Concentración por congelación del jugo de naranja. Influencia de los parámetros fundamentales en la etapa de cristalización

T. MOREIRA Y R. FERRO

Dpto. de Frutas y Vegetales, Centro Nacional de Investigaciones Científicas, Ciudad de la Habana, Cuba

Recibido: 10 de mayo de 1982

ABSTRACT. By studying the cristallization stage in the freeze-concentration process of orange juice, the authors determined the influence of three fundamental parameters on concentration efficiency. A two stage process is recommended to obtain a concentrated product (~38° Brix). No changes on juice quality were observed.

RESUMEN. Al estudiar la etapa de cristalización en la concentración por congelación del jugo de naranja se determinó la influencia de tres parámetros fundamentales sobre la eficiencia de concentración. Se recomienda un proceso de dos etapas para obtener un producto concentrado (~38° Brix). No se observaron cambios en la calidad del jugo.

INTRODUCCION

La técnica de concentración por congelación está compuesta por dos etapas fundamentales: *la cristalización* (nucleación y crecimiento de los cristales de hielo) y *la separación.*

La segunda etapa ha sido estudiada para varias soluciones mediante el sistema tradicional de centrifugación[1,2], así como por el de prensado[1-3] o el de columnas de lavado[2,3].

En el caso de alimentos, la cristalización se efectúa en tanques enfriados indirectamente a través de una pared metálica (zona de nucleación) donde una paleta raspadora asegura la inclusión de los cristales en el interior del tanque (zona de crecimiento).

Para este tipo de sistema se ha demostrado[1], que tanto la forma de la paleta como la velocidad de agitación son de importancia segundaria. Sin embargo, se reporta[1-4] que los parámetros que más influyen son la concentración inicial de la solución, la temperatura de nucleación y el tiempo de retención en el tanque cristalizador o tiempo de cristalización. De este modo, si se desea estudiar el proceso de cristalización con vista a la concentración del jugo de naranja, se impone el estudio de la influencia de dichas variables y sus posibles interacciones.

MATERIALES Y METODOS

Materia prima. Se trabajó con naranjas de la variedad Valencia. El jugo extraído se pasó por una malla de acero inoxidable (0,4 mm), se homogeneizó y se redujo su concentración a 10° Brix. Se conservó en recipiente de 1 L a — 30°C, utilizándose cada litro para una corrida experimental diferente.

Cuando fue necesario utilizar jugo a una concentración superior, se partió de jugo concentrado producto de una corrida procedente, ajustado posteriormente a la concentración deseada.

Cristalizador. Consistió en un tanque cilíndrico de acero inoxidable de 20 cm de diámetro cuyas paredes pueden enfriarse de forma controlada. Posee en su interior una paleta raspadora de 6,5 cm de altura, la cual gira a una velocidad constante de 400 r/min .

Sistema de separación. Se utilizó una centrífuga de canasta Janetzki modelo TZ 2 operando dentro de un congelador para garantizar la estabilidad de la temperatura de la mezcla de cristales y solución concentrada.

Se empleó un tiempo de separación de 1 min .

Plan experimental. Se empleó un plan factorial 2^3 considerando como variables independientes: la temperatura de nucleación (X_1), la concentración inicial de la solución (X_2) y el tiempo de cristalización (X_3). La matriz experimental aparece en la Tabla I.

TABLA I

Matriz Experimental

Experiencia	X_1	X_2	X_3
1	−1 (−15°C)	−1	−1
2	1 (−5°C)	−1 (10° Brix)	−1
3	−1	1 (20° Brix)	−1
4	1	1	−1 (0.5 h)
5	−1	−1	1 (1 h)
6	1	−1	1
7	−1	1	1
8	1	1	1

Se consideró como variable dependiente la eficiencia de concentración. $E_c \frac{X_f - X_s}{X_f} \cdot 100$, donde X_s es la concentración inicial, X_f la concentración final obtenida en cada experiencia.

Con los resultados obtenidos se procedió a calcular los coeficientes del polinomio que relacionan este parámetro con la variable X_1 , $X_2 X_3$ mediante matrices de regresión[5].

$B = (b_0, b_1, b_2, b_3, \ldots\ldots b_{123}) = /X' X/^{-1} X' Y$

donde b_0, b_1, b_2 ... son los coeficientes de cada variable

X = matriz de las variables independientes

Y = vector de los 8 resultados experimentales

Cada experiencia se efectuó por duplicado para determinar el estimado de la varianza del error puro en toda la zona experimental S^2_{pe} así

como la desviación standard de los coeficientes S_{b_0} ($2\,S_{b_0}$ para determinar los coeficientes significativos con 95% de confianza).

Análisis. Se realizaron determinaciones de °Brix, pH, % de ácido cítrico anhidro por valoración con NaOH, % de sedimentación por centrifugación, azúcares por el método de Ting modificado[6], ácido ascórbico por valoración con 2-6 diclorofenol-indofenol, así como análisis sensoriales de sabor, efectuando pruebas triangulares, utilizando para ello 12 jueces y analizándose los resultados según Larmond[7].

RESULTADOS

La Tabla II muestra los valores medios de: concentración en la fase hielo (X_0), concentración final (X_f) y eficiencia de concentración (E_c) obtenidos para cada una de las corridas experimentales, señalando para este último parámetro, los valores correspondientes a cada repetición y que sirven de base para la determinación del error experimental.

TABLA II

Resultados de la matriz experimental

Experiencia	X_0	X_f	E_c
1	3,3	20,0	50,0 (49,5 — 50,5)
2	2,0	15,0	33,3 (34,2 — 32,4)
3	5,0	28,5	29,8 (28,6 — 31,0)
4	3,3	23,5	14,9 (16,7 — 13,0)
5	6,0	23,0	56,5 (56,1 — 56,9)
6	3,0	20,0	50,0 (49,5 — 50,5)
7	10,5	37,8	47,1 (46,8 — 47,4)
8	3,0	27,0	25,9 (26,4 — 25,4)

Considerando sólo E_c como variable dependiente, la columna correspondiente se convierte en la matriz de los rendimientos experimentales. Al desarrollar el diseño experimental se obtienen los coeficientes del polinomio que aparecen en la Tabla III.

TABLA III

Coeficientes del polinomio

b_0	b_1	b_2	b_3	b_{12}	b_{13}	b_{23}	b_{123}	S^2_{pe}	$2S_{b_0}$
38,4*	—7,4*	—9,0*	6,4*	—1,6*	—0,5	0,6	—2,1*	1,7	0,9

* Para $p < 0,05$

En ella se observa que para incrementar la eficiencia de concentración conviene disminuir la temperatura de nucleación X_1 y la concentración inicial X_2.

Al aumentar el tiempo de cristalización X_3 también se favorece la eficiencia, pero la interacción $X_1X_2X_3$, aunque en menor medida, tiene tendencia a disminuirla.

De la Tabla II se observa que la experiencia 5 cumple esas condiciones obteniéndose una concentración final de 23°Brix, aunque la fracción de hielo remanente queda con una alta concentración (6° Brix).

Una solución satisfactoria podría ser el empleo de dos etapas de concentración:

Primera etapa (experiencia número 6) : $X_1 = -5°C$, $X_2 = 10°$ Brix, $X_3 = 1$ h, obteniéndose una alta eficiencia con $X_f = 20°$ Brix y $X_0 = 3°$ Brix.

Segunda etapa (experiencia número 7) : $X_1 = -15°C$, $X_2 = 20°$ Brix, $X_3 = 1$ h, la cual brinda una alta eficiencia con $X_f = 37{,}8°$ Brix pero una fase hielo poco agotada ($X_0 = 10{,}5°$ Brix) la cual podría reincorporarse a la primera etapa.

De este modo sólo se emplearían bajas temperaturas de nucleación para la segunda etapa, con vista a lograr altas concentraciones finales, reduciendo los costos de operación en la primera etapa.

Siguiendo esta secuencia propuesta, se llevó a cabo la concentración del jugo, cuyas características aparecen en la Tabla IV.

TABLA IV

Características del jugo antes y después de cada etapa de concentración

Determinación	Jugo natural (10° Brix)	Jugo concentrado primera etapa (20° Brix)	Jugo concentrado segunda etapa (37,8° Brix)*
pH	4,42	4,41	4,15
% ácido cítrico anhidro	4,46	0,45	0,51
% de sedimentación	8,00	6,00	4,60
Acido ascórbico mg/100 mL	19,7	17,9	17,0
Azúcares totales g/100 mL	9,1	8,6	8,8

* Después de reconstituido a 10° Brix

Aunque se aprecian ciertas tendencias al aumento o disminución de algunos componentes, las diferencias sólo son significativas en el % de sedimentación, lo que indica que ha existido retención de pulpa en el hielo, en cada etapa de concentración.

El análisis sensorial brinda el criterio definitivo de afectación posible en el jugo.

La Tabla V recoge el resultado de la prueba triangular al comparar los jugos dos a dos.

TABLA V

Resultados de las pruebas triangulares

Jugos comparados*	respuestas correctas	significación**
20° Brix vs 10° Brix	6	No significativa
37,8° Brix vs 10° Brix	5	" "
37,8° Brix vs 20° Brix	5	" "

* Después de la reconstitución de los concentrados a 10° Brix

** Para $p < 0{,}01$

Como se observa, ninguna de las etapas de concentración produjo afectaciones de sabor al jugo.

CONCLUSIONES

Se obtuvo como resultado que la mayor eficiencia de concentración (56,5 %) partiendo de jugo 10° Brix, se alcanza trabajando con una temperatura de nucleación de — 15°C y un tiempo de cristalización de 1 h Sin embargo, se observa que trabajando en dos etapas se puede lograr una alta eficiencia concentrando al jugo primero hasta 20° Brix, con una temperatura de nucleación de — 5°C y un tiempo de cristalización de 1 h . Y, posteriormente, partiendo de esta concentración, llegar hasta 37,8° Brix mediante el empleo de una temperatura de nucleación de — 15°C y un tiempo de cristalización de 1 h , reincorporando la fase hielo fundido, a la primera etapa.

En ninguno de los casos se observaron variaciones significativas de los componentes químicos fundamentales del jugo ni en el sabor del mismo.

Se sugiere completar este estudio, con la etapa de separación, incluyendo como variable el tiempo de centrifugación.

RECONOCIMIENTOS

Deseamos agradecer su colaboración a los técnicos del Dpto. de Frutas y Vegetales que permitieron la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

1. THIJSSEN H.A.C. VI International Course of Freeze-drying and Advanced Food Technology, Burgenstock, Lucerne, Switzerland, June, 17-23, 1973.
2. MULLER J.G. *Food Technology 21*, 49, 1967.
3. THIJSSEN H.A.G. *Food Manufacture 44*, 49, 1969.

4. THIJSSEN H.A.G. *Food Technology 5,* 211, 1970.
5. LÓPEZ PLANES R. Notas de Estadística y Diseño Estadístico CENIC, Vol. 1, Cuba, 1975.
6. CARBALLIDO A. Y VALDEHITA A. *Anales de Bromatología, 26,* 263, 1974.
7. LARMOND E. Methods for Sensory Evaluation of Food. Food Res. Inst. Central Exp. Farms. Dep. Agric. Pub. No. 1284, Canadá, 1970.