by Liquid Chromatography and Fluorescence Detection. *Journal of AOAC International*. 75(5):13-22.
- Domier, M.; Decloux, M.; Lebert, A. & Trystram, G. 1993. Use of Experimental design to establish optimal crossflow filtration conditions : application to raw cane sugar clarification. *Journal of Food Process Engineering*. 17:73-92.
- Dull, G.G. 1971. In Hulme, A.C. (Ed.) *The biochemistry of fruits and their products*. London: Academic Press.(1) p. 620.
- Elizondo, A. 2002a. Análisis del mercado de Melón– marzo 2002”. *Mercanet*. San José, Costa Rica. Boletín 1, Año 7.
- Elizondo, A. 2002b. Piña enlatada y jugo concentrado– abril 2002. *Mercanet*. San José, Costa Rica. Boletín 1, Año 7.
- Elizondo, A. 2004. Jugo concentrado de piña– setiembre 2004. *Mercanet*. San José, Costa Rica. Boletín 2, Año 9.
- Enciclopedia Microsoft Encarta 98. 1998. Microsoft Corporation.
- Fellows, P. 1994. *Tecnología del procesado de los alimentos: principios y prácticas*. Acribia, Zaragoza.
- Fenaroli, G. 1971. *Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients*. T.E. Furia and N. Bellanca (Editors). The Chemical Rubber Co., Cleveland.
- Flath, R.A. 1970. Volatile components of smooth Cayenne pineapple. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* (18): 306-309.
- Flath, R.A. 1980. *Tropical and subtropical fruits*. Westport: Avi Publishing.
- Fukumoto, L.; Delaquis, P. & Girard, B. 1998. Microfiltration and ultrafiltration ceramic membranas for apple juice clarification. *Journal of Food Science*. 63(5): 845-850.
- Fundación Chile. 1994. Departamento Agroindustrial. *Manejo de cosecha y poscosecha de los principales productos hortícolas agroeconómicos*. Chile.
- Girard, B. & Fukumoto, L. 2000. Membrana processing of fruit juices and beverages; a review. *Critical reviews in food science and nutrition*. 40(2): 91-157.
- Hall, C.W. ; Farrall, A.W. & Rippen, A.L. (Eds.), 1971. *Encyclopedia of Food Engineering*. AVI, Westport, Connecticut.
- Hart, M.R., & Huxsoll, C.C. 1989. Microfiltration of enzyme-treated apricot puree. In E. Jen. *Quality factors of fruits and vegetables: chemistry and technology* (Series nº 405. pp. 357-367). Washington, DC: American Chemical Society.

- Horvat, R. & Senter, S. 1987. Identification of Additional Volatile Compounds from Cantaloupe. *Journal of Food Science*. 52(4): 1097-1098.
- Hulme, A.C. 1970. *The Biochemistry of Fruits and Their Products*. London: Academic Press (1) p.p. 521.
- ICAITI. 1976. Guía para la exportación de Productos Agrícolas no Tradicionales, Piña.
- Jiménez, J. 1999. Manual práctico para el cultivo de la piña de exportación. I ed. Cartago: Editorial Tecnológica de Costa Rica. p.p. 224.
- Kemp, T.R.; Knavel, D.E.; & Stoltz, L.P. 1971. Characterization of some volatile components of muskmelon fruit. *Phytochemistry*. 10: 1925-1928.
- Kirk, D.E.; Montgomery, M.W. & Kortekaas, M.G. 1983. Clarification of Pear Juice by Hollow Fiber. *Ultrafiltration. Journal of Food Science*. 48:1663-1666.
- Kitinojam, L. & Kader, A. 1996. Manual de prácticas de manejo postcosecha de los productos hortofrutícolas a pequeña escala. INTERNET. FAO, 2002. www.fao.org/WAIRdosc/x5403s/x5403soo.htm#Contents.
- Kortbech-Olesen, R. 1997. El mercado de los Estados Unidos está maduro para la importación de jugos de frutas tropicales. *FORUM de Comercio Internacional* (2):10-32.
- Kosöoglu, S.S.; Lawhon, J.T. & Lusas, E.W. 1990. Vegetable Juices Produced with Membrane Technology. *Food Protein Research and Development Center of Texas. Journal of Food Science*. 39:1560-1565.
- Lamikanra, O & Richard, O. 2002. Effect of Storage on Some Volatile Aroma Compounds in Fresh-Cut Cantaloupe Melon. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* (50): 4043-4047.
- Lee, Y.N.; Wiley, R.C.; Sheu, M.J. & Schlimme, D.V. 1982. Purification and concentration of betalaines by ultrafiltration and reverse osmosis. *Journal of Food Science*. 47:465-471,475.
- León, J. 1987. *Botánica de los cultivos tropicales*. San José, Costa Rica. IICA. p.p. 445.
- Likens, S.T. & Nickerson G.B. 1966. Detection of Certain Hop Oil Constituents in Brewing Products. *American Society of Brewing Chemists Proc. Oregon*. pp- 5-13.
- Little, A.C. 1975. Off on a tangent. *Journal of Food Science*. 40:410.
- Mercanet. 2003. Servicio de información de mercados: piña. Boletín 3, año 8. CNP. Costa Rica. INTERNET www.mercanet.cnp.go.cr
- Mercanet. 2002. Servicio de información de mercados: melón. Boletín 1, año 7. CNP. Costa Rica. INTERNET www.mercanet.cnp.go.cr

- Mercanet. 2001. Servicio de información de mercados: melón. Boletín 1, año 6. CNP. Costa Rica. INTERNET www.mercanet.cnp.go.cr
- MAG. 2004. Programa de información de mercados. San José, Costa Rica.
- MAG. 2002. Programa de información de mercados. San José, Costa Rica.
- Moll. 1969. El melón: economía, producción y comercialización. Institut National de Vulgarisation pour les fruits, légumes et champignons. Acríbia. Zaragoza, España.
- Muller, R. & Wilhalm, B. 1971. Concerning the volatile fraction of pineapple. *Helv. Chim. Acta* 54, 1880-1890.
- Naim, M.; Wainish, S.; Zehavi, U.; Peleg, H.; & Rousef, R.L. 1993. Inhibition by thiol compounds of off-flavor formation in stored orange juice. 1. Effect of L-cysteine and N-acetyl-L-cysteine on DMHF formation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 41: 1355-1358.
- O'Brien, G. & Vaillant, F. 1999. Desarrollo de una nueva tecnología para el tratamiento de pulpas de frutas tropicales aromáticas mediante operaciones con membranas. Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos, Universidad del Valle. Cali, Colombia.
- Parliment, T.H. 1986. A new technique for GLC sample preparation using a novel extraction device, *Perfect. Flavor* 1:1.
- Paulson, D.J.; Wilson, R.L. & Spatz, D.D. 1984. Crossflow Membrane Technology and its Applications. *Food Technology*. pp- 77-111.
- Paulson, D.J. & Wilson, R.L. 1987. Crossflow membrane technology : Its use in the food industry, recent innovations. In " Changing Food Technology", ed. M. Kroger and R. Shapiro, p. 85. Technomic Pub. Co. , Inc. , Lancaster, Pa.
- Pérez, A.M. 1992. Déshydratation osmotique de produits vegetaux: application a l'obtention de concentrés de tomate. Thèse de Doctorat. Spécialité Biochimie, Biologie Cellulaire et Moleculaire. Université de Montpellier II.
- Pérez, A.M. & Vaillant, F. 2003. Aplicación de la microfiltración tangencial a la obtención de jugos de frutas clarificados. *Alimentaria*. San José, Costa Rica. p.p. 10, 24.
- Pérez, A.M. 2003. Clase de microfiltración tangencial de jugos. Universidad de Costa Rica. Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA). San José, Costa Rica.
- Philip, T. 1984. Purification and concentration of natural colorants by membranes. *Food Technology*. 38:107-108.
- Philip, T. & Chen, T.S. 1988. Development of a method for the quantitative estimation of provitamin A Carotenoids in some fruits. *Journal of Food Science*. 53(6): 1703-1706.

- Pittet, A.O.; Rittersbacher, P. and Muralidhara, R. 1970. Flavor properties of compounds related to maltol and isomaltol. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 18: 929-933.
- Pratt, H.K. 1971. Melons. In Hulme, A.C., (Ed). *The Biochemistry of Fruits and Their Products*; Academic Press. (1). New York.
- PROCOMER. 2004. Cifras de exportación desde el año 2000 hasta el 2003. INTERNET. www.procomer.com San José, Costa Rica.
- Py, C. 1969. *La Piña Tropical*. 1 ed. Barcelona: Editorial Blume. p.p. 278.
- Rhodes, M.J.C. 1970. The Climateric and Ripening of fruits. In Hulme, A.C. 1970. *The Biochemistry of Fruits and Their Products*. London: Academic Press (1) p.p. 521.
- Rojas, E. 2002. Exportaciones de melón caerán un 13%. *La República*: San José, Costa Rica. Febrero 6: 2B.
- Salas, R. 2003. Estudio del proceso de clarificación de jugo de banano mediante microfiltración tangencial. Tesis de Licenciatura. Universidad de Costa Rica.
- Schwab, W. & Schreier, P. 1988. Simultaneous enzyme catalysis extraction: a versatile technique for study of flavour precursors. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 36: 1238-1242.
- Seeling, R.A. 1970. *Fruit & Vegetable Facts & Pointers*. United Fresh Fruit and Vegetable Association. U.S.A. p.p. 1-16.
- Setti, D. 1976. Effect of operating parameters on permeate rate. *Lebensm-Wiss. u-Technologies*. 9:29.
- Silverstein, R. 1967. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. II ed. John Wiley and Sons, Inc., New York.
- Silverstein, R. 1971. The Pineapple: flavour. In Hulme, A.C. (Ed.). *The Biochemistry of Fruits and Their Products*. Academic Press London (1).
- Skoog, D.; West, D.; & Holler, F. 1995. *Química Analítica*. 6 ed. McGraw Hill Interamericana. México. pp- 490-530.
- Spencer-Meade, G. 1963. *Manual del Azúcar de Caña*. John Wiley & Sons Inc. New York. p.p. 548-550.
- Stroshine, R.; & Hamann, D. 1994. *Physical Properties of Agricultural Materials and Food Products*. U.S.A.
- Takeoka, G.; Buttery, R.G.; Flath, R.A.; Teranishi, R.; Wheeler, E.L.; & Guentert, M. 1991. Volatile constituents of pineapple (*Ananas comosus* (L) Merr.) ACS Symp. Ser. 1989. Nº 388: 233-237.

- Thomas, R.L.; Westfall, P.H.; Louvieri, Z.A. & Ellis, N.D. 1986. Production of Apple Juice by Single Pass Metallic Membrane Ultrafiltration. *Journal of Food Science*. 51(3):559-563.
- Tindall, H.D. 1987. *Vegetables in the Tropics*. London, England. McMillan Education, p.p. 533.
- Umano, K.; Hagi, Y.; Ankara, K.; Shoji, A. & Shibamoto, T. 1992. Volatile Constituents of Green and Ripened Pineapple. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 40: 599-603.
- Universidad de Arkansas. 1996. *Muskmelons-cucurbita moschata*. Cooperative Extension Service. U.S.A.
- Vaillant, F.; Millan, P.; O'Brien, G.; Domier, M.; Decloux, M. & Reynes, M. 1999. Crossflow microfiltration of passion fruit juice after partial enzymatic liquefaction. *Journal of Food Engineering*. 42:215-224.
- Vaillant, F. 2000. Clarification et concentration de jus de fruits tropicaux pulpeux associant traitements enzymatiques, microfiltration tangentielle et évaporation osmotique. Thèse de Doctorat. Spécialité Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires.
- Vaillant, F.; Millan, A.; Domier, M.; Decloux, M. & Reynes, M. 2001. Strategy for economical optimisation of the clarification of pulpy fruit juices using crossflow microfiltration. *Journal of Food Engineering*. 48: 83-90.
- Vaillant, F.; Cisse, M.; Chaveri, M.; Perez, A.M.; Domier, M.; Viquez, F.; & Dhuique-Mayer, C. 2005. Clarification and concentration of melon juice using membrane processes. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 6: 213-220. pp 1-21.
- Valadez, A. 1993. *Producción de Hortalizas*. 1 ed. México. Editorial Limusa. p.p. 298.
- Wilson, E.L. & Burns, J.W. 1983. Kiwifruit Juice Processing Using Heat Treatment Techniques and Ultrafiltration. *Journal of Food Science*. 48:1101-1105.
- Wu, M.L.; Zall, R.R. & Tzeng, W.C. 1990. Microfiltration and Ultrafiltration Comparison for Apple Juice Clarification. *Journal of Food Science*. 55(4):1162-1163.
- Wu, P.; May Chien K.; Thomas G.H.; Robert T.R. & Chi-Tang H. 1991. Free and glycosidically bound aroma compounds in pineapple (*Ananas comosus* L. Merr.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 39: 170-172.
- Yabumoto, K.; Yamaguchi, M.; Hughes, D.L.; & Jennings, W.G. 1974. Changes in volatile constituents of ripening cantaloupes. Presented at the Fourth International Congress on Food Science Technology. Vol. I, p.p. 93-98.
- Yu, Z.R., Chiang, B.H., & Hwang, L.S. 1986. Retention of passion fruit juice compounds by ultrafiltration. *Journal of Food Science*. 51(3): 841-844.

VII. APÉNDICE

A. Ensayos de MFT

Cuadro 7.1 Datos obtenidos durante el tercer ensayo de MFT de jugo pulposo de piña (Concentración 250 ppm, U = 7 m/s, P_{tm} = 250 KPa, T = 30°C).

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
0,00	22,6	0,40	1,80	61,08
0,17	22,8	0,34	2,00	57,80
0,33	22,8	0,48	1,84	52,61
0,50	22,9	0,39	1,92	52,57
0,67	22,9	0,38	1,98	47,49
0,83	22,9	0,38	1,90	48,23
1,00	22,8	0,33	1,84	46,32
1,17	23,0	0,37	1,92	44,68
1,50	23,1	0,39	1,86	42,02
1,67	23,3	0,49	1,88	41,08
1,83	23,3	0,42	1,90	40,03
2,00	23,4	0,43	1,85	38,51
2,17	23,6	0,45	1,92	37,18
2,33	23,6	0,40	2,02	36,48
2,67	23,7	0,49	1,98	33,59
2,83	23,7	0,45	2,04	32,49
3,00	23,7	0,38	2,00	32,26
3,17	23,6	0,35	1,96	28,66
3,33	23,6	0,39	1,99	30,58
3,50	23,5	0,42	1,95	29,80
3,67	23,4	0,45	2,01	29,48
4,00	23,4	0,36	1,97	28,27
4,17	23,2	0,34	1,90	27,57
4,33	23,3	0,34	2,05	27,49
4,50	23,3	0,48	1,94	27,30
4,67	23,3	0,36	1,85	26,91
4,83	23,3	0,38	1,97	26,83
5,17	23,5	0,38	2,01	25,89
5,33	23,5	0,46	1,90	25,66
5,67	23,6	0,40	2,02	25,15
5,83	23,8	0,42	2,08	24,99
6,00	23,8	0,30	1,91	24,68
6,33	23,9	0,38	1,97	24,52
6,50	24,1	0,38	1,96	24,64
6,67	24,1	0,44	1,89	24,21
6,83	24,2	0,38	2,01	24,21
7,17	23,6	0,37	1,98	23,43
7,33	23,6	0,43	1,95	23,16

CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN JUGOS PULPOSOS Y CLARIFICADOS

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
7,50	23,5	0,40	1,94	23,12
7,67	23,5	0,40	1,97	22,92
8,00	23,3	0,38	2,03	21,99
8,33	23,1	0,35	2,00	21,56
8,50	22,9	0,43	2,05	21,67
8,67	22,8	0,39	2,03	20,78
9,00	22,6	0,48	1,93	20,97
9,17	22,5	0,44	1,99	21,13
9,33	22,4	0,42	1,97	20,70
9,50	22,4	0,43	2,09	20,46
9,67	22,4	0,36	1,97	20,78
10,00	22,4	0,46	2,03	20,23
10,33	23,1	0,38	1,98	20,19
10,50	23,1	0,43	1,93	19,80
10,67	23,1	0,39	1,99	20,07
10,83	23,0	0,46	1,96	20,15
11,17	23,2	0,39	2,02	19,84
11,50	23,3	0,34	2,07	19,96
11,67	23,3	0,49	2,01	19,72
12,00	23,3	0,38	2,10	19,92
12,17	23,3	0,45	2,05	19,45
12,33	23,3	0,39	1,98	19,21
12,67	23,3	0,42	1,86	19,06
12,83	23,2	0,46	1,92	18,74
13,00	23,1	0,36	1,89	18,82
13,17	23,0	0,37	2,05	18,55
13,33	22,8	0,50	2,00	18,39
13,50	22,8	0,39	1,98	18,43
13,67	22,8	0,42	1,97	18,08
14,00	22,6	0,50	2,08	18,43
14,50	22,4	0,41	1,99	17,92
14,67	22,4	0,47	2,05	17,46
14,83	22,4	0,41	2,02	18,08
15,00	22,3	0,45	2,04	17,96
15,33	22,3	0,38	1,97	17,85
15,50	22,3	0,42	2,01	17,65
15,67	22,3	0,41	2,02	17,57
15,83	22,3	0,50	2,06	17,96
16,17	23,7	0,40	1,91	18,08
16,33	23,7	0,38	2,00	17,96
16,50	23,8	0,44	2,09	18,12
16,67	23,9	0,32	1,95	18,12
16,83	24,0	0,41	2,04	18,39
17,00	24,1	0,37	2,03	18,43
17,17	24,2	0,39	1,99	18,08

CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN JUGOS PULPOSOS Y CLARIFICADOS

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
17,50	24,3	0,38	1,92	17,92
17,67	24,4	0,37	2,15	17,81
17,83	24,4	0,34	1,96	17,65
18,17	24,4	0,38	1,97	17,81
18,50	24,3	0,43	2,02	17,81
18,67	24,3	0,40	1,94	17,69
18,83	24,2	0,42	2,06	17,81
19,00	24,2	0,46	2,03	17,49
19,33	22,9	0,41	1,96	17,92
19,50	22,9	0,52	1,88	17,46
19,83	22,9	0,44	1,99	17,10
20,17	23,0	0,42	1,89	18,08
20,33	23,2	0,39	1,98	17,65
20,50	23,2	0,37	2,04	17,57
21,17	23,5	0,44	2,02	17,53
21,33	23,5	0,42	1,97	17,14
21,50	23,5	0,43	2,01	17,34
21,67	23,5	0,37	2,02	17,49
21,83	23,4	0,40	2,04	17,81
22,17	22,5	0,43	2,04	17,73
22,33	22,5	0,40	2,08	17,85
22,50	22,5	0,43	2,02	17,53
22,83	22,5	0,39	2,01	17,49
23,00	22,5	0,38	2,08	18,31
23,33	22,5	0,36	2,08	17,46
23,50	22,5	0,42	2,06	17,34
23,67	22,6	0,46	1,97	17,57
23,83	22,6	0,50	1,88	17,81
24,00	22,7	0,39	1,92	17,53
24,33	22,7	0,45	1,89	17,81
24,50	22,9	0,37	1,98	17,85
24,83	22,9	0,43	2,08	18,39
25,17	22,9	0,40	1,96	18,00
25,33	23,0	0,39	2,11	18,28
25,50	23,1	0,37	1,93	18,24
25,67	23,1	0,40	2,00	18,39
25,83	23,2	0,42	2,05	18,24
26,00	23,4	0,53	2,06	18,59
26,17	23,5	0,44	2,01	18,55
26,33	23,7	0,39	1,99	18,59
26,50	23,7	0,39	2,03	18,74
26,83	23,9	0,46	2,01	18,82
27,00	23,9	0,44	2,04	18,43
27,17	23,8	0,39	2,11	18,74
27,33	23,8	0,38	1,98	18,90

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
27,50	23,9	0,38	2,06	19,21
27,67	23,9	0,45	2,07	18,78
27,83	23,9	0,43	2,02	18,67
28,00	23,9	0,45	2,03	18,78
28,17	24,6	0,45	1,94	18,35
28,33	24,6	0,46	2,09	19,37
28,67	24,9	0,40	2,08	19,06
28,83	24,8	0,44	2,01	19,37
29,00	24,9	0,43	2,11	18,71
29,17	24,9	0,43	1,99	19,17
29,33	24,8	0,47	2,04	18,59
29,50	24,9	0,39	2,10	19,37
29,67	24,7	0,44	1,99	19,06
29,83	24,7	0,35	2,12	19,02
30,00	24,7	0,34	2,01	18,86
30,17	24,7	0,39	1,93	18,71
30,33	24,7	0,28	1,93	18,94
30,50	24,8	0,39	1,93	18,82
30,67	24,7	0,39	2,05	18,71
30,83	24,6	0,35	1,97	17,69
31,17	24,3	0,34	2,19	18,08
31,33	24,3	0,43	2,09	17,96
31,67	24,1	0,42	1,99	17,65
31,83	24,0	0,36	2,06	18,12
32,00	23,8	0,37	2,03	17,42
32,17	23,6	0,35	2,00	17,14
32,33	23,4	0,47	1,94	17,30
32,67	23,3	0,38	1,89	17,57
33,00	23,0	0,39	2,07	16,83
33,17	22,8	0,34	2,14	17,14
33,33	22,7	0,43	2,17	17,07
33,50	22,6	0,32	2,02	17,69
33,83	22,5	0,40	2,06	17,49
34,00	22,5	0,45	1,98	17,30
34,17	23,2	0,38	2,01	17,53
34,33	23,3	0,38	2,09	17,38
34,50	23,4	0,32	2,03	17,42
34,83	23,4	0,40	2,13	17,30
35,00	23,4	0,36	1,96	17,30
35,33	23,3	0,44	2,12	16,99
35,67	23,2	0,36	1,99	16,52
35,83	23,2	0,40	2,05	16,60
36,00	23,2	0,39	2,03	16,32
36,50	22,9	0,45	1,93	16,05
36,83	22,6	0,42	1,97	16,21

CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN JUGOS PULPOSOS Y CLARIFICADOS

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
37,17	22,6	0,41	2,07	16,21
37,33	24,2	0,47	2,11	16,40
37,50	24,1	0,34	2,02	16,21
37,67	24,1	0,34	2,11	16,56
37,83	24,1	0,43	2,00	16,24
38,17	24,1	0,45	2,11	16,09
38,33	24,1	0,41	2,02	16,28
38,67	24,0	0,42	2,10	15,89
39,00	23,9	0,36	2,12	16,28
39,17	23,9	0,40	1,97	16,24
39,33	23,8	0,36	2,08	16,36
39,50	23,7	0,36	2,05	16,24
39,83	23,8	0,37	2,01	16,24
40,00	23,8	0,36	2,01	16,40
40,17	23,8	0,42	2,17	16,56
40,33	21,8	0,40	2,10	16,21
40,50	21,8	0,38	1,96	15,42
40,83	22,1	0,38	2,07	16,52
41,00	22,3	0,43	2,01	16,48
41,17	22,3	0,45	2,06	16,71
41,33	22,4	0,38	2,02	16,40
41,50	22,4	0,44	1,97	16,52
41,67	22,5	0,35	2,05	16,44
41,83	22,6	0,42	1,98	16,60
42,00	22,6	0,49	2,14	16,83
42,17	22,6	0,40	1,99	16,83
42,33	22,6	0,40	1,98	16,28
42,50	22,6	0,39	1,95	16,17
42,67	22,6	0,40	2,01	16,48
42,83	22,6	0,45	2,05	16,40
43,00	22,5	0,45	1,99	16,40
43,17	22,4	0,38	2,04	16,24
43,33	22,6	0,46	2,09	16,52
43,67	22,5	0,37	2,06	16,24
44,00	22,4	0,44	2,01	16,71
44,17	22,3	0,40	2,13	16,24
44,33	22,1	0,39	2,13	16,21
44,50	22,2	0,40	1,99	16,05
44,67	22,1	0,38	2,17	16,32
44,83	22,1	0,42	2,02	16,24
45,00	22,1	0,40	2,10	15,74
45,67	22,0	0,45	2,12	17,03
45,83	22,0	0,46	1,96	16,67
46,17	22,1	0,38	2,07	16,83
46,33	24,4	0,37	1,98	16,87

CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN JUGOS PULPOSOS Y CLARIFICADOS

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
46,67	24,4	0,42	2,02	16,95
47,33	24,4	0,40	2,00	17,03
47,50	24,4	0,47	2,05	16,64
47,67	24,4	0,38	2,06	16,67
47,83	24,4	0,38	2,13	17,34
48,17	24,4	0,38	2,08	17,14
48,33	24,4	0,41	2,12	17,46
48,83	24,4	0,34	2,08	17,38
49,00	24,5	0,38	2,04	17,49
49,17	24,5	0,40	2,18	17,14
49,33	24,4	0,52	1,89	17,57
49,67	24,6	0,36	2,08	17,65
50,33	24,8	0,39	2,10	17,49
51,17	25,1	0,43	2,14	18,08
51,33	25,2	0,40	2,17	18,39
51,50	25,2	0,37	2,07	18,24
51,67	25,2	0,46	1,95	18,55
51,83	25,3	0,42	2,01	18,59
52,17	25,2	0,45	1,99	19,06
52,50	23,3	0,39	2,15	18,55
52,67	23,4	0,42	2,00	19,17
52,83	23,4	0,45	2,07	19,17
53,00	23,4	0,45	2,14	19,06
53,17	23,3	0,37	1,99	19,33
53,33	23,4	0,38	2,12	19,21
53,50	23,5	0,40	2,07	19,37
53,67	23,5	0,45	2,08	19,41
53,83	23,6	0,39	2,08	19,49
54,00	23,6	0,42	2,01	19,80
54,17	23,7	0,48	2,06	19,64
54,33	23,7	0,45	2,03	19,53
54,50	23,7	0,39	2,11	19,41
54,67	23,9	0,40	2,02	19,60
55,00	23,6	0,40	2,22	19,96
55,17	23,8	0,35	2,07	20,15
55,83	23,6	0,43	2,00	20,07
56,00	23,6	0,43	2,03	19,80
56,17	23,5	0,35	2,04	19,99
56,33	23,5	0,41	2,06	20,15
56,67	23,5	0,41	2,07	20,42
57,17	23,5	0,39	2,11	19,99
57,50	23,6	0,32	2,05	20,23
57,67	23,6	0,38	2,01	20,31
57,83	23,5	0,43	2,05	19,99
58,00	23,5	0,43	2,09	20,42

CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN JUGOS PULPOSOS Y CLARIFICADOS

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
58,50	25,6	0,39	2,10	20,31
58,67	25,6	0,40	2,01	20,78
58,83	25,5	0,39	2,00	20,58
59,17	25,7	0,33	2,15	20,54
59,33	25,6	0,37	2,08	19,84
59,50	25,6	0,39	2,07	20,50
59,83	25,6	0,39	2,02	20,31
60,00	25,7	0,43	2,06	20,27
60,33	25,7	0,35	2,04	19,99
60,50	25,6	0,37	2,05	20,27
60,67	25,6	0,39	2,06	19,92
60,83	25,7	0,48	2,00	20,15
61,17	25,7	0,37	1,97	19,68
61,33	24,8	0,37	2,02	19,92
61,50	24,8	0,40	2,15	20,07
61,83	24,9	0,38	2,02	19,37
62,00	25,0	0,41	2,06	19,96
62,17	25,0	0,36	2,06	19,68
62,33	25,1	0,40	2,06	19,56
62,83	25,2	0,42	2,05	19,64
63,00	25,2	0,42	2,12	19,60
63,17	25,3	0,40	2,00	19,64
63,33	25,2	0,38	2,08	19,56
63,50	25,4	0,41	2,12	19,37
63,83	25,5	0,35	2,01	19,25
64,00	25,5	0,40	2,06	19,80
64,17	25,7	0,42	2,04	19,53
64,33	25,5	0,37	2,05	18,71
64,50	25,5	0,30	2,00	19,33
64,83	25,5	0,39	2,06	19,17
65,00	25,5	0,43	2,03	19,33
65,17	25,4	0,43	2,08	18,82
65,33	25,4	0,41	2,00	19,49
65,50	25,4	0,42	1,95	19,21
65,67	25,4	0,43	2,07	19,02
65,83	25,4	0,40	2,10	19,17
66,17	25,3	0,40	2,03	19,10
66,67	25,4	0,35	2,12	18,39
66,83	25,4	0,43	2,02	18,86
67,00	25,4	0,35	2,09	18,90
67,17	25,4	0,40	1,99	18,78
67,50	25,2	0,49	2,08	18,24
68,00	25,2	0,37	1,97	18,24
68,17	25,2	0,36	1,99	17,81
68,50	25,2	0,40	1,93	18,24

CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN JUGOS PULPOSOS Y CLARIFICADOS

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
68,67	25,3	0,42	2,02	18,08
69,00	25,2	0,37	2,05	17,92
69,17	25,2	0,39	1,96	17,77
69,33	25,1	0,40	2,10	17,65
69,50	25,2	0,47	1,99	17,46
69,67	25,2	0,39	2,05	17,61
69,83	25,1	0,45	2,01	17,46
70,00	25,1	0,47	2,00	17,61
70,50	24,3	0,51	1,97	17,42
70,67	24,4	0,42	2,05	17,34
71,17	24,7	0,46	2,06	16,95
71,83	24,8	0,42	2,03	16,87
72,00	24,7	0,49	1,99	17,14
72,17	24,6	0,47	1,88	16,95
72,50	24,4	0,27	1,93	17,03
72,67	24,4	0,38	1,94	17,18
73,00	24,4	0,35	1,99	16,32
73,17	24,4	0,46	1,91	16,71
73,33	24,4	0,34	2,01	16,56
73,50	25,1	0,39	2,05	15,93
73,67	25,1	0,36	1,96	16,56
73,83	25,1	0,34	1,95	16,24
74,00	25,1	0,42	2,00	16,24
74,17	25,1	0,38	2,02	16,40
74,33	25,1	0,38	2,01	16,21
74,50	25,1	0,47	2,05	15,97
74,67	25,1	0,47	2,02	16,17
75,00	25,1	0,52	2,10	15,78
75,50	25,1	0,45	1,95	15,78
75,67	25,1	0,35	1,94	15,97
75,83	25,1	0,42	1,97	15,58
76,00	25,1	0,47	2,03	15,50
76,17	25,1	0,27	1,98	15,58
76,33	25,1	0,39	1,91	15,46
76,50	23,7	0,40	1,99	15,39
76,67	23,7	0,29	2,00	15,27
76,83	23,7	0,35	1,96	15,31
77,00	23,7	0,45	1,94	15,07
77,17	23,7	0,27	2,00	15,42
77,33	23,7	0,38	1,92	15,42
77,50	23,7	0,31	2,00	14,96
77,67	23,7	0,30	1,94	14,84
77,83	23,7	0,40	1,98	14,96
78,00	23,7	0,42	1,92	14,96
78,17	23,8	0,38	1,95	14,84

Tiempo (min)	TEMP 1(°C)	PRES 1(Ps) bar	PRES 2 (Pe) bar	FLUJO (L/h)
78,33	23,8	0,43	2,03	14,96
78,83	23,9	0,43	1,93	14,57
79,00	23,8	0,40	1,96	14,84
79,17	23,7	0,39	1,89	14,49
79,50	25,0	0,38	2,00	14,25
79,83	25,0	0,32	1,92	13,67
80,00	25,0	0,29	1,92	14,02
81,33	25,4	0,34	1,47	11,52
81,50	25,4	0,34	1,56	12,73
81,67	25,5	0,37	1,42	10,50
81,83	25,6	0,39	1,46	12,30
82,33	25,6	0,32	1,33	10,74
82,50	24,7	0,34	1,22	9,33
82,67	24,6	0,33	1,33	9,64
82,83	24,7	0,31	1,24	8,24
83,17	24,7	0,33	1,26	6,17
83,50	24,8	0,32	1,17	5,31
83,67	24,8	0,35	1,18	4,65
83,83	24,7	0,35	1,13	2,15
84,00	24,7	0,34	1,10	3,98

Cuadro 7.2 Recuperación de la permeabilidad en la membrana de 0.2 micras luego de finalizado el tercer ensayo de MFT de jugo pulposo de piña

P entrada (bar)	P salida (bar)	P tm (bar)	Flujo (L/h)	Flujo/Area (L/h.m2)	Permeabilidad (L/h.bar.m2)
1,51	0,0078	0,7589	120,6	548,2	722,34
1,69	0,106	0,898	147,6	670,9	747,11
1,80	0,353	1,0765	162,0	736,4	684,03
2,05	0,415	1,234	183,6	834,5	676,29
2,19	0,521	1,3555	198,0	900,0	663,96
2,24	0,589	1,4145	210,6	957,3	676,76

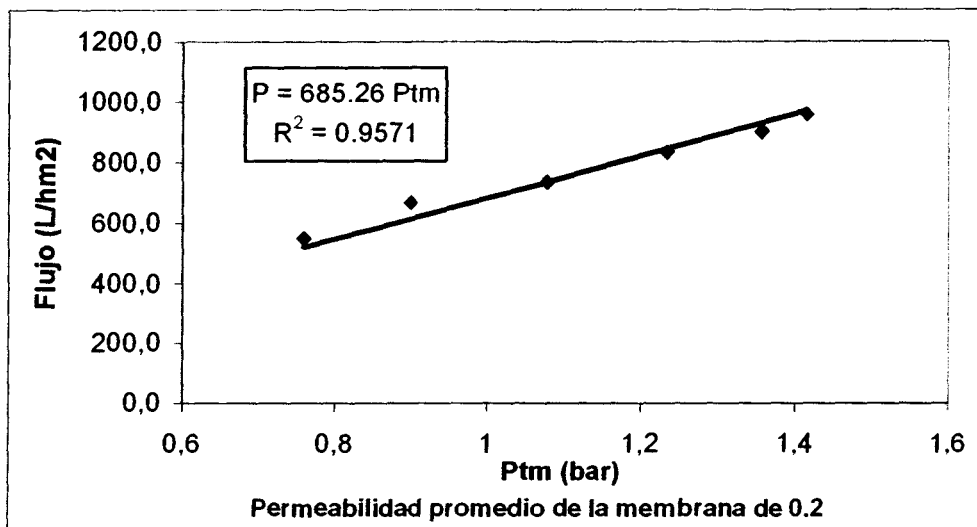


Figura 7.1 Representación gráfica de la relación flujo- presión transmembranaria para la obtención de la permeabilidad promedio en la membrana de 0.2 micras.

Cuadro 7.3 Procedimiento de limpieza utilizado en la membrana tubular de 0.2 micras después de los procesos de MFT.

Agente de limpieza	Parámetros	Tiempo
	Agua corriente 50°C 10 min: P _{tm} =0, U=0 20 min: P _{tm} =100-200 KPa, U=7 m/s	40 min
P3 Ultrasil 25 o Soda(NaOH)	2% v/v en Agua corriente a 50°C 20 min: P _{tm} =0, U=7 m/s 20 min: P _{tm} =100-200 KPa, U=7 m/s	30 min
Agua caliente	Agua caliente 50°C 10 min: P _{tm} =0, U=0 20 min: P _{tm} =100-200 KPa, U=7 m/s	30 min
P3 Ultrasil 10 o Acido Nítrico	1% v/v en agua caliente 80°C 30 min: P _{tm} =100-200 KPa, U=7 m/s	30 min
Agua caliente	Agua caliente 50°C 10 min: P _{tm} =0, U=0 20 min: P _{tm} =100-200 KPa, U=7 m/s	30 min

B. Caracterización físico-química de las frutas

Cuadro 7.4 Determinación de la humedad en el jugo pulposo, el jugo clarificado y el retenido obtenidos durante el proceso de MFT en el segundo ensayo con piña variedad MD2.

Muestra	P.Cap.Vac	P.Cap.+Masa	P.Cap.+M.Seca	Peso Muestra	% Humedad	Media	Desv.Std.	C.V.
jugo pulposo	6,0348	25,7195	8,7843	19,6847	86,0323	86,0	0,105	0,12
jugo pulposo	11,1515	31,0283	13,9573	19,8768	85,8840			
jugo clarificado	11,8439	33,9591	14,9038	22,1152	86,1638	86,1	0,032	0,04
jugo clarificado	11,2694	31,3797	14,0611	20,1103	86,1181			
retenido	11,0446	30,7595	13,8637	19,7149	85,7007	85,4	0,356	0,42
retenido	8,8869	28,8214	11,8377	19,9345	85,1975			

Cuadro 7.5 Determinación de la acidez por titulación en el jugo pulposo y clarificado de piña provenientes del segundo ensayo de de MFT de piña variedad MD2.

Muestra	PESO MUESTRA (g)	GASTO NaOH (mL)	Blanco (mL)	N NaOH	Factor (Ac. Cítrico)	% ACIDEZ	MEDIA	DESV. STD.	C.V.
jugo pulposo	10,7121	8,90	0,05	0,1042367	0,064	0,5511	0,57	0,029	5,0
jugo pulposo	10,0356	8,95	0,05	0,1042367	0,064	0,5916			
jugo clarificado	10,5517	9,05	0,05	0,1042367	0,064	0,5690	0,57	0,008	1,3
jugo clarificado	10,0119	8,75	0,05	0,1042367	0,064	0,5797			

Cuadro 7.6 Determinación de la acidez por medición del pH en el jugo pulposo y clarificado de piña provenientes del segundo ensayo de de MFT de piña variedad MD2.

Muestra	pH	MEDIA	DESV.STD.	C.V.
jugo pulposo	3,52	3,52	0,007	0,2
jugo pulposo	3,51			
jugo clarif.	3,55	3,55	0,007	0,2
jugo clarif.	3,54			

C. Análisis de aromas en las frutas

Cuadro 7.7 Concentración e incertidumbre obtenidas de la disolución intermedia del compuesto utilizado como patrón interno en la cuantificación de aromas en los jugos pulposos y clarificados.

Conc. Dis. Interm de 2-Oct. mg/L	4071,500
U Conc. Dis. Interm. ± mg/L	7,800

Cuadro 7.8 Concentración obtenida en los patrones intermedios de 2-octanol.

Patrón #	Alicuota de Dis. Interm. 2-oct (mL)	Equipo Volumétrico	Balón aforado utilizado	Concentración del patrón intermedio de 2-octanol (mg/L)
1	0,1250	Pipeta de 1,00 mL	Balón de 5,00 mL	101,8 ± 5,8 mg/L
2	0,3125	Pipeta de 1,00 mL	Balón de 5,00 mL	254,5 ± 5,9 mg/L
3	0,6250	Pipeta de 1,00 mL	Balón de 5,00 mL	508,9 ± 6,2 mg/L
4	0,9375	Pipeta de 1,00 mL	Balón de 5,00 mL	763,4 ± 6,6 mg/L

Cuadro 7.9 Concentración de 2-octanol correspondiente a la inyección de tres réplicas de las disoluciones patrón para la obtención de la curva de calibración.

Patrones	Cn mg/L	Areas		
		Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
Blanco	0,0000	0	0	0
Patrón 1	102,0000	3696382	3697279	3698176
Patrón 2	254,0000	24991900	25062914	25133928
Patrón 3	509,0000	43727832	44842919	45958006
Patrón 4	763,0000	62888318	63315647	63742976

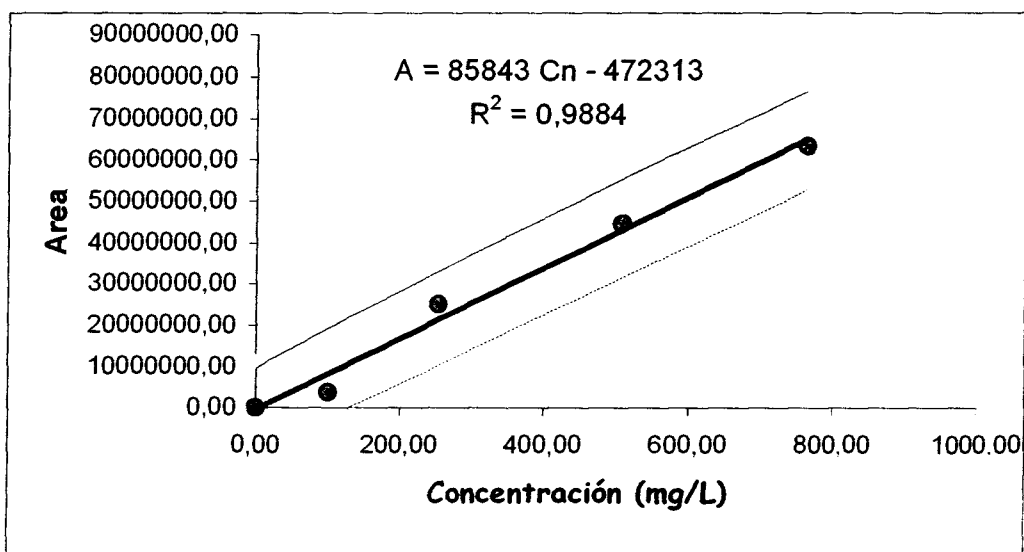


Figura 7.2 Gráfica de la curva de calibración obtenida a partir de la inyección de las disoluciones patrón obtenidas en el cuadro 7.8

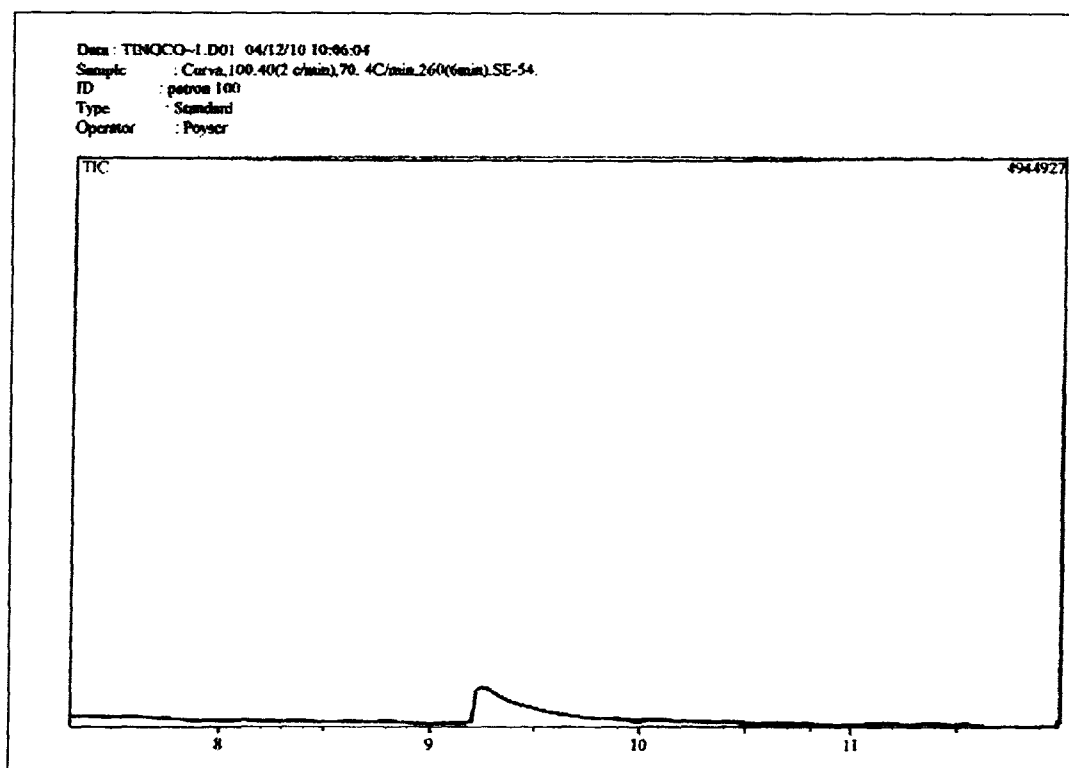


Figura 7.3 Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 100 ppm de 2- octanol.

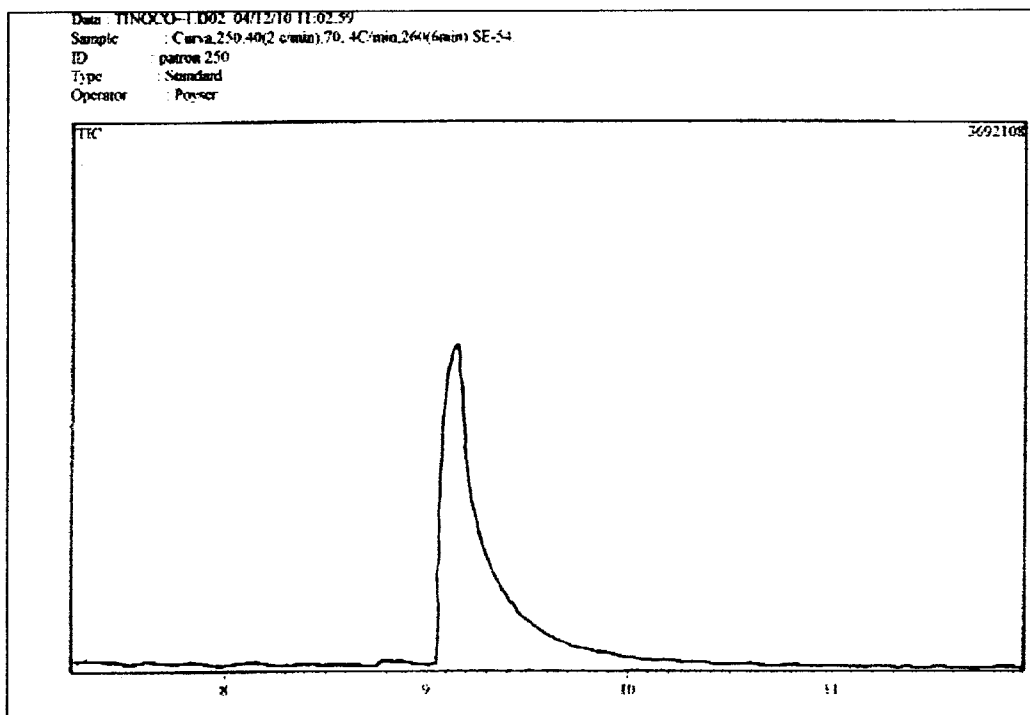


Figura 7.4 Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 250 ppm de 2- octanol.

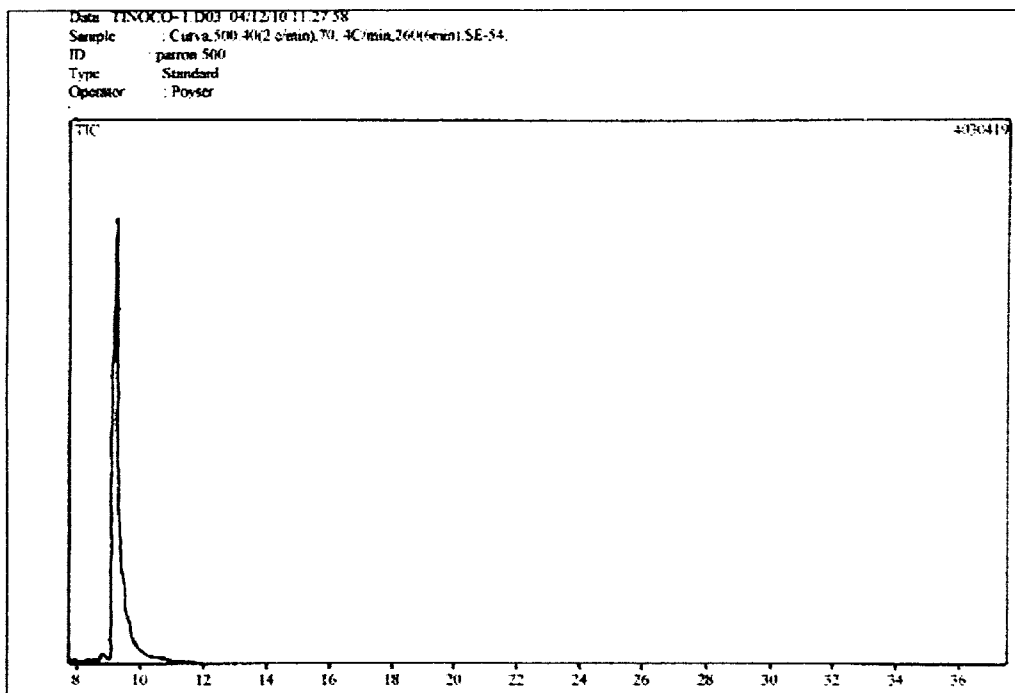


Figura 7.5 Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 500 ppm de 2- octanol.

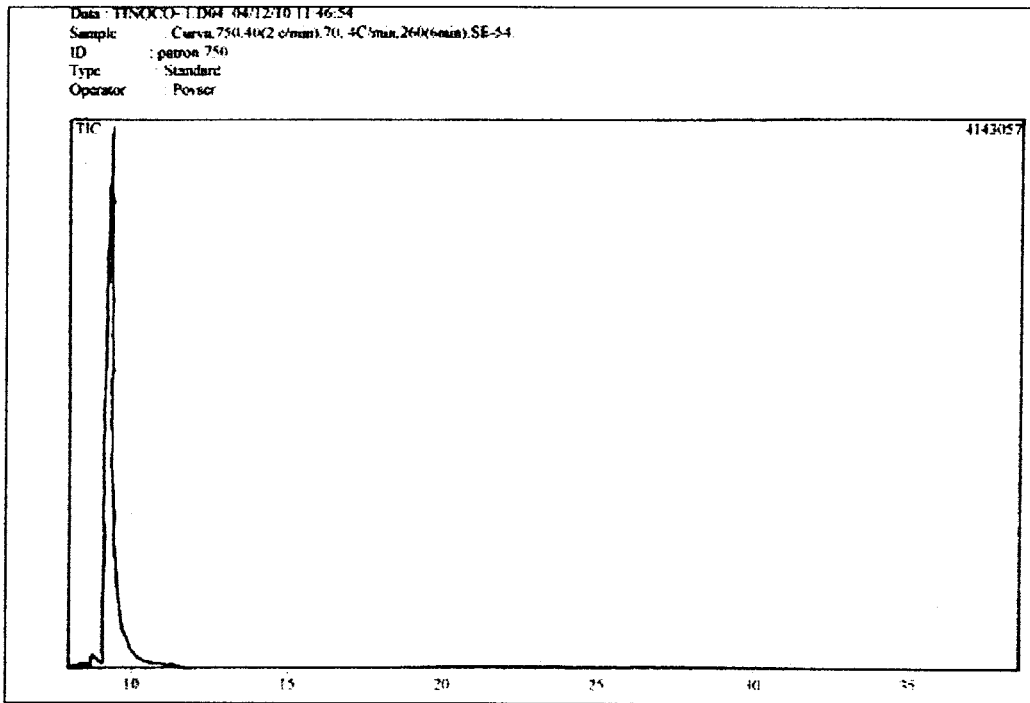


Figura 7.6 Área bajo la curva producto de la inyección de la disolución patrón de 750 ppm de 2- octanol.