

**EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LECHE FRESCA POR
FILTRACIÓN CON MEMBRANAS COMO ESTRATEGIA PARA EL
MEJORAMIENTO EN EL ESQUEMA DE PRODUCCIÓN DE QUESOS
HILADOS**

**JUAN CARLOS GONZÁLEZ TÉLLEZ
GUSTAVO ADOLFO MOLINA MALAGÓN**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

**EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LECHE FRESCA POR
FILTRACIÓN CON MEMBRANAS COMO ESTRATEGIA PARA EL
MEJORAMIENTO EN EL ESQUEMA DE PRODUCCIÓN DE QUESOS
HILADOS**

**JUAN CARLOS GONZÁLEZ TÉLLEZ
GUSTAVO ADOLFO MOLINA MALAGÓN**

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

**Director
Prof. CARLOS JESÚS MUVDI NOVA
Ingeniero Químico, M.Sc., Ph. D.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

A Dios por regalarme la inspiración y la perseverancia para hacer de este sueño una realidad.

A mis padres Elva M. & Carlos A. y a todos mis seres amados por su apoyo incondicional y por ser mi motivación más grande para emprender cada nuevo reto.

A mis docentes y alma máter por su gran contribución en mi formación personal y profesional.

Y por supuesto, a esa mágica mirada que siempre me mostró el camino...

Juan C. González

A Dios por ser la fuente de inspiración en cada momento de mi vida darme la fortaleza en las situaciones difíciles y mostrarme siempre su camino

A mis padres Luz Betty Malagón y Gustavo Molina quienes son mi motor para siempre salir adelante, me brindan su apoyo constante durante cada etapa de la vida y son los que permiten alcanzar cada logro propuesto

A mis hermanas Adri, Yenny, Bivi y Ale que siempre me muestran su amor incondicional y su apoyo en los momentos más difíciles

*A Tomás mi sobrino, que con su inocencia y alegría revivió la magia de cada momento
oscuro*

*A Laura Silva quien estuvo conmigo en cada situación y me mostró su apoyo
incondicional*

Gustavo Adolfo Molina Malagón

AGRADECIMIENTOS

A Dios por la sabiduría concedida para lograr los objetivos planteados con este proyecto.

Al Doctor Carlos Jesús Muvdi Nova por su confianza, dedicación y constante apoyo durante el desarrollo de esta investigación.

A la escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander, a sus directivos(as), maestros(as) y compañeros de camino por su colaboración.

Al Centro de Investigación en Ciencia y Tecnología de Alimentos CICTA por el compromiso durante la fase experimental del proyecto, y a todos los integrantes del mismo por su valiosa colaboración.

Al Servicio Nacional de Aprendizaje Sena - Centro de Atención al Sector Agropecuario C.A.S.A, por permitir la realización de alianzas con la universidad para llevar a cabo proyectos enfocados a la búsqueda de alternativas a las problemáticas del sector productivo colombiano.

A los Ingenieros Francisco Luis Garnica Corrales y Yolanda Mantilla Álvarez, por su apoyo y colaboración para la realización de este proyecto de investigación.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN	15
2. METODOLOGÍA	21
2.1 FASE 1: ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL DIÁMETRO DE PORO SOBRE EL DESEMPEÑO DE LA ETAPA DE FILTRACIÓN	21
2.2 FASE 2: ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE MATERIA SECA SOBRE EL DESEMPEÑO DE LA ETAPA DE FILTRACIÓN DE LECHE	22
2.3 FASE 3: INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE PROTEÍNAS SOBRE EL RENDIMIENTO DE PRODUCCIÓN DE CUAJADA UTILIZADA EN LA PRODUCCIÓN DE QUESOS HILADOS	23
2.4 MATERIALES, MÉTODOS EXPERIMENTALES Y DE CUANTIFICACIÓN	23
2.4.1 MATERIALES E INSUMOS	23
2.4.2 MÉTODOS EXPERIMENTALES Y DE ANÁLISIS	23
3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	25
3.1 PRODUCTIVIDAD DE LA ETAPA DE FILTRACIÓN A CONCENTRACION CONSTANTE	25

3.2 ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE PORO DE LAS MEMBRANAS SOBRE LA SELECTIVIDAD DURANTE LA FILTRACIÓN	27
3.3 EFECTO DEL CONTENIDO DE MATERIA SECA SOBRE EL DESEMPEÑO DE LA ETAPA DE FILTRACIÓN	31
3.3.1 EFECTO SOBRE LA PRODUCTIVIDAD DE LAS MEMBRANAS	31
3.3.2 EFECTO DE LA FILTRACIÓN EN MODO CONCENTRACIÓN, SOBRE LA COMPOSICIÓN DE RETENIDOS Y PERMEADOS	33
3.4 INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE PROTEÍNAS SOBRE LA ETAPA DE COAGULACIÓN EN LA PRODUCCIÓN DE QUESOS HILADOS	37
4. CONCLUSIONES	39
5. RECOMENDACIONES	41
BIBLIOGRAFÍA	42

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Caracterización en [%p/p] de los retenidos obtenidos en las filtraciones de leche semidescremada a 30°C, pH de 6,3 y ΔP_{TM} de 200 kPa.	27
Tabla 2. Comparación de permeabilidades y turbulencia al interior de las membranas de 0,2 μm registradas para los pilotos de filtración utilizados en la 'Fase 1' y 'Fase 2'.	32
Tabla 3. Caracterización inicial y final de las muestras obtenidas en las filtraciones realizadas con leche descremada a pH=6,5, 20°C, ΔP_{TM} =200 kPa para FCV's de 2 y 3.	34
Tabla 4. Parámetros de regresión lineal para las series mostradas en la Figura 11.	34

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Esquema de módulo de filtración de tipo tubular	18
Figura 2. Cuadro metodológico	21
Figura 3. Esquemas de los pilotos de filtración del laboratorio CICTA utilizados en la: a) 'Fase 1' y b) 'Fase 2'.	24
Figura 4. Permeabilidades durante filtración de leche semidescremada, pH=6,3; 30°C, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACION}=0,24$ L/s.	25
Figura 5. Permeabilidades al agua, luego de filtración de leche: a) semidescremada y b) entera, medidas a 40°C, $\Delta P_{TM}=200$ kPa. (APF: antes de la primera filtración, L1, L2 y L3: después del lavado 1, 2 y 3).	26
Figura 6. a) Contenido de materia seca en los permeados y b) %Retención de las membranas utilizando leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACION}=0,24$ L/s.	28
Figura 7. a) Contenido de proteína en los permeados y b) %Retención de las membranas en filtraciones de leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACION}=0,24$ L/s.	28
Figura 8. a) Contenido de cenizas en los permeados y b) %Retención de las membranas en filtraciones de leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACION}=0,24$ L/s.	30
Figura 9. Análisis de turbidez de las muestras de retenidos y permeados obtenidos con leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACION}=0,24$ L/s, para a) original y b) duplicado; fotografías: c) permeado de 300 kDa y d) permeado de 0,45 μ m.	30

Figura 10. Permeabilidades durante las filtraciones de leche descremada en modo concentración, a pH=6,5, 20°C, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}=0,44$ L/s a) FCV=2 b) FCV=3.	31
Figura 11. Contenido de materia seca y proteína en los retenidos obtenidos en las filtraciones de leche descremada a pH=6,5, 20°C, $\Delta P_{TM}= 200$ kPa para a) FCV=2 b) FCV=3.	34
Figura 12. Contenido de cenizas en los retenidos de las filtraciones de leche descremada realizadas a pH=6,5, 20°C, $\Delta P_{TM}= 200$ kPa, para a) FCV=2 b) FCV=3.	35
Figura 13. Contenido de a) materia seca y b) proteína y cenizas, en los permeados de las filtraciones de leche descremada, realizadas a pH=6,5, 20°C, $\Delta P_{TM}=200$ kPa para FCV=3.	36
Figura 14. Análisis de turbidez de las muestras de a) retenidos y b) permeados obtenidas con leche descremada para el FCV=3, a 20°C, pH 6,5 y ΔP_{TM} de 200 kPa; c) fotografía de retenido y permeado al finalizar la filtración.	36
Figura 15. Caracterización de los quesos obtenidos con a) leche concentrada a FCV's de 2 y 3, b) leche entera sin concentrar y c) rendimientos obtenidos.	37

RESUMEN

TÍTULO: “EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LECHE FRESCA POR FILTRACIÓN CON MEMBRANAS COMO ESTRATEGIA PARA EL MEJORAMIENTO EN EL ESQUEMA DE PRODUCCIÓN DE QUESOS HILADOS”

AUTORES: Juan Carlos González Téllez – Gustavo Adolfo Molina Malagón**

PALABRAS CLAVE: Concentración de proteínas, membranas cerámicas, rendimientos de cuajada.

DESCRIPCIÓN:

Se evaluó la integración de la tecnología con membranas para la concentración de proteínas de leche fresca, encaminada a la producción de quesos hilados, utilizando membranas cerámicas tubulares monocanal TAMI® de 0,01 m de diámetro interno, 0,13 m de longitud (superficie de filtración 0,00307 m²) y tamaños de poro de 150 kDa (~ 0,05 µm), 300 kDa (~ 0,1 µm), 0,2 µm y 0,45 µm, en filtraciones de leche fresca, entera y semidescremada, operando en modo recirculación total. Se seleccionó el tamaño de poro con la mejor relación productividad/selectividad para realizar filtraciones a una escala mayor (membranas de 1,2 m de longitud y superficie de filtración de 0,132 m²) en modo concentración, alcanzando factores de concentración volumétrica (FCV) de 2 y 3, para finalmente evaluar la influencia del contenido de proteínas sobre los rendimientos de producción de cuajada.

Las membranas de 300 kDa y 0,2 µm alcanzaron las mayores productividades (167±69 kg/m²h y 72±16 kg/m²h, respectivamente) trabajando con leche semidescremada, además, todos los diámetros de poro evaluados presentaron retenciones promedio de proteína similares, entre 86,1±2,8% y 89,6±2,9%. En las filtraciones en modo concentración se obtuvieron retenidos con contenido promedio de sólidos totales de 11,8% y 14,3%, y concentraciones de proteína de 5,73% y 8,06% (1,9 y 2,6 veces mayores con respecto a la leche inicial), para los FCV's de 2 y 3, respectivamente, junto con permeados clarificados, de excelentes características, para su potencial uso en distintas aplicaciones. Finalmente, se obtuvieron rendimientos mayores a partir de leche concentrada, con valores promedio de 22,2±0,3% (FCV=2) y 25,3±1,2% (FCV=3), mientras que para la leche sin concentrar el rendimiento promedio fue 10,5±0,6%. Los resultados obtenidos muestran interesantes oportunidades de mejora para el proceso tradicional, ya que se podrían reducir los costos de operación y el impacto ambiental asociado a la producción de quesos.

*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, M.Sc., Ph.D.

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF CONCENTRATION OF FRESH MILK BY MEMBRANE FILTRATION AS STRATEGY FOR IMPROVEMENT IN THE SCHEME OF PRODUCTION OF STRETCHED-CURD.

AUTHORS: Juan Carlos González Téllez – Gustavo Adolfo Molina Malagón**

KEYWORDS: proteins concentration, ceramic membranes, curd yield.

DESCRIPTION:

The integration of membrane technology for protein concentration of fresh milk aimed at the production of stretched-curd cheese was evaluated. In this study, monochannel tubular ceramic membranes TAMI® were used with 0,01 m internal diameter, 0,13 m length (filtration surface 0,00307 m²) and pore sizes of 150 kDa (~ 0,05 µm), 300 kDa (~ 0,1 µm), 0,2 µm y 0,45 µm, for the filtration of fresh whole milk and semi-skimmed milk, operated in total recirculation mode.

The pore size with the best relation productivity/selectivity was selected for a large scale filtration (membranes 1,2 m length and filtration surface 0,132 m²) operated in concentration mode, reaching volume concentration factors (FCV) of 2 and 3, to finally evaluate the protein content influence on production yields of curds.

Membranes with 300 kDa and 0,2 µm of pore diameter reached the highest productivity, working with semi-skimmed milk (167±69 kg/m²h and 72±16 kg/m²h, respectively). Furthermore, all the evaluated pore diameters showed similar average protein retentions, between 86,1±2,8% and 89,6±2,9%. It were obtained concentrates with average total solids content of 11,8% y 14,3%, and protein content of 5,73% and 8,06% (1,9 and 2,6 times higher with respect to the initial milk), for FCV's 2 and 3, respectively. Moreover, clarified permeates with excellent characteristics were obtained for potential use in different applications.

Finally, higher yields were reached from concentrated milk, with average values of 22,2±0,3% (FCV=2) and 25,3±1,2% (FCV=3), while for unconcentrated milk the average yield was 10,5±0,6%. These results show interesting improvement opportunities for the traditional process, considering that it could reduce operating costs and environmental impact associated to the cheese production.

* Undergraduate Project

** Physical and Chemical Engineering's Faculty. School of Chemical Engineering. Food Science and Technology Research Center. Advisor: Carlos Jesús Muvdi Nova, Chemical Engineer, M.Sc., Ph.D.

1. INTRODUCCIÓN

La leche y sus derivados han sido en los últimos años una temática muy estudiada. Sus propiedades y características nutricionales la han convertido en un alimento esencial desde la antigüedad, siendo uno de los productos básicos de la canasta familiar. En las últimas tres décadas, ha incrementado su producción en más del 50%, pasando de 482 millones de toneladas a 754 millones de toneladas entre 1982 y 2012 a nivel mundial (FAO, 2013). Este producto valioso contiene diversos componentes sólidos como caseínas (2,4%), proteínas lactoséricas (0,7%), grasas (3,4%), lactosa (4,7%), minerales (0,9%) y agua (88%), aportando diferentes propiedades funcionales para el consumidor (Cunningham, 2000).

En el país el 12% de la leche cruda es utilizada para su comercialización, mientras que el 88% se utiliza para la obtención de productos derivados como leche en polvo, yogurt, kumis, mantequillas, leche pasteurizada (entera, descremada, deslactosada), y quesos (Espinal *et al.*, 2005). Colombia se ha caracterizado por utilizar la mayor parte de la leche en la producción de quesos (Cunningham, 2000), siendo éste un producto alimenticio obtenido por medio de la coagulación de la leche, en el que se encuentra en forma concentrada la parte más valiosa de ella, las proteínas (García & Ochoa, 1987).

Los quesos en Colombia se clasifican como: maduros, los cuales son quesos de pasta amasada y prensada, con humedad máxima de 45% (ej. queso Paipa); frescos no ácidos, de pasta prensada con humedad entre 50-60% (ej. queso antioqueño y campesino) y frescos ácidos, de pasta hilada, con humedad del 50%, de consistencia semiblanda y un alto contenido graso (ej. queso doble crema, quesillo y queso pera) (Quintana & Alava, 2011).

Esta propuesta de investigación se enfoca en los quesos hilados, debido a su gran comercialización en el territorio nacional. Este tipo de queso se obtiene mediante la utilización de leche acidificada de forma natural o mediante la adición de cultivos microbianos, para alcanzar una acidez de 0,4% en equivalente de ácido láctico. La

coagulación se realiza utilizando la enzima rennina como cuajo y finalmente la cuajada obtenida es sometida a un amasado con agua caliente ($T > 65^{\circ}\text{C}$) hasta conseguir el denominado “punto de sábana” en el cual se obtiene su propiedad más atractiva, el estiramiento (Arrechea & Villacampa, 2010). En el país se producen diferentes tipos de quesos hilados, los principales son: el queso pera, el cual tiene un rendimiento de entre 8-9%; el doble crema, con rendimientos de 9,1% y por último el quesillo huilense, con un rendimiento entre 12-13% (Gómez & Alava, 2013).

Una de las importantes problemáticas en la producción quesera son los bajos rendimientos obtenidos, principalmente por bajas concentraciones de caseína en la leche fresca (por un litro de leche se obtienen alrededor de 100 g de queso fresco). Igualmente, el rendimiento y la composición de los productos finales se ven afectados por la gran variabilidad de la leche de entrada al proceso, relacionada a las etapas de desarrollo del animal. Por otra parte, en la formación de lactosuero como subproducto, muchos de los componentes de la leche, entre ellos grandes cantidades de proteína, se pierden durante la producción; al menos el 50% de los nutrientes de la leche pasan al lactosuero, generando una baja producción de queso y un subproducto contaminante con una alta carga orgánica (Cunningham, 2000).

Teniendo en cuenta que los productos derivados de la leche hacen parte de la dieta alimentaria de millones de personas alrededor del mundo, cualquier mejora en su producción, tendrá impacto en un gran número de consumidores y productores, mostrando así la necesidad de implementar estrategias tecnológicas para optimizar los procesos, con un enfoque hacia la mejora de rendimientos, el aprovechamiento de subproductos, la gestión de efluentes y el aseguramiento de la calidad.

Para mejorar el rendimiento de la leche en la elaboración de quesos se debe conocer que éste se relaciona directamente al contenido de caseína, por tanto, se debe favorecer la cantidad de dicho componente en la leche (Arrechea & Villacampa, 2010). La concentración de proteínas de la leche utilizando filtración con membranas, permitiría mejorar sus características técnicas, favoreciendo la

etapa de cuajado, disminuyendo las pérdidas de proteína y aumentando la retención de suero después del cuajado (menor sinéresis); es decir, mayor rendimiento de producción de queso (Chacón, 2006).

El uso de membranas es cada vez más común en la industria alimentaria, particularmente en el sector lácteo y de bebidas (Chacón, 2006). Éstas se definen como barreras semipermeables que permiten la transferencia selectiva de ciertos componentes entre dos medios fluidos y restringen el paso de otros. Para esto es necesaria una fuerza impulsora, la cual se puede generar por gradientes de concentración, presión, temperatura o potencial eléctrico (Makardij & Chen, 1999). En la industria láctea se utilizan comúnmente procesos baromembranarios que trabajan bajo la acción de un gradiente de presión (presión transmembrana) y según el diámetro de poro de la membrana a utilizar se clasifican en: microfiltración, ultrafiltración, nanofiltración y ósmosis inversa (Arrechea & Villacampa, 2010).

La microfiltración utiliza membranas con diámetro de poro de entre 0,1 y 10 μm y presenta presiones de trabajo de entre 10 y 200 kPa (Santamaría, 2003), en la ultrafiltración se trabaja con membranas de diámetros de poro que oscilan entre 0,001 y 0,1 μm y presiones de trabajo de entre 200 y 500 kPa, la nanofiltración permite la retención de moléculas con peso molecular entre 0,1 y 1 kDa y trabaja con presiones de operación entre 500 y 2000 kPa, y la ósmosis inversa emplea membranas que se consideran densas (sin poros) con presiones de trabajo entre 1000 y 10000 kPa en un mecanismo de separación basado en la disolución/difusión, cuya fuerza impulsora es la presión osmótica (Santamaría, 2003).

Los componentes que atraviesan una membrana reciben el nombre de permeado y los que no logran atravesarla se denominan retenido. En algunas ocasiones se necesita reducir el volumen de fluido a procesar. Para esto se define el Factor de Concentración Volumétrico (FCV), que está expresado en términos de: volumen alimentado (V_a), volumen retenido (V_r), volumen permeado (V_p), e indica las veces que el volumen inicial fue reducido con respecto al volumen retenido (Ecuación 1). El porcentaje de retención (%R) (Ecuación 2) indica la fracción retenida del

compuesto de interés y está en función de la concentración en el permeado (C_p) y la concentración en el retenido (C_r) (Chacón, 2006).

$$FCV = \frac{V_a}{V_r} = 1 + \frac{V_p}{V_r} \quad \text{Ecuación 1}$$

$$\%R = 100 * \left(1 - \frac{C_p}{C_r}\right) \quad \text{Ecuación 2}$$

Igualmente, en los procesos de separación baromembranarios, es muy común expresar su desempeño en términos de permeabilidad [$M.L^{-2}. \theta^{-1}$] (capacidad de dejar pasar selectivamente ciertas moléculas) y porcentaje de retención (fracción retenida por la membrana). Para el correcto desempeño de las membranas es de gran importancia el diseño de una unidad operacional definida como módulo, la cual se compone de la misma membrana, estructuras de soporte de presión, puertos de entrada de alimentación, distribuidores de caudal y puntos de drenaje de permeado y concentrado. Hay principalmente cuatro tipos de módulos: El módulo de placas y bastidor, de arrollamiento espiral, de fibra hueca, y de tipo tubular con el cual se trabajará en el marco de la presente propuesta (Figura 1).

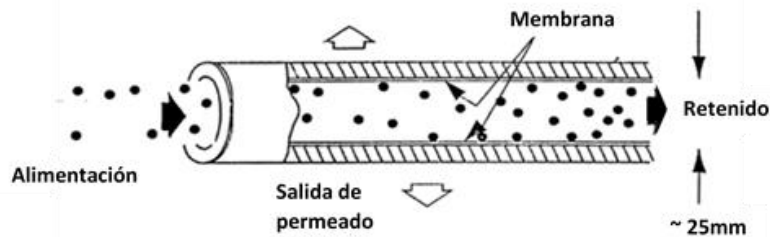


Figura 1. Esquema de módulo de filtración de tipo tubular. Fuente: (Hernández *et al.*, 1990)

Las membranas cerámicas (aunque frágiles al impacto) tienen la ventaja de ser particularmente resistentes al ataque de sustancias químicas y condiciones de operación fuertes (temperaturas y presiones). Los módulos para membranas tubulares inducen un menor ensuciamiento de las membranas, adaptándose al tratamiento de fluidos viscosos (Galvis, 2004).

La tecnología con membranas ofrece varias ventajas que la hacen atractiva para su uso en el procesamiento de alimentos. Principalmente, se destaca el hecho de que no se necesita calentar el fluido, ni la evaporación de agua para la concentración de

compuestos en soluciones acuosas. Además, genera menores gastos de operación con respecto a la evaporación y su instalación requiere poco espacio. En cuanto a sus puntos en contra se resalta una inversión inicial considerable y variaciones de flujo por ensuciamiento de la membrana. Este ensuciamiento, también conocido como colmatación, implica la disminución de las permeabilidades con el tiempo. Sin embargo, es un fenómeno que se puede minimizar seleccionando previamente un diámetro de poro adecuado para la separación y modificando convenientemente las condiciones de operación (temperaturas y caudales) (Santamaría, 2003).

El uso de membranas en la industria lechera se ha implementado desde inicios de la década de los 70 como alternativa de algunas operaciones unitarias en la resolución de problemas de separación y en el desarrollo de nuevos productos alimenticios (Neville, *et al.*, 2001). Actualmente, se aplican procesos baromembranarios principalmente para la pre-concentración de la leche antes de ser usada en la elaboración de derivados lácteos como queso y yogurt (Brans *et al.*, 2004), y separar del lactosuero componentes útiles para la formulación de nuevos productos (Neville, *et al.*, 2001).

Para la concentración de caseínas se reporta la utilización de membranas cerámicas tubulares en módulos de microfiltración por flujo cruzado, con diámetros de poro en el intervalo de 0,05 a 0,2 μm y velocidades tangenciales relativamente altas del orden de 7 m/s. Para alcanzar altos FCV's (>6), se han utilizado pilotos con un sistema de Presión Transmembrana Uniforme (PTU), que hace que el flux de permeado sea menos dependiente de la resistencia asociada a la formación de torta en la membrana, la cual aumenta con el FCV. Este sistema consiste en un circuito cerrado adicional para la recirculación del permeado a una velocidad similar a la del retenido, utilizando una bomba que lo impulsa al interior del mismo. Sin embargo, esta configuración representa mayores costos de adquisición y operación del piloto de filtración. Vadi *et al.* (2001) evaluaron la influencia de la operación en modo PTU, con membranas cerámicas de 0,2 μm , área de filtración de 0,184 m² y velocidad tangencial de 7,1m/s. Utilizando el sistema PTU alcanzaron FCV's entre 7 y 10,

mientras que sin el sistema PTU los FCV's alcanzados fueron de entre 4 y 6. Para un FCV de 8 se retuvo el 100% de las caseínas y el 68% de las proteínas séricas con flujos de permeado de 45,35 L.h⁻¹.m², a una ΔP_{TM} de 193 kPa.

Por otra parte, Punidadas & Rizvi (1998), utilizaron un piloto sin el sistema PTU, con flujos de permeado más altos, 112 L.h⁻¹.m², para un FCV de 2 a una velocidad tangencial de 5,4 m/s, con membranas de 0,05 μ m y una ΔP_{TM} de 138 kPa, alcanzando una retención del 100% de caseínas. Todos los ensayos anteriores se realizaron con leche descremada. Tolosa *et al.* (2006) reportan la ultrafiltración de leche semidescremada (1,6% grasa), destinada a la elaboración de yogurt, mediante membranas cerámicas de tamaños de poro de 150kDa y 50kDa, con superficie de filtración de 0,0055 m² y ΔP_{TM} de 275 kPa y 220 kPa, respectivamente. Las permeabilidades obtenidas fueron de 73,49 L.m⁻².h⁻¹ con %R (proteína total) de 91,7% para la membrana de 150 kDa, y de 47,80 L.m⁻².h⁻¹ con un %R (proteína total) de 93,2% para la de 50 kDa. La membrana de 150 kDa fue seleccionada por su mayor flujo de permeado y similar %R en comparación al de 50 kDa. El producto final obtenido luego de la concentración por membranas, presentó mejores características sensoriales, una mayor consistencia y menor sinéresis.

Con base en lo anterior, el objetivo de este trabajo fue evaluar la utilización de la tecnología con membranas en la concentración de proteínas de la leche fresca, encaminada a la producción de quesos hilados. Para esto se determinó la influencia del diámetro de poro de membrana sobre el desempeño de la filtración de leche fresca entera y semi-descremada, se analizó la influencia del contenido de materia seca al trabajar en modo concentración y se evaluó la influencia del contenido de proteínas en la leche sobre el rendimiento de producción de cuajada, utilizada en la producción de quesos hilados.

2. METODOLOGÍA

En la Figura 2 se presenta el diagrama metodológico, donde se muestran las fases desarrolladas durante este proyecto de investigación.



Figura 2. Cuadro metodológico. Fuente: autores.

2.1 FASE 1: Estudio de la influencia del diámetro de poro sobre el desempeño de la etapa de filtración de leche.

En esta fase se analizó la influencia del diámetro de poro de las membranas sobre la filtración de leche fresca entera y semidescremada. Para esto se realizaron pruebas de filtración con membranas cerámicas monocanal TAMI® de 0,13 m de

largo (0,00307 m²) con diferentes diámetros de poro (0,45 µm; 0,2 µm; 300 kDa (~ 0,1 µm) y 150 kDa (~ 0,05 µm), operando a una presión transmembrana de 200 kPa y una temperatura de 30°C, condiciones moderadas que permiten mantener las propiedades de la leche (Santamaría, 2003). Se trabajó con 10 L de alimentación durante un tiempo de filtración de 2h, a concentración y volumen constantes (recirculando al tanque de alimentación tanto el retenido como el permeado), utilizando el piloto de filtración mostrado en la Figura 3.a. Las pruebas se hicieron por duplicado para cada tamaño de poro evaluado; en cada prueba de filtración se midió la permeabilidad y las muestras obtenidas tanto de permeado como de retenido fueron caracterizadas en turbidez, contenido de proteínas, grasa, materia seca, cenizas y °Brix, mientras que los carbohidratos se determinaron por balance. Por último, se escogió la membrana que presentó los mejores resultados en cuanto a permeabilidad y %Retención de proteínas.

2.2 FASE 2: Análisis de la influencia del contenido de materia seca sobre el desempeño de la etapa de filtración de leche.

Para determinar la influencia del contenido de materia seca de la leche sobre el desempeño de la filtración, se realizaron pruebas utilizando la membrana que presentó los mejores resultados en cuanto a permeabilidad y selectividad de la 'Fase 1'. Esta filtración se llevó a cabo a una temperatura de 20°C y presión transmembrana de 200 kPa, pero con membranas de 1,2 m de largo (0,132 m²) utilizando leche fresca descremada (0,1% grasa). Se trabajó con 12 L de alimentación, a concentración y volumen variables en el tiempo (recirculando sólo el retenido), buscando alcanzar Factores de Concentración Volumétrica (FCV) de 2 y 3, en el piloto de filtración de la Figura 3.b. Durante las filtraciones se hizo seguimiento a la permeabilidad y se realizaron análisis tanto a los permeados como a los retenidos en términos de turbidez, °Brix, contenido de proteínas, grasa, materia seca, cenizas, calcio, fósforo, mientras que los carbohidratos fueron determinados por balance.

2.3 FASE 3: Influencia del contenido de proteínas sobre el rendimiento de producción de cuajada utilizada en la producción de quesos hilados.

La Fase 3 se realizó en paralelo con la 'Fase 2', utilizando los concentrados obtenidos de las filtraciones realizadas durante esta misma fase. Se trabajó con muestras de 0,5 L, correspondientes a FCV's de 1, 2 y 3, a las que se les reintegró la crema extraída inicialmente. Antes de iniciar la coagulación se midió la acidez inicial de las muestras, dejando acidificar naturalmente hasta un 0,4% en equivalente de ácido láctico (acidez recomendada para la coagulación). Este proceso se realizó con el acompañamiento del Sena C.A.S.A de Piedecuesta Santander. En estas pruebas se evaluó el rendimiento de producción de cuajada correspondiente a las coagulaciones de las muestras de los FCV's mencionados anteriormente, comparando los rendimientos obtenidos para leche concentrada y sin concentrar (FCV de 1). A las cuajadas obtenidas se les realizó un análisis bromatológico en donde se determinó su contenido de proteína, grasa, cenizas, humedad y carbohidratos.

2.4 MATERIALES, MÉTODOS EXPERIMENTALES Y DE CUANTIFICACIÓN

2.4.1 Materiales e insumos: Membranas cerámicas tubulares monocanal TAMI® de 0,13 m y 1,20 m de longitud, leche fresca de vaca, entera (2,1% grasa), semidescremada (1,5% grasa), descremada (0,1% grasa) proporcionada por Sena C.A.S.A., bomba centrífuga marca Pedrollo, baño termostático marca Lauda® Alpha RA 24, pH-metro marca Hanna®, NaOH en escamas, ácido bórico comercial, hipoclorito de sodio al 5%, ácido nítrico al 65% marca J.T. Baker, tabletas Kjeldahl Merk®, ácido sulfúrico al 98%, ácido clorhídrico al 1N marca Merck®.

2.4.2 Métodos experimentales y de análisis:

Piloto de filtración: Los pilotos de filtración utilizados en este proyecto (Figura 3) constan de un tanque enchaquetado de 10 L(1), una válvula tipo bola (2) para

permitir la entrada de la alimentación a la bomba centrífuga (3) que la impulsa hacia el módulo membranario (4). La válvula tipo mariposa (6) permite fijar la presión transmembrana que es medida en el manómetro (5), mientras en (7) se da la salida del permeado.

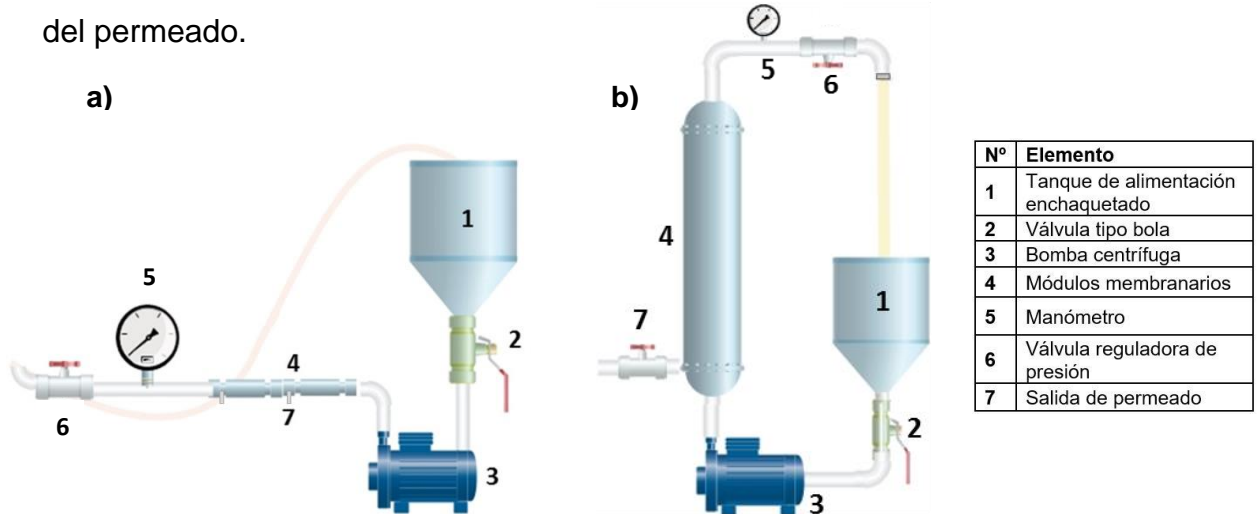


Figura 3. Esquemas de los pilotos de filtración del laboratorio CICTA utilizados en la: a) ‘Fase 1’ y b) ‘Fase 2’. Fuente: autores

Procedimiento de limpieza de las membranas: La limpieza de las membranas se realizó mediante un lavado básico con solución de NaOH (1N), y NaOCl (1200 ppm), un lavado ácido con solución de HNO₃ (1N) con lavados intermedios con agua destilada hasta alcanzar pH neutro. Finalmente, se midió la permeabilidad al agua a 40°C y ΔP_{TM} de 200 kPa.

Procedimiento de coagulación: La coagulación de las muestras de leche se hizo siguiendo el procedimiento establecido en la planta de lácteos del Sena C.A.S.A.

Métodos de cuantificación: %materia seca (A.O.A.C 990,19); %proteínas (A.O.A.C. 991,20), %ceniza (A.O.A.C. 923,03), %grasa (A.O.A.C 2000) y determinación de Ca y P (servicio contratado) (NTC 479 y NTC 4981), respectivamente. °Brix con refractómetro de mano Fisher No 13 964 70C 0-90%, turbidez con turbidímetro Hach® No 2100QI y permeabilidad tomando el volumen de permeado recogido en 20s para el piloto de la ‘Fase 1’ y en 1 min para el utilizado en la ‘Fase 2’.

3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1 PRODUCTIVIDAD DE LA ETAPA DE FILTRACIÓN A CONCENTRACIÓN CONSTANTE

En la Figura 4 se muestra la permeabilidad promedio de las membranas en función del tiempo para las filtraciones con leche semidescremada. En todos los casos no se observa disminución aparente de la permeabilidad, la cual se estabiliza después de los 40 min. Se puede decir con esto que bajo estas condiciones de operación (concentración constante), el ensuciamiento de la membrana no se incrementó con el tiempo. Cabe resaltar que algunas membranas, en el periodo entre 0 y 40 min, presentaron un aumento en la permeabilidad, que se puede explicar por la naturaleza porosa del material, poros que se van saturando con el líquido filtrado, modificando el flux durante ese tiempo (Baker, 2004). La mayor permeabilidad se registró para la membrana de 300 kDa (167 ± 69 kg/m²h), superior en 130% a la obtenida con la membrana de 0,2 μ m, la cual le sigue en permeabilidad, mientras que el menor flux de permeado se dio para la membrana de 150 kDa, ya que a menor tamaño de poro, mayor es la resistencia a la filtración.

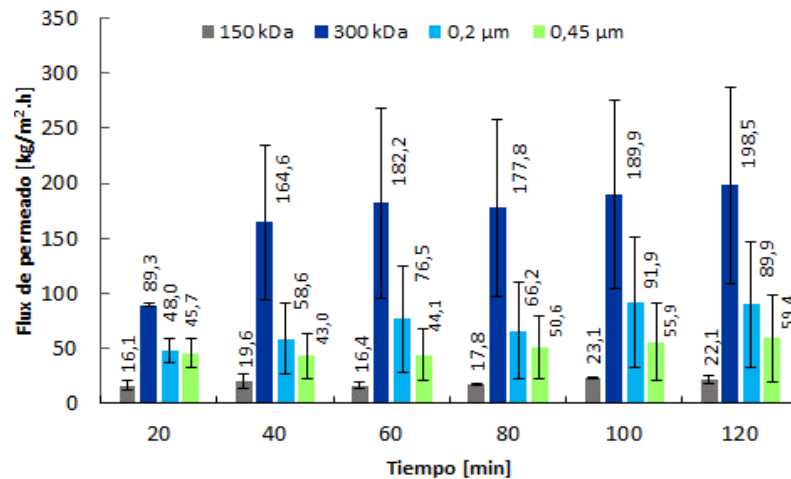


Figura 4. Permeabilidades durante filtración de leche semidescremada, pH=6,3; 30°C, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}=0,24$ L/s. Fuente: autores.

Sin embargo, se aprecia una disminución de la permeabilidad para diámetros de poro superiores a 300 kDa. Esto podría deberse a que moléculas de tamaños similares al umbral de corte de estas membranas pudieron quedar atrapadas dentro

de los poros de éstas, como glóbulos grasos (0,1-15 μm) y micelas de caseína (0,02–0,3 μm) (Brans *et al.*, 2004). Las desviaciones (medias) obtenidas, que en algunos casos fueron importantes, se pueden explicar debido a posibles variaciones en la porosidad y diámetro de poro de las membranas de 1,2 m, las cuales fueron utilizadas para obtener las membranas de 0,13 m de longitud.

El filtrado con leche entera mostró una notable reducción en la productividad de todas las membranas, debido a la mayor concentración de glóbulos grasos que aumentó el ensuciamiento. Los porcentajes de pérdida de permeabilidad fueron en promedio, $32\pm 9\%$, $68\pm 11\%$, $69\pm 16\%$ y $56\pm 13\%$ para las membranas de 150 kDa, 300 kDa, 0,2 μm y 0,45 μm , respectivamente, y la mayor permeabilidad se obtuvo nuevamente con la membrana de 300 kDa ($43\pm 4 \text{ kg/m}^2\cdot\text{h}$). Después de cada filtración se realizó el lavado de las membranas con las condiciones descritas en la metodología. En la Figura 5 se presenta la permeabilidad inicial (antes de la primera filtración) y la registrada después de cada lavado. De estas figuras se aprecia la dificultad para recuperar la permeabilidad después de cada filtración de leche, aspecto mencionado en los trabajos de Tolosa *et al.* (2006) y Vadi *et al.* (2001).

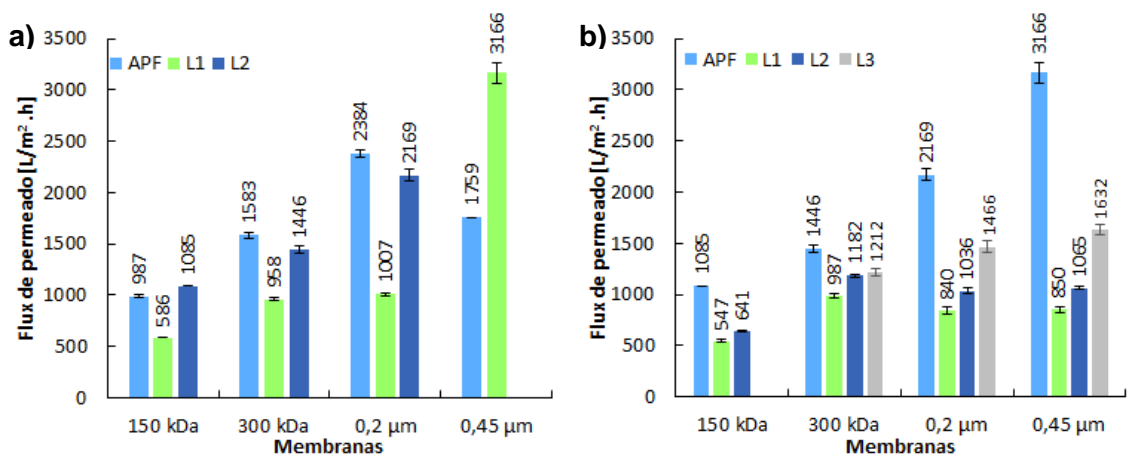


Figura 5. Permeabilidades al agua, luego de filtración de leche: a) semidescremada y b) entera, medidas a 40°C, $\Delta P_{TM}=200 \text{ kPa}$. (APF: antes de la primera filtración, L1, L2 y L3: después del lavado 1, 2 y 3). Fuente: autores.

Para la leche semidescremada, en la mayoría de las membranas fueron necesarios 2 lavados para recuperar su permeabilidad, mientras que con leche entera, no fue posible recuperar la permeabilidad de ninguna membrana incluso después de 3

lavados, evidenciándose colmatación irreversible; esto implicó complementar el protocolo de limpieza con una etapa adicional de lavado ácido.

3.2 ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE PORO DE LAS MEMBRANAS SOBRE LA SELECTIVIDAD DURANTE LA FILTRACIÓN.

La caracterización en [%p/p] de los retenidos obtenidos con leche semidescremada se muestra en la Tabla 1, por duplicado. Estos valores corresponden al contenido promedio de cada parámetro durante las 2h de filtración. En esta tabla se pueden observar diferencias importantes en la composición de la leche procesada en cada filtración. Estas variaciones se asocian a factores de tipo fisiológico, alimentario, climatológico, genético, entre otros, haciendo que se presenten importantes fluctuaciones (hasta del 20% para la grasa, y del 5% para materias nitrogenadas y lactosa) (Alais & Lacaza, 2003).

Tabla 1. Caracterización en [%p/p] de los retenidos obtenidos en las filtraciones de leche semidescremada a 30 °C, pH de 6,3 y ΔP_{TM} de 200 kPa. *Desviaciones medias.

Membrana		° Brix	Mat. seca	Cenizas	Proteína	Grasa	C-hidratos
150 kDa	Orig	8,67±0,44	9,69±0,13	0,67±0,03	2,53±0,32	1,05±0,05	5,68±0,39
	Dup	7,50±0,44	8,25±0,28	0,53±0,08	1,85±0,11	0,80±0,00	4,83±0,19
300 kDa	Orig	8,37±1,06	9,91±0,41	0,59±0,04	2,50±0,55	0,90±0,00	5,82±0,87
	Dup	9,58±0,21	9,27±0,30	0,66±0,03	2,17±0,22	1,00±0,00	5,54±0,33
0,2 µm	Orig	8,38±1,05	9,91±0,47	0,59±0,03	2,50±0,55	0,90±0,00	5,82±0,87
	Dup	9,58±0,21	9,27±0,30	0,66±0,03	2,18±0,18	1,00±0,00	5,54±0,33
0,45 µm	Orig	8,97±0,16	12,08±0,66	0,58±0,07	3,20±0,12	0,90±0,10	6,24±0,44
	Dup	8,66±0,44	9,69±0,13	0,67±0,03	2,54±0,32	1,05±0,05	5,58±0,29

En la Figura 6 se presenta el contenido promedio de materia seca en los permeados y su %Retención para cada diámetro de poro. En la Figura 6b) se observan %Retención promedio del 45,1±4,1% de los sólidos totales de la leche; esto indica la retención de casi el total de sus sólidos insolubles, conformados por micelas de caseína y grasa (Cunningham, 2000). Las diferencias que se presentan entre el original y su duplicado no son concluyentes, teniendo en cuenta las variaciones de la materia prima.

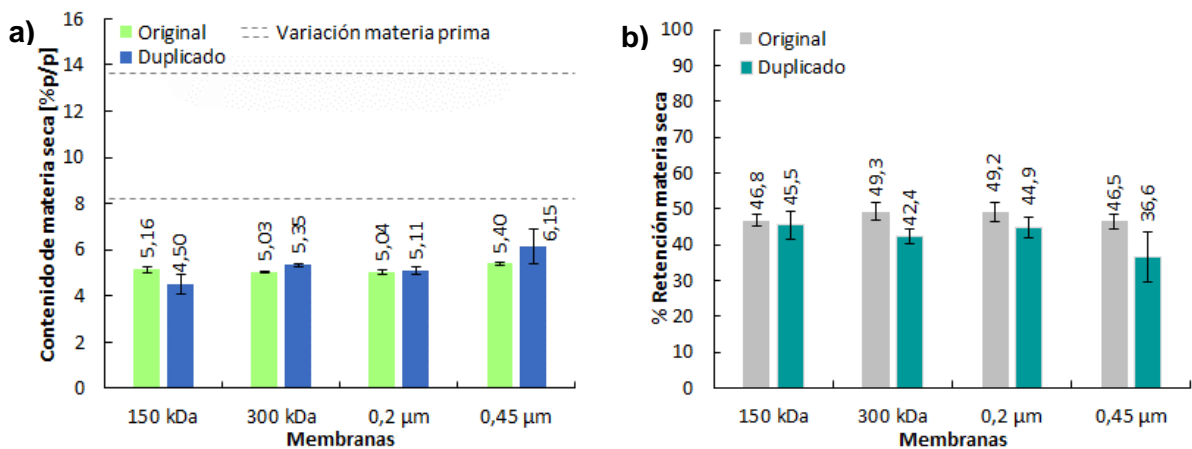


Figura 6. a) Contenido de materia seca en los permeados y b) %Retención de las membranas utilizando leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}=0,24$ L/s. Fuente: autores.

La Figura 7 muestra el contenido de proteínas en los permeados y el %Retención para todas las membranas evaluadas. Se distinguen bajos porcentajes de proteína en los permeados (inferiores a 0,5% p/p), asociados principalmente a las proteínas lactoséricas, que por su pequeño tamaño molecular, entre 14 kDa y 86 kDa, pueden atravesar las membranas utilizadas (Fernández & Hernández, 2009).

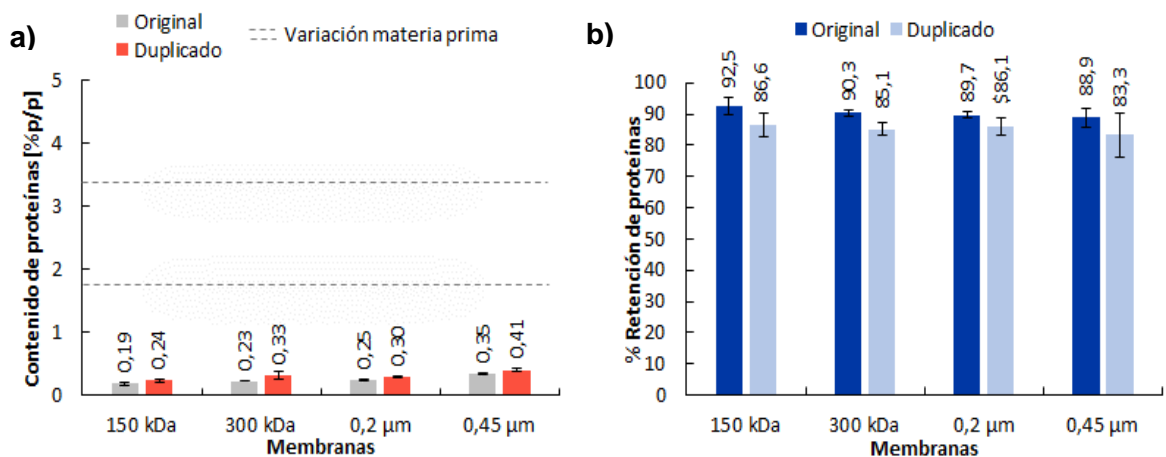


Figura 7. a) Contenido de proteína en los permeados y b) %Retención de las membranas en filtraciones de leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}=0,24$ L/s. Fuente: autores. *Desviaciones medias.

Los %Retención de proteínas fueron parecidos para todas las membranas y estuvieron entre $86,1 \pm 2,8\%$ y $89,6 \pm 2,9\%$. Similarmente, Jørgensen *et al.* (2016) reportaron concentraciones de proteína total en los permeados de $0,27 \pm 0,04\%$ y

0,40±0,04% (p/p), con %Retención de 87,91±0,03% y 84,34±0,03%, en filtraciones realizadas con membranas de 0,05 µm (~150 kDa) y 0,1 µm (~300 kDa), respectivamente, a 50 °C y ΔP_{TM} de 290 kPa.

El contenido de cenizas en los permeados junto con el %Retención de las membranas se muestra en la Figura 8. Dicho contenido, está relacionado con los minerales, principalmente Ca y P, que hacen parte de la leche y pueden encontrarse libres o asociados a las micelas de caseína. Se aprecian contenidos de cenizas similares en los permeados de todos los tamaños de poro utilizados (0,29%-0,48%). Jørgensen *et al.* (2016) reportan contenidos de entre 0,27% y 0,35%. Por otra parte, el cálculo del %Retención a bajas concentraciones de minerales en retenidos y permeados aumenta la sensibilidad ante cualquier variación. Esto sumado a las fluctuaciones en la composición de la leche utilizada, influyó en las diferencias mostradas en la Figura 8.b). A pesar de ello, la mayoría de las membranas presentaron una retención superior al 20%. Estos minerales retenidos podrían relacionarse con los presentes en las micelas de caseína, que representan aproximadamente el 20% del contenido total en la leche (Ramirez, 2009).

Igualmente, se realizaron pruebas de turbidez a retenidos y permeados para evaluar la capacidad de clarificación de las membranas. En la Figura 9 se muestran los resultados obtenidos, junto con 2 imágenes de los permeados con la turbidez más baja (300 kDa) y la más alta (0,45 µm).

Los resultados obtenidos para esta fase mostraron que la selectividad de las membranas para sólidos totales y proteína fue similar en los tamaños de poro evaluados (variaciones <3%). Por el contrario, se encontraron diferencias importantes en la productividad, obteniéndose los mayores flujos de permeado para los tamaños de 300 kDa y 0,2 µm. Así mismo, la utilización de leche semidescremada incrementó la permeabilidad durante la filtración, debido a un menor ensuciamiento.

De acuerdo a lo anterior, para la siguiente fase del proyecto se decidió trabajar con leche descremada utilizando la membrana de 0,2 μm , teniendo en cuenta la similitud en su desempeño con la de 300 kDa y que esta última, por dificultades en su importación, no se encontraba disponible en el laboratorio con la longitud requerida para las pruebas (1,2 m). Este aspecto se señala para subrayar los problemas derivados de la dependencia tecnológica de países como Colombia que limitan el estudio y la implementación de tecnologías prometedoras para la solución de problemáticas del sector productivo del país.

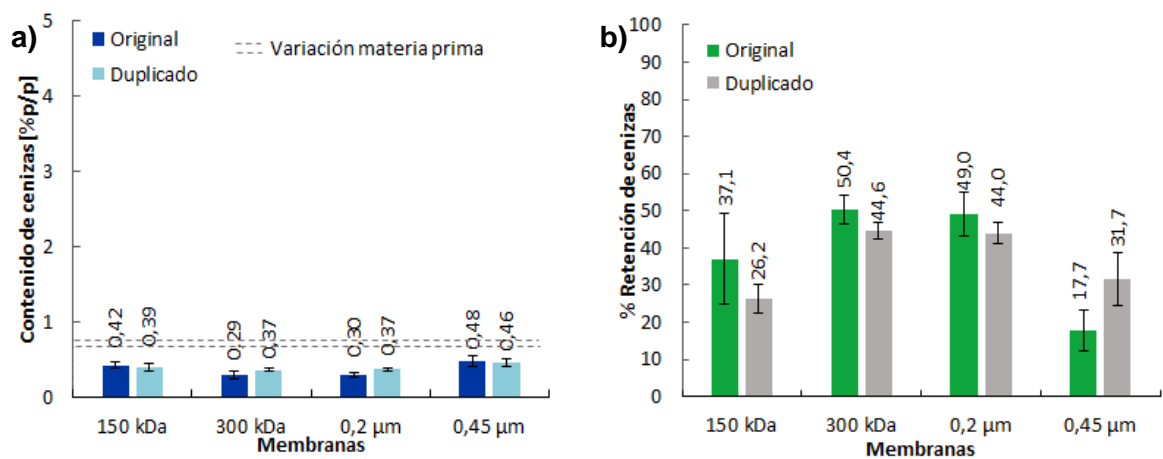


Figura 8. a) Contenido de cenizas en los permeados y b) %Retención de las membranas en filtraciones de leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}=0,24$ L/s. Fuente: autores.

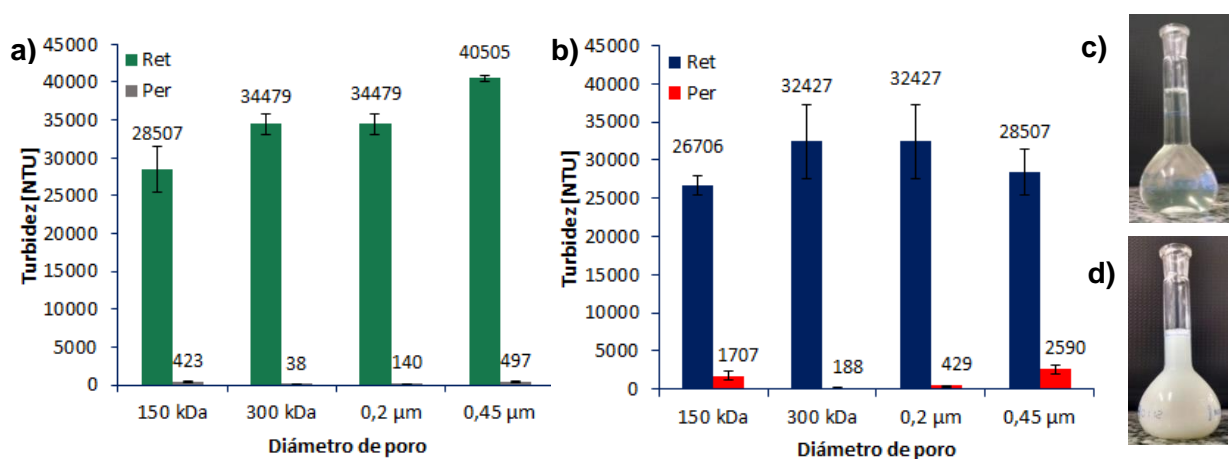


Figura 9. Análisis de turbidez de las muestras de retenidos y permeados obtenidos con leche semidescremada a 30°C, pH=6,3, $\Delta P_{TM}=200$ kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}=0,24$ L/s, para a) original y b) duplicado; fotografías: c) permeado de 300 kDa y d) permeado de 0,45 μm . Fuente: autores. *Desviaciones medias

3.3 EFECTO DEL CONTENIDO DE MATERIA SECA SOBRE EL DESEMPEÑO DE LA ETAPA DE FILTRACIÓN

Para esta etapa se realizaron filtraciones de leche descremada (grasa <0,1%) en modo concentración, de acuerdo a las condiciones descritas en la 'Fase 2'.

3.3.1 Efecto sobre la productividad de las membranas: La Figura 10 muestra la variación de la permeabilidad en el tiempo hasta alcanzar los Factores de Concentración Volumétrica (FCV) de 2 y 3. Para todos los casos se evidencia una disminución de la permeabilidad en el tiempo. Se encontraron reducciones de la permeabilidad de 29% y 41% (original y duplicado) para las pruebas de FCV=2 y de 68% y 89% para las de FCV=3. En relación a este aspecto, Punindadas & Rizvi (1998), registraron pérdidas en la permeabilidad de 37% para el FCV=2 y de 52% para el FCV=3, en filtraciones realizadas a 50°C, ΔP_{TM} de 240 kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}$ de 1,5 L/s. Esta disminución se atribuye principalmente al bloqueo progresivo de los poros debido a la deposición de proteínas sobre las paredes de las membranas, facilitada con el aumento de la concentración en el tiempo (Pouliot, *et al.*, 1996).

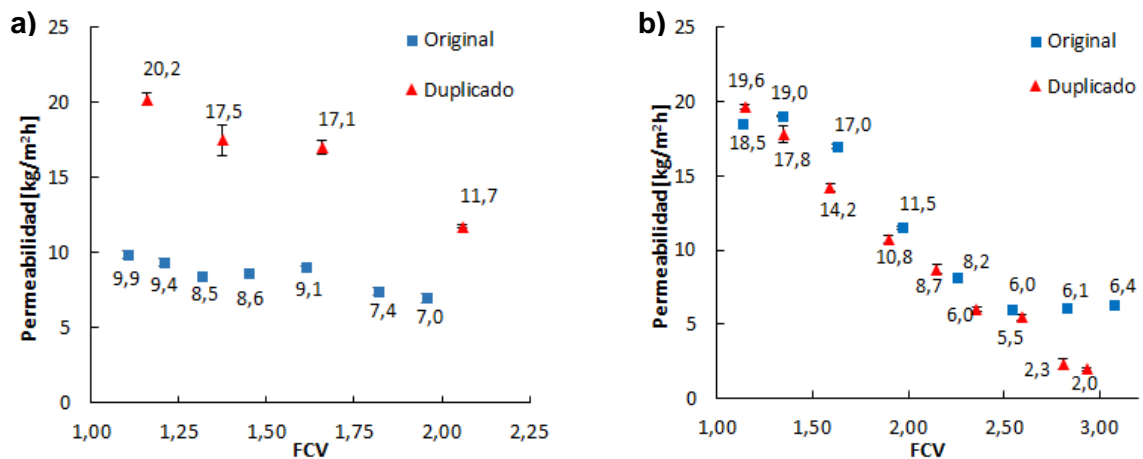


Figura 10. Permeabilidades durante las filtraciones de leche descremada en modo concentración, a pH=6,5, 20°C, ΔP_{TM} =200 kPa y $Q_{ALIMENTACIÓN}$ =0,44 L/s a) FCV=2 b) FCV=3. Fuente: autores. *Desviaciones medias

Las permeabilidades a las cuales se alcanzó el FCV=2 fueron 7,0 kg/m².h y 11,7 kg/m².h en tiempos de 4,7h y 2,7h, para el original y su duplicado, respectivamente. Así mismo, el FCV=3 se consiguió con permeabilidades de

6,4 kg/m².h para la primera filtración y 2,0 kg/m²h para el duplicado, en tiempos de 5h y 6h, respectivamente. Cabe resaltar que la primera filtración realizada para alcanzar un FCV=2, presentó permeabilidades bastante bajas, por lo cual se replanteó el protocolo de limpieza para las siguientes filtraciones (inundación del piloto con solución de NaOH y NaOCl durante 12h y aumento en la T de lavado). Este cambio duplicó la permeabilidad inicial para las siguientes pruebas, reduciendo los tiempos de filtración para alcanzar el FCV requerido. Por otra parte, las diferencias en las permeabilidades finales a las que se alcanzó el FCV=3 pueden atribuirse a un aumento de 2°C en la temperatura, durante la última hora de filtración de la primera prueba, disminuyendo la viscosidad del concentrado, y con esto, facilitando la filtración (Gallego, 2011).

En la Tabla 2, se muestra la comparación entre las permeabilidades obtenidas por la membrana de 0,2 µm con el piloto utilizado en la 'Fase 1', y las registradas con el usado en la 'Fase 2'. Un número de Reynolds 4,4 veces menor en este último generó una disminución del 95% en la permeabilidad. Estas notables diferencias están relacionadas con el cambio en la turbulencia al interior de las membranas entre los dos pilotos, lo que disminuye el arrastre de insolubles y aumenta el ensuciamiento de la membrana a medida que se concentra la leche. De manera similar a lo encontrado en trabajos realizados por Astudillo (2015), quien al reducir el número de Reynolds 4,3 veces obtuvo una disminución en la permeabilidad de 76%, en filtraciones de leche descremada realizadas a 50°C con membranas de 0,14 µm.

Tabla 2. Comparación de permeabilidades y turbulencia al interior de las membranas de 0,2 µm registradas para los pilotos de filtración utilizados en la 'Fase 1' y 'Fase 2'.

Piloto	Q _{ALIMENTACIÓN} * [L/s]	V _{TANGENCIAL} [m/s]	Re	J** [kg/m ² h]	$\frac{Re_1}{Re_2}$	$\frac{J_1}{J_2}$
Fase 1	0,24	6,3	20752	71,9	4,4	21,0
Fase 2	0,055	1,5	4761	3,42		

*Caudal de alimentación al interior de una sola membrana; **Flux de permeado de una sola membrana

La productividad obtenida utilizando el piloto de la 'Fase 2' podría mejorarse, mediante la inclusión de un circuito de recirculación de retenido, que permita fijar una mayor presión transmembrana, sin necesidad de disminuir drásticamente el

caudal, favoreciendo así la turbulencia al interior del módulo, y por lo tanto, la permeabilidad. La implementación de este tipo de sistema permitió a Baruah *et al.* (2006) trabajar con presiones transmembrana de hasta 400 kPa.

3.3.2 Efecto de la filtración en modo concentración, sobre la composición de retenidos y permeados: Las muestras obtenidas fueron caracterizadas, y se presentan en la Tabla 3 las propiedades iniciales y finales de retenidos y permeados obtenidos. De esta tabla se puede notar que el %proteína (excepto la filtración original del FCV=2) y de sólidos totales, no se duplicó para un FCV=2 ni se triplicó para un FCV=3 como podría pensarse, debido a que sólidos solubles como la lactosa, la cual representa más del 50% de la materia seca de la leche descremada, y las proteínas lactoséricas, pueden atravesar la membrana con el permeado.

En la Figura 11 se muestran los contenidos de materia seca y proteína en los retenidos para los FCV's de 2 y 3. Se aprecia un aumento lineal para estas dos propiedades en función del FCV, con pendientes similares entre ellas (ver Tabla 4), lo cual atribuye el aumento de sólidos totales al incremento en la concentración de caseínas, ya que estas últimas son los componentes de la leche con mayor retención por la membrana. Los resultados obtenidos por Vadi *et al.* (2001), confirman este comportamiento, al obtener retenidos con una concentración de sólidos totales de 28% y de proteínas de 20,4% (%p/p), para un FCV=8, alcanzado con membranas de 0,2 μm a 50°C y ΔP_{TM} de 195 kPa. En la prueba original del FCV=2 se presentó una menor linealidad y una retención un poco mayor en el contenido de materia seca y proteína. Esto se relaciona nuevamente con el estado inicial de la capa selectiva de las membranas, que como se mencionó en la sección anterior afectó la productividad y en este caso modificó las características de la retención en la primera prueba realizada.

Igualmente, en la Figura 12 se observa aumento lineal en el contenido de cenizas. Este comportamiento estaría asociado principalmente a la retención de micelas de caseína por la membrana, ya que no se espera que los minerales disueltos sean retenidos debido a su pequeño tamaño (10^{-4} - $10^{-3}\mu\text{m}$) (Bylund, 1995).

Tabla 3. Caracterización inicial y final de las muestras obtenidas en las filtraciones realizadas con leche descremada a pH=6,5, 20°C, $\Delta P_{TM}=200$ kPa para FCV's de 2 y 3.

Factor		FCV 2				FCV 3			
		Retenidos		Permeados		Retenidos		Permeados	
		Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
Turbidez [NTU]	Orig	13066	26613	318	75	14880	36746	31	50
	Dup	15466	24186	88	53	14480	27200	57	49
Materia seca [%p/p]	Orig.	8,58	12,46	4,73	5,21	8,02	14,28	4,33	5,23
	Dupl.	8,34	11,03	4,59	5,06	8,33	14,29	4,66	5,27
Proteína [%p/p]	Orig.	2,91	6,04	0,28	0,26	3,06	7,69	0,17	0,20
	Dupl.	3,07	5,42	0,23	0,23	3,08	8,43	0,16	0,22
Cenizas [%p/p]	Orig.	0,70	1,02	0,41	0,45	0,71	1,13	0,39	0,48
	Dupl.	0,71	0,87	0,42	0,44	0,70	1,17	0,42	0,45
Grasa [%p/p]	Orig.	<0,10	0,20	<0,10	0,10	0,20	0,50	<0,10	<0,10
	Dupl.	<0,10	0,10	<0,10	<0,10	0,10	0,20	<0,10	<0,10
Carbohidratos [%p/p]	Orig.	4,87	5,20	3,94	4,40	4,05	4,96	3,67	4,45
	Dup	4,46	4,64	3,84	4,29	4,45	4,49	3,98	4,50
° Brix	Orig.	9,00	13,50	5,00	5,00	8,50	15,75	4,25	5,00
	Dupl.	9,00	11,25	4,25	4,75	8,75	16,25	4,75	4,75

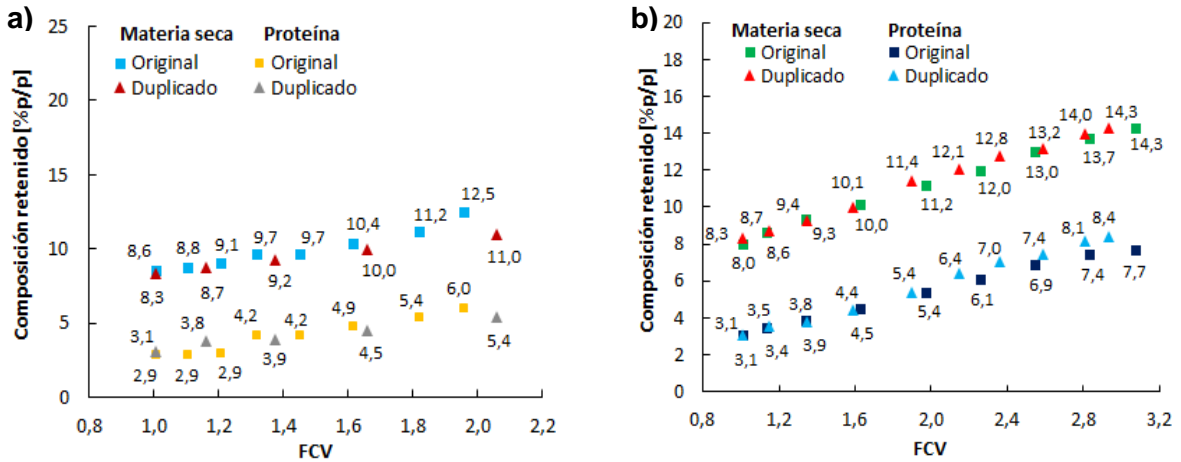


Figura 11. Contenido de materia seca y proteína en los retenidos obtenidos en las filtraciones de leche descremada a pH=6,5, 20°C, $\Delta P_{TM}= 200$ kPa para a) FCV=2 b) FCV=3. Fuente: autores.

Tabla 4. Parámetros de regresión lineal para las series mostradas en la Figura 11.

FCV	Parámetros	Original		Duplicado	
		Materia seca	Proteína	Materia seca	Proteína
2	R ²	0,95	0,95	0,99	0,97
	M	3,8	3,5	2,5	2,1
3	R ²	0,99	0,99	0,99	0,99
	M	3,0	2,3	3,2	2,8

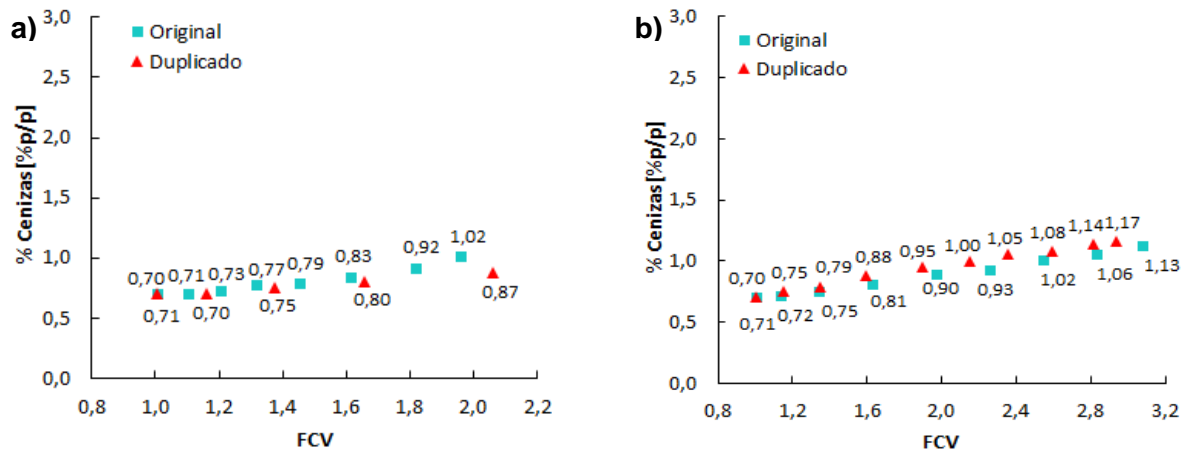


Figura 12. Contenido de cenizas en los retenidos de las filtraciones de leche descremada realizadas a pH=6,5, 20°C, ΔP_{TM} = 200 kPa, para a) FCV=2 b) FCV=3. Fuente: autores.

Por otra parte, en la Figura 13 se muestra el comportamiento de los contenidos de materia seca, proteína y cenizas en los permeados. Para todos los casos no se observan variaciones con el aumento en el FCV, además de composiciones muy similares a las registradas en la 'Fase 1' para la membrana de 0,2 μ m, mostrando así, que la capa selectiva formada al operar en modo concentración tampoco logró retener los componentes solubles, debido a su pequeño tamaño. Las características de los permeados obtenidos por Vadi *et al.* (2001), no cambiaron durante las filtraciones para un FCV=8, obteniendo al final filtrados con contenidos de 5,9%, 0,4%, 0,42% y 0% (p/p) de sólidos totales, proteínas, cenizas y grasas, respectivamente; contenidos similares a los encontrados en el presente trabajo.

Las pruebas de turbidez realizadas a retenidos y permeados de los FCV's de 2 y 3 registraron comportamientos similares a los obtenidos anteriormente (incremento con tendencia lineal para retenidos y estabilidad a lo largo de las filtraciones para permeados), como se muestra en la Figura 14 para el FCV=3.

Finalmente, en esta fase se consiguieron retenidos con un aumento de 39% y 75% en los sólidos totales, 92% y 163% en las proteínas y 34% y 63% en los minerales, para los FCV's de 2 y 3, respectivamente. Importante señalar que se obtuvieron filtrados de excelentes características (Figura 14c) que podrían ser usados en aplicaciones para la industria de alimentos, en la formulación de nuevos productos

o en biotecnología para la producción de ácido láctico, bioetanol, entre otros productos de procesos fermentativos (Chacón, 2006). Así mismo, se pudo establecer el protocolo de limpieza para recuperar la permeabilidad de las membranas después de su utilización en filtraciones de leche descremada y se identificó la necesidad de plantear un nuevo diseño del piloto que permita alcanzar mayores ΔP_{TM} , con una alta turbulencia al interior de las membranas, para reducir el efecto del ensuciamiento y aumentar su productividad durante la filtración.

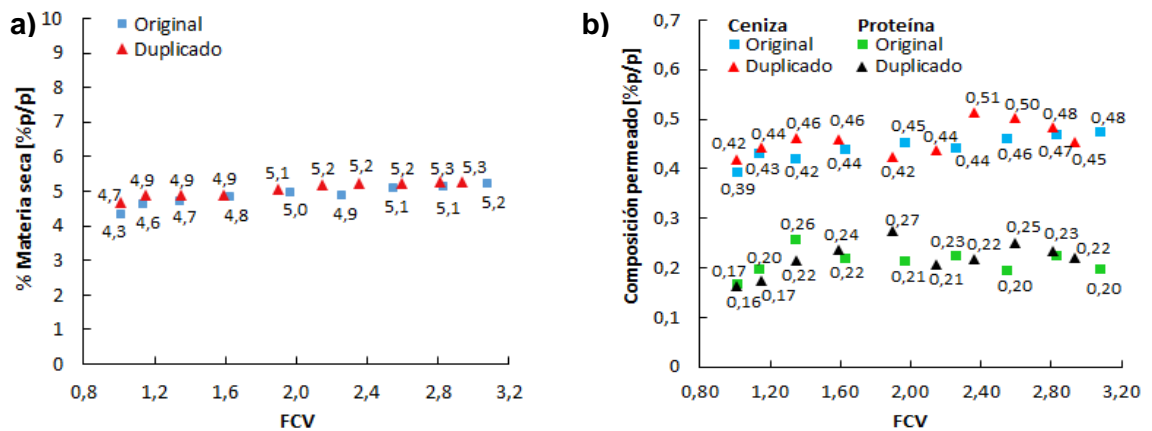


Figura 13. Contenido de a) materia seca y b) proteína y cenizas, en los permeados de las filtraciones de leche descremada a pH=6,5, 20°C, ΔP_{TM} =200 kPa para FCV=3. Fuente: autores.

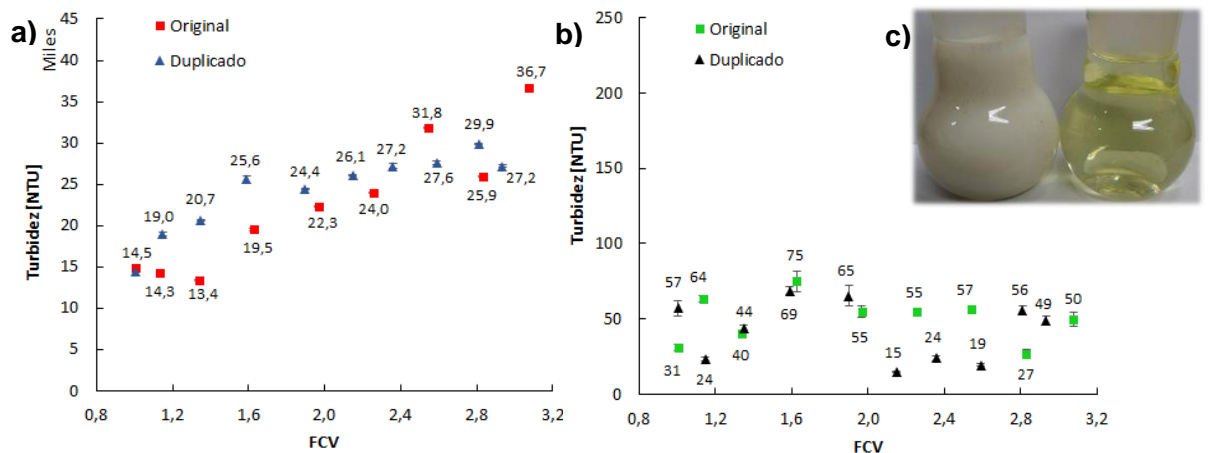


Figura 14. Análisis de turbidez de las muestras de a) retenidos y b) permeados obtenidas con leche descremada para el FCV=3, a 20°C, pH 6,5 y ΔP_{TM} de 200 kPa; c) fotografía de retenido y permeado al finalizar la filtración. Fuente: autores. Desviaciones medias.

3.4 INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE PROTEÍNAS SOBRE LA ETAPA DE COAGULACIÓN EN LA PRODUCCIÓN DE QUESOS HILADOS

Se realizó la coagulación de las muestras de los retenidos obtenidos al final de las filtraciones según el protocolo de coagulación establecido en el Sena C.A.S.A. para quesos hilados. En la Figura 15 se muestran los rendimientos de cuajada alcanzados tanto para leche concentrada (LC) con FCV's de 2 y 3, como para leche sin concentrar (LSC) (todas del mismo lote de leche), junto con la caracterización de los quesos hilados elaborados a partir de estas cuajadas.

Se presentaron tiempos de coagulación diferentes en función del FCV de la leche utilizada. Para la leche sin concentrar el cuajado tardó entre 10 y 15 min, mientras que para la leche concentrada en los FCV's de 2 y 3 tuvo una duración de 20 a 30 min. Arias & Espinel (2006), encontraron una reducción en los tiempos de cuajado del 50%, al utilizar leche concentrada a FCV's de 2, 3 y 4, sin embargo, utilizaron CaCl_2 en diferentes concentraciones para mejorar la eficiencia del cuajado.

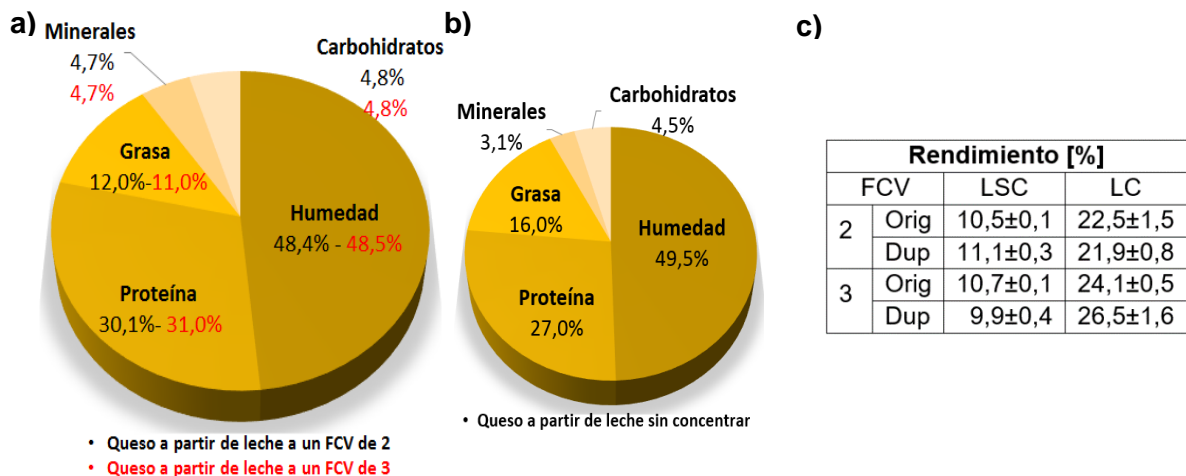


Figura 15. Caracterización de los quesos obtenidos con a) leche concentrada a FCV's de 2 y 3, b) leche entera sin concentrar y c) rendimientos obtenidos. Fuente: autores.

Los rendimientos alcanzados para la cuajada elaborada a partir de leche concentrada a un FCV de 2 estuvieron entre 21,9% y 22,5% y entre 24,1 % y 26,5% para el FCV de 3, mientras que los obtenidos para leche sin concentrar estuvieron entre 9,9% y 11,1% (encontrándose dentro del intervalo reportado para el proceso convencional de elaboración de quesos hilados). Por otra parte, las composiciones

de los quesos elaborados con leche concentrada a FCV's de 2 y 3 fueron muy similares y en comparación con el queso obtenido a partir de leche sin concentrar, presentaron 3% y 4% más de proteína, 4% y 5% menos de grasa y 1,6% más de minerales. En trabajos realizados por Jácome & Molina (2008), se alcanzaron rendimientos de 33,4%, 47,5% y 47,8%, en la elaboración de quesos de composiciones muy similares a las mostradas en la Figura 15, utilizando leche concentrada por microfiltración a FCV's de 4, 5 y 6, respectivamente y CaCl_2 como aditivo.

Igualmente, al comparar las relaciones entre los rendimientos alcanzados y las concentraciones de proteína de la leche utilizada, se verifica su influencia directa sobre la conversión de leche a cuajada; por ejemplo, un %proteína 2,1 veces mayor de la leche concentrada, con respecto al de la leche sin concentrar (prueba original del $\text{FCV}=2$), significó un rendimiento 2,1 veces más alto, comportamiento presentado en las demás coagulaciones.

Dentro de las ventajas encontradas de la utilización de leche concentrada mediante tecnología de membranas para la elaboración de quesos hilados, la principal fue una mayor productividad en la etapa de cuajado, en la cual el rendimiento aumentó en más del 50% para la mayoría de las coagulaciones realizadas, con respecto al obtenido para leche sin concentrar. Este aumento en la productividad puede verse reflejado en una reducción en los costos asociados al consumo de agua y energía, y a un mejor aprovechamiento de los equipos involucrados en el proceso, además de reducir la producción de suero en más del 50%. Todo lo anterior contribuiría en un considerable mejoramiento del esquema productivo de quesos hilados.

4. CONCLUSIONES

- Se evaluó el desempeño de la etapa de filtración de leche (entera y semidescremada), evidenciando notables diferencias en función del tamaño de poro de las membranas, principalmente en términos de productividad. Se encontró que las membranas de 300 kDa y 0,2 μm , se vieron menos afectadas por el efecto del ensuciamiento, alcanzando las mayores permeabilidades ($167\pm 69 \text{ kg/m}^2\text{h}$ y $72\pm 16 \text{ kg/m}^2\text{h}$ para leche semidescremada; $43\pm 4 \text{ kg/m}^2\text{h}$ y $14\pm 2 \text{ kg/m}^2\text{h}$ para leche entera). La utilización de leche entera generó pérdidas en la permeabilidad de hasta un 70% en algunos casos, además de colmatación irreversible en las membranas. En términos de selectividad, las membranas lograron retener casi la totalidad de los sólidos insolubles presentes en la leche con retenciones de proteína entre $86,1\pm 2,8\%$ y $89,6\pm 2,9\%$ para los tamaños de poro evaluados.
- La filtración en modo concentración con la membrana de 0,2 μm permitió obtener concentrados con un contenido promedio de sólidos totales de 11,8% y 14,3% y concentraciones de proteína de 5,73% y 8,06%, 1,9 y 2,6 veces mayores con respecto a la leche inicial para FCV's de 2 y 3, respectivamente, además de lactosueros clarificados (permeados) de excelentes características fisicoquímicas. Sin embargo, el aumento en la concentración de sólidos hizo que la permeabilidad de las membranas tuviera un descenso notable (disminución cercana al 80% para pruebas correspondientes al FCV=3), producto de un mayor efecto de la concentración sobre el ensuciamiento de las membranas, favorecido por una baja turbulencia al interior de éstas y reflejado en tiempos de filtración más largos.
- Se alcanzaron rendimientos mayores en la obtención de cuajada a partir de leche concentrada, observándose una relación directa con el contenido de proteína de las muestras a coagular. Los rendimientos promedio obtenidos fueron de $22,2\pm 0,3\%$ (FCV=2) y $25,3\pm 1,2\%$ (FCV=3), mientras que para la leche sin concentrar fue $10,5\pm 0,6\%$.
- La realización de este trabajo permitió evaluar la integración de la tecnología de membranas al esquema de producción de quesos hilados. Con esto se encontraron

grandes ventajas asociadas a la concentración de leche previa a la etapa de coagulación, teniendo en cuenta que los rendimientos de producción de cuajada aumentaron a más del doble y que la generación de suero en la etapa de coagulación disminuyó a más de la mitad. Todo lo anterior representa grandes oportunidades de mejora para el proceso tradicional, ya que reduciría los costos de operación y el impacto ambiental asociado a la producción de quesos.

5. RECOMENDACIONES

- ✓ Escalar el piloto de filtración con membranas del laboratorio CICTA, para el procesamiento de mayores volúmenes de leche, incluyendo un circuito de recirculación adicional para el retenido, trabajando así a mayores presiones transmembrana, alta turbulencia y FCV's más altos.
- ✓ Evaluar el efecto de las variables que intervienen en la etapa de cuajado de la leche concentrada sobre el rendimiento y los tiempos de coagulación.
- ✓ Analizar la viabilidad de la implementación de un sistema de filtración con membranas para concentración de leche por medio de un estudio financiero.

BIBLIOGRAFÍA

ALAIS, Charles., & LACASA, Antonio. Ciencia de la leche: principios de técnica lechera. Barcelona: Reverte, 1985. 877. ISBN 84-291-1815-2

ARIAS, Johana, ESPINEL, Alexandra. Evaluación de la utilización de la microfiltración tangencial (MFT) para la fabricación de queso y aprovechamiento del lactosuero. Quito (Ecuador), 2006, 132 h. Trabajo de Grado (Ingeniería Agroindustrial). Escuela Politécnica Nacional. Escuela de Ciencias

ARRECHEA, A., FERNÁNDEZ, L., HERNÁNDEZ, A. Aplicación de una tecnología para la producción de queso a partir de leches ácidas bajo las condiciones existentes en una industria. La Habana (Cuba), 2010, 53 h. Trabajo de grado (Licenciatura en Ciencias Alimentarias). Universidad de La Habana. Departamento de Alimentos

ASTUDILLO-CASTRO, Carolina. Limiting Flux and Critical Transmembrane Pressure Determination Using an Exponential Model: The Effect of Concentration Factor, Temperature, and Cross-Flow Velocity during Casein Micelle Concentration by Microfiltration. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 2015, 54, 414-425, ISSN 0888-5885

BAKER, Richard. Membrane Technology and Applications (Second Edition), Menlo Park, California: Willey, 2004. 545. ISBN 0-07-135440-9

BARUAH, G., NAYAK, A., BELFORT, G. Scale-up from laboratory microfiltration to a ceramic pilot plant: Design and performance. *Journal of Membrane Science*. 2006, 274,1-2, 56-63, ISSN 0376-7388

BRANS, G., SCHROËN, C., VAN DER SMAN, R., BOOM, R. Membrane

fractionation of milk: state of the art and challenges. *Journal of Membrane Science*. 2004, 243,1-2, 263-272, ISSN 03767388

BYLUND, Gösta. Tetra Pak Dairy Processing Handbook. Teknotext AB. Lund, Suecia: Teknotext AB, 1995. 442

CHACÓN, Alejandro. Tecnologías de membranas en la agroindustria láctea. *Agronomía Mesoamericana*. 2006, 17,2, 243-264, ISSN 2215-3608

CUNNINGHAM, Arturo Enrique. Optimización de rendimientos de quesería. Saltillo Coahuila, México: Organización de los Estados Americanos, 2000. 171

ESPINAL, F., MARTÍNEZ, H., & GONZÁLEZ, F. La cadena de lácteos en Colombia Una mirada global de su estructura y dinámica 1991-2005 (Documento de trabajo No. 74). Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, Bogotá D.C, 2005

FAO - ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA ALIMENTACIÓN Y LA AGRICULTURA. [sitio web]. Producción y productos lácteos: Producción lechera. 2013. Disponible en: <http://www.fao.org/agriculture/dairy-gateway/produccion-lechera/es/#.WABP0uXhBdi>

FERNÁNDEZ, Francisco & HERNÁNDEZ, Marcela. Las caseínas de la leche : aspectos comparativos. Tucumán Argentina: Fundación Miguel Lillo, 2009. 186. ISSN 950-668-010-8

GALLEGO CAMPO, Heidy Lorena. Factores que influyen en la colmatación de membranas de microfiltración tangencial y representación matemática. Cali: Recitela, 2011. 210. ISSN 2027-6850

GALVIS, Martha. Estado del arte biorreactores de membrana. Bogotá D.C., 2014,

53 h. Trabajo de Maestría (Ingeniería Civil-Ambiental). Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito.

GARCIA, Ofelia, & OCHOA, Isabel. Procesamiento de quesos blancos. SENA. Bogotá D.C, 1987. Disponible en:http://biblioteca.sena.edu.co/exlibris/aleph/u21_1/alephe/www_f_spa/icon/31496/pdf/b6_car2.pdf

GÓMEZ, Margarita & ALAVA, Clemencia. [sitio web] UNIDAD III. Fabricación de quesos y otros productos lácteos. Universidad Nacional Abierta y a Distancia. 2013, Disponible en: http://datateca.unad.edu.co/contenidos/301105/Archivos-2013-2/Modulo-linea/unidad_iii_fabricacin_de__quesos_y_otros_productos_lcteos.html

HERNÁNDEZ, A., TEJERINA, F., ARRIBAS, J., MARTÍNEZ, L., & MARTÍNEZ, F. Microfiltración, Ultrafiltración y Ósmosis Inversa. Tercera Edición, Murcia (España): Universidad de Murcia: Secretariado de publicaciones, 1990. 111. ISBN 84-7684-945-1

JÁCOME, Edwin., MOLINA, Sandro. Efecto de la leche concentrada por microfiltración tangencial en la calidad de queso semimaduro para sanduche, utilizando dos líquidos de lavado y diferentes tipos de grasa. Ibarra (Ecuador), 2008, 161 h. Trabajo de grado (Ingeniería Agroindustrial). Universidad Técnica del Norte. Escuela de Ingeniería Agroindustrial.

JØRGENSEN, C., ABRAHAMSEN, R., RUKKE, E., JOHANSEN, A., SCHÜLLER, R., SKEIE, B. Optimization of protein fractionation by skim milk microfiltration: Choice of ceramic membrane pore size and filtration temperature. *Journal of Dairy Science*. 2016, 99, 8, 6164-6179, ISSN 00220302

MAKARDIJ, A., CHEN, X., FARID, M. Microfiltration and Ultrafiltration of Milk. *Food and Bioproducts Processing*. 1999, 77, 2, 107-113, ISSN 0960-3085

NEVILLE, J., ARMSTRONG, J., PRICE, J. Ultra Whey 99: a whey protein isolate case study. *International journal of dairy technology*. 2001, 54,4, 127–129.

POULIOT, M., POULIOT, Y., BRITTEN, M. On the conventional cross-flow microfiltration of skim milk for the production of native phosphocaseinate. *International Dairy Journal*. 1996, 6, 1, 105-111, ISSN 0958-6946

PUNIDADAS, P., RIZVI, S. Separation of milk proteins into fractions rich in casein or whey proteins by cross flow filtration. *Food Research International*. 1998, 31, 4, 265-272, ISSN 0963-9969

QUINTANA, Lucas., & ALAVA, Clemencia. [sitio web] UNIDAD III. PROCESOS LACTEOS: QUESOS, LECHEs CONCENTRADAS Y HELADOS. Universidad Nacional Abierta y a Distancia. 2011, Disponible en http://datateca.unad.edu.co/contenidos/211613/Modulo_zip/unidad_iii_procesos_lacteos_quesos_leches_concentradas_y_helados.html

RAMÍREZ-NAVAS, Juan. Composición mineral de la leche de vaca: los fosfatos. *ResearchGate*. 2009, 57, 1, 47-53

SANTAMARÍA, Mercé. *Indústria alimentària, tecnologies emergents*. Primera edició, Barcelona: Edicions UPC, 2003. 208. ISBN 978-84-8301-561-2

TOLOSA, S., BULLON, J., RODULFO, A., BORREGALES, C. Producción de yogur utilizando membranas cerámicas para incrementar el porcentaje de sólidos en la leche. *ResearchGate*. 2006, 27, 1, ISSN 1316-7081

VADI, P., RIZVI, S. Experimental evaluation of a uniform transmembrane pressure crossflow microfiltration unit for the concentration of micellar casein from skim milk. *Journal of Membrane Science*. 2001, 189, 1, 69-82, ISSN 0376-7388