

ESTUDIO DEL PROCESO DE CLARIFICACIÓN DE HIDROLIZADOS DE  
ALMIDÓN DE YUCA UTILIZANDO MEMBRANAS CERÁMICAS

MARIA VICTORIA PAOLA ACEVEDO ESTUPIÑAN  
CARLOS OMAR PARRA ESCUDERO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA

2013

ESTUDIO DEL PROCESO DE CLARIFICACIÓN DE HIDROLIZADOS DE  
ALMIDÓN DE YUCA UTILIZANDO MEMBRANAS CERÁMICAS

MARIA VICTORIA PAOLA ACEVEDO ESTUPIÑAN  
CARLOS OMAR PARRA ESCUDERO

Trabajo de grado presentado como requisito para optar por el título de  
Ingeniero Químico

Director  
Prof. CARLOS JESUS MUVDI NOVA  
Ingeniero Químico, Msc. PhD.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS  
BUCARAMANGA  
2013

*Sus enseñanzas y ejemplo son el reflejo de lo que soy por eso este trabajo es de ustedes mamá, papá, Nico y abue, siempre serán mi más grande inspiración y motivación. Éste será el primero de muchos éxitos que están por llegar.*

*A Dios por estar en mí, permitirme dar fruto y sé que junto a Él vendrán en abundancia.*

*A Carlos Omar Parra por vivir esta aventura junto a mí, gracias.*

*María Victoria*

*A mi madre, Ana Escudero quien me permitió alcanzar esta meta con su esfuerzo y dedicación. Te quiero; gracias por la paciencia, la confianza y el sacrificio, no me alcanzara la vida para pagarte.*

*A María Victoria Acevedo quien camino de la mano conmigo durante este viaje. Te amo con todo mi ser. Gracias por cambiar mi vida.*

*A mis amigos, gracias por todos los buenos momentos y los mejores recuerdos, gracias por los consejos y la compañía. Que nuestra amistad trascienda tiempo y distancia.*

*A Dios, gracias por darme el amor y la amistad de las personas a las que quiero, gracias por permitirme cumplir mis metas.*

*Carlos Omar Parra*

## **AGRADECIMIENTOS**

Queremos expresar nuestros más sinceros agradecimientos a nuestro director el profesor Carlos Jesús Muvdi Nova por acogernos con tanta dedicación, compartir con nosotros sus conocimientos y experiencias para que este, nuestro proyecto, se hiciera realidad. Gracias a él aprendimos realmente que es una investigación, donde los resultados no siempre son los esperados y sin embargo todos son importantes; quien los analiza es el responsable de ver su aporte. Gracias por esas miles de revisiones que permitieron mejorar y pulir nuestra redacción haciéndola más profesional, concisa y precisa. Ahora nos consta que el empeño, interés y dedicación tienen sus frutos, a pesar de las eventualidades.

También queremos agradecer al personal del CICTA que nos recibieron como parte de su familia. Gracias al Ingeniero Luis Carlos por su asesoría, por estar atento y presto a ayudar en cada eventualidad, a Laurita por su amabilidad, sonrisa y disposición y a Arlei por su colaboración.

A PROMITEC S.A.S por confiar en nosotros, darnos su total apoyo, permitirnos conocer sus instalaciones, compartir con nosotros sus proyectos y utilizar sus laboratorios. Gracias a la Dra. Blanca y al Ing. Erik, porque nos enseñaron que el conocimiento aplicado es el que produce dinero, a Loufrantz, Jose y Marcela por su ayuda en los diferentes ensayos y buena energía.

A COLCIENCIAS por difundir la ciencia e investigación y dar la financiación para este proyecto. A la Universidad Industrial de Santander por darnos la formación fundamental, conocimientos y apoyo. Al profesor Daniel Molina porque sin su oportuna ayuda no se habría podido avanzar. Al profesor Fernando Viejo Abrante por estar pendiente y aconsejarnos.

Finalmente queremos agradecer a nuestras familias por apoyarnos hasta el final, creer en nosotros, recibirnos siempre con un abrazo y una sonrisa; gracias a ustedes hemos llegado hasta acá. A nuestros amigos por estar pendientes y acomodarse a nuestros tiempos. A Dios agradecemos profundamente por ser nuestra guía, darnos la sabiduría y la fuerza para afrontar las adversidades.

## CONTENIDO

	Pág.
<b>INTRODUCCIÓN</b>	18
<b>1. METODOLOGÍA</b>	25
1.1 FASE PRELIMINAR: Definición de los parámetros operatorios.	26
1.2 FASE 1: Estudio de la etapa de licuefacción integrando procesos membranarios.	26
1.3 FASE 2: Estudio de la etapa de sacarificación integrando procesos membranarios.	27
1.4 FASE 3: Estudio del proceso de hidrólisis aumentando la concentración del alimento.	27
1.5 FASE 4: Evaluación del caudal y la calidad del permeado utilizando membranas con diferentes diámetros de poro.	28
1.6 MATERIALES, MÉTODOS EXPERIMENTALES Y DE ANÁLISIS.	28
1.6.1 Piloto de filtración membranaria.	28
1.6.2 Materiales e insumos.	29
1.6.3 Métodos experimentales	30
<b>2. ANÁLISIS DE RESULTADOS</b>	31
2.1 PERMEABILIDAD DE LAS MEMBRANAS AL AGUA.	31
2.2 DETERMINACIÓN DEL DIÁMETRO DE PORO A UTILIZAR EN LAS FASES 1, 2 Y 3.	31
2.3 EFECTO DE LA $\Delta P_{TM}$ Y DE LA TEMPERATURA EN LA FILTRACIÓN DEL HIDROLIZADO OBTENIDO DURANTE LA ETAPA DE LICUEFACCIÓN.	32

2.4 EFECTO DE LA $\Delta P_{TM}$ Y DE LA TEMPERATURA EN LA FILTRACIÓN DEL HIDROLIZADO OBTENIDO DURANTE LA ETAPA DE SACARIFICACIÓN.	35
2.5 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN EN LA FILTRACIÓN DEL HIDROLIZADO OBTENIDO DURANTE LAS ETAPAS DE LICUEFACCIÓN Y SACARIFICACIÓN.	37
2.6 EFECTO DEL DIÁMETRO DE PORO EN LA CALIDAD Y CANTIDAD DE PERMEADO OBTENIDO EN LA FASE FINAL DE LA HIDRÓLISIS.	40
<b>3. CONCLUSIONES</b>	44
<b>4. RECOMENDACIONES</b>	45
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	46

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
<b>Tabla 1.</b> Comparación de la composición bromatológica del maíz, papa, plátano y yuca.	19
<b>Tabla 2.</b> Enzimas que participan en la hidrólisis del almidón.	20
<b>Tabla 3.</b> Clasificación de los procesos membranaarios.	23
<b>Tabla 4.</b> Resultados retención de enzima, medidas a 30°C y 2 bar después de 20 min de filtración.	32

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
<b>Figura 1.</b> Unidades estructurales básicas de la amilosa (a) y la amilopectina (b).	19
<b>Figura 2.</b> Acción de la enzima $\alpha$ -amilasa durante la etapa de licuefacción.	20
<b>Figura 3.</b> Acción de la enzima glucoamilasa durante la etapa de sacarificación. Para el caso de la amilopectina.	21
<b>Figura 4.</b> Filtración membranaria.	22
<b>Figura 5.</b> Cuadro metodológico.	25
<b>Figura 6.</b> Piloto de filtración membranaria.	28
<b>Figura 7.</b> Permeabilidad al agua de las membranas de 5, 8, 15 y 50 kDa, medidas a 30°C y 2 bar después de 20 min de filtración.	31
<b>Figura 8.</b> Permeabilidad del licuificado a 50°C (a) y a 80°C (b) con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 y 3 bar. °Brix alimentación de 15,28, pH 2,5 y concentración de $\alpha$ -amilasa de 0,028% p/p.	33
<b>Figura 9.</b> Permeabilidades a los 30 min de filtración, a 50 y 80 °C con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 y 3 bar para la etapa de Licuefacción. °Brix alimentación de 15,28, pH 2,5 y concentración de $\alpha$ -amilasa de 0,028% p/p.	34
<b>Figura 10.</b> Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados a los permeados de la membrana de 15 kDa en la etapa de licuefacción obtenidos a 80 y 50 °C con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 y 3 bar. °Brix alimentación de 15,28, pH 2,5 y concentración de $\alpha$ -amilasa de 0,028% p/p. (a)°Brix. (b) %Materia seca.	34
<b>Figura 11.</b> Permeabilidad obtenida en la etapa de Sacarificación a.50°C (a) y a 70°C (b) con variación de presión transmbranaria de 1,5 y 3 bar, °Brix alimentación de 17,2; pH 2,5 y concentración de glucoamilasa de 0,063% p/p.	35

<b>Figura 12.</b> Permeabilidad a los 30 min a 50 y 70 °C con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 y 3 bar para la etapa de sacarificación. °Brix alimentación de 17,2; pH 2,5 y concentración de glucoamilasa de 0,063% p/p.	36
<b>Figura 13.</b> Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados a los permeados obtenidos con la membrana de 15 kDa en la etapa de sacarificación obtenidos a 70 y 50 °C con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 y 3 bar. °Brix alimentación de 17,2; pH 2,5 y concentración de glucoamilasa de 0,063% p/p. (a) °Brix (b) %Materia seca.	37
<b>Figura 14.</b> Comparación de la cinética de permeabilidad para concentraciones de 20, 30 y 40% p/v de almidón hidrolizado, realizadas a 80°C para licuefacción (a) y 70°C para sacarificación (b) con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 bar, pH 2,5 y membrana de 15 kDa.	38
<b>Figura 15.</b> Comparación de las permeabilidades a los 10 y 30 minutos para las concentraciones de 20, 30 y 40% p/v de almidón hidrolizado, realizadas a 80°C para licuefacción y 70°C para sacarificación con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 bar, pH 2,5 y membrana de 15 kDa.	39
<b>Figura 16.</b> Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados para las muestras de alimento y permeado con concentraciones de almidón de 20%, 30% y 40% p/v en las etapas de licuefacción y sacarificación. Realizadas a 80°C para licuefacción y 70°C para sacarificación con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 bar, pH 2,5 y membrana de 15 kDa. (a)°Brix (b) %Materia seca.	39
<b>Figura 17.</b> Comparación de turbidez entre las muestras de alimento, y de permeado ultrafiltrado con una membrana de 15 kDa para concentraciones de 30 y 40% p/v en las etapas de licuefacción y sacarificación.	40
<b>Figura 18.</b> Comparación de las permeabilidades de hidrolizados sacarificados a los 10 y 30 min para las membranas con diámetros de poro de 15, 150 y 300 kDa, y 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4 $\mu\text{m}$ realizadas a 70°C con $\Delta P_{TM}$ de 1,5 bar, pH 2,5, 20% p/v para la concentración del almidón hidrolizado.	41
<b>Figura 19.</b> Comparación de la turbidez (a) y el porcentaje retención (b) entre la muestra de alimento y las de permeado filtrado con membranas de 15, 150, 300 kDa y 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4 $\mu\text{m}$ con concentración de almidón 20% para el hidrolizado sacarificado.	42
<b>Figura 20.</b> Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados para	42

las muestras de alimento y permeado de las membranas con diámetros de poro de 15, 150 y 300 kDa, y 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4  $\mu\text{m}$  realizadas a  $70^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta P_{\text{TM}}$  1,5 bar, pH 2,5, concentración de almidón 20% p/v e hidrolizado sacarificado. (a)°Brix (b) %Materia seca.

## RESUMEN

**TÍTULO:** ESTUDIO DEL PROCESO DE CLARIFICACIÓN DE HIDROLIZADOS DE ALMIDÓN DE YUCA UTILIZANDO MEMBRANAS CERÁMICAS\*

**AUTORES:** María Victoria Paola Acevedo Estupiñan, Carlos Omar Parra Escudero\*\*

**PALABRAS CLAVE:** Filtración membranaria, hidrólisis enzimática, almidón de yuca, membranas cerámicas, jarabes de glucosa, clarificación.

Se evaluó la clarificación de los hidrolizados de almidón de yuca utilizando membranas cerámicas de microfiltración y ultrafiltración en la producción de jarabes de glucosa (producidos mediante hidrólisis enzimática del almidón en dos etapas: licuefacción y sacarificación).

El estudio se llevó a cabo en 5 fases: en la fase preliminar se determinó la membrana a utilizar (5, 8, 15 y 50 kDa) durante las tres primeras fases del proyecto que asegurara un 95% de retención de enzima. En las dos primeras fases se evaluó el efecto de la presión transmembranaria (1,5 y 3 bar) y la temperatura (50°C y temperatura de hidrólisis) sobre el proceso de filtración membranaria tanto en la etapa de licuefacción (fase 1) como en la de sacarificación (fase 2) para encontrar las mejores condiciones de operación para las fases 3 y 4. En la tercera fase se evaluó el efecto del aumento en la concentración de almidón alimentado (20, 30 y 40%p/v) para ambas etapas (licuefacción y sacarificación) con el fin de obtener un producto más rico en glucosa y en la cuarta fase se evaluaron diferentes membranas (15, 150 y 300 kDa; 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4  $\mu\text{m}$ ) sobre la etapa de sacarificación para evaluar la productividad en términos de permeabilidad y la calidad en términos de turbidez.

Los resultados obtenidos mostraron que la presión y la temperatura no influyen significativamente sobre la permeabilidad, ni sobre la calidad del permeado permitiendo trabajar con la menor presión (menor desgaste de equipos y menor gasto energético) y la temperatura de hidrólisis (con el fin de trabajar un proceso de producción en continuo); además se observó la posibilidad de usar membranas con diámetros de poro de hasta 0,8  $\mu\text{m}$  aumentando hasta en 5 veces la productividad disminuyendo la turbidez en un 99%.

---

\* Trabajo de grado.

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Centro de Investigación en Ciencia y Tecnología de Alimentos. Director: Carlos Jesús Muvdi Nova Ingeniero Químico, Msc., PhD.

## ABSTRACT

**TITLE:** STUDY OF CLARIFICATION PROCESS OF CASSAVA STARCH HYDROLYSATES USING CERAMIC MEMBRANES.\*

**AUTHORS:** María Victoria Paola Acevedo Estupiñan, Carlos Omar Parra Escudero\*\*

**KEYWORDS:** Membranal filtration, enzymatic hydrolysis, cassava starch, ceramic membranes, glucose syrups, clarification.

Clarification of cassava starch hydrolysates was evaluated using ceramic membranes of microfiltration and ultrafiltration in the production of glucose syrups (obtained by enzymatic hydrolysis in two stages: liquefaction and saccharification).

The study was conducted in five phases: a preliminary phase determined the membrane to use (5, 8, 15 and 50 kDa) during the early three phases of the project to ensure 95% of enzyme retention. In early two phases, the effect on the transmembrane pressure (1.5 to 3 bar) and temperature (50 °C and hydrolysis temperature) were evaluated on the membranal filtration process for both stages, liquefaction (phase 1) and saccharification (phase 2), to find the best operating conditions for phases 3 and 4. In the third phase, the effect to increase the fed starch concentration (20, 30 and 40% w/v) was evaluated for both stages (liquefaction and saccharification) in order to obtain a more concentrated glucose product and, in the fourth phase the permeability in terms of productivity and quality in terms of turbidity were evaluated in different membranes (15, 150 and 300 kDa, 0.2, 0.45, 0.8 and 1.4 microns) on the saccharification step.

The results showed that the pressure and the temperature do not influence significantly the permeability or the quality of the permeate, allowing operations with lower pressure (less wear of equipment and minor energetic expense) and hydrolysis temperature (in order to carry a continuous production process); in addition was observed the possibility of using membranes with pore diameters of up to 0.8 microns increasing even in 5 times the productivity without affecting the permeate quality (diminishing the turbidity in 99 %).

---

\* Undergraduate Project.

\*\* Physical and Chemical Engineering's Faculty. School of Chemical Engineering. Food Science and Technology Research Center. Director: Carlos Jesús Muvdi Nova Ingeniero Químico, Msc., PhD.

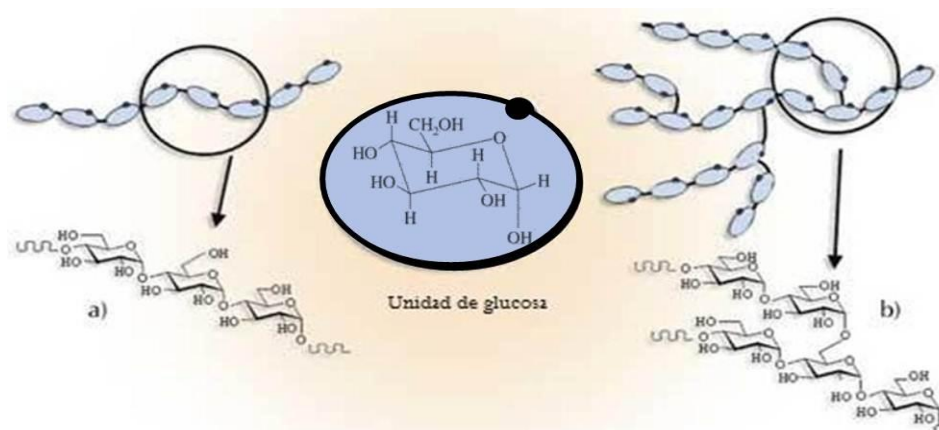
## INTRODUCCIÓN

Los jarabes de glucosa son soluciones líquidas altamente viscosas de glucosa concentrada (2,140 cP a 75% de materia seca; 53,7 equivalente dextrosa y 26,7°C) que pueden contener maltodextrinas (Hobbs, 2009). Su poder edulcorante está entre 40 y 79 (siendo 100 el poder de dulzura de la sacarosa) (Shallenberger, 1982) (Well, 1987) (Uribe, 2004).

Estos jarabes son muy apreciados en la industria de alimentos ya que proporcionan dulzor, suavidad y brillo a los productos. Además ayudan a la formación de cristales más pequeños, facilitan la masticación de las gomas, y disminuyen la actividad del agua prolongando la duración del producto, entre otros beneficios. Aparte son precursores para otros sacáridos como la fructosa, cuyo poder edulcorante es mayor (80-130). Estas características les permiten su utilización en productos como: chocolates, helados y dulces en general. (Arango, 2008) (Promitec, 2010) (Tate & Lyle, 2012) (Kearsley & Dziejcz, 1995). Los jarabes de glucosa también son materia prima para la producción de etanol (para el consumo o carburante) u otros productos de fermentación como: ácido láctico, penicilina y vitaminas, entre otros (Andersen *et al.*, 2011).

La materia prima para la producción de jarabes de glucosa es el almidón, polisacárido formado por unidades de glucosa que generalmente está compuesto aproximadamente por 80% de amilopectina y 20% de amilosa en base seca. La amilosa es un polisacárido lineal con formación helicoidal y enlaces glucosídicos alfa-1,4. La amilopectina es un polisacárido ramificado en el que cadenas lineales de residuos de alfa-1,4 D-glucosa se unen mediante enlaces glucosídicos alfa-1,6 (Andersen *et al.*, 2011). La Figura 1 representa la estructura de estos dos compuestos.

**Figura 1. Unidades estructurales básicas de amilosa (a) y amilopectina (b)**



Fuente: ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), (Cornuéjols & Pérez, 2010)..

Una de las principales fuentes de almidón es la yuca que contiene hasta un 87,7 %, superando en más del 10% a otras fuentes de almidón (ver Tabla 1).

**Tabla 1. Comparación de la composición bromatológica del maíz, papa, plátano y yuca.**

% En base seca	Maíz	Papa	Plátano	Yuca
<b>Glucosa</b>	2,59	8,45	8,40	2,00
<b>Proteína</b>	10,30	10,00	4,00	2,67
<b>Almidón</b>	<b>71,70</b>	<b>76,05</b>	<b>75,60</b>	<b>87,67</b>
<b>Fibras</b>	9,75	0,00	4,00	3,33
<b>Ácidos grasos</b>	4,30	0,50	4,00	1,00
<b>Cenizas</b>	1,36	5,00	4,00	3,33

Fuente: (Aya Arias, et al, 2006)

La producción de jarabes de glucosa inicia con la hidrólisis (ácida o enzimática) del almidón. La hidrólisis ácida permite obtener jarabes con un 35-55 ED (Equivalentes Dextrosa; término en que se mide el grado de conversión de almidón en maltodextrinas y glucosa). En cambio, la hidrólisis enzimática, con la cual se trabajó en este trabajo de grado, permite obtener jarabes con un contenido de ED superior a 95 (Singh & Cheryan, 1998).

La hidrólisis enzimática consta de dos etapas: licuefacción y sacarificación utilizando  $\alpha$ -amilasas y glucoamilasas, respectivamente. La Tabla 2 resume algunos de sus principales elementos diferenciadores.

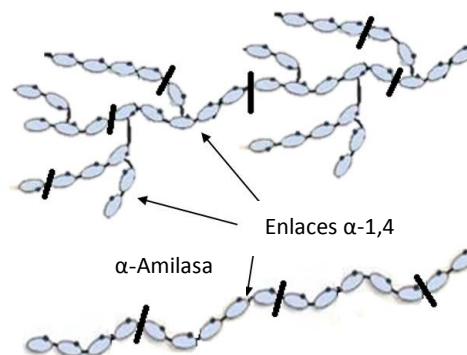
**Tabla 2. Enzimas que participan en la hidrólisis del almidón.**

Enzima	Actividad	Productos	Peso molecular en kDa
<b><math>\alpha</math>-amilasas</b>	Endoamilasas. Degradan aleatoriamente los enlaces glucosídicos $\alpha$ -1,4 al interior de las moléculas de almidón.	Oligosacáridos de longitud variable	30-150 (dependiendo de la cepa)
<b>glucoamilasas</b>	Exoamilasas. Degradan los enlaces $\alpha$ -1,4 y $\alpha$ -1,6 desde el extremo no reductor de las moléculas de almidón	Glucosa, maltosa y mezclas	66-250 (dependiendo de la cepa)

Fuente: (Henrissat, 1991) (Latorre, 2008), (Sánchez *et al*, 2004) (Rutz & Janssen, 2007).

En la etapa de licuefacción, el almidón se hidroliza para dar lugar a una solución de dextrinas (cadenas con más de 10 unidades de glucosa) por la acción de  $\alpha$ -amilasas. Hasta este momento el hidrolizado obtenido tiene un contenido de 15-20 ED (Kearsley & Dziedzic, 1995). La Figura 2 ilustra los sitios de rompimiento de la molécula para esta primera etapa de hidrólisis.

**Figura 2. Acción de la enzima  $\alpha$ -amilasa durante la etapa de licuefacción.**

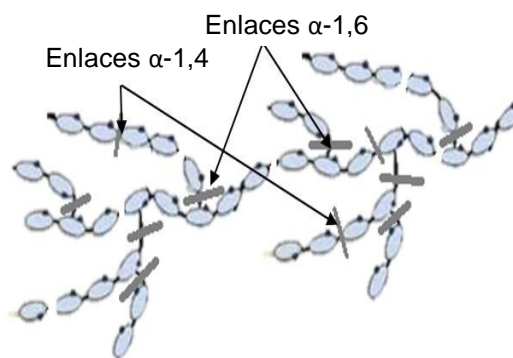


Fuente: ESRF (European Synchrotron Radiation Facility).

La segunda etapa de hidrólisis, también llamada etapa de sacarificación, utiliza glucoamilasas. Estas enzimas transforman las dextrinas producidas en la

licuefacción en azúcares de bajo peso molecular (glucosa, maltosa o mezclas), mediante el ataque a los enlaces glucosídicos de los extremos no reductores (Amutha & Gunareskaran, 2001) (Latorre, 2008). La Figura 3 ilustra los sitios donde se realiza la hidrólisis. Al terminar esta etapa se puede obtener un hidrolizado con un contenido final de 93-96% ED.

**Figura 3. Acción de la enzima glucoamilasa durante la etapa de sacarificación. Para el caso de la amilopectina.**



Fuente: ESRF (European Synchrotron Radiation Facility).

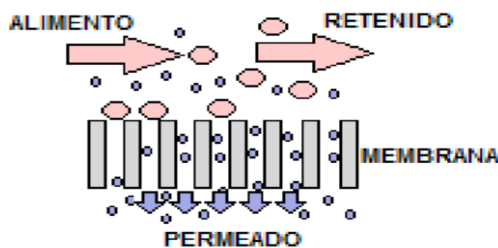
Una vez finalizada la sacarificación, el hidrolizado es clarificado para remover sólidos suspendidos e impurezas insolubles (proteínas y grasas). Para ello se utiliza tradicionalmente la filtración frontal mediante filtros prensa o filtros rotatorios al vacío con tierras diatomeas como auxiliar filtrante (Singh & Cheryan, 1998) (Basso, 1982) (Kuske & Bonnett, 1977) (Simms, 1985).

El proceso anteriormente descrito, se lleva a cabo generalmente en reactores batch. Esta configuración genera incrementos en los costos de producción, debido a los tiempos de parada, a los limitados volúmenes producidos y a la pérdida de enzima después de cada cochada (Mameria *et al*, 2000).

Una posible solución que permita incrementar la producción sin aumentar los costos asociados podría ser el desarrollo del proceso de hidrólisis integrando al reactor enzimático una membrana de ultrafiltración.

Una membrana es una barrera física que permite el paso de ciertos componentes del fluido alimentado gracias a una fuerza impulsora como concentración, presión o temperatura (Pabby *et al*, 2009). El fluido que pasa a través de la membrana se denomina permeado y el que no la atraviesa es el retenido como se ilustra en la Figura 4 (Wang L *et al*, 2011).

**Figura 4. Filtración membranaria.**



Fuente: (Becerra, 2011)

Para los procesos que utilizan membranas es importante tener en cuenta la colmatación (acumulación reversible o irreversible de material dentro o sobre la estructura de la membrana). Este fenómeno tiene como efecto la pérdida del rendimiento de la membrana; evidenciada en la disminución del flujo en el permeado.

Existen muchas maneras de clasificar los procesos con membranas. Uno de ellos es a través del tamaño de poro de las membranas utilizadas. Según esta característica las membranas pueden ser de microfiltración (MF), ultrafiltración (UF) y nanofiltración (NF). El principal mecanismo de separación de estas membranas es la exclusión de tamaño, señalada por la clasificación nominal de las membranas por su MWCO ("Molecular Weight Cut-Off": peso molecular o tamaño de partícula nominal más pequeño para el cual se espera un porcentaje de retención  $\geq 90\%$ ) (Cui, Z.F. *et al*, 2010). Esta clasificación se puede observar con mayor detalle en la Tabla 3. Nótese que a medida que disminuye el diámetro de poro aumentan las presiones de trabajo para el proceso membranario.

**Tabla 3. Clasificación de los procesos membranarios.**

Proceso Membranario	Tamaño de poro	Intervalo de Presión transmembranaria ( $\Delta P_{TM}$ )
<b>Microfiltración (MF)</b>	100-10.000 nm o > 100 kDa	1-10 bar
<b>Ultrafiltración (UF)</b>	1-100 nm o 0,5-100 kDa	1-10 bar
<b>Nanofiltración (NF)</b>	0,5-10 nm o 0,1-0,5 kDa	10-30 bar

Fuente: (Wang, L, *et al*, 2011) (Cui, Z.F. *et al*, 2010)

Atendiendo a su naturaleza las membranas se clasifican en orgánicas e inorgánicas. Dentro de las inorgánicas las más importantes son las membranas cerámicas que presentan mayor resistencia mecánica, química y térmica, lo cual les permite trabajar a altas velocidades de flujo y temperaturas. Generalmente son fabricadas de alúmina, óxido de zirconio, óxido de titanio o sus mezclas.

Esta operación con membranas permitiría realizar el proceso en continuo. Las enzimas retenidas podrán ser usadas en reacciones sucesivas mientras se remueven continuamente los productos a través de la membrana, al mismo tiempo que se clarifica el hidrolizado obtenido, reteniendo los sólidos suspendidos (proteínas, y almidón no hidrolizado) (Bélafi-Bako, 2006). (Gan, 2002). (Hong, 1981). (Yang, 2006). (Grzeoekowiak & Sloinska, 2005). (Andric *et al*, 2010). Estas características permiten aumentar la producción, disminuir los tiempos de procesamiento y minimizar costos (Sulei-Choinacka *et al*, 2005). Las siguientes son algunas ventajas que incorpora una membrana de ultrafiltración en el proceso (en continuo o en batch):

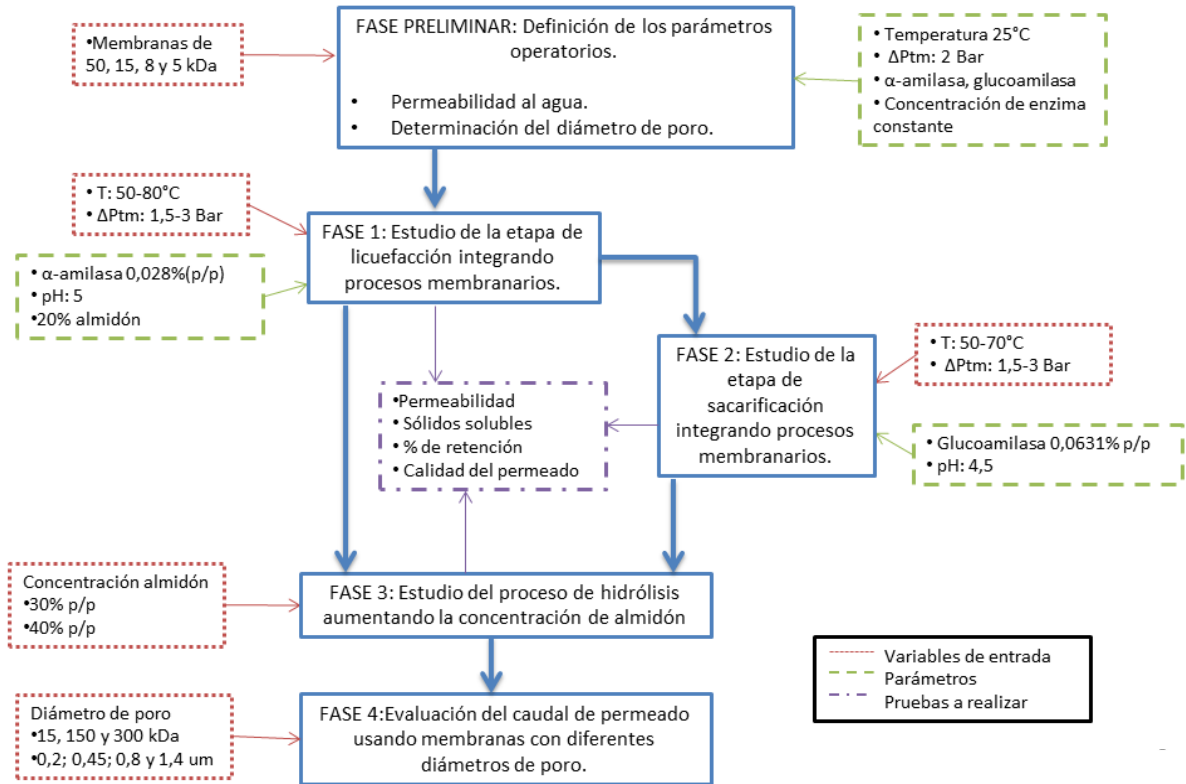
1. Incrementa la tasa de reacción
2. Minimiza la cantidad de productos secundarios
3. Menores requerimientos energéticos
4. Calidad superior en términos de turbidez, color y contenido microbiológico (Singh & Cheryan, 1998).

Este trabajo hace parte del proyecto Colciencias-UIS-Promitec S.A.S. código 1102-5022-7720 titulado "Aumento de la productividad de jarabes de glucosa

obtenidos a partir de hidrolizados de almidón de yuca” que busca el análisis de procesos que permitan el aumento de la productividad y de la calidad de los esquemas de producción de la empresa Promitec S.A.S. Para ello la presente propuesta de investigación busca analizar el impacto de integrar membranas cerámicas para la clarificación de hidrolizados de almidón de yuca utilizados en la producción de jarabes de glucosa.

# 1. METODOLOGÍA

**Figura 5. Cuadro metodológico.**



Fuente: Autores

Cada una de las hidrólisis del almidón, utilizadas en las pruebas, se realizaron en batch con los siguientes parámetros de operación: pH 5, 80°C de temperatura, tiempo de reacción 15 min y relación enzima/sustrato 0,028%p/p para licuefacción; pH 4,5, 70°C de temperatura, tiempo de reacción 45 min y relación enzima/sustrato 0,063%p/p para sacarificación de acuerdo a los resultados obtenidos por Ruiz *et al.*, 2009. Para ambas etapas se trabajó con 6 l de solución y bajo agitación (30 rpm). La temperatura de hidrólisis se controló con un baño termostataado y el pH se reguló con NaOH y HCl 2N. Las reacciones de hidrólisis se detuvieron bajando el pH a 2,5 y manteniéndolo durante 1 h.

El caudal de permeado se midió cada 5 min; al final de las pruebas se midió el caudal del retenido y se tomaron muestras para sus posteriores análisis fisicoquímicos; los cuales fueron realizados en los laboratorios de Promitec S.A.S. Las pruebas de ultrafiltración tuvieron una duración de 30 min.

Los resultados obtenidos fueron analizados para emitir un concepto sobre:

- Calidad del producto obtenido
- Vida útil de la membrana
- Rendimiento.

El estudio de la clarificación de los hidrolizados de almidón se llevó a cabo en cinco fases.

#### 1.1 Fase preliminar: Definición de los parámetros operatorios.

Buscó determinar un diámetro de poro para la membrana que asegurara un porcentaje retención mayor o igual al 95% para cada enzima utilizando soluciones ideales (enzima/agua).

Durante esta etapa se dejaron fijos los siguientes parámetros: temperatura 30°C y 2 bar de  $\Delta P_{TM}$  con las concentraciones de enzima antes especificadas.

#### 1.2 Fase 1: Estudio de la etapa de licuefacción integrando procesos membranarios.

En esta fase se analizó el efecto de la temperatura y la presión sobre la ultrafiltración en la etapa de licuefacción. El diseño de experimentos fue de tipo factorial  $2^k$  (Galbiati, 2007). Los niveles a evaluar fueron:  $T_{m\acute{a}x}$  de 80 °C para la licuefacción (máxima actividad enzimática y mejor permeabilidad) (Ruiz *et al.*, 2009), y  $T_{m\acute{i}n}$  de 50°C (mayor viscosidad mejora el rendimiento de la bomba) (Youshuang *et al.*, 2011) (Slominska & Niedbach, 2009) (Morales *et al.*, 2008)

(López -Ulibarri & Hall, 1997). Para la presión los niveles a evaluar fueron 1,5 y 3 bar (el nivel máximo estuvo condicionado a la capacidad del piloto). La hidrólisis se llevó a cabo con concentración de almidón de 20 %p/v utilizando las condiciones establecidas por Ruiz, 2009.

El hidrolizado obtenido se sometió a ultrafiltración recirculando el retenido al tanque de alimentación. La membrana utilizada fue aquella que aseguró una retención superior al 95% (fijada en la fase preliminar).

### 1.3 Fase 2: Estudio de la etapa de sacarificación integrando procesos membranarios.

En esta fase se analizó el efecto de la temperatura y la presión sobre la ultrafiltración en la etapa de sacarificación. El diseño de experimentos fue de tipo factorial  $2^k$  (Galbiati, 2007). Los niveles utilizados fueron los mismos que en la fase 1 a excepción de la  $T_{m\acute{a}x}$  que en esta fase fue 70 °C (máxima actividad enzimática para la glucoamilasa).

La sacarificación se realizó usando como alimento maltodextrinas no clarificadas provenientes de una etapa previa de licuefacción, obtenida de una solución de almidón al 20 %p/v; en la hidrólisis se usó la membrana escogida en la fase preliminar. La filtración se llevó a cabo recirculando el retenido al tanque de alimentación.

### 1.4 Fase 3: Estudio del proceso de hidrólisis aumentando la concentración del alimento

Esta fase evaluó el efecto de la concentración del alimento en la ultrafiltración. Para esto se usaron las mejores condiciones de presión y temperatura encontradas en las fases 1 y 2, según los criterios de permeabilidad, retención y concentración de azúcares reductores. Las concentraciones de almidón a evaluar fueron 20, 30 y 40 % p/v.

### 1.5 Fase 4: Evaluación del caudal y la calidad del permeado utilizando membranas con diferentes diámetros de poro.

Esta etapa evaluó membranas cerámicas con diferentes diámetros de poro que permitan obtener un mayor caudal en la etapa de sacarificación, en vista de un proceso más productivo, sin disminuir la calidad del permeado.

Los diámetros de poro evaluados para esta etapa fueron 15, 150 y 300 kDa, y 0,3; 0,45; 0,8 y 1,4  $\mu\text{m}$ .

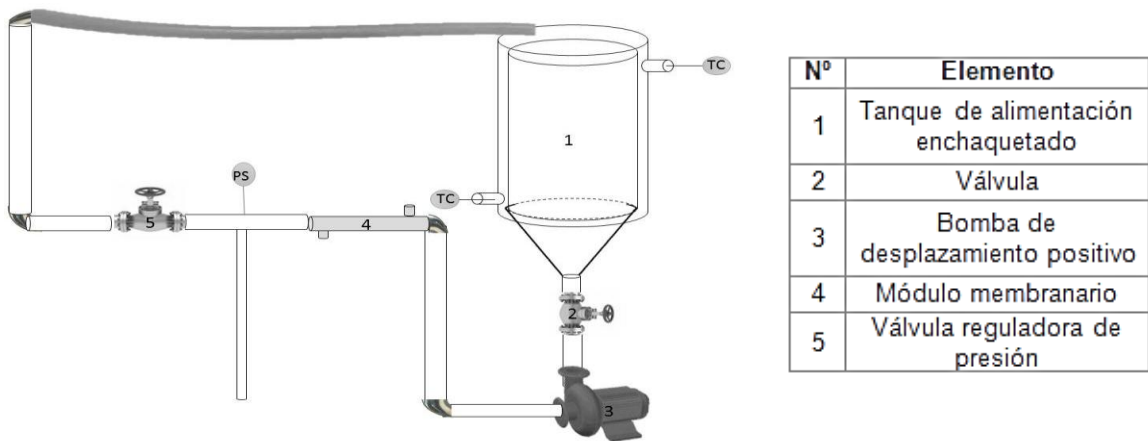
La presión y temperatura utilizadas en esta fase fueron las que presentaron los mejores resultados en las fases precedentes según: porcentaje de retención de la membrana, permeabilidad y calidad del permeado. La filtración se realizó usando hidrolizados obtenidos a partir de una solución de almidón al 20 %p/v. La filtración se llevó a cabo recirculando el retenido al tanque de alimentación.

### 1.6 Materiales, Métodos experimentales y de análisis

#### 1.6.1. Piloto de filtración membranaria.

El piloto en el cual se trabajó está representado en la Figura 6.

**Figura 6. Piloto de filtración membranaria.**



Fuente: Autores

El piloto está fabricado en acero inoxidable y consiste en un tanque de almacenamiento enchaquetado con capacidad de 10 L; una bomba de desplazamiento positivo que impulsa la alimentación hacia el módulo membranario, en donde se lleva a cabo la filtración. La presión transmembranaria ( $\Delta P_{TM}$ ) se controla mediante una válvula ubicada en la corriente del retenido a la salida del módulo membranario. El retenido es recirculado al tanque de alimentación, mientras el permeado se recupera.

El tanque de alimentación también fue utilizado para realizar la hidrólisis enzimática; adicionando un agitador mecánico y cerrando la válvula a la salida del tanque.

#### 1.6.2. Materiales e insumos

Los materiales, equipos, insumos y reactivos utilizados en este trabajo fueron:

- Almidón de yuca, marca Almiyuca® suministrado por ADS
- Enzimas  $\alpha$ -amilasa (Liquozyme SC DS®) y glucoamilasa (Spirizyme Fuel®) marca Novozymes.
- Membranas cerámicas monocanal de  $\alpha$ -alumina, TAMI®.
- Bomba de desplazamiento positivo: Bomba rotatoria marca Tuthill® SI-5009 acoplada con un motor Siemens de 1 HP y 1090 rpm. Bomba lobular tipo SRU acoplada con un motor Sew Eurodrive® de 0.5 HP y 439 rpm.
- Variador de frecuencia: CFW-08 (WEG®)
- Baño termostático marca Lauda®, Alpha RA 24
- pH-metro marca Hanna® HI 991001, utilizado para mantener fijo este parámetro durante las dos etapas de la hidrólisis del almidón.
- Mangueras flexibles de polietileno y reforzadas.
- HCl al 37%, azul de coomasie G-250, etanol al 99,9% y albúmina de suero bovino (BSA) marca Merck®; ácido ortho fosfórico al 85% suministrado por Yequim Ltda, hipoclorito de Sodio al 13% suministrado por Multiquímicos Ltda y NaOH en escamas suministrado por Suquin Ltda.

### 1.6.3. Métodos experimentales

A continuación se presentan los métodos experimentales y de análisis utilizados en el presente proyecto.

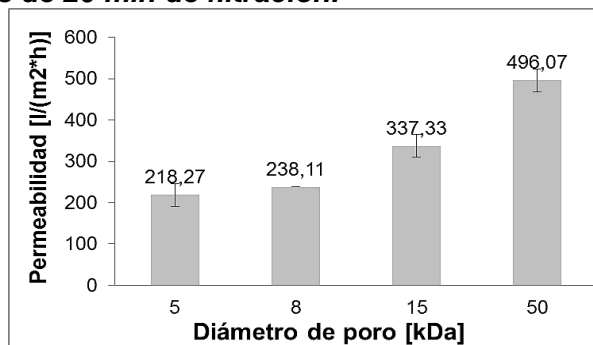
1. Método de Bradford: Método colorimétrico que permite cuantificar proteínas (Bradford, 1976). Se utilizó para determinar el porcentaje de retención de las membranas usando un espectrofotómetro Genesys 20 ThermoSpectronic.
2. Turbidez: Este método se basa en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra bajo condiciones estándar con un patrón. Método según USEPA 180.1
3. Permeabilidad: Se realizó con el fin de conocer la cantidad de flujo que atraviesa la membrana. Permite caracterizar la membrana en términos de productividad y limpieza (permeabilidad al agua). Se determinó pesando el permeado obtenido en un tiempo determinado (Mameria *et al*, 2000) con una balanza analítica OHAUS.
4. Porcentaje de materia seca: Método según manual de procedimientos de laboratorio de Promitec S.A.S. la Norma A.O.A.C. 1980
5. Grados Brix: Permite cuantificar la cantidad de sólidos solubles (esencialmente azúcares) en el jarabe por medio de la medición del índice de refracción. Se utilizó un refractómetro de mano Fisher No 13 964 70C de 0-90%
6. Análisis de variables: Software Statgraphic Centurion XVI.

## 2. ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 2.1 Permeabilidad de las membranas al agua

Se realizó una prueba con agua destilada usando el piloto de filtración para evaluar la permeabilidad inicial al agua de las membranas de 5, 8, 15 y 50 kDa con las condiciones especificadas en la metodología. Los resultados se muestran en la Figura 7.

**Figura 7. Permeabilidad al agua de las membranas de 5, 8, 15 y 50 kDa, medidas a 30°C y 2 bar después de 20 min de filtración.**



Fuente: Autores.

De la figura se observa como aumenta la permeabilidad al aumentar el diámetro de poro de la membrana. Los valores de permeabilidad al agua para las membranas nuevas son necesarios para evaluar la limpieza de las membranas después de usarlas en las diferentes pruebas.

### 2.2 Determinación del diámetro de poro a utilizar en las fases 1, 2 y 3.

La determinación del diámetro de poro de la membrana usada en las fases 1, 2 y 3 se llevó a cabo mediante filtraciones de soluciones ideales enzima-agua durante 20 min a 30°C y  $\Delta P_{TM}$  de 2 bar con 3 l de alimentación.

El criterio de selección de la membrana a utilizar fue el tamaño de poro que asegurará un porcentaje de retención mayor o igual al 95%. La Tabla 4 resume los resultados obtenidos.

**Tabla 4. Resultados retención de enzima, medidas a 30°C y 2 bar después de 20 min de filtración.**

Enzima	Dporo [kDa]	Abs [A]	Abs prom [A]	% Ret
<b>Liquozyme (<math>\alpha</math>-amilasa)</b>	5	0,008	0,0075	<b>91,12</b>
		0,007		
	8	0,013	0,01	<b>88,17</b>
		0,007		
	15	0,003	0,004	<b>95,27</b>
		0,005		
	50	0,042	0,0345	<b>59,17</b>
		0,027		
<b>Spirizyme (glucoamilasa)</b>	5	0	0	<b>100</b>
		0		
	8	0,003	0,0015	<b>99,09</b>
		0		
	15	0,008	0,004	<b>97,56</b>
		0		
	50	0,015	0,016	<b>90,24</b>
		0,017		

Fuente: Autores

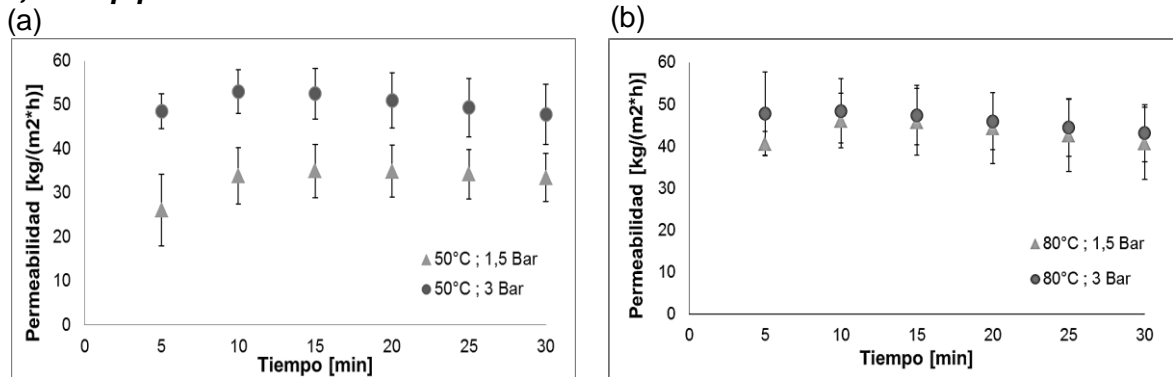
De la tabla se observa que la membrana de 15 kDa es la única que cumple con el criterio de selección para Liquozyme ( $\alpha$ -amilasa). En cuanto a Spirizyme (glucoamilasa) también se escogió la membrana 15 kDa, ya que mostró la mejor permeabilidad para un porcentaje retención mayor al 95%.

### 2.3 Efecto de la $\Delta P_{TM}$ y de la temperatura en la filtración del hidrolizado obtenido durante la etapa de licuefacción.

Esta parte del estudio se llevó a cabo según lo descrito en la sección 2.2 de la metodología. La Figura 8 muestra los resultados obtenidos para la permeabilidad

de la membrana de 15 kDa a las condiciones de operación propuestas para la licuefacción.

**Figura 8. Permeabilidad del licuificado a 50°C (a) y a 80°C (b) con variación de  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 y 3 bar. °Brix alimentación de 15,28, pH 2,5 y concentración de  $\alpha$ -amilasa de 0,028% p/p.**



Fuente: Autores.

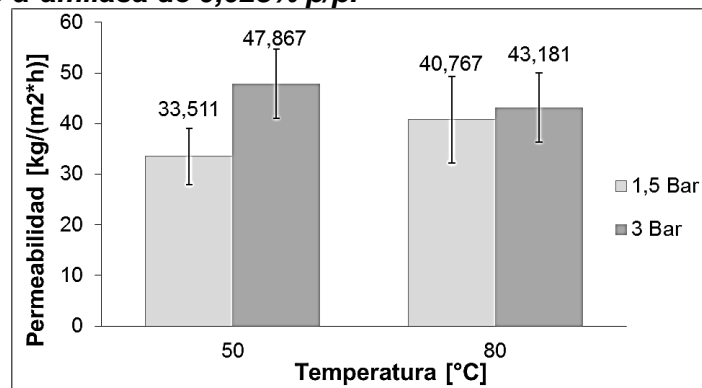
En ella se observa que a medida que pasa el tiempo el caudal del permeado tiende a disminuir levemente, lo que indicaría poca colmatación en la membrana; además se observa que para las condiciones evaluadas no se presenta disminución significativa de la permeabilidad (pérdidas no mayores al 12%), indicando baja colmatación. Es importante resaltar que en los primeros 5 min de filtración corresponden a la estabilización del sistema, lo que explica el leve aumento en la permeabilidad en algunas pruebas de filtración.

La Figura 9 muestra una comparación de las permeabilidades a los 30 min de filtración. En esta figura se observa que el efecto de la presión y la temperatura no son significativos (los promedios se encuentran dentro de las desviaciones obtenidas), es decir a una temperatura de 80°C se puede trabajar tanto con una presión de 1,5 bar o el doble sin obtener una mejora considerable en la permeabilidad. Esto se corroboró mediante un análisis estadístico con el Software Statgraphic Centurion XVI, en el cual los datos fueron tratados por análisis de

Pareto mostrando valores p mayores a 0,05; contrario a lo que se esperaba (mayor permeabilidad a mayor temperatura y presión).

Estos datos señalan la posibilidad de llevar a cabo el proceso de filtración con condiciones de operación más suaves que permitan un menor desgaste de los equipos y menores gastos energéticos.

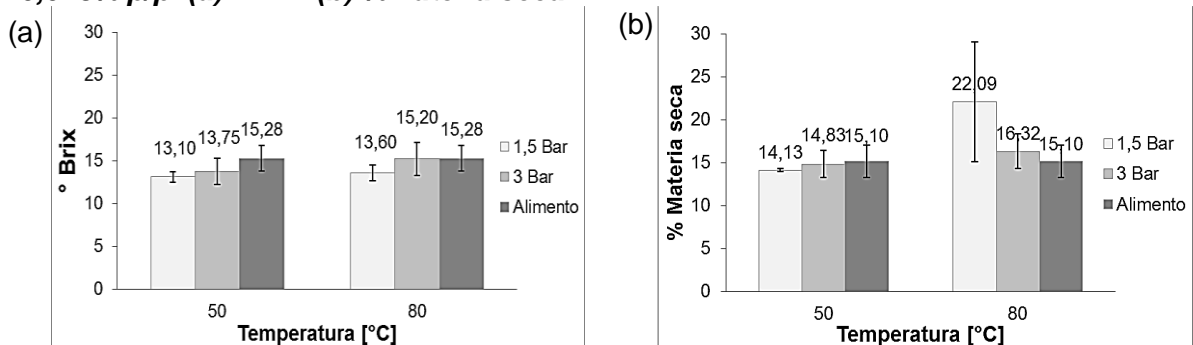
**Figura 9. Permeabilidades a los 30 min de filtración, a 50 y 80 °C con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 y 3 bar para la etapa de licuefacción. °Brix alimentación de 15,28, pH 2,5 y concentración de  $\alpha$ -amilasa de 0,028% p/p.**



Fuente: Autores.

La Figura 10 muestra los resultados de % materia seca y °Brix obtenidos para los estudios fisicoquímicos realizados en esta etapa.

**Figura 10. Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados a los permeados de la membrana de 15 kDa en la etapa de licuefacción obtenidos a 80 y 50 °C con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 y 3 bar. °Brix alimentación de 15,28, pH 2,5 y concentración de  $\alpha$ -amilasa de 0,028% p/p. (a) °Brix. (b) %Materia seca.**



Fuente: Autores.

El análisis estadístico muestra que las variables de entrada en los rangos utilizados no afectan de forma significativa las variables de salida (°Brix y %materia seca), valores p mayores a 0,05. Es decir que ni la presión ni la temperatura afectan significativamente las características del permeado. Estos resultados son esperados debido a que ni la presión, ni la temperatura deberían afectar la cantidad de sólidos retenidos por la membrana (la selectividad depende únicamente de la membrana -exclusión por tamaño de poro-).

Adicionalmente, se cuantificó la cantidad de enzima en todos los permeados obtenidos y se encontró para todos ellos un porcentaje de retención de enzima superior al 95%.

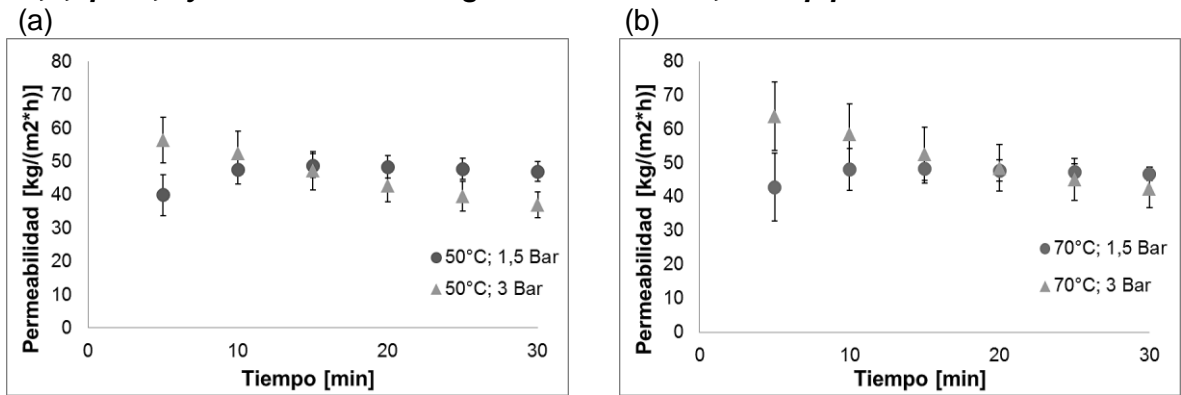
En conclusión las mejores condiciones de operación encontradas en esta fase son  $\Delta P_{TM}$  1,5 bar (menor esfuerzo en la bomba) y 80°C (temperatura de hidrólisis).

#### 2.4 Efecto de la $\Delta P_{TM}$ y de la temperatura en la filtración del hidrolizado obtenido durante la etapa de sacarificación.

Esta parte del estudio se llevó a cabo según lo descrito en la sección 2.3 de la metodología. La Figura 11 muestra el comportamiento de la permeabilidad para las diferentes condiciones de operación planteadas.

De esta figura se puede observar, para ambas temperaturas, que a un  $\Delta P_{TM}$  de 3 bar la membrana pierde permeabilidad (pérdidas de permeabilidad de 29,37% y 27,65% para las temperaturas de 50°C y 70°C, respectivamente). Esto es debido a las limitaciones propias del piloto utilizado. Con este piloto, para alcanzar la  $\Delta P_{TM}$  requerida era necesario cerrar considerablemente la válvula reguladora de presión, haciendo que se redujera significativamente la velocidad del retenido y por lo tanto su arrastre sobre la superficie membranaria; aumentando la colmatación en ella. Por otro lado, a 1,5 bar las pérdidas de permeabilidad alcanzan un máximo de 2,78%.

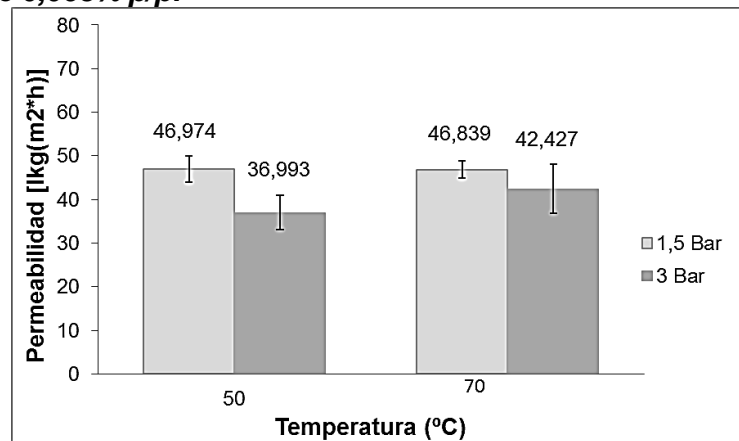
**Figura 11. Permeabilidad obtenida en la etapa de Sacarificación a 50°C (a) y a 70°C (b) con variación de presión transmembranaria de 1,5 y 3 bar, °Brix alimentación de 17,2; pH 2,5 y concentración de glucoamilasa de 0,063% p/p.**



Fuente: Autores.

En la Figura 12 se muestra una comparación entre las permeabilidades a los 30 min. En esta no se observa un efecto significativo en las variables de entrada (T y  $\Delta P_{TM}$ ); ya que los valores se encuentran dentro de las desviaciones obtenidas. Esto fue confirmado estadísticamente por análisis de Pareto ( $p > 0,05$ ).

**Figura 12. Permeabilidad a los 30 min a 50 y 70 °C con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 y 3 bar para la etapa de sacarificación. °Brix alimentación de 17,2; pH 2,5 y concentración de glucoamilasa de 0,063% p/p.**

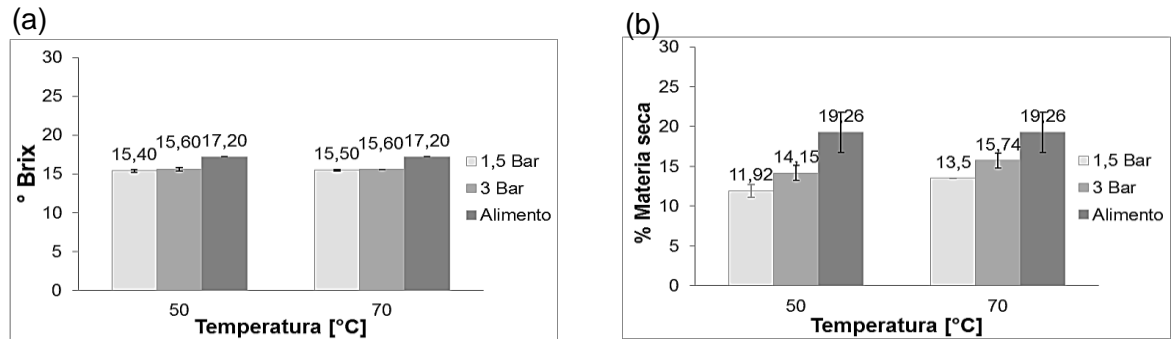


Fuente: Autores.

La Figura 13 muestra los resultados obtenidos para los estudios fisicoquímicos realizados a las muestras. En esta figura se observa una disminución entre los valores del alimento y los permeados tanto para los °Brix como para el porcentaje de materia seca evidenciando que la membrana retiene tanto sólidos suspendidos

como solubles. El análisis estadístico muestra que ni la temperatura ni la presión ejercen una influencia significativa sobre las variables de salida (°Brix y %materia seca). Resultados congruentes con la fase anterior.

**Figura 13. Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados a los permeados obtenidos con la membrana de 15 kDa en la etapa de sacarificación obtenidos a 70 y 50 °C con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 y 3 bar. °Brix alimentación de 17,2; pH 2,5 y concentración de glucoamilasa de 0,063% p/p. (a) °Brix y (b) %Materia seca.**



Fuente: Autores.

En conclusión las mejores condiciones encontradas en esta fase teniendo en cuenta la condiciones de operación del piloto son  $\Delta P_{TM}$  1,5 bar y 70°C.

Además se cuantificó la cantidad de enzima en los permeados obtenidos y se encontró para todos los experimentos un porcentaje de retención de esta superior al 95%.

### 2.5 Efecto de la concentración en la filtración del hidrolizado obtenido durante las etapas de licuefacción y sacarificación.

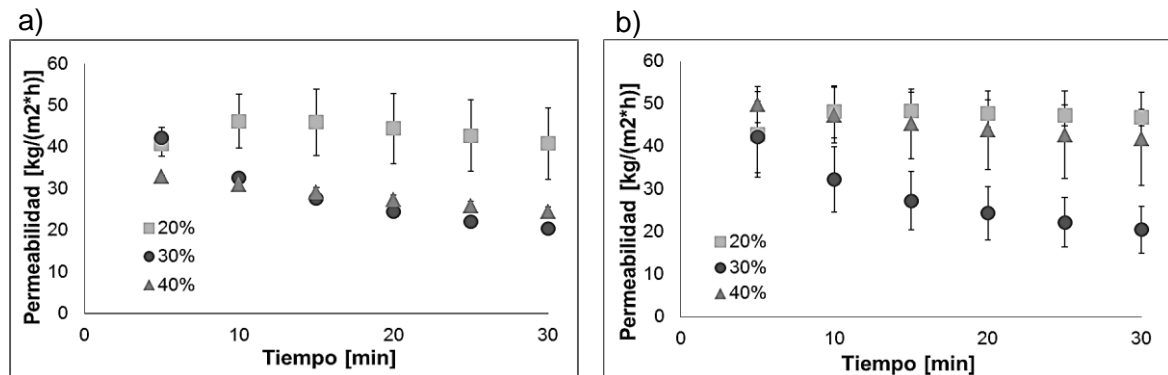
Los resultados de este apartado se llevaron a cabo según lo descrito en la sección 2.4 de la metodología.

La Figura 14 muestra el comportamiento de la permeabilidad para la membrana de 15 kDa con variaciones de concentración de almidón alimentado del 20, 30 y 40% p/v para las etapas de licuefacción y sacarificación.

En la licuefacción (Figura 14.a) se observan caídas de permeabilidad de 11,9%, 37,4% y 20,9% para las concentraciones de 20, 30 y 40% p/v de almidón

alimentado, respectivamente, lo que evidencia el aumento del ensuciamiento de la membrana con la concentración; lo mismo sucede en la sacarificación donde las caídas de permeabilidad son del 1,4%, 36,6% y 11,7% para las concentraciones de 20, 30 y 40% p/v, respectivamente.

**Figura 14. Comparación de la cinética de permeabilidad para concentraciones de 20, 30 y 40% p/v de almidón hidrolizado, realizadas a 80°C para licuefacción (a) y 70°C para sacarificación (b) con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 bar, pH 2,5 y membrana de 15 kDa.**

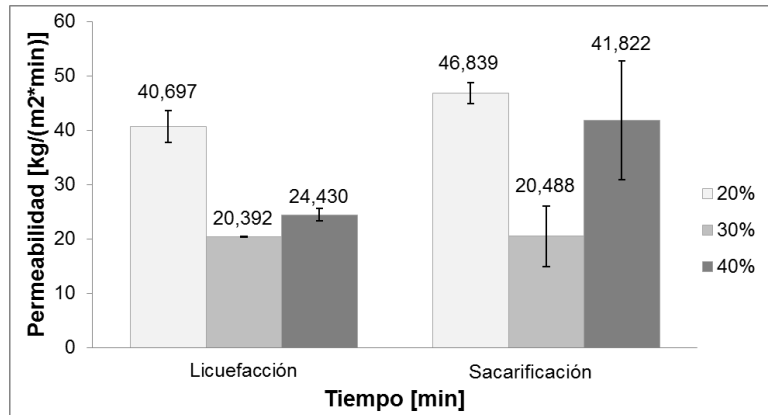


Fuente: Autores.

La Figura 15 muestra la permeabilidad en las etapas de licuefacción y sacarificación a los 30 min de filtración, para las concentraciones de 20, 30 y 40% p/v de almidón alimentado. Comparado con el flujo a 20% p/v para la licuefacción, se observa que al aumentar la concentración a 30 y 40% p/v se reduce el flujo de permeado en un 50% y 40%, respectivamente. Por otra parte, la disminución de la permeabilidad en sacarificación con respecto a la concentración de 20% p/v, fue del 56,3% para 30% p/v y solo 10,7% para 40% p/v.

Es importante mencionar que para ambas etapas se evidencia mayor pérdida de permeabilidad a 30% p/v que a 40% p/v. Este comportamiento se debe a que con 40% p/v se aumenta la viscosidad de la solución, disminuyendo la capacidad de decantación de los insolubles (corroborado visualmente) y mejorando velocidad de arrastre del retenido (171440,878 [kg/(m²·h)] a 30% p/v y 188108,741 ml/s [kg/(m²·h)] a 40% p/v); las bombas lobulares trabajan mejor con fluidos viscosos.

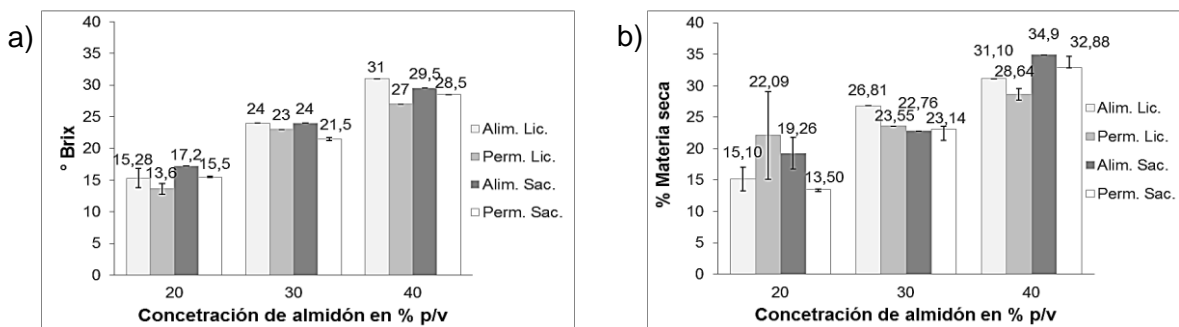
**Figura 15. Comparación de las permeabilidades a los 10 y 30 minutos para las concentraciones de 20, 30 y 40% p/v de almidón hidrolizado, realizadas a 80°C para licuefacción y 70°C para sacarificación con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 bar, pH 2,5 y membrana de 15 kDa.**



Fuente: Autores.

La Figura 16 muestra los resultados de los análisis fisicoquímicos realizados en esta fase. Se puede apreciar, como era de esperarse, un crecimiento en los valores de °Brix y % materia seca al aumentar la concentración de almidón debido al aumento en la cantidad de sólidos en suspensión.

**Figura 16. Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados para las muestras de alimento y permeado con concentraciones de almidón de 20%, 30% y 40% p/v en las etapas de licuefacción y sacarificación. Realizadas a 80°C para licuefacción y 70°C para sacarificación con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 bar, pH 2,5 y membrana de 15 kDa. (a) °Brix. (b) %Materia seca.**

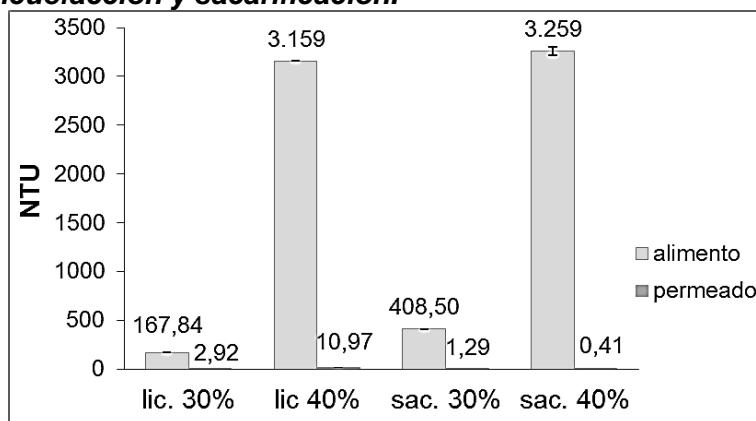


Fuente: Autores.

La Figura 17 presenta las medidas de turbidez tomadas para las diferentes muestras de la fase 3. Se puede observar que la turbidez en el alimento aumenta

con la concentración, ya que hay más presencia de sólidos suspendidos. Se observa también que las muestras de permeado presentan una disminución de la turbidez mayor al 98% para todas las concentraciones de almidón usadas, lo que resalta la eficiencia del proceso de filtración.

**Figura 17. Comparación de turbidez entre las muestras de alimento, y de permeado ultrafiltrado con una membrana de 15 kDa para concentraciones de 30 y 40% p/v en las etapas de licuefacción y sacarificación.**



Fuente: Autores.

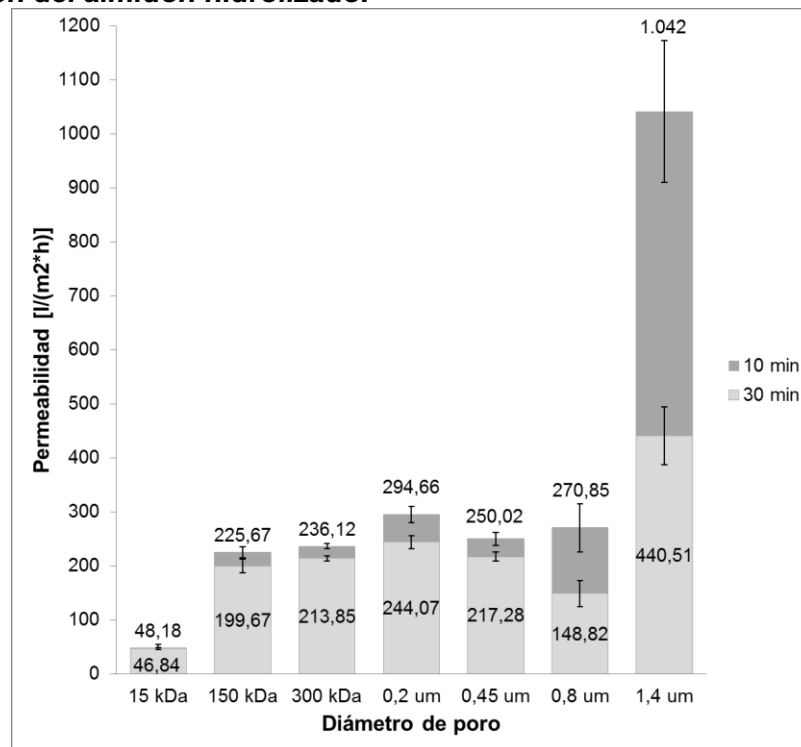
Según los datos presentados la concentración de almidón de 20% p/v es la que alcanza una mejor permeabilidad al sufrir menor colmatación tanto en licuefacción como en sacarificación; no obstante para sacarificación a 40% p/v se alcanzó una permeabilidad similar a la concentración del 20% p/v; esto indica que la concentración de 40% p/v podría ser una mejor opción para la hidrólisis de almidón al obtener productos más concentrados.

## 2.6 Efecto del diámetro de poro en la calidad y cantidad de permeado obtenido en la fase final de la hidrólisis.

Los resultados de este apartado se llevaron a cabo según lo descrito en la sección 2.5 de la metodología. La Figura 18 muestra los resultados de las permeabilidades obtenidas con los diferentes diámetros de poro a los 10 y 30 min.

De esta figura se puede observar que la pérdida de permeabilidad para los diámetros de poro: 15, 150 y 300 kDa, y 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4  $\mu\text{m}$  fue de 2,79%, 11,52%, 9,43%, 17,16%, 14,46%, 45,06% y 57,71%, respectivamente. Estos resultados muestran una tendencia general de aumento de la colmatación (ensuciamiento) al aumentar el diámetro de poro de la membrana. Esto es debido a la mayor presencia de partículas que pueden pasar parcialmente a través de los poros, impidiendo el paso de otras sustancias.

**Figura 18. Comparación de las permeabilidades de hidrolizados sacarificados a los 10 y 30 min para las membranas con diámetros de poro de 15, 150 y 300 kDa, y 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4  $\mu\text{m}$  realizadas a 70°C con  $\Delta P_{TM}$  de 1,5 bar, pH 2,5, 20% p/v para la concentración del almidón hidrolizado.**



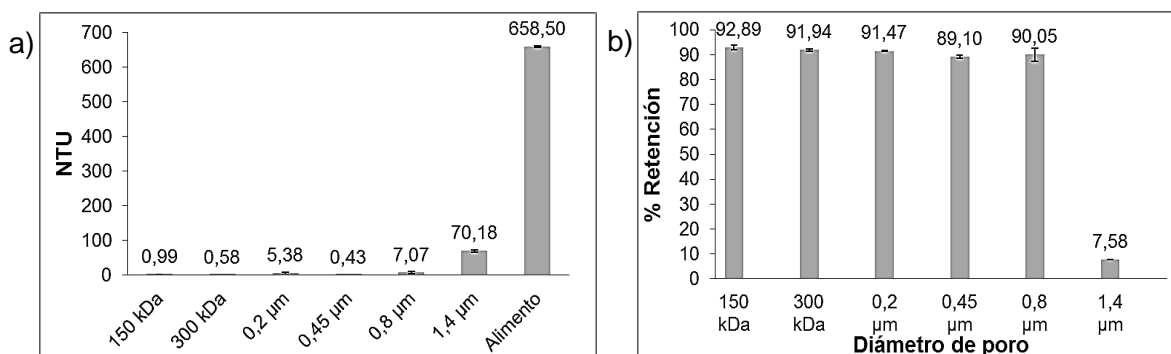
Fuente: Autores.

La Figura 19 muestra los resultados obtenidos al evaluar los diferentes diámetros de poro para turbidez y porcentaje de retención encontrados.

En la figura anterior se aprecia que la clarificación obtenida con los diferentes diámetros de poro es efectiva, pues se alcanzó una disminución de más del 98,9%

en todas las membranas excluyendo la de 1,4  $\mu\text{m}$  (89%) con respecto al alimento. Además se mantuvo un porcentaje retención de enzima superior al 90% (excepto para la membrana de 1,4  $\mu\text{m}$ ).

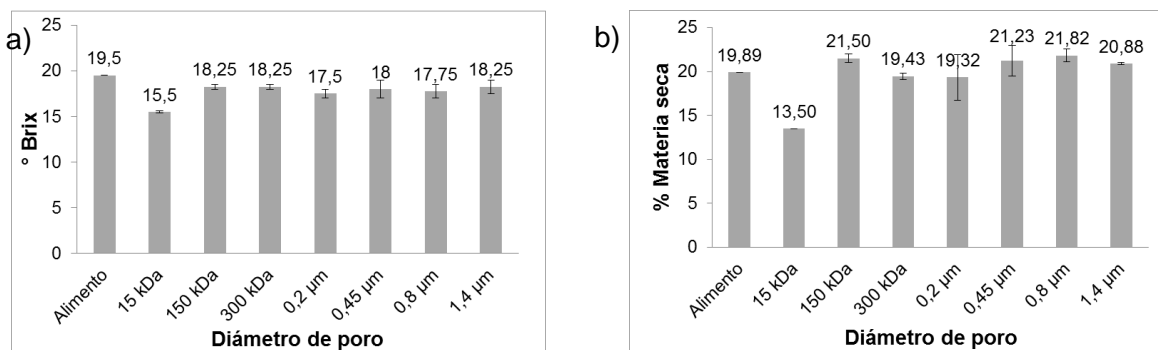
**Figura 19. Comparación de la turbidez (a) y el porcentaje retención (b) entre la muestra de alimento y las de permeado filtrado con membranas de 15, 150, 300 kDa y 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4  $\mu\text{m}$  con concentración de almidón 20% para el hidrolizado sacarificado.**



Fuente: Autores.

La Figura 20 muestra los análisis fisicoquímicos para los permeados obtenidos con los diferentes diámetros de poro. Se observa que los  $^{\circ}\text{Brix}$  y el % materia seca no presentan variación significativa con el diámetro de poro.

**Figura 20. Resultados de los análisis fisicoquímicos realizados para las muestras de alimento y permeado de las membranas con diámetros de poro de 15, 150 y 300 kDa, y 0,2; 0,45; 0,8 y 1,4  $\mu\text{m}$  realizadas a 70°C,  $\Delta P_{TM}$  1,5 bar, pH 2,5, concentración de almidón del 20% p/v e hidrolizado sacarificado. (a)  $^{\circ}\text{Brix}$ . (b) %Materia seca.**



Fuente: Autores.

Los resultados obtenidos indican que es posible mejorar la producción de hidrolizados de almidón al utilizar una membrana con un diámetro de poro de hasta de 0,8  $\mu\text{m}$  (generalmente se usan diámetros de hasta 15 kDa). Esto aumentaría el flujo de permeado hasta en 5,2 veces lo obtenido con una membrana de 15 kDa (aumentando la productividad del proceso), sin que ello conlleve a una pérdida significativa de la calidad del permeado.

### 3. CONCLUSIONES

1. La presión y la temperatura no tuvieron un efecto significativo en la operación de ultrafiltración (bajo las condiciones evaluadas), mostrando que se pueden obtener permeabilidades similares a 1,5 y 3 bar con una temperatura de 80°C lo que permite trabajar con condiciones de presión moderadas y a la temperatura de hidrólisis.
2. El aumento en la concentración del hidrolizado preparado con una solución de almidón al 30% p/v disminuye la permeabilidad de la membrana, debido al aumento de sólidos suspendidos. Este efecto se ve reducido al trabajar con una concentración del 40% p/v debido al aumento en la viscosidad, el cual disminuye la decantación y aumenta la eficiencia de las bombas lobulares como la usada en el piloto.
3. Los resultados obtenidos evidencian la posibilidad de trabajar con membranas de microfiltración con diámetro de poro hasta 0,8  $\mu\text{m}$ , sin reducir la calidad del permeado y aumentando la productividad hasta en 5,2 veces. Mejorando la eficiencia del proceso de clarificación.
4. Este trabajo permitió comprobar las ventajas del uso de membranas cerámicas de  $\alpha$ -alúmina en la etapa de clarificación de hidrolizados de almidón de yuca, entre ellas: resistencia química, térmica y mecánica, baja colmatación y alta selectividad todos ellos reflejados a través de las variables permeabilidad en el tiempo, porcentaje retención y turbidez.

#### **4. RECOMENDACIONES**

Se recomienda realizar un estudio adicional utilizando hidrolizados con concentración de almidón del 40% p/v para corroborar la permeabilidad de las membranas con los diferentes diámetros de poro evaluados en este trabajo.

Se recomienda aumentar la superficie membranaria del piloto utilizado, con el fin de establecer estudios para la producción de hidrolizados de almidón de yuca en continuo.

## BIBLIOGRAFÍA

Amutha, & Gunareskaran, (2001). Production of ethanol from liquiefied cassava starch using co-immobilized cells of zymomonasmobilis and saccharomyces diastaticus. *Journal of Bioscience and Bioengineering* 92, 560-564.

AmylumGroup. (s.f.). Recuperado el 05 de 2012, de [http://www.tina.com/NR/rdonlyres/ewagmg5emsfjngiq7wbe6jrv4o6flbfc4daomgyh6aedpxyx7f6upphm57wmuurir5le4nikxwchew6pz2v254rj2g/Espanol\\_Jarabes\\_de\\_Glucosa.pdf](http://www.tina.com/NR/rdonlyres/ewagmg5emsfjngiq7wbe6jrv4o6flbfc4daomgyh6aedpxyx7f6upphm57wmuurir5le4nikxwchew6pz2v254rj2g/Espanol_Jarabes_de_Glucosa.pdf)

Andric, meyer, jensen, & johansen. (2010). Reactor design for minimizing product inhibition during enzymatic lignocellulose hydrolysis. II. Quantification of inhibition and suitability of membrane reactors. *Biotechnology Advances* 28, 407-425.

Arango, M. (2008). Jarabes de Maiz. *Revista de Alimentos*, 22.

Aya Arias, W. A., Pineda, J., Sanchez Toro, O., & Cardona Alzate, C. (2006). Análisis comparativo de diferentes materias primas amiláceas para la obtención de alcohol carburante . *Memorias del congreso Colombiano de Ingeniería Química*, ISSN: 1692-925X.

Basso, A. (1982). Vacuum filtration using filteraids. *Chemical Engineering* 89(8), 159-160.

Bayramoglu, G., Yilmaz, M., & Arica, Y. (2004). Immobilization of a thermostable  $\alpha$ -amylase onto reactive membranaes: kinetics characterization and application to continuous starch hydrolysis. *Food Chesmistry* 84, 591-599.

Beccerra, 2011. Diseño y montaje de un piloto de laboratorio para el estudio de hidrolizados de almidón de yuca utilizando tecnología membranaria. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química.

Bradford, M. (1976). A rapid and sensitive method for the quantitation of protein utilizing the principle of protein -dye binding. *Analytical Biochemistry* 72, 248-254.  
Cornuéjols, D., & Pérez, S. (2010). Almidón: un misterio estructural. <http://www.scienceinschool.org/2010/issue14/starch/spanish>, issue 14.

Cui, Z.F., Muralidhara, H.S., Membrane Technology. 1 ed. Oxford U.K. B.H. 2010. 289p. ISBN 978-1-85617-632-3

DANE. (2010). Recuperado el marzo de 2012, de [http://www.dane.gov.co/files/investigaciones/agropecuaria/ena/doc\\_anexos\\_ena\\_2011.pdf](http://www.dane.gov.co/files/investigaciones/agropecuaria/ena/doc_anexos_ena_2011.pdf)

EUFCIN (European Food Information Council), (2006). Documentos Basicos Carbohidratos. <http://www.eufic.org/article/es/expid/basics-carbohidratos/>.

Facultad de Medicina Virtual Universidad de Buenos Aires. (2011). Recuperado el 24 de octubre de 2012, de <http://www.fmv-uba.org.ar/>: [http://www.fmv-uba.org.ar/grado/medicina/ciclo\\_biomedico/segundo\\_a%C3%B1o/bioquimica/Seminario11/sem11file3.pdf](http://www.fmv-uba.org.ar/grado/medicina/ciclo_biomedico/segundo_a%C3%B1o/bioquimica/Seminario11/sem11file3.pdf)

Galbiati Riesco, J. (2007). *Diseño de Experimentos Factoriales con aplicaciones a Procesos Industriales*.

Grzeoekowiak, a., & Sloinska, L. (2005). Continuous pótato starch hydrolysis process in a membrane reactor with tuvular aand hollow-fiber membranes. *desalination 184*, 105-112.

Grzeoekowiak- Przywecka, A., & Slominska, L. (2007). Saccharification of potato starch in an ultrfiltration reactor. *Journal of food engineering*, 539-545.

Guzmán Maldonado, H., & Paredes López, O. (1995). Amylolytic enzymes and products derived from starch: A review. *Food Science Nutrition*, 373-403.

Henrissat. (1991). A classification of glycosyl hydrolases based on amino-acid sequence similarities. *Biochemical*, 309:316.

Hobbs, L. (2009). Sweeteners from starch; production, properties and uses. *Starch: chemistry and tachnology*, 799-821.

Kearsley, M. W., & Dziejic, S. Z. (1995). *Handbook of starch hydrolysis products and their derivates*. Londres: Blackie Academic & Professional.

Kuske, E., & Bonnett, D. (1977). Versatile filter aid helps assure precise quality for corn syrups. *Food Engineering 49(11)*, 92,94.

Latorre Garcia, L. (2008). *Tesis doctoral: Análisis estructural y modificación funcional de la glucoamilasa de Saccharomises Cerevisae Var Diasticus*. Valencia, España: Universitat de Valencia.

López -Ulibarri, R., & Hall, G. (1997). Saccharification of cassava flour starch in a hollow fiber membrane reactor. *Enzyme and Microbial Technology*, 398-404.

Mamera, N., hamdache, F., Abdi, N., belhocine, D., Grib, H., Lounici, H., y otros. (2000). Enzymatic saccharification of olive mill solid residue in a membrane reactor. *Journal of membrane science* 178, 121-130.

Mera, I., & Carrera, J. (2005). Obtencion de glucosa a partir de almidon de yuca (Manihot Sculeta). *Revista de Biotecnologia Universidad del Cauca* , 54-63.

Morales, S., Alvarez, H., & Sanchez, C. (2008). Dynamic models for the production of glucose syrup from cassava starch. *Food and Bioproducts Processing*, 25-30.

Pabby, A, Rizvi, S., Sastre, A. Membrane Handbook Separation, Miami: Pearson Education, 2009. 1189p. ISBN: 978-0-8493-9549-9.

Pandey, A., Nigam, P., Soccol, C. R., Soccol, V. T., Singh, D., & Mohan, R. (2000). Advances in microbial amylases. *Bitechnology and Applied Biochemistry*, 135-152.

Promitec. (2010). *Promitec soluciones biotecnologicas naturales*. Recuperado el 25 de 08 de 2012, de <http://promitec.com.co/default.asp>:  
<http://promitec.com.co/images/documentos/192Ficha%20t%C3%A9cnica%20Jara%20de%20Glucosa%20-%20Nat%20Bio%20080.pdf>

Ruiz., M. (2009). *Obtencion de jarabes de glucosa a partir de almidon de yuca por medio de hidrólisis enzimática, para ser usados como sustrato en la producción de bioetanol*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, Escuela de Química.

Rutz, & Janssen. (2007). *Biofuel Technology Handbook*. Munich: Munich:WIP Renewable Energies.

Sánchez, C. P., Mejía, C. E., Figueroa, C., Esquivia, M., Agudelo, L. M., & Zapata, N. (2004). BIOPROSPECCIÓN DE MICROORGANISMOS NATIVOS

AMILOLÍTICOS. *Facultad de Ciencias Agropecuarias, Universidad de Antioquia*, 8-17.

Singh, N., & Cheryan, M. (1998). Properties and Composition of Concentrates and Syrup Obtained by Microfiltration of saccharified Com Starch Hydrolysate. *Journal of cereal and science* 27, 315-320.

Slominska, L., & Niedbach, J. (2009). Study on the influence of the so-called filtration enzyme action on the membrane filtration process of wheat starch hydrolysates. *Desalination*, 296-301.

Sulei-Choinacka, Konowat, & Prochaska. (2005). Continuous recycle membrane reactor for enzymatic hydrolysis of dual modified potato starch. *Desalination* 184, 105-112.

Synowiecky, J. (2007). *The use of starch processing enzymes in the food industry. En Industrial Enzymes. Structure, function and applications*. Dordrecht, The Netherlands: Springer, J. Polania y A. Mc Cabe.

Tate & Lyle. (2012). *Tate & Lyle Home*. Recuperado el 28 de 07 de 2012, de [http://www.tateandlyle.co.uk/NR/rdonlyres/et5lc6vIrt6ftayeubuywmqlxnyd65dcpe3v7fzp6muzg6awn5kseo5gzullqfrgol6vgzketyee3pguit2bwjbgzbb/Espanol\\_Edulcorantes\\_Liquid.pdf](http://www.tateandlyle.co.uk/NR/rdonlyres/et5lc6vIrt6ftayeubuywmqlxnyd65dcpe3v7fzp6muzg6awn5kseo5gzullqfrgol6vgzketyee3pguit2bwjbgzbb/Espanol_Edulcorantes_Liquid.pdf)

Tena, M., & Jomin, j. (s.f.). *Estudio cinetico de la actividad invertasa de levadura de panaderia*. campus universitario de rabanales: departamento de bioquimica y biologia molecular.

Uribe, J. P. (2004). *Obtencion de jarabe fructosado a partir de almidon de platano*. Morelos, México: Instituto Politecnico Nacional.

Wang, L, Chen, J.P., Hung, Y., Shamma, N. Membrane and Desalination Technologies. New York: Human Press. 2011. 716p. ISBN: 978-1-58829-940-6

Youshuang, Chen *et al.* (2011). Structural changes of cassava starch granules hydrolyzed by a mixture of  $\alpha$ -amylase and glucoamilase. *Carbohydrate polymers*, 272-275.

Yufer, E. P. (1997). *Química de los alimentos*. Sintesis, pag 123-124.