
Recuperación de los componentes del lactosuero residual de una industria elaboradora de queso utilizando membranas

Claudia Muro-Urista¹, Carmen Díaz-Nava¹, Beatriz García-Gaitán¹, Rosa Elvira Zavala-Arce¹, Rosa Elena Ortega-Aguilar¹, Ricardo Álvarez-Fernández² y Francisco Riera-Rodríguez²

¹Departamentos de Posgrado e Ingeniería Química, Instituto Tecnológico de Toluca.
Av. Tecnológico s/n. Col. Ex-Rancho la Virgen, Toluca, México.

²Departamento de Ingeniería Química y Medio Ambiente, Universidad de Oviedo España.

Recovery of residual whey components of a cheese processing industry using membrane

Recuperació dels components del lactosèrum residual d'una indústria elaboradora de formatge utilitzant membranes

Recibido: 9 de diciembre de 2009; revisado: 20 de junio de 2010; aceptado: 25 de junio de 2010

RESUMEN

Los componentes del lactosuero residual de una industria elaboradora de queso, fueron recuperados al realizar una filtración con membranas en dos etapas: 1) Filtración de la lactosa y retención de las proteínas, a partir de la alimentación del lactosuero, utilizando dos membranas cerámicas de ultrafiltración con 150 y 15 KDa de umbral de corte; 2) Retención de lactosa y filtración de las sales minerales, a partir de las soluciones de lactosa obtenidas en la primera etapa, mediante membranas de nanofiltración de poliamida con 0.300 y 0.150 KDa de umbral de corte. Para cada proceso, se analizó el efecto de la presión transmembrana, caudal de flujo y temperatura de alimentación. Los flujos retenidos, filtrados y de alimentación, se analizaron en términos de los sólidos totales, la concentración de proteínas, lactosa, cenizas y pH.

En los resultados del proceso de recuperación, destaca la influencia de la temperatura en la ultrafiltración para retener las proteínas, alcanzando el 80% de rendimiento con la membrana de 15 KDa operando a 2.4 Lh⁻¹ a 30°C y 1,5 bar. Con respecto al proceso de nanofiltración, la presión transmembrana afectó la retención de lactosa, obteniéndose 70 % de rendimiento, con la membrana de 0,150 KDa, utilizando un caudal de 2.4 Lh⁻¹ a 25 °C y presión de 1.8 bar.

Palabras clave: Recuperación, lactosuero, membranas, proteínas, lactosa.

SUMMARY

Residual whey from a cheese industry, was fractioned to recover proteins, lactose and minerals by membranes process in two filtration stages: 1) Lactose filtration and proteins retention from whey using two ultrafiltration ceramic membranes with a molecular weight cut-off of 150 and 15

KDa. 2) Lactose retention and filtration of the mineral salts, from lactose solutions obtained in the first stage, using two nanofiltration polyamide membranes with a molecular weight cut-off of 0.300 and 0.150 KDa.

For every process, were analyzed the effect of the transmembrane pressure, feeding flow and feeding temperature. Total solids, protein concentration, lactose, ashes and pH were measurement in the feeding flow, retained and permeate flows.

The results of membrane process to treatment of whey depended on the operating conditions, but the temperature effect was greater in the ultrafiltration process. 80% of proteins from whey were recovered with the membrane of 15 KDa operating to 2.4 Lh⁻¹ to 30°C and 1.5 bar. The nanofiltration process showed that the transmembrane pressure affected lactose retention, obtaining itself 70% of yield with the membrane of 0.150 KDa, using a flow of 2.4 Lh⁻¹ to 25 °C and 1.8 bar.

Key Words: Recovery, whey, membranes, proteins, lactose

RESUM

Es recuperen els components del lactosèrum residual d'una indústria elaboradora de formatge en realitzar una filtració amb membranes en dues etapes: 1) Filtració de la lactosa i retenció de les proteïnes, a partir de l'alimentació del lactosèrum, utilitzant dues membranes ceràmiques d'ultrafiltració amb 150 i 15 KDa de llindar de tall; 2) Retenció de lactosa i filtració de les sals minerals, a partir de les solucions de lactosa obtingudes en la primera etapa, mitjançant membranes de nanofiltració de poliamida amb 0,300 i 0,150 KDa de llindar de tall. Per a cada procés, s'analitza l'efecte de la pressió transmembrana, cabdal de flux i temperatura d'alimentació. S'analitzen els fluxos

Autor para la correspondencia: cmuro@ittoluca.edu.mx

retinguts, filtrats i d'alimentació pel que fa a sòlids totals, concentració de proteïnes, lactosa, cendres i pH.

En els resultats del procés de recuperació, destaca la influència de la temperatura en la ultrafiltració per retenir les proteïnes, assolint el 80% de rendiment amb la membrana de 15 KDa operant a 2,4 L·h⁻¹ a 30°C i 1,5 bar. Pel que fa al procés de nanofiltració, la pressió transmembrana afecta la retenció de lactosa, obtenint un 70 % de rendiment amb la membrana de 0,150 KDa en emprar un cabdal de 2,4 L·h⁻¹ a 25 °C i una pressió d'1,8 bar.

Mots clau: recuperació, lactosèrum, membranes, proteïnes, lactosa

I. INTRODUCCIÓ

Son conocidas las propiedades nutritivas y farmacéuticas del lactosuero, debido a la presencia de proteínas solubles, lactosa, lípidos y sales minerales, los cuales constituyen el 55 % de los nutrientes provenientes de la leche (Faría et al., 2003; Riera et al., 2004). En la actualidad, estas propiedades han promovido el avance en procesos de separación y recuperación de sus componentes, incrementado en gran medida la factibilidad económica que tiene el uso y reuso de los productos del lactosuero en diferentes áreas; principalmente en la misma industria láctea (Riera et al., 2004), en el uso exclusivo de lactosa como materia prima en la producción de biocombustibles a partir de etano (Mrvčić et al., 2007), y en años recientes la separación de las proteínas individuales del lactosuero, también han sido tema de investigación en la industria farmacéutica y alimenticia por ser integrantes de productos nutraceúticos y fármacos (Durham 2004; Cheang y Zydney 2004).

Desde la década de los 90s, se ha realizado la separación del conjunto de proteínas de la lactosa a partir de soluciones de lactosuero utilizando el proceso filtración tangencial con membranas (Marshall y Harper 1988; Alkhatim et al., 1998; Cheang y Zydney 2004; Brans et al., 2004; Etsel 2004). Este proceso consiste en concentrar las proteínas y permear la lactosa a través de membranas de microfiltración (MF) y ultrafiltración (UF) recuperando en dos corrientes de salida estos componentes. A su vez, las soluciones de lactosa también han sido tratadas con membranas de nanofiltración (NF) para separar lactosa de las sales minerales; completando el fraccionamiento del lactosuero y recuperando tres productos importantes y reusables en la industria. Diferentes estrategias para realizar separaciones efectivas del lactosuero y a escala mayor con membranas de diferente naturaleza se han estudiado (Saksena y Zydney, 1994; Riera et al., 1996; Zydney 1998; Brans et al., 2004; Tolkach y Kulozik 2005; Espina et al., 2008, 2009). Sin embargo, a nivel operativo suelen presentarse problemas de bajos flujos de permeación o filtrado, elevando el costo de los productos recuperados. Problemas de colmatación temprana por fenómenos de adsorción e interacción de las proteínas con la superficie y o poros de las membranas, impiden el paso libre de la solución en un tiempo posterior de haber iniciado la filtración, obteniendo un escaso rendimiento en la separación. El efecto de la colmatación, ha sido evaluado de acuerdo a la selectividad de las membranas, para garantizar volúmenes considerables de soluciones filtradas y calidad en los productos obtenidos (Meireles et al., 1991; Randon, 1991; Daufin et

al., 1992; Saksena y Zydney, 1994; Riera et al., 1996; Poluliot et al., 1999; Akoum et al., 2005; Muñi et al., 2006; Piry et al., 2008). Estos trabajos han coincidido en que el material y umbral de corte de las membranas, son factores determinantes en su selectividad para llevar a cabo la separación con altos rendimientos. No obstante, los fenómenos fisicoquímicos que tienen lugar en la superficie de la membrana por la interacción del material con la carga eléctrica de las proteínas, favorecen la adsorción de partículas en la membrana, debido a que la acumulación de éstas provoca resistencia al movimiento en el flujo circulante y facilita la interacción de partículas cargadas con la membrana, continuando con una etapa de adsorción que aumenta gradualmente hasta obstruir la permeación. Narahari y Zydney (1998); Van Reis et al., (1999); Cheang y Zydney (2003); Palacio et al., (2003), analizaron ampliamente las características de las membranas y su relación intrínseca con las interacciones electrostáticas y electrocinéticas que sufren las proteínas al ser concentradas, proponiendo la modificación de las membranas con distintos ajustes en su carga superficial, para mejorar el mecanismo de selectividad o rechazo de las proteínas y el acumulación tardío de éstas en su superficie, lo cual ha favorecido el volumen de soluciones recuperadas de lactosa. Otros resultados han sido discutidos en base al fenómeno de adsorción (fouling) de solutos de proteínas que tiene lugar en la membrana, determinando su punto de saturación superficial, ocasionado por las cargas electrostáticas de dichas partículas y su efecto en la caída del flujo en el permeado en tiempos reducidos de operación, con el fin de estudiar nuevos materiales poliméricos que disminuyan los fenómenos electrostáticos entre las mismas proteínas (Park 2002). Ricq et al., (1995); Espina et al., (2009), estudiaron el efecto electrocinético de las proteínas en membranas poliméricas y cerámicas de MF y UF, encontrando que el fenómeno ocurre tempranamente en membranas poliméricas, mientras que en membranas cerámicas, se alcanzan mayores tiempos de operación, sopesando el problema de colmatación con el uso de condiciones de operación adecuadas que ayuden a equilibrar dicha colmatación.

En base a los anteriores estudios, algunas de las alternativas que se han establecido para reducir los efectos mencionados, se basan en diferentes procedimientos, entre los que se encuentran, la modificación en la selectividad de las membranas, escrupulosa selección de las mismas para realizar a separación buscada, pretratamiento o dilución de las soluciones alimentadas a la membrana; la determinación de las condiciones de operación para alcanzar tiempos prolongados de operación continua, y desarrollo de estrategias rigurosas para la limpieza de la membrana, asegurando el buen funcionamiento del proceso y la vida útil de las membranas (Almécija et al., 2009; Tapan et al., 2007; Blanpain-Avet et al., 2009). En procesos de tratamiento de aguas industriales con materia orgánica, Hamachi (2003); Acero et al., (2006), coincidieron en que para la separación de los componentes de mezclas que contienen resto de grasas y partículas orgánicas, se requiere analizar en forma prioritaria, la naturaleza de la membrana y las variables de operación que afectan al sistema en estudio, tales como: presión, flujo de alimentación y temperatura; constituyendo estos aspectos la base para evaluar si así se requiere, alternativas de modificación de la membrana que ayuden a mejorar la separación buscada.

Para resolver el problema operativo de la separación del conjunto de proteínas, lactosa y sales minerales en un proceso de UF del lactosuero, seguido por una etapa de NF de la lactosa; en este trabajo se analiza el impacto de algunos de los parámetros de operación en la eficiencia de filtración de soluciones de lactosuero, proveniente de una industria mexicana productora de queso, para mejorar el rendimiento de recuperación de estos componentes. Se pone especial énfasis en la caracterización de las membranas utilizadas para llevar a cabo la separación y la determinación de los rangos de operación en los procesos.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Caracterización del lactosuero

El lactosuero residual fue proporcionado por una industria quesera del Estado de México y fue caracterizado de acuerdo a los siguientes parámetros y métodos: Densidad (δ), mediante un densímetro WIDDER1724T; (ρH) y temperatura (T), con un potenciómetro digital ORION0720A0; la determinación de sólidos totales (ST), se realizó por el método que marca la norma mexicana (NMX-F-426) y Asociación Oficial de Métodos de Análisis Químicos el contenido de grasa se analizó mediante el método de Gerber basado en la separación y cuantificación de la grasa por medio de un tratamiento de la muestra con ácido sulfúrico y alcohol isoamílico (NOM-155-SCFI-2003) (Badertscher 2007); en la determinación de la lactosa se utilizó el método de Lane y Eynon (NOM-155-SCFI-2003) la cantidad de proteína se obtuvo a través de la determinación de porcentaje de nitrógeno utilizando el método de Microkjeldahl. Mediante este porcentaje se determinó la cantidad de proteína total presente en las muestras del residual analizado a través del factor de 6.38 correspondiente a proteínas de la leche o productos lácteos (NOM-155-SCFI-2003). El método se basa en la destrucción de la materia orgánica con ácido concentrado, formándose sales de amonio que en exceso de hidróxido de sodio libera amoníaco. Éste se destila y se recibe en ácido bórico para formar borato de amonio el cual se valora con ácido clorhídrico para obtener la cantidad de nitrógeno en la muestra. Con respecto a la determinación de minerales totales o cenizas, se utilizó el método de la mufla de acuerdo a la norma mexicana NMX-F-701-COFOCALEC-2009. Todas las pruebas mencionadas fueron realizadas por triplicado.

Los métodos mencionados son métodos estandarizados que también pueden ser consultados en Standard Methods (Wehr y Frank 2004) y Official Methods of Analysis (Horwitz y Latimer 2007).

2.2 Equipo experimental

Las soluciones de lactosuero fueron filtradas previamente para retener partículas y grasa suspendida. Posteriormente se llevaron a centrifugación a 40°C y 1000 revoluciones por minuto en una centrífuga desnatadora SOLVAT C-600 para separar el resto de la grasa. La solución resultante fue alimentada a un equipo de filtración tangencial con membranas, pasando primero por un proceso de UF para recuperar las proteínas y posteriormente por uno de NF para recuperar la lactosa; el módulo del equipo permitió la colocación y cambio de membranas de acuerdo a la separación. Se establecieron rangos de operación de los procesos, previa caracterización de las membranas, para determinar su efecto sobre los porcentajes de recupera-

ción de proteínas y de lactosa en cada caso, obteniendo lotes de 15 experimentos con tres repeticiones cada uno. Las variables de operación fueron el caudal de alimentación (J_p); del cual se consideraron cinco niveles con 4.0, 3.2, 2.4, 1.6 y 0.8 L h⁻¹, la temperatura (T) del alimento; con tres niveles de 25, 30 y 35°C y la presión transmembrana (PTM); también con los niveles de 0.5, 1, 1.5, 1.8 y 2 bar. La (PTM) estuvo referida a la presión existente dentro de la membrana, la cual fue obtenida mediante la diferencia de la presión de entrada y de la salida del módulo. El suministro de las soluciones a las membranas se hizo mediante una bomba peristáltica HEIDOLPH PD 5001 de 3/4 de HP de potencia.

Los intervalos de operación para (J_p) y (PTM) fueron establecidos por estudios previos del comportamiento de las membranas como parte de su caracterización. Valores superiores o inferiores a ese rango mostraron inestabilidad en los flujos de permeación por la alta y baja turbulencia de agua dentro de la membrana, debida al efecto de la combinación de las variables (J_p) y (PTM). Con respecto a la variación en la (T) del alimento, el rango establecido fue considerado para mejorar la solubilidad del lactosuero en la UF y la lactosa en la NF y a su vez, disminuir la resistencia en las membranas al paso y permeación del fluido por la misma.

Bajo el rango de operación determinado para las membranas, en todos los experimentos, el régimen del proceso fue continuo durante 90 minutos, con recirculación del flujo retenido (J_p), tanto de las proteínas como de la lactosa en los procesos de UF y NF correspondientes. Esto se hizo una vez que se alcanzó el estado estacionario a los 15 minutos de iniciar la filtración. Las corrientes de permeado y retenido fueron analizadas de acuerdo a los parámetros establecidos en la caracterización de las muestras del lactosuero residual.

La eficiencia en la recuperación de las proteínas y lactosa por las membranas, se determinó mediante el porcentaje de retención ($\%R$) para las proteínas (R_p) o de la lactosa (R_l), a través de la siguiente ecuación:

$$\%R = \frac{C_1 - C_2}{C_1} \times 100 \quad (1)$$

Donde (C_1) es la composición del o de los componentes presentes en el caudal de alimentación y (C_2) está referida a la composición de los mismos, en el permeado de las membranas.

2.3 Membranas

El umbral de corte y material de las membranas utilizadas en el proceso, corresponden a las necesidades teóricas requeridas para llevar a cabo la separación de las proteínas. Las membranas de UF son cerámicas de configuración tubular carbosep con 0.297 m de longitud; superficie de 5.65 X 10⁻² m² y umbral de corte: 150 y 15 KDa. Para retener la lactosa de las sales minerales, se probaron dos membranas de NF, tipo espiral de material poliamida de 0.150 y 0.300 KDa.

Previo a la filtración de las soluciones de lactosuero, se realizó la caracterización de las membranas, para establecer su comportamiento y funcionamiento, determinando la influencia de la variación de la (PTM) de 0 hasta 2 bar sobre flujo de permeado del agua (J_{agua}) en Lh⁻¹m⁻² (Benítez et al; 2006), suministrando 4.5 Lh⁻¹ de agua desionizada a la membrana en estudio.

Para describir la naturaleza de las membranas, su morfología, y naturaleza hidrofílica, se determinó la permeabilidad y resistencia a la circulación del fluido, mediante el cálculo del factor hidráulico de filtración (L_p) en unidades de ($Lh^{-1}m^{-2}bar^{-1}$), la resistencia hidráulica (R_h), en unidades de (m^{-1}) y el espesor (δ) de las membranas en (m), como una función del flujo de permeado del agua desionizada (J_{agua}) operando a 1.5 bar de (PTM) y 25°C durante 60 min. En el cálculo de estas propiedades se utilizaron las relaciones (2), (3) y (4), donde μ es la viscosidad del agua y la (PTM) se determinó por la diferencia de la presión de entrada y la de salida a la membrana, en unidades de bar.

$$L_p = \frac{J_{agua}}{PTM} \quad (2)$$

$$R_h = \frac{PTM}{\mu J_f} \quad (3)$$

$$\delta = \frac{1}{K_h} \quad (4)$$

2.4 Determinación de los efectos de las variables de operación de los procesos de UF y NF en los porcentajes de retenido

Se establecieron los efectos de las variables de operación (J_p), (PTM) y (T) sobre los porcentajes de retenido de las proteínas (%(R_p)), lactosa (% (R_L)) y la calidad de cada uno de los flujos obtenidos en los procesos de UF y NF con sus respectivas membranas. La composición de estos flujos, se analizó en términos de su porcentaje en masa, a través de la determinación de sólidos totales (ST), cantidad de proteínas, lactosa y minerales totales, siguiendo los métodos mencionados en el punto 2.2.

Para realizar estos análisis, se tomaron muestras de permeado y retenido una vez que finalizaron los experimentos. Todas las pruebas se hicieron por triplicado.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización del lactosuero residual prefiltrado y centrifugado

Las características del lactosuero y el porcentaje promedio de sus principales componentes se presentan en la tabla 1. Los datos se obtuvieron a partir del 6,68 % de los sólidos totales (ST) del lactosuero; encontrando una fracción de 0.79 de proteína, 4.70 de lactosa y 0.61 de minerales totales. De acuerdo a éstos resultados, los componentes que se encontraron en mayor proporción en las muestras analizadas, fueron la lactosa, proteínas y sales minerales coincidiendo con lo que presenta Riera et al., (2004)

Tabla 1. Características del lactosuero

Color	δ (g L ⁻¹)	pH	T°C	% ST	% Proteínas totales	% Lactosa	% Minerales totales
Amarillo-verde	1.025	6.6	23°C	6.68	12.43	70.78	0.61

3.2 Caracterización de las membranas

El resultado de la relación entre la (PTM) y el flujo (J_{agua}) para las membranas de UF y NF se muestra en la Fig. 1, donde se observa que el mecanismo de filtración del agua presenta un comportamiento lineal; el flujo de permeado

(J_{agua}) crece a medida que la (PTM) aumenta, pero no en la misma proporción para cada una. Teóricamente las membranas con mayor umbral de corte, por su tamaño de poro deben proporcionar mayores (J_{agua}), lo que se encuentra con las membranas de UF mientras que en las de NF no se observa el mismo fenómeno, debido a que la membrana de 0.150 KDa presenta mayor permeación de agua que la de 0.300 KDa. Lo anterior puede deberse a diferentes aspectos; entre ellos se encuentra el espesor de la superficie de la membrana, cuando éste alcanza un valor considerable en comparación con su tamaño de poro. Otra razón puede ser la misma naturaleza de la membrana al no presentar características selectivas para transportar el agua, que aunque son membranas cerámicas no se logran altas eficiencias de permeado en las condiciones estudiadas, por lo que es posible que se presenten rasgos de hidrofobicidad. Finalmente las propiedades del material puede ser un aspecto a considerar en estos resultados.

Para explicar el planteamiento anterior desde la perspectiva de las características de las membranas, en la tabla 2, se presentan los resultados de los factores (L_p), (R_h) y (δ), obteniendo el comportamiento de las diferentes membranas que son utilizadas para un flujo (J_{agua}) máximo a 1.5 bar.

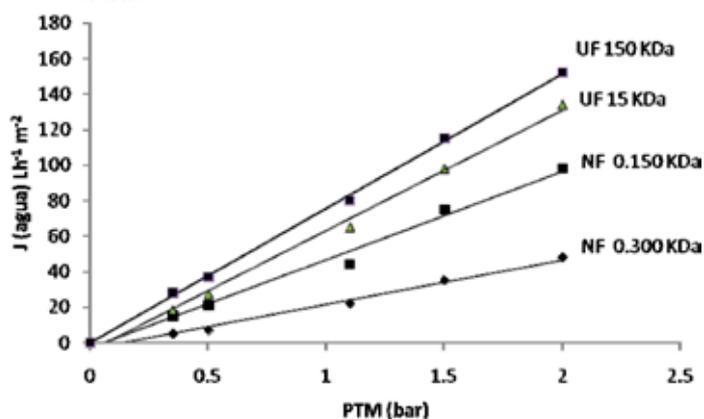


Fig. 1. Permeabilidad hidráulica de las membranas de UF y NF con diferente umbral de corte.

Tabla 2. Valores obtenidos de (L_p), (R_h) y (x), para las membranas seleccionadas

Membranas/ Umbral de corte (KDa)	J_{agua} (L h ⁻¹ m ⁻²)	R_h (m ⁻¹)	x (m)	L_p (Lh ⁻¹ m ⁻² bar ⁻¹)
UF/150	115	10.1 x 10 ⁵	9.9 x 10 ⁻⁷	76.6
UF/15	105	17.2 x 10 ⁵	5.8 x 10 ⁻⁷	9.30
NF/0.300	35	20.9 x 10 ⁵	4.8 x 10 ⁻⁷	23.3
NF/0.150	75	19.8 x 10 ⁵	5.1 x 10 ⁻⁷	50.0

La fuerza de oposición a la filtración en la membrana de 0.300 KDa confirma un alto valor de resistencia hidráulica (R_h) para la filtración del agua sin carga y por tanto, un espesor mayor en comparación con las otras membranas, obteniendo por consecuencia un bajo valor (L_p). Por el contrario, se aprecian altos valores de este factor en las membranas restantes coincidiendo con su tamaño de poro.

Además de validar la selección de las membranas para la experimentación de interés, los factores (L_p) y (R_p) proporcionan información referida al mantenimiento de las mismas, asegurando flujos de permeado estable en un periodo de tiempo razonable bajo condiciones óptimas de operación. Prolongando de esta manera, la vida útil de la membrana al considerar que la limpieza debe concluirse cuando se alcanzan las máximas condiciones de permeabilidad con la mínima resistencia a la filtración; de allí la importancia de conocer estos valores.

3.3 Efecto de las condiciones de operación en el comportamiento del proceso de separación

Los resultados que se presentan en las tablas 3, 4, 5 y 6, corresponden a los datos obtenidos en la primera y segunda etapa de filtración en cada membrana: 1) Separación de las proteínas del lactosuero, dado como porcentaje del retenido de proteínas (R_p) y un filtrado de lactosa y sales minerales (J_L), provenientes de las membrana de UF. 2) Separación de la lactosa en términos del porcentaje de lactosa (R_L) y el flujo de permeado compuesto por sales minerales (J_S), que se obtuvieron en las corrientes del proceso de NF. En todos los casos, los resultados se presentan en función de las condiciones de operación (J_p), (T) y (PTM) y se muestra la composición de los componentes del lactosuero obtenidos en los filtrados.

3.3.1 Retención de proteínas (% R_p) y permeación de la lactosa (J_L) en membranas de ultrafiltración

Las mayores cantidades de flujo de permeado (J_L), obtenidas con la membrana de 150 KDa se reportan en el experimentos 7 y 8, mostrados en la tabla 3, bajo las condicio-

nes de operación: (J_p) = 3.2 Lh⁻¹ a 30°C con 1 bar; 2.4 L h⁻¹ a 30°C con 1.5 bar respectivamente, obteniendo valores de (% R_p) cercanos al 70 % con cualquiera de estas tres condiciones. Sin embargo, se identifica que en el experimento 8, se resalta la calidad de los productos separados, obteniéndose un % en masa de proteínas menor en la solución filtrada (lactosa), lo que significa que la separación de las proteínas es suficiente para obtener un concentrado proteico y un flujo rico en lactosa. También se observa que la (T) y la (PTM) tienen un mayor efecto cuando la temperatura está en 25 °C, tratando de disminuir la resistencia a la filtración de la membrana a temperaturas menores a 30°C. Por tanto, los mejores resultados de filtración y retención con esta membrana, se presentan en condiciones de alimentación de (J_p) = 2.4 Lh⁻¹, T = 30°C y PTM = 1.5 bar de operación.

Con respecto a la membrana de 15 KDa, la tabla 4, muestra que la cantidad de (% R_p) obtenida se encuentra alrededor del 80% en los experimentos 6, 7, 8 y 9. Donde nuevamente es notoria la influencia de la temperatura en la operatividad de la membrana; indicando que a 30°C, es posible separar el conjunto de proteínas lácteas del suero, para cualquier valor de (J_p) y (PTM), sin que estas condiciones afecten los flujos de permeación y retención de la membrana, en el intervalo establecido. Por otro lado, el experimento 8, muestra la factibilidad de llevar a cabo el fraccionamiento del lactosuero, mediante una membrana cerámica de 15 KDa alimentada a partir de 2.4 Lh⁻¹ operando a 1.5 bar, para obtener alrededor del 80 % de retención de proteínas, superando en eficiencia y calidad de los productos separados a la membrana de 150 KDa.

Tabla 3. Experimentos referidos a la retención de proteínas con la membrana de 150 KDa

Experimento	J_p (L h ⁻¹)	PTM (bar)	T (°C)	J_L (Lh ⁻¹ m ⁻²)	% R_p	% en masa de la composición del filtrado			
						ST	proteínas	Lactosa	minerales
1	4.0	0.5	25	24.15	48.90	8.34	0.55	7.09	0.67
2	3.2	1.0	25	30.78	55.45	8.52	0.59	7.28	0.63
3	2.4	1.5	25	31.65	53.23	8.63	0.64	7.65	0.30
4	1.6	1.8	25	32.45	57.28	9.35	0.69	7.89	0.92
5	0.8	2.0	25	27.34	60.56	9.22	0.76	8.22	0.60
6	4.0	0.5	30	25.97	64.26	9.13	0.51	8.39	0.38
7	3.2	1.0	30	37.65	69.34	9.07	0.42	8.25	0.80
8	2.4	1.5	30	40.43	68.90	9.64	0.40	8.82	0.05
9	1.6	1.8	30	32.89	64.90	8.86	0.45	6.43	0.72
10	0.8	2.0	30	26.23	63.89	7.08	0.49	6.21	0.60
11	4.0	0.5	35	36.45	54.15	7.85	0.52	6.89	0.60
12	3.2	1.0	35	27.21	56.87	8.65	0.60	7.65	0.35
13	2.4	1.5	35	36.91	57.34	9.23	0.54	5.32	1.27
14	1.6	1.8	35	30.77	59.56	8.76	0.50	4.15	4.10
15	0.8	2.0	35	35.06	55.98	7.12	0.50	4.08	2.35

Tabla 4. Experimentos referidos a la retención de proteínas con la membrana de 15 KDa

Experimento	J_p (L h ⁻¹)	PTM (bar)	T (°C)	J_L (Lh ⁻¹ m ⁻²)	% R_p	% en masa de la composición del permeado			
						ST	Proteínas	Lactosa	Minerales
1	4.0	0.5	25	23.83	63.58	4.83	0.35	6.99	0.76
2	3.2	1.0	25	25.61	66.49	4.26	0.33	7.01	0.79
3	2.4	1.5	25	26.75	70.89	4.86	0.29	7.16	0.80
4	1.6	1.8	25	26.95	73.66	5.57	0.27	7.28	0.85
5	0.8	2.0	25	27.99	67.53	5.18	0.28	6.02	0.87
6	4.0	0.5	30	30.89	65.47	4.09	0.31	7.59	0.86
7	3.2	1.0	30	32.51	77.95	4.96	0.32	7.65	0.83
8	2.4	1.5	30	32.88	80.03	4.53	0.32	7.71	0.79
9	1.6	1.8	30	28.03	71.55	3.78	0.30	7.07	0.79
10	0.8	2.0	30	26.31	60.12	3.81	0.30	6.62	0.69
11	4.0	0.5	35	26.84	63.21	4.38	0.27	6.78	0.75
12	3.2	1.0	35	26.97	65.79	4.05	0.25	6.76	0.73
13	2.4	1.5	35	27.36	64.03	5.30	0.21	6.81	0.75
14	1.6	1.8	35	27.53	63.75	5.97	0.22	5.85	0.74
15	0.8	2.0	35	23.37	63.06	5.23	0.22	5.60	0.71

La comparación de los datos obtenidos por las dos membranas de UF, muestra que a las mismas condiciones de operación es posible llevar a cabo la separación de las proteínas del lactosuero con altos flujos de permeación de la lactosa. Sin embargo, con la membrana de 15 KDa se alcanza el 80 % de (R_p), superando el 70% obtenido con la membrana de 150 KDa.

Los resultados anteriores son explicables desde la perspectiva del comportamiento que presentaron las dos membranas de UF en su caracterización (ver Fig. 1), en donde se encontró que aunque tienen umbral de corte diferente, ambas membranas presentaron valores de flujo de permeado del agua (J_{agua}) muy cercanos cuando son operadas a la misma (PTM) se alimentan con el mismo caudal (J_f), por lo que las dos fueron eficientes para conseguir altos valores de (J_l), en la permeación de la lactosa. Sin embargo debido al umbral de corte de la membrana de 15 KDa, fue posible obtener mayor retención de proteínas ($\%R_p$), siendo acorde a los resultados esperado por la diferencia en el tamaño de poro y las condiciones a las que se operó a la membrana. Destacando la influencia de la temperatura en la alimentación del lactosuero. Debido al tipo de solución, la temperatura mejoró la solubilidad del alimento y esta propiedad influyó en la filtración del solvente (lactosa); a mayor temperatura menor fue la viscosidad del flujo y por tanto fue mayor la difusión, venciendo la resistencia a la permeación de la membrana dada por su tamaño de poro, lo que aumentó a su vez el flujo de permeado de lactosa. Este comportamiento también se refleja en el fenómeno del fouling que se presenta en la membrana en un tiempo relativamente corto de operación, cuando la viscosidad de la solución que circula por la membrana disminuye los flujos de permeación, o bien cuando las condiciones de operación no son las adecuadas para llevar a cabo el proceso de separación de las proteínas, provocando altas resistencias a la permeación que se ven reflejadas en la disminución o caídas de los flujos de permeación (J_l) y por supuesto en los resultados de ($\%R_p$). Por tanto, es deseable que en este proceso se trabaje a temperaturas superiores a la del ambiente. Sin embargo, en este caso, altas temperaturas afectan la calidad del producto y la permeación porque pueden filtrarse las proteínas con menor peso molecular. Por tanto, se resalta la necesidad de determinar la temperatura a la que se alcanza resultados favorables para el proceso de separación, destacando que a 30°C bajo las condiciones establecidas, es posible alcanzar resultados favorables en la separación de las proteínas de la lactosa.

Para visualizar la información obtenida por el efecto de la temperatura en la separación de las proteínas mediante UF, en la figura 2, se presentan los valores de ($\%R_p$) obtenidos para cada membrana, en función de la temperatura y donde cada punto representa un par de condiciones (PTM) y (J_f) en el intervalo considerado.

En ambas figuras, se verifica que el valor máximo de rendimiento alcanzado en la separación de las proteínas se presenta a 30°C. Además de este resultado, es observable que en la membrana de 150 KDa, la (PTM) y (J_f) no presentan un efecto predominante sobre (R_p) a esta misma temperatura. Mientras que en la de 15 KDa, se alcanzan rendimientos de 60 a 80% debido a que la variación en las condiciones de operación, si afectan su funcionamiento. Este resultado indica que con la membrana de 15 KDa es posible alcanzar eficiencias alrededor del 80%, siempre que el lactosuero sea alimentado a 30 ° y la presión transmembrana sea de 1.5 bar.

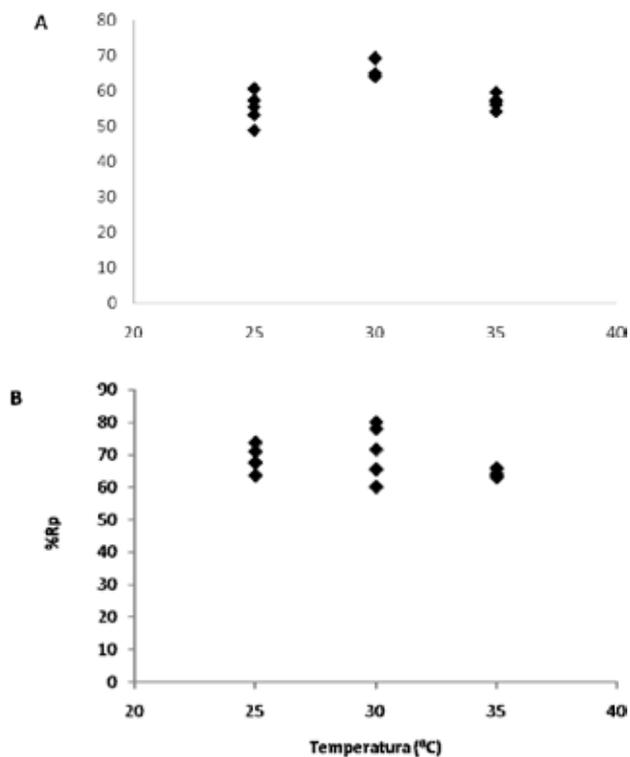


Fig. 2. % de R_p en función de la temperatura para diferentes valores de J_f y PTM obtenidos con una membrana (A) 150 KDa. (B) 15 KDa

Con temperaturas de alimentación superiores a 30°C, se mejoró el grado de solubilidad del fluido sin alterar la calidad del producto, pero en este nivel de temperatura la retención de las proteínas se dificultó sobre todo a altos valores de (J_f), por lo que el permeado de lactosa (J_l), registró que una cantidad de proteínas estaba presente en estos flujos, siendo ligeramente mayor en los permeados obtenidos con la membrana de 150 KDa por su umbral de corte.

Por tanto, se muestra que la solubilidad del lactosuero a 30°C, fue favorable para llevar a cabo la retención de las proteínas con la membrana de 15 KDa. Encontrando que a esta temperatura se consigue una mayor permeación de lactosa, sin que dicha dilución favorezca el paso libre de las proteínas por los poros de las membranas o en caso contrario obstruirlos, debido a que a 25°C se dificultó la libre circulación del fluido por la membrana, dando como resultado un pequeño flujo de permeación de lactosa (J_l) en los intervalos de (PTM) y (J_f) a los que operaron ambas membranas. Este efecto fue notorio en la membrana de 15 KDa debido a su tamaño de poro. La baja permeabilidad de esta membrana al disolvente, fue manifiesta por el paso del lactosuero a 25°C con valores bajos de (J_f) y altos valores de (PTM). Al respecto, la diferencia de la presión hidrostática en una solución menos viscosa, depende de la diferencia de concentración entre la alimentación, el permeado y la temperatura. Esto justifica la necesidad de estudiar de forma experimental las interdependencias entre el caudal de permeado y el rechazo a una presión y temperatura del sistema, ya que se determinó que la temperatura de la alimentación influye en la resistencia de la membrana provocando altas presiones PTM en el proceso de tratamiento del lactosuero para separar las proteínas.

3.3.2 Retención de la lactosa (% R_L) y permeado de sales minerales (J_s) en NF

Los datos que se muestran en las tablas 5 y 6, corresponden a los resultados obtenidos en la separación de la lactosa de las sales minerales, utilizando membranas de NF. Donde cada membrana fue alimentada con la solución filtrada del lactosero. En estos resultados se indica que en la separación buscada, se alcanza alrededor del 72 % de retención de la lactosa (R_L), y corresponde a los experimentos 4 y 5, realizados con la membrana de 0.150 KDa, operando a condiciones de $J_F = 1.6 \text{ Lh}^{-1}\text{m}^{-2}$ a 25°C y PTM de 1.8 bar para el experimento 4 y para el 5, $J_F = 0.8 \text{ Lh}^{-1}\text{m}^{-2}$ a 25°C y PTM de 2 bar.

Por otro lado, los porcentajes de masa en la composición de las soluciones permeadas, mostraron el grado de pureza de los productos separados también por esta membrana, superando a los resultados obtenidos con la membrana de 0.300 KDa, lo cual coincide con los datos arrojados en su caracterización, al mostrar una mayor resistencia en la filtración del agua.

En relación al efecto de las variables sobre el (% R_L) en el proceso de NF, se encontró en general, que en ambas membranas, el aumento de la temperatura alteró la retención de la lactosa. En la Fig. 3, se muestra este efecto. En las dos membranas los mayores valores de (% R_L) se encuentran entre el 60 y 70% cuando el fluido de alimentación ingresa a la membrana a 25°C. Con temperaturas de 30 y 35°C, la cantidad de lactosa retenida es diferente en cada membrana. En la de 0.300 KDa (Fig. 3A), la retención de lactosa disminuye, por el aumento de solubilidad de los

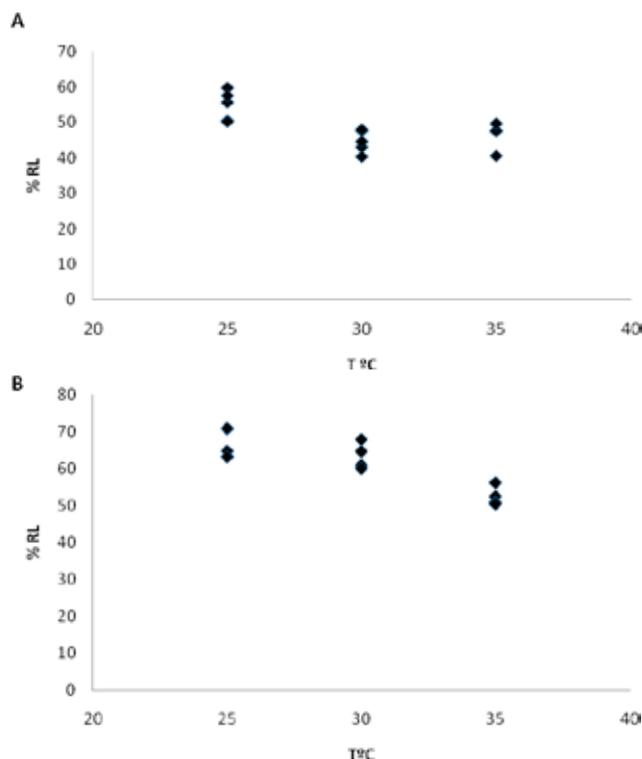


Fig. 3. % de R_L en función de la temperatura para diferentes valores de J_F y PTM obtenidos con una membrana (A) 0.300 KDa. (B) 0.150 KDa

Tabla 5. Experimentos referidos a la retención de la lactosa con la membrana de 0.300 KDa

Experimento	J_F (L h^{-1})	PTM (bar)	T (°C)	$(\text{Lh}^{-1}\text{m}^{-2})$	% R_L	Porcentaje en masa de la composición del permeado			
						ST	Proteínas	Lactosa	Minerales
1	4.0	0.5	25	32.45	50.54	2.48	0.11	1.89	0.48
2	3.2	1.0	25	38.10	50.28	2.54	0.14	1.86	0.48
3	2.4	1.5	25	36.54	55.71	2.58	0.21	1.91	0.50
4	1.6	1.8	25	35.09	59.80	2.55	0.22	1.92	0.54
5	0.8	2.0	25	30.76	57.61	2.06	0.19	1.02	0.55
6	4.0	0.5	30	30.90	47.69	2.59	0.20	1.99	0.55
7	3.2	1.0	30	32.50	43.09	2.92	0.19	1.08	0.56
8	2.4	1.5	30	30.92	44.70	2.37	0.20	1.71	0.56
9	1.6	1.8	30	26.99	40.44	2.25	0.23	1.83	0.57
10	0.8	2.0	30	23.16	48.05	2.19	0.11	1.82	0.56
11	4.0	0.5	35	22.85	47.56	2.43	0.16	1.89	0.59
12	3.2	1.0	35	20.60	47.63	2.45	0.12	1.96	0.60
13	2.4	1.5	35	20.77	47.75	2.59	0.15	1.98	0.60
14	1.6	1.8	35	21.94	49.70	3.25	0.17	1.78	0.61
15	0.8	2.0	35	20.75	40.65	3.71	0.18	1.78	0.59

Tabla 6. Experimentos referidos a la retención de la lactosa con la membrana de 0.150 KDa

Experimento	J_F (L h^{-1})	PTM (bar)	T (°C)	$(\text{Lh}^{-1}\text{m}^{-2})$	% R_L	Porcentaje en masa de la composición del permeado			
						ST	Proteínas	Lactosa	Minerales
1	4.0	0.5	25	28.40	65.40	2.94	0.15	2.18	0.14
2	3.2	1.0	25	28.95	65.82	2.99	0.15	2.18	0.18
3	2.4	1.5	25	30.43	69.19	3.08	0.19	2.19	0.15
4	1.6	1.8	25	39.29	72.78	3.05	0.26	2.19	0.15
5	0.8	2.0	25	35.60	70.01	3.16	0.28	2.20	0.16
6	4.0	0.5	30	27.09	66.95	3.32	0.30	2.19	0.19
7	3.2	1.0	30	28.53	64.73	3.29	0.39	2.15	0.15
8	2.4	1.5	30	19.72	60.52	3.13	0.32	2.17	0.16
9	1.6	1.8	30	19.90	60.94	3.10	0.33	2.18	0.17
10	0.8	2.0	30	18.13	60.05	3.11	0.35	2.24	0.16
11	4.0	0.5	35	15.88	60.26	3.24	0.36	2.29	0.19
12	3.2	1.0	35	14.96	60.63	3.52	0.31	2.35	0.20
13	2.4	1.5	35	15.79	62.52	3.59	0.31	2.41	0.22
14	1.6	1.8	35	15.49	60.99	3.45	0.29	2.57	0.21
15	0.8	2.0	35	15.12	60.47	3.37	0.31	2.60	0.19

solutos que se encuentran presentes en la solución, favoreciendo la permeación, tanto de lactosa como de sales minerales, lo cual disminuyó la capacidad de retención de esta membrana y el objetivo de separación de la lactosa se cumplió parcialmente. Con lo que se muestra que una temperatura superior a 25°C, no favorece la retención de la lactosa en este proceso.

Con respecto al efecto de la variación de las condiciones de operación de (PTM) y (J_F) sobre esta misma membrana, se encontró que es posible aumentar su retención al variar dichas condiciones (Fig. 3A), obteniéndose a 25°C la mayor separación de lactosa de las sales minerales.

Por otro lado, el comportamiento de la membrana de 0.150 KDa (Fig. 3B) a 25°C, deja ver que la variación de estas condiciones afectan lentamente el grado de retención de lactosa hasta que se alcanzan valores alrededor del 70%, cuando la membrana es alimentada a 1.8 Lh⁻¹ y operada a 1.6 bar. La superposición de los valores de (R_1) que se aprecian en la Fig. 3B, muestran que para cualquier condición dentro del rango establecido en el proceso de operación de esta membrana, con los valores $2.4 < J_F < 3.2$ y $1.8 < PTM < 2$, es posible obtener porcentajes ($\%R_1$) > 70 .

Bajo los resultados anteriores, se encontró que es conveniente llevar a cabo la recuperación de proteínas con una membrana de UF con 15 KDa y 1.5 bar, para un flujo de alimentación J_F entre 2.4 y 3.2 L h⁻¹m⁻² a 30°C. Mientras que en la recuperación de la lactosa, la membrana de NF de 0.150 KDa proporcionó un mejor rendimiento a 25 °C con PTM de 1.8 a 2 bar para un flujo de alimentación J_F entre 2.4 y 3.2 L h⁻¹m⁻². Fuera de estos intervalos no es posible mejorar el rendimiento en los procesos de UF y NF con estas membranas y su operatividad también se vería afectada alterando la vida útil y el costo en el proceso.

El análisis integral del efecto del umbral de corte de las membranas y de los pesos moleculares de las partículas del alimento, conjuntamente con el estudio de la presión en el sistema, velocidad y temperatura de alimentación en el fraccionamiento del lactosuero, mostró que además de la exclusión de partículas de mayor tamaño para atravesar los poros de la membrana, la influencia de la variación de las condiciones de operación define los caudales de rechazo y permeado así como la calidad de estos flujos, de tal forma, que la funcionalidad de las membranas utilizadas no fue exclusiva de su umbral de corte ni del proceso de tamizado que tiene lugar. La variación en las condiciones de operación en los procesos de UF y NF, ejerció cierta influencia al converger diferentes fenómenos que favorecen o limitan el rechazo o permeación en las membranas utilizadas. Algunos de los aspectos que determinaron la funcionalidad de estas membranas, fueron la presión; su aumento pudo producir cierta compactación de la membrana, lo que hizo que disminuyera su permeabilidad o viceversa, a altas presiones la membrana puede deformarse elásticamente, aumentando con ello la sección transversal de los canales, lo que facilita el paso del soluto a su través o bien las moléculas del soluto sufren una deformación ocurriendo el mismo fenómeno. También el aumento de la presión, provoca el fenómeno del fouling por concentración de solutos en la superficie de la membrana, dificultando la permeabilidad de la lactosa o de las sales minerales según fue el caso. Por otro lado, la velocidad del caudal de alimentación, también influyó en este último fenómeno, debido a que el flujo de permeación varía linealmente con la presión cuando la velocidad en

la que circula el fluido es la adecuada, en caso contrario se provoca que el fouling se presente en corto tiempo de operación de la membrana.

CONCLUSIONES

En el proceso de ultrafiltración y nanofiltración del lactosuero proveniente de una industria de queso, se encontró que la temperatura, la presión transmembrana y el flujo de alimentación, afectaron el porcentaje de rendimiento del proceso de recuperación de los componentes de estas soluciones. Específicamente en la separación de las proteínas, la temperatura resultó ser la variable que más influyó en el proceso de filtración para alcanzar el 80 % de recuperación de proteínas mediante una membrana cerámica tubular de 15 KDa, operando a 30°C, 1.5 bar y con un flujo de alimentación de lactosuero de 2.4 Lh⁻¹. Con respecto a la separación de la lactosa, el aumento de temperatura no mejoró el rendimiento en la separación en las membranas de nanofiltración, alcanzando el 70 % de recuperación de lactosa con la membrana de 0.150 KDa a 25°C. Los intervalos de presión de operación y flujo de alimentación, para lograr este resultado, fueron 1.6 a 2 bar y 0.8 a 2.4 Lh⁻¹m⁻² respectivamente, tomando como base 90 min de operación.

BIBLIOGRAFÍA

1. Acero J. L., Benítez F. J., Leal A.I., Real F. J. (2006). Removal of phenolic compounds in water by ultrafiltration membrane treatments. *Journal Environment Science*, 40: 1585-1603.
2. Almécija M.C., Martínez A., Guadix A., Paez M.P., Guadix E.M. (2009). Influence of the cleaning temperature on the permeability of ceramic membranes. *Desalination*, 245: 708-713.
3. Alkhatim H.S., Alcaina M.I., Soriano E., Iborra M. I., Lora J., Arnal J. (1998). Treatment of whey effluents from dairy industries by nanofiltration membranes. *Desalination*, 119:177-183.
4. Akoum O., Jaffrin M.Y., Ding L.H. (2005). Concentration of total milk proteins by high shear ultrafiltration in a vibrating membrane module. *Journal of Membrane Science*, 247 (2): 211-220.
5. Badertscher R., Berger T., Kuhn R. (2007). Densitometry determination of the fat content of milk and milk products. *International Dairy Journal* 17: 20-23.
6. Blanpain-Avet P., Migdal J.F., Bénézech T. (2009). Chemical cleaning of a tubular ceramic microfiltration membrane fouled with a whey protein concentrate suspension-Characterization of hydraulic and chemical cleanliness. *Journal of Membrane Science*, 337: 153-174.
7. Brans G., Schroën C.G.P.H., Sman R.G.M., Boom R. M. (2004). Membrane fractionation of milk: state of the art and challenges, *Journal of Membrane Science*, 243: 263-272.
8. Benítez F. J., Acero J. L., Leal A.I. (2006). Application of microfiltration processes to cork processing wastewaters and assessment of the membrane fouling. *Separation and Purification Technology*, 50: 354-364.

9. Cheang B. y Zydney A.L. (2003). Separation of -lactalbumin and -lactoglobulin ultrafiltration membrane. *Biotechnology and Bioengineering*, 83: 201-209.
10. Cheang B. y Zydney A.L. (2004). A two-stage ultrafiltration process for fractionation of whey protein isolate. Daufin G., Michael F., Merin U. (1992) Ultrafiltration of defatted whey: influence of some physicochemical characteristics. *Journal Dairy Technology*, 47: 7-15.
11. Durham R.J., Sleigh R.W., Hourigan J. A. (2004). Pharmaceutical lactose: A new whey with no waste. *Australian Journal of Dairy Technology*, 59: 138-141.
12. Espina V. S., Michel Y., Jaffrin L.M., Ding Y. H. (2008). Separation of casein micelles from whey proteins by high shear microfiltration of skim milk using rotating ceramic membranes and organic membranes in a rotating disk module. *Journal of Membrane Science*, 325: 872-879.
13. Espina V.S., Jaffrin L.M., Ding Y.H. (2009). Comparison of rotating ceramic membranes and polymeric membranes in fractionation of milk proteins by microfiltration. *Desalination*, 245: 714-722.
14. Etzel M. R. (2004). Manufacture and use of dairy protein fractions. *Journal of Nutrition*, 134: 996S-1002S.
15. Faria J., García A., García A.C. (2003). Eficiencia en la concentración de la proteína de lactosuero con una planta móvil de ultrafiltración y nanofiltración. *Revista Científica FCV-Luz*, 5: 347-351.
16. Hamachi M., Gupta B. B., Ben Aim R. (2003). Ultrafiltration: a means for decolorization of cane sugar solution. *Separation and Purification Technology*, 30: 22-239.
17. Horwitz W. y Latimer W. (2007). *Official Methods of Analysis*. A.O.A.C. International, 18th Ed.
18. Marshall K.R., Harper W.J. (1988). Whey protein concentrates. *Bulletin of the International Dairy Federation*, 233: 22-32.
19. Meireles M., Aimar P., Sanchez V. (1991). Effects of protein fouling of on the apparent pore size distribution of sieving membranes. *Journal membrane Science*, 56: 13-20.
20. Mrvčić J., Stanzer D., Stehlik-Tomas V., Škevin V., Grba S. (2007). Optimization of bioprocess for production of copper-enriched biomass of industrially important microorganism *Saccharomyces cerevisiae*. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 103: 331-337. References and further reading may be available for this article. To view references and further reading you must purchase this article.
21. Muñi A., Paéz G., Faria J., Ferrer J., Ramones E. (2006). Eficiencia de un sistema de ultrafiltración tangencial en serie para el fraccionamiento y concentración del lactosuero. *Revista Científica FCV-Luz*, 15: 1-16.
22. Narahari S. y Zydney A.L. (1998). Electrostatic effects on protein partitioning in size- exclusion chromatography and membrane ultrafiltration. *Journal of Chromatography*, 796: 22-238.
23. NMX-F-426-1982. Productos alimenticios para uso humano. Determinación de sólidos totales en leche.
24. <http://www.colpos.mx/bancodenormas/nmexicanas/NMX-F-426-1982>. PDF.
25. NMX-F-701-COFOCALEC-2009. Determinación de sólidos totales en leche fluida. Determinación de cenizas en leche.
26. <http://www.colpos.mx/bancodenormas/nmexicanas/NMX-F-426-1982>. PDF
27. NOM-155-SCFI-2003. Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado-denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
28. <http://www.economia.gob.mx/work/normas/noms/2003/155scfi>. PDF.
29. Palacio L., Ho C., Prádanos P., Hernández A., Zydney A.L. (2003). Fouling with protein mixtures in microfiltration: BSA-lysozyme and BSA-pepsin. *Journal of Membrane Science*, 222: 41-51.
30. Park Y.G. (2002). Effect of ozonation for reducing membrane-fouling in the UF membrane. *Desalination*, 147: 43-48.
31. Piry W., Kühnl T., Grein A., Tolkach S., Ripperger U. (2008). Length dependency of flux and protein permeation in crossflow microfiltration of skimmed milk. *Journal of Membrane Science*, 325: 887-894.
32. Poluliot . Y., Wijers M. C., Gauthier S. F., Nadeau L. (1999). Fractionation of whey protein hydrolysates using charged UF/NF membranes. *Journal of Membrane Science*, 158: 105-114.
33. Randon J., Larbot A., Guizard G., Julbe A., Cot L. (1991). Influence of surface charge on ultrafiltration performances. *Engineering Matter*, 61: 62-65.
34. Ricq L., Pierre A., Regiani J., Zaragoza S., Pagetti J., Daufin G. (1995). Effects of proteins on electrokinetic properties of inorganic membranes during ultra- and micro-filtration. *Journal of Membrane Science*, 114: 27-38.
35. Riera F., Álvarez R., Argüello M.A., Cabero M. (1996). Fraccionamiento y Aprovechamiento de proteínas del suero lácteo (I) Propiedades fisicoquímicas y biológicas de las proteínas. *Tecnología de los alimentos*, 6: 49-61.
36. Riera F., Álvarez R., Álvarez A., Muñiz D. (2004). Avances en el fraccionamiento de proteínas de lactosuero no desnaturalizadas. *Alimentación, Equipos y Tecnología*, 192: 47-56.
37. Saksena S. y Zydney A. L. (1994). Effect of solution pH and ionic strength on the separation of Albumin from Immunoglobulin's (IgG) by selective filtration. *Biotechnology and Bioengineering*, 43: 960-968.
38. Tapan N., Shah H., Foley C., Zydney A.L. (2007). Development and characterization of nanoporous carbon membranes for protein ultrafiltration. *Journal of Membrane Science*, 295: 40-49.
39. Tolkach A. y Kulozik U. (2005). Efficiency of ultrafiltration in the separation of whey suspensions using a tubular zirconia membrane. *Journal of Food Engineering*, 67: 13-20.
40. Van Reis R., Brake J.M., Charkoudian J., Burns D. B., Zydney A.L. (1999). High performance tangential flow filtration using charged membranes. *Journal of Membrane Science*, 159: 133-142.
41. Wehr H.M. y Frank J.F. (2004). *Standard Methods for the examination of dairy products*. American Public Health Association, 17th Ed.
42. Zydney A.L. (1998). Protein separation using membrane filtration: new opportunities for whey fractionation. *International Dairy Journal*, 8: 243-250.