

DOI: 10.22034/FR.2021.40623.1752

تاثیر پارامترهای عملیاتی بر رفتار شار تراوه و گرفتگی طی شفاف‌سازی آب انار با استفاده از غشای پلیمری اولترافیلتراسیون

صمد بدبدی^{۱*}، بیوک آقا فرمانی^۱ و محمد نجاتیان^۲

تاریخ دریافت: ۹۹/۴/۲۸ تاریخ پذیرش: ۹۹/۱۲/۹

^۱ استادیار گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی و منابع طبیعی اهر، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران
^۲ استادیار گروه تغذیه و بهداشت مواد غذایی، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی بقیه الله، تهران، ایران

*مسئول مکاتبه: Email: s.bodbodak@tabrizu.ac.ir

چکیده

زمینه مطالعاتی: گرفتگی غشایی یکی از مسائل مهم در شفاف‌سازی آب‌میوه‌ها از جمله آب انار است. هدف: هدف این مطالعه، بررسی فرآیند غشایی بر رفتار شار تراوه، گرفتگی غشاء، دفع ترکیبات پکتینی، آنتوسیانین و تانن طی شفاف‌سازی آب انار بود. روش کار: برای این منظور، تاثیر دما (۲۰ و ۳۰°C) و فشار (۱/۵، ۲ و ۲/۵ bar) بر شاخص‌های عملیاتی غشایی مانند شار تراوه، مقاومت، گرفتگی و دفع ناخالصی‌ها به وسیله غشای اولترافیلتراسیون بررسی شد. نتایج: شار تراوه در فرآیند غشایی شفاف‌سازی آب انار، با افزایش دما از ۲۰ به ۳۰°C در فشار ۲/۵ bar، تقریباً ۴۲/۱۷٪ افزایش یافته بود. بررسی اثرات فشار و دما بر مقاومت کل نشان داد که با افزایش دما از ۲۰ به ۳۰°C در فشارهای مختلف، مقدار مقاومت کل به‌طور معنی‌داری کاهش یافت ($p < 0/05$). کمترین و بیشترین مقدار مقاومت کل به ترتیب در تیمارهای ۱/۵ bar-۳۰°C ($17/31 \times 10^{12} m^{-1}$) و ۲/۵ bar-۲۰°C ($35/51 \times 10^{12} m^{-1}$) مشاهده شد. افزایش دما باعث کاهش ویسکوزیته و افزایش ضریب انتشار از لایه کیک سطح غشای به جریان ناتراوه شد. نتیجه‌گیری نهایی: در نهایت مشخص شد که شفاف‌سازی آب انار، به روش اولترافیلتراسیون در همه تیمارها باعث کاهش پکتین آب انار در حدود ۹۹٪ شد. تیمارهای ۲ bar-۲۰°C و ۲ bar-۳۰°C به ترتیب کمترین (۴/۲۵٪) و بیشترین (۱۵/۳۱٪) مقدار دفع آنتوسیانین‌ها را داشتند. کمترین (۴۲/۴۳٪) و بیشترین (۵۰/۹۳٪) مقدار دفع تانن به ترتیب در تیمارهای ۱/۵ bar-۲۰°C و ۲ bar-۳۰°C مشاهده شد.

واژگان کلیدی: شفاف‌سازی آب انار، شار تراوه، فرآیند غشایی، جداسازی ناخالصی‌ها، گرفتگی غشایی

مقدمه

میوه را تشکیل می‌دهد. این قسمت خود از ۷۸٪ آب‌میوه و ۲۲٪ هسته تشکیل شده است. آب انار حاوی ۸۵/۴٪ آب، مواد جامد محلول مانند قندها، آنتوسیانین‌ها، ترکیبات فنلی، اسکوربیک اسید و پروتئین است (ایلنیمر، ۱۹۹۰).

ایران با سطح زیر کشت حدود ۶۰ هزار هکتار و با میزان تولید ۶۸۰ هزار تن انار، به عنوان بزرگ‌ترین تولیدکننده این محصول در سطح جهان می‌باشد (علی‌گورچی و همکاران ۲۰۰۸). قسمت خوراکی میوه انار ۵۲٪ وزن کل

کاربردهای صنعتی مهم هستند (توپال‌پودینه و همکاران ۲۰۱۹). نتایج تحقیقات نشان داده است که کارایی سیستم اولترافیلتراسیون با انجام مرحله پیش‌تیمار به طور معنی‌داری در مقایسه با روش کلاسیک افزایش می‌یابد (فرمانی و همکاران ۲۰۰۸). پیش‌تیمار آب‌میوه باعث حذف ذرات درشت باقیمانده و سایر ناخالصی‌های درشت شده و باعث افزایش شفافیت آب‌میوه در طی فرآیند اولترافیلتراسیون می‌شود. استفاده ترکیبی از بنتونیت- غشای پلیمری اولترافیلتراسیون به صورت سری باعث کاهش ترکیبات فنلی (مانند کاتچین)، پروتئین‌ها، جلوگیری از اکسیداسیون و واکنش‌های پلیمریزاسیون می‌شود و از تشکیل مجدد رسوب، کدورت، قهوه‌ای شدن و طعم تلخ طی مرحله انبارداری در آب‌میوه جلوگیری می‌کند (باگجی ۲۰۱۴).

هدف این مطالعه ارزیابی کارایی غشای پلیمری اولترافیلتراسیون برای شفاف‌سازی آب انار تحت شرایط پارامترهای عملیاتی مانند فشارها و دماهای مختلف بود. برای این کار شاخص‌های فرآوری غشایی مانند شار تراوه، انواع مقاومت غشای، انواع گرفتگی غشای و درصد دفع ترکیبات درشت ملکول در طی فرآیند شفاف‌سازی مورد بررسی قرار گرفت.

مواد و روش‌ها

تهیه مواد اولیه

انار وارسته ملس (*Punica granatum L.*) از بازار محلی ساوه و مواد شیمیایی مورد استفاده اغلب از شرکت مرک آلمان تهیه گردید.

سیستم غشایی اولترافیلتراسیون

در این تحقیق سیستم پایلوت غشایی با جریان عرضی طراحی و با همکاری گروه صنعتی وکیلی و شرکت فنی-مهندسی ساوالان صنعت شرق ساخته شد. سیستم مجهز به مخزن خوراک با ظرفیت ۷۰ L، پمپ سانتریفوژی، دماسنج و فشارسنج، گرم‌کن استیل برقی مجهز به ترمواستات، دبی‌سنج، شیر کنترل جریان و

آب انار از نظر تقسیم‌بندی در گروه آب‌میوه‌های شفاف قرار دارد. بنابراین، عملیات شفاف‌سازی پس از فرآیند استخراج آب انار از دانه‌های انار ضروری می‌باشد. ترکیبات پکتینی، پروتئین‌ها، ترکیبات پلی‌فنلی، تانن‌ها، یون‌های فلزی و سلولز عامل کدورت طبیعی در آب انار هستند. شفاف‌سازی آب انار پس از آنزیم‌زنی، با افزودن مواد کمک صافی (بنتونیت، ژلاتین، سیلیکاسل و ...) در دمای آنزیم‌زنی و یا در دمای ۲۵-۲۰ °C انجام می‌گیرد. در نهایت برای جداسازی توده‌های لخته‌ای تشکیل شده از روش ته‌نشینی، شناورسازی و فیلتراسیون استفاده می‌شود (تیلور ۲۰۰۵).

فناوری‌های نوین مانند فرآیندهای غشایی کاربرد گسترده و موفقیت‌آمیزی در مورد حذف انواع ناخالصی‌ها و ترکیبات رنگی از محیط مایع دارند (پابی و همکاران ۲۰۰۹). در بین فرآیندهای غشایی مبتنی بر نیروی محرکه فشار، فرآیند اولترافیلتراسیون یکی از پرکاربردترین روش‌ها است که توانایی جداسازی مواد کلوییدی با جرم ملکولی ۱۰۳-۱۰۶ Da دارد (هاماچی و همکاران ۲۰۰۳). حذف بیشتر مواد کدورت‌زا و ترکیبات رنگی به وسیله فرآیند غشایی بدون افزودن مواد شیمیایی امکان‌پذیر است (فرمانی و همکاران ۱۳۸۵). همچنین ترکیبات درشت ملکول به مقدار زیاد و ترکیبات قندی ساده خیلی کم توسط غشای دفع می‌گردد (کونیدی و همکاران ۲۰۱۷).

با این وجود، گرفتگی غشایی مساله‌ای مهم در شفاف‌سازی غشایی آب‌میوه‌ها است (میرسیدقازی و همکاران ۲۰۰۹). تجمع و رسوب ترکیبات دفعی بر روی سطوح غشای یا درون منافذ باعث گرفتگی غشای می‌شود. فولادی‌تاژار و همکاران (۲۰۱۴) بیان کردند که تشکیل لایه کیک و پلاریزاسیون غلظت دلیل اصلی گرفتگی غشای و کاهش شار تراوه در طی فرآیند شفاف‌سازی آب‌میوه هستند. به عبارت دیگر، چندین پارامتر می‌تواند بر گرفتگی و پیش‌بینی‌های شار تراوه آب‌میوه طی فرآوری غشایی تاثیر داشته باشد که در

تعیین شاخص‌های کارایی فرآیند اولترافیلتراسیون

شار تراوه

تراوایی آب انار در بازه‌های زمانی ۱ min و با استفاده از فرمول زیر محاسبه شد (چریان، ۱۹۹۸):

$$J = \frac{W_2 - W_1}{A \times \Delta t} \quad [1]$$

که در آن: J شار تراوه ($\text{kg m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$), W_1 وزن تراوه (kg) در زمان t_1 , W_2 وزن تراوه (kg) در زمان t_2 , A سطح موثر غشا (m^2), Δt فاصله زمانی بین ثبت وزن‌ها نشان می‌دهد.

گرفتگی غشا

درصد گرفتگی برگشت‌پذیر و برگشت‌ناپذیر غشا با استفاده از معادلات زیر محاسبه شد:

$$\text{گرفتگی برگشت‌پذیر (\%)} = \left(1 - \frac{J_{wp}}{J_{wb}}\right) \times 100 \quad [2]$$

$$\text{گرفتگی برگشت‌ناپذیر (\%)} = \left(1 - \frac{J_{wf}}{J_{wb}}\right) \times 100 \quad [3]$$

که در آن: J_{wp} , J_{wb} و J_{wf} به ترتیب شار آب مقطر قبل از عملیات فیلتراسیون غشایی نمونه، بعد از عملیات فیلتراسیون نمونه (قبل از شستشو غشا مسدود شده) و بعد از شستشو غشا را نشان می‌دهد.

درصد دفع ترکیبات

درصد دفع ترکیب موردنظر با اندازه‌گیری میزان غلظت ترکیب در شار تراوه و خوراک اولیه و با استفاده از رابطه زیر محاسبه شد (چریان، ۱۹۹۸):

$$R_i (\%) = \left(1 - \frac{C_{ip}}{C_{if}}\right) \times 100 \quad [4]$$

که در آن: R_i درصد دفع برای ترکیب i ، C_{ip} غلظت ترکیب در تراوه و C_{if} غلظت ترکیب در خوراک اولیه ورودی.

بررسی مقاومت‌ها در غشا

برای این منظور مدل مقاومت‌های سری و یا مدل جذب-لایه مرزی مورد استفاده قرار گرفت (چریان ۱۹۹۸) و شار تراوه فرآیند توسط رابطه داری محاسبه شد (کوالسون و ریچاردسون، ۱۹۹۱):

ترازوی دیجیتالی بود. این سیستم دارای مسیر جانبی برای انجام سیرکولاسیون بدون عبور از غشا و نیز مسیری مجزا برای انجام عمل شستشو معکوس بود. غشای پلیمری اولترافیلتراسیون (UF) لوله‌ای از جنس پلی‌وینیلیدن فلوراید (PVDF)، سطح موثر 1 m^2 ، 0.5 کاناله با 20 kDa MWCO (ساخت شرکت Aqueous-PCI Membrane, USA) بود

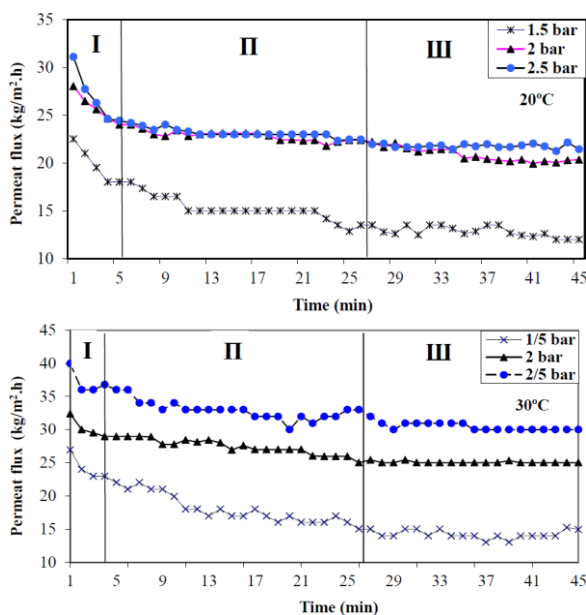
آماده‌سازی آب انار

برای تهیه آب انار، ابتدا انارها شسته شده و به طور دستی پوست‌گیری و دانه‌ها جدا شدند. عمل آبیگری توسط دستگاه آب‌میوه‌گیر خانگی انجام شد.

آزمایشات شفاف‌سازی آب انار به روش اولترافیلتراسیون

در این مطالعه آب انار پیش تیمار شده (بدبک و همکاران ۱۳۸۸) به عنوان خوراک برای فرآیند شفاف‌سازی غشایی اولترافیلتراسیون استفاد شد. پس از انتقال آب انار پیش‌تیمار شده به مخزن تغذیه، عملیات شفاف‌سازی در دو سطح دما (20°C و 30°C) و ۳ سطح اختلاف فشار در عرض غشای ($2/5$ bar و $1/5$ bar) به مدت 45 min انجام گرفت. همه آزمایشات غشایی با الگوی تغلیظ تک مرحله‌ای انجام و مقدار شار تراوه با ترازوی دیجیتالی وزن و شار تراوه محاسبه شد. شاخص‌های کیفی مانند درصد دفع تانن (پلیپاتی و همکاران ۲۰۱۴)، میزان شفافیت (بدبک و همکاران، ۱۳۸۸)، اسیدیته کل (هی و همکاران ۲۰۰۷)، مقدار مواد جامد محلول کل (گوکمن و همکاران ۲۰۰۱)، چگالی (هی و همکاران ۲۰۰۷)، pH (هی و همکاران ۲۰۰۷)، ویسکوزیته ظاهری (اوروک، ۲۰۰۷)، فنل کل (گوکمن و همکاران ۲۰۰۱)، آنتوسیانین کل (گیل و همکاران ۲۰۰۰)، ثابت تجزیه (گیل و همکاران ۲۰۰۰)، شدت رنگ (روستولد ۱۹۷۶)، اندیس قهوه‌ای شدن (گوکمن و همکاران ۲۰۰۱) و مقدار پکتین (کاشیاب و همکاران ۲۰۰۱) در آب انار قبل و بعد از فرآیند غشایی مورد بررسی قرار گرفت.

شار تراوه (II): کاهش کند شار تراوه از دقیقه پنجم شروع و تا حدود دقیقه ۲۷-۲۲ بود. ج- منطقه شار تراوه پایدار (III): این منطقه حدوداً از دقیقه ۲۷ شروع تا پایان عملیات غشایی ادامه می‌یابد. کاهش سریع در شار تراوه، به جذب سطحی ذرات کلئیدی مانند مواد پکتینی، تانن-ها، پلیمرهای رنگی و سایر مواد پلیمری موجود در آب انار و تشکیل لایه پلاریزاسیون غلظت نسبت داده می‌شود. البته گرفتگی داخلی به سبب مسدود شدن منافذ غشایی در مراحل اولیه شفاف‌سازی را نیز می‌توان در نظر گرفت. در مرحله دوم، شار تراوه با شیب ملایم تا حدود ۲۷-۲۲ min کاهش و در نهایت شار تراوه به حالت پایدار رسید. دلیل این کاهش آرام، گرفتگی غشایی به سبب مسدود شدن منافذ، تشکیل و ضخیم‌تر شدن لایه یک در سطح داخلی غشا و افزایش ویسکوزیته خوراک به دلیل افزایش غلظت بود.



شکل ۱- تغییرات شار تراوه آب انار طی زمان در فشارها و

دماهای مختلف

Figure 1- Permeate flux variations of pomegranate juice during time in different pressures and temperatures

در منطقه سوم به دلیل توازن در ضریب نفوذ برگشتی اجزای دفع شده توسط غشا به توده سیال و برابر شدن

$$J_p = \frac{\Delta P}{\mu_p \times R_t} \quad [5]$$

که در آن: J_p شار تراوه (m/s)، ΔP اختلاف فشار در عرض غشای (TMP) (kPa)، μ ویسکوزیته تراوه (Pa.s)، R_t مقاومت کلی غشایی به انتقال جرم (m^{-1}) است. مقاومت کل در واقع مجموع مقاومت‌های ذاتی غشایی (R_m)، مقاومت پلاریزاسیون غلظت و یا مقاومت برگشت پذیر (R_{rf}) و مقاومت گرفتگی برگشت ناپذیر یا لایه جذب شده به غشایی (R_{if}) است:

$$R_t = R_m + R_{rf} + R_{if} \quad [6]$$

آنالیز آماری

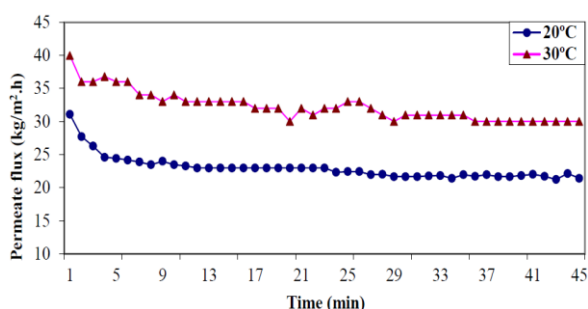
در این تحقیق اثر پارامترهای عملیاتی فرآیند شامل دما (در ۲ سطح)، اختلاف فشار در عرض غشاء (در ۳ سطح) بر شاخص‌های کارایی فرآیند اولترافیلتراسیون و خصوصیات کیفی آب انار با استفاده از آزمایش فاکتوریل در قالب طرح کاملاً تصادفی مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت. تیمارها در سه تکرار انجام شده و نتایج به دست آمده با استفاده از روش آنالیز واریانس (ANOVA) در سطح احتمال ($p < 0.05$) و مقایسه میانگین‌ها با استفاده از آزمون چند دامنه‌ای دانکن و مقایسه میانگین اثرات متقابل فاکتورهای اعمال شده با استفاده از روش حداقل میانگین مربعات در سطح احتمال ($p < 0.05$) انجام گرفت. آنالیزهای آماری با استفاده از نرم‌افزارهای SAS نسخه ۹/۱ انجام گرفت. نمودارها با استفاده از نرم‌افزار Excel رسم شد.

نتایج و بحث

اثرات دما و فشار بر شار تراوه آب انار در طی فرآیند غشایی

منحنی‌های پاسخ دینامیکی شار تراوه آب انار در طی زمان فرآیند برای تیمارهای مختلف در شکل ۱ آورده شده است. منحنی‌های شار تراوه-زمان را می‌توان به ۳ قسمت تقسیم کرد. الف- منطقه کاهش سریع شار تراوه (I): کاهش سریع در شار تراوه از شروع عملیات غشایی تا حدود دقیقه پنجم مشاهده شد. ب- منطقه کاهش کند

شار تراوه ۲ و ۲/۵ bar تفاوت زیادی وجود ندارد و منحنی شار تراوه-زمان آنها تقریباً منطبق برهم هستند. لذا در دمای °C ۲۰ فشار ۲/۵ bar به عنوان فشار حد تعیین شد. در دمای °C ۳۰ نیز افزایش فشار از ۱/۵ به ۲ و ۲/۵ bar به ترتیب باعث افزایش ۵۷/۵۵ و ۹۱/۲۲٪ در شار تراوه شد که فشار ۲/۵ bar به عنوان فشار حد تعیین شد. سایر محققان نیز در مورد افزایش شار تراوه در اثر افزایش فشار نتایج مشابهی را گزارش کرده‌اند (گوکمن و همکاران ۲۰۰۷؛ کاسانو و همکاران ۲۰۰۶). اما برخی از محققان مانند دی‌باروس و همکاران (۲۰۰۳) با بررسی شفاف‌سازی آب آناناس به روش اولترافیلتراسیون چنین اظهار کردند که افزایش فشار تاثیری بر میزان شار تراوه ندارد. البته دلیل این امر را می‌توان به بالا بودن میزان پالپ آب آناناس نسبت داد.



شکل ۲- مقایسه شار تراوه آب انار در فشار ۲/۵ بار بین دماهای °C ۲۰ و °C ۳۰

Figure 2 Permeate flux comparison of pomegranate juice at 2.5 bar pressure between temperatures of 20 and 30°C

شکل ۲ نشان می‌دهد که شار تراوه با افزایش دما از ۲۰ به ۳۰°C در فشار ۲/۵ bar، به خاطر کاهش ویسکوزیته و دانسیته خوراک و افزایش ضریب نفوذپذیری آب انار و اجزای محلول آن و ضریب انتشار مواد انباشته شده در لایه کیک به داخل توده تراوه افزایش یافت. به طور کلی شار تراوه در دماهای بالاتر هم در ناحیه وابسته به فشار و هم در ناحیه مستقل از فشار افزایش می‌یابد (مک لیلان و پادیدا زاکور ۲۰۰۵). نتایج آزمایشات نشان داد که میزان افزایش شار تراوه با افزایش دما در حالت شار

سرعت تجمع با سرعت انتشار ذرات کلونیدی از سطح غشا، شار تراوه به حالت پایا رسید (دی‌برویجن و همکاران ۲۰۰۳؛ کاسانو و همکاران ۲۰۰۶). زمان رسیدن به حالت شار تراوه پایا به خصوصیات و ترکیبات تشکیل دهنده خوراک، نوع غشا (جنس، اندازه منافذ و ...) و پارامترهای عملیاتی (دما، فشار، سرعت جریان محوری و ...) بستگی دارد. غشای مورد استفاده در این تحقیق بازیابی شار آب مناسب و تکرارپذیری خوبی برای همه تیمارها نشان داد. این امر به دلیل کارایی بالا و صحت عملیات شستشو بود. بازیابی میزان شار آب مقطر پس از انجام مراحل شستشو برای همه تیمارها بالاتر از ۹۷/۵٪ بود که این مقدار برای فرآیندهای غشایی مناسب می‌باشد (رضوی و همکاران ۱۳۸۵).

همان‌طور که در شکل ۱ مشاهده می‌شود، افزایش فشار در دماهای ۲۰ و ۳۰°C به طور معنی‌داری باعث افزایش میزان شار تراوه می‌شود ($p < 0.05$). دلیل این امر افزایش نیروی محرکه جریان همرفتی به سطح غشا بود. در فشارهای پایین نیروهای برشی ناشی از جریان عرضی برای کاهش رسوب ذرات کافی بوده و میزان شار تراوه به میزان فشار استفاده شده بستگی دارد. این منطقه به عنوان منطقه وابسته به فشار نامیده می‌شود. افزایش فشار باعث کاهش اثر برشی جریان عرضی شده و لذا ضخامت لایه ذرات انباشته شده بر سطح غشای و همچنین نفوذ ذرات به منافذ غشا و گرفتگی آن افزایش شار تراوه کاهش می‌یابد (تودیسکو و همکاران ۱۹۹۶). این پدیده تا جایی ادامه می‌یابد که افزایش فشار بیشتر از آن باعث افزایش شار تراوه در حالت جریان پایا نمی‌شود، به این فشار، فشار حد (TMP_{lim}) گفته می‌شود و این منطقه، منطقه مستقل از فشار نامیده می‌شود (چریان ۱۹۹۸؛ کاسانو و همکاران ۲۰۰۶). نتایج بررسی اثر فشار در دمای ثابت ۲۰°C نشان داد (شکل ۱) که افزایش فشار از ۱/۵ به ۲ و ۲/۵ bar باعث افزایش شار تراوه در حالت پایا به ترتیب برابر با ۵۱/۳۳ و ۵۸/۶۸٪ شد. با بررسی دقیق نمودار می‌توان نتیجه‌گیری کرد که بین

نتایج آنالیز آماری در جدول ۱ نشان می‌دهد که اثرات اصلی پارامترهای عملیاتی فشار و دما بر مقاومت کل معنی‌دار بود و با افزایش دما از ۲۰ به ۳۰°C در فشارهای مختلف، مقدار مقاومت کل به‌طور معنی‌داری کاهش یافت ($p < 0.05$). دلیل این امر کاهش ویسکوزیته و افزایش ضریب انتشار مواد از لایه کیک به داخل توده تراوه می‌باشد. کمترین مقدار مقاومت کل m^{-1} $1.0 \times 10^{12} / 31$ مربوط به تیمار ۳۰ bar-۱/۵ و بیشترین مقدار آن $1.0 \times 10^{12} / 51$ مربوط به تیمار ۲۰ bar-۲/۵ بود.

پایا در فشار ۲/۵ bar تقریباً ۴۲/۱۷٪ بود. محققان دیگر نیز نتایج مشابهی در مورد شفاف‌سازی آب‌میوه‌ها با فرآیند اولترافیلتراسیون و میکروفیلتراسیون گزارش کردند (کاسانو و همکاران ۲۰۰۶؛ هی و همکاران ۲۰۰۷ و دی باروس و همکاران ۲۰۰۳).

اثرات انواع مقاومت‌ها بر شار تراوه آب انار در طی فرآیند غشایی

مقاومت کل غشای (R_t)

جدول ۱- مقادیر R_t ، R_m ، R_{if} و R_{rf} در شرایط عملیاتی مختلف غشا

Table 1- The values of R_t ، R_m ، R_{if} and R_{rf} in different membrane operating conditions

Measured parameters		Treatments			
$R_{rf} (\times 10^{+12} m^{-1})$	$R_{if} (\times 10^{+12} m^{-1})$	$R_m (\times 10^{+12} m^{-1})$	$R_t (\times 10^{+12} m^{-1})$	P (bar)	T (°C)
18.02±0.45 ^c	1.15±0.09 ^e	8.36±0.06 ^e	27.53±0.5 ^c	1.5	20
20.15±0.25 ^b	1.44±0.1 ^e	9.5±0.04 ^b	31.09±0.4 ^b	2	
22.51±0.17 ^a	2.19±0.06 ^d	10.81±0.5 ^a	35.51±0.2 ^a	2.5	
6.92±0.33 ^f	2.73±0.19 ^c	7.66±0.06 ^f	17.31±0.2 ^e	1.5	30
9.78±0.6 ^e	3.66±0.16 ^b	8.55±0.02 ^d	21.99±0.6 ^d	2	
12.38±0.1 ^d	4.28±0.01 ^a	9.35±0.03 ^c	26.01±0.5 ^c	2.5	
$R_{if}+R_{rf}/R_t$ (%)	R_{rf}/R_t (%)	R_{if}/R_t (%)	R_m/R_t (%)		
69.6±0.55 ^a	65.43±0.8 ^a	4.18±0.35 ^b	30.40±0.5 ^d	1.5	20
69.44±0.35 ^a	64.81±0.3 ^a	4.63±0.31 ^b	30.56±0.4 ^d	2	
69.56±0.1 ^a	63.4±0.17 ^a	6.16±0.18 ^b	30.44±0.1 ^d	2.5	
55.71±0.87 ^d	39.95±1.5 ^c	15.77±1.1 ^a	44.29±0.8 ^a	1.5	30
61.1±0.7 ^c	44.39±1.7 ^b	16.71±1.2 ^a	38.9±0.7 ^b	2	
63.93±1.37 ^b	47.44±1.9 ^b	16.5±0.58 ^a	36.07±1.4 ^c	2.5	

*Different superscript letters in each column shows significant difference between treatments ($p < 0.05$). P: Pressure and T: Temperature

سطح غشایی شده و لایه کیک ضخیم‌تر و متراکم‌تر با مقاومت زیاد را ایجاد می‌کند. مک لیلان و همکاران (۲۰۰۵) در مورد شفاف‌سازی غشایی آب سیب و رای و همکاران (۲۰۰۶) در مورد شفاف‌سازی غشایی آب پرتقال نیز نتایج مشابهی را گزارش کردند.

مقاومت ذاتی غشای (R_m)

نتایج آنالیز آماری نشان داد که اثر سطوح مختلف پارامترهای عملیاتی فشار و دما بر مقاومت ذاتی غشای معنی‌دار بود ($p < 0.05$). با توجه به جدول ۱ می‌توان نتیجه‌گیر کرد که افزایش دما از ۲۰ به ۳۰°C به‌طور معنی‌داری باعث کاهش میزان R_m شد ($p < 0.05$). همچنین

همان‌طور که قبلاً هم اشاره شد با افزایش فشار علی‌رغم افزایش مقاومت کل میزان شار افزایش یافت. گوکمن و جتین‌کایا (۲۰۰۷) نیز در مورد شفاف‌سازی آب سیب به روش اولترافیلتراسیون دلیل افزایش شار را با افزایش فشار، تاثیر بالای TMP بر شار تراوه در مقایسه با مقاومت کل دانستند. دی برویجن و همکاران (۲۰۰۳) نیز گزارش کردند که گرفتگی بالا و مقاومت کل بالا در فشارهای بالا و سرعت جریان عرضی پایین مشاهده می‌شود. آنها چنین استدلال کردند که در فشارهای بالا میزان رسوب ذرات کلوئیدی بر سطح غشای بالا بوده و فشار بالا باعث فشرده‌تر شدن اجزای پس زده شده در

همکاران، ۱۳۸۵). نتایج نشان می‌دهد که اثرات اصلی سطوح مختلف پارامترهای عملیاتی فشار و دما بر مقاومت گرفتگی برگشت‌پذیر معنی‌دار بود ($p < 0.05$).

همان‌طور که در جدول ۱ مشاهده می‌شود در اثر افزایش دما میانگین مقدار R_{rf} به‌طور معنی‌داری کاهش یافت. بیشترین مقدار R_{rf} برابر با $1.0 \times 10^{-12} \times 22/51$ مربوط به تیمار 20°C - $2/5$ bar و کمترین مقدار آن برابر با $1.0 \times 10^{-12} \times 6/92$ مربوط به تیمار 30°C - $1/5$ bar بود. همچنین افزایش فشار نیز باعث افزایش معنی‌دار میزان R_{rf} شد. با توجه به مطالب ذکر شده در مورد شار تراوه، دلیل این امر ضخیم‌تر و متراکم‌تر شدن لایه کیک و افزایش گرفتگی در اثر افزایش فشار می‌باشد. از طرف دیگر افزایش دما نیز با کاهش ویسکوزیته سبب افزایش ضریب انتشار مواد انباشته شده از لایه کیک به توده تراوه شده و لذا مقدار R_{rf} کاهش یافت. این نتایج با یافته‌های گوکمن و جتین‌کایا (۲۰۰۷) و دی برویجن و همکاران (۲۰۰۳) مطابقت دارد. R_{rf} در دمای 20°C ، بیشترین سهم از مقاومت کل (تقریباً ۶۴٪) را در فشارهای مختلف به خود اختصاص داد و تفاوت معنی‌داری در دمای 20°C بین فشارهای مختلف از نظر نسبت R_{rf}/R_t وجود نداشت ($p > 0.05$). اما با افزایش دما به 30°C مقدار R_{rf}/R_t از $65/45$ به مقدار $39/95$ کاهش یافت. همچنین در دمای 30°C بین فشارهای مختلف اختلاف معنی‌داری از نظر R_{rf}/R_t وجود داشت ($p < 0.05$).

مقاومت برگشت‌ناپذیر (R_{if})

این مقاومت ناشی از جذب اجزای نمونه به سطح و یا درون منافذ غشای می‌باشد که از طریق شستشو با آب تمیز نمی‌شود. نتایج نشان داد که اثرات اصلی سطوح مختلف پارامترهای عملیاتی فشار و دما بر مقاومت گرفتگی برگشت‌ناپذیر معنی‌دار بود ($p < 0.05$).

مقادیر R_{if} مربوط به تیمارهای مختلف در جدول ۱ آمده است. R_{if} کمترین سهم را در مقاومت گرفتگی کل داشت. مقایسه نسبت R_{if}/R_t نشان داد که R_{if} در تیمار 20°C -

افزایش فشار از $1/5$ به $2/5$ bar باعث افزایش معنی‌دار میزان R_m شد. کمترین و بیشترین مقدار R_m به ترتیب برابر با $1.0 \times 10^{-12} \times 7/66$ مربوط به تیمار 30°C - $1/5$ bar و $1.0 \times 10^{-12} \times 10/81$ مربوط به تیمار 20°C - $2/5$ bar بود. گوکمن و جتین‌کایا (۲۰۰۷) اظهار کردند که با افزایش فشار از 1 به 4 bar میزان R_m از $8/3 \times 10^{-12}$ به $12/4 \times 10^{-12}$ افزایش می‌یابد. سهم R_m از R_t در فشارهای مختلف در دمای 20°C حدوداً برابر با $30/5$ ٪ بوده و اختلاف معنی‌داری با افزایش فشار در نسبت R_m/R_t وجود نداشت. ولی در دمای 30°C نسبت R_m/R_t برای فشارهای $1/5$ ، 2 و $2/5$ bar به ترتیب برابر با $44/29$ ، $38/9$ و $36/07$ بود که از لحاظ آماری اختلاف معنی‌داری بین این مقادیر وجود داشت ($p < 0.05$). R_m در تیمار 30°C - $1/5$ bar بیشترین سهم از R_t ($44/29$) را به خود اختصاص داد. کاسانو و همکاران (۲۰۰۷) در شفاف‌سازی آب کیوی با الگوی تغلیظ تک مرحله‌ای در شرایط عملیاتی 25°C - $0/9$ bar سهم R_m از R_t را برابر $3/68$ گزارش کردند.

مقاومت گرفتگی

همان‌طور که در جدول ۱ مشاهده می‌شود بیشترین سهم از مقاومت کل مربوط به مقاومت گرفتگی ($R_{if} + R_{rf}$) است که بیانگر این واقعیت است که غشای متحمل گرفتگی شده است. کمترین و بیشترین سهم مقاومت گرفتگی از مقاومت کل به ترتیب برابر با $55/71$ ٪ مربوط به تیمار 30°C - $1/5$ bar و $69/6$ ٪ مربوط به تیمار 20°C - $1/5$ bar بود. سایر محققان نیز نتایج مشابهی را در مورد اثر پارامترهای دما و فشار بر میزان مقاومت گرفتگی غشای گزارش کرده‌اند (گوکمن و جتین‌کایا، ۲۰۰۷؛ رای و همکاران، ۲۰۰۶).

مقاومت گرفتگی برگشت‌پذیر (R_{rf})

این مقاومت نوعی گرفتگی موقت بوده و در اثر شستشو با آب تمیز به آسانی برطرف می‌شود. این مقاومت به دلیل دفع اجزاء ماکرومولکول و تشکیل لایه پلاریزاسیون غلظت در دقایق اولیه فرآیند تشکیل می‌شود (رضوی و

جدول ۲- اثر دماها و فشارهای مختلف بر R_{rf} و R_{if} غشای

UF
Table 2- Effects of different temperatures and pressures on R_{rf} and R_{if} of UF membrane

Measured parameters		Treatments	
R_{if}	R_{rf}	P (bar)	T (°C)
2.26±0.33 ^a	26.21±1.38 ^{bc}	1.5	20
3.33±0.67 ^a	29.98±0.98 ^{ab}	2	
3.67±0.88 ^a	31.39±0.09 ^a	2.5	
4.33±0.57 ^a	12.05±0.8 ^{ef}	1.5	30
3.33±0.88 ^a	13.15±0.81 ^{de}	2	
3.01±0.58 ^a	16.82±0.43 ^d	2.5	

*Different superscript letters in each column shows significant difference between treatments ($p < 0.05$). P: Pressure and T: Temperature

درصد دفع اجزاء مختلف از آب انار به وسیله غشای اولترافیلتراسیون

درصد دفع پکتین

همانطور که در جدول ۳ مشاهده می‌شود مقدار پکتین آب انار در طی فرآیند شفاف‌سازی غشایی اولترافیلتراسیون ۹۹٪ کاهش یافت. آنالیز آماری نشان داد که اثر پارامترهای فشار و دما بر درصد دفع پکتین معنی‌دار نبوده و تیمارها هیچ اختلاف معنی‌داری باهم نداشتند ($p > 0.05$). این امر احتمالاً به دلیل بالا بودن اندازه و وزن مولکولی ترکیبات پکتینی است. دی برویج و همکاران (۲۰۰۳) در مورد آب سیب و رای و همکاران (۲۰۰۶) در مورد آب پرتقال نتایج مشابهی را گزارش کردند.

درصد دفع آنتوسیانین

جدول ۳ نشان می‌دهد که میزان دفع آنتوسیانین با افزایش دما به‌طور معنی‌داری افزایش یافت ($p < 0.05$). دلیل آن افزایش سرعت واکنش‌های تجزیه‌ای و پلیمریزه شدن آنتوسیانین‌ها و در نتیجه کاهش مقدار آنها است (سیبرت و همکاران، ۱۹۹۶). نتایج نشان داد که اثرات فشار و دما بر درصد دفع آنتوسیانین کل معنی‌دار بود ($p < 0.05$). در دمای ۲۰°C افزایش فشار تاثیر معنی‌داری بر درصد دفع آنتوسیانین‌ها نداشت. تیمار ۲ bar-۲۰°C و ۲ bar-۳۰°C به ترتیب با ۴/۲۵ و ۱۵/۳۱٪ کم‌ترین و

۱/۵ bar کم‌ترین سهم از مقاومت کل (۴/۱۸٪) و تیمار ۲ bar-۳۰°C بیشترین سهم (۱۶/۷۱٪) را داشت. نتایج نشان می‌دهد که مقادیر R_{if} با افزایش دما، افزایش یافت. این امر به دلیل نفوذ بیشتر ذرات در منافذ غشای و مسدود شدن منافذ غشای در دماهای بالا می‌باشد. همچنین افزایش فشار نیز باعث افزایش میزان R_{if} شد که به خاطر افزایش نیروی محرکه جریان همرفتی مواد معلق به سطح غشا، نفوذ و یا جذب سطحی ذرات و در نتیجه افزایش مقدار R_{if} بود (تودیسکو و همکاران ۱۹۹۶).

تاثیر پارامترهای عملیاتی بر گرفتگی برگشت پذیر و

برگشت ناپذیر

گرفتگی غشای در طی شفاف‌سازی آب انار به دلیل انباشته شدن مواد کلوئیدی در سطح غشای و یا جذب سطحی و مسدود شدن منافذ غشای می‌باشد. با افزایش فشار، شار تراوه عبوری از غشای افزایش یافته و از طرف دیگر به دلیل متراکم‌تر و ضخیم‌تر شدن لایه کیک سطح غشای و نیز نفوذ برخی از مواد به منافذ غشای و مسدود شدن آنها باعث افزایش گرفتگی می‌شود. همچنین افزایش دما باعث کاهش ویسکوزیته و افزایش ضریب انتشار مواد از لایه کیک سطح غشای به طرف تراوه باعث کاهش گرفتگی می‌شود. نتایج نشان داد که اثرات اصلی پارامترهای فشار و دما بر گرفتگی برگشت پذیر معنی‌دار بود ($p < 0.05$). به طوری که گرفتگی برگشت‌پذیر با افزایش فشار افزایش و با افزایش دما کاهش یافت. مقدار گرفتگی برگشت‌پذیر در تمام تیمارها حدود ۳۱-۱۲٪ بود (جدول ۲). همچنین نتایج نشان داد که اثر سطوح مختلف پارامترهای فشار و دما بر گرفتگی برگشت‌ناپذیر معنی‌دار نبوده و تیمارها هیچ اختلاف معنی‌داری باهم نداشتند و سهم گرفتگی برگشت‌ناپذیر از گرفتگی کل حدود ۴/۳-۲/۲٪ بود.

بیشترین مقدار درصد دفع آنتوسیانین‌ها را به خود اختصاص داده‌اند.

جدول ۳- درصد دفع پکتین، تانن و ترکیبات آنتوسیانینی در شرایط عملیاتی مختلف

Table 3- Retention % of pectin, tannin and anthocyanin compounds at different operating conditions

Measured parameters		Treatments		
Retention %		P (bar)	T (°C)	
Tannin	Anthocyanin	Pectin		
42.43± 1.5 ^{dc}	5.55±0.67 ^d	99.12±0.03 ^a	1.5	20
47.06±1 ^{abc}	4.25±0.99 ^d	99.19±0.02 ^a	2	
48.07±1 ^{abc}	5.23±0.57 ^d	99.19±0.02 ^a	2.5	
44.2±1.22 ^b	9.75±1.44 ^{bc}	98.99±0.06 ^a	1.5	30
50.93±0.24 ^a	15.31±0.59 ^a	98.99±0.14 ^a	2	
50.20±0.71 ^a	10.59±1.81 ^b	98.99±0.14 ^a	2.5	

*Different superscript letters in each column shows significant difference between treatments ($p < 0.05$). P: Pressure and T: Temperature

پلیمرهای رنگی و سایر مواد پلیمری موجود در آب انار و تشکیل لایه پلاریزاسیون غلظت نسبت داد. با افزایش دما از ۲۰ به ۳۰ °C در فشار ۲/۵ bar به خاطر کاهش ویسکوزیته و دانسیته خوراک، شار تراوه افزایش یافت. با افزایش دما از ۲۰ به ۳۰ °C در فشارهای مختلف، مقدار مقاومت کل به‌طور معنی‌داری کاهش یافت. در دماها و فشارهای مختلف در طی شفاف‌سازی آب انار به دلیل انباشته شدن مواد کلونیدی در سطح غشای و یا جذب سطحی و مسدود شدن منافذ غشای باعث انواع گرفتگی برگشت پذیر و برگشت ناپذیر می‌شود. به طوری که گرفتگی برگشت‌پذیر با افزایش فشار افزایش و با افزایش دما کاهش یافت. اما تأثیر پارامترهای عملیاتی فشار و دما بر گرفتگی برگشت‌ناپذیر معنی‌دار نبود. نتایج آزمایشات نشان داد که فرآیند شفاف‌سازی آب انار به وسیله غشای اولترافیلتراسیون باعث کاهش حدود ۹۹٪ مقدار پکتین آب انار شد. افزایش دمای فرآیند سرعت واکنش-های تجزیه‌ای و پلیمریزه شدن آنتوسیانین‌ها شد. با متراکم و ضخیم‌تر شدن لایه کیک سطحی غشای به عنوان غشای ثانوی میزان عبور ترکیبات تاننی کاهش و درصد دفع آن افزایش یافت.

درصد دفع تانن: مقادیر درصد دفع تانن برای تیمارهای مختلف در جدول ۳ آورده شده است. نتایج آنالیز آماری نشان داد که اثرات اصلی سطوح مختلف پارامترهای عملیاتی دما و فشار بر درصد دفع تانن معنی‌دار بود ($p < 0.05$). مقدار درصد دفع تانن با افزایش دما و افزایش فشار، افزایش یافت. کمترین و بیشترین مقدار دفع تانن به ترتیب برابر با ۴۲/۴۳٪ مربوط به تیمار ۲ bar-۳۰ °C و ۱/۵ bar-۲۰ °C و ۵۰/۹۳٪ مربوط به تیمار ۳۰ °C-۲ bar بود. با مشاهده جدول ۳ می‌توان دریافت که افزایش فشار در مقایسه با افزایش دما تأثیر زیادی بر درصد دفع تانن داشت. زیرا با متراکم و ضخیم‌تر شدن لایه کیک سطحی غشای به عنوان غشای ثانوی میزان عبور ترکیبات تاننی کاهش و درصد دفع آن افزایش یافت. یوان و همکاران (۲۰۰۴) و نیز وورال و همکاران (۱۹۹۸) در مورد اثر فشار بر درصد دفع ترکیبات تاننی آب سیب به نتایج مشابهی دست یافتند.

نتیجه‌گیری

بررسی دینامیک شار تراوه آب انار طی زمان فرآیند در دماها و فشارهای مختلف نشان داد که تغییرات دما و فشار باعث تغییر دینامیک شار تراوه می‌شود. به طوری که کاهش سریع در شار تراوه را می‌توان به جذب سطحی ذرات کلونیدی مانند مواد پکتینی، تانن‌ها،

منابع مورد استفاده

- بدبک ص، کاشانی‌نژاد م، حصاری ج و رضوی س م ع، ۱۳۸۸. تأثیر تیمارهای مختلف شفاف‌سازی با روش کلاسیک بر خصوصیات فیزیکوشیمیایی و رئولوژیکی آب انار، مجله الکترونیک فرآوری و نگهداری مواد غذایی، ۱ (۲)، ۸۱-۹۸.
- رضوی س م ع، مرتضوی س ع و موسوی س م، ۱۳۸۵. بررسی اثر فشار بر کارایی و گرفتگی غشاء در عمل فرآپالایش شیر. علوم و فنون کشاورزی و منابع طبیعی، ۱۰ (۲)، ۱۹۱-۲۰۱.
- فرمانی ب، حدادخداپرست م ح، حصاری ج و اهری‌زاد س، ۱۳۸۵. تاثیر استفاده از میکروفیلتراسیون سرامیکی روی درجه خلوص، کدورت و رنگ شربت نیشکر. مجله پژوهش‌های علوم و صنایع غذایی ایران، ۲ (۲)، ۵۲-۴۵.
- Alighourchi H, Barzegar M and Abbasi S, 2008. Anthocyanins characterization of 15 Iranian pomegranate (*Punica granatum L.*) varieties and their variation after cold storage and pasteurization. *European Food Research and Technology* 227: 881-887.
- Bagci PO, 2014. Effective clarification of pomegranate juice: a comparative study of pretreatment methods and their influence on ultrafiltration flux. *Journal of Food Engineering* 141: 58-64.
- Cassano A, Conidi C, Timpone R, D'Avella M and Drioli E, 2006. A membrane-based process for the clarification and the concentration of the cactus pear juice. *Journal of Food Engineering* 80(3): 914-921.
- Cheryan M, 1998. *Ultrafiltration and microfiltration handbook*. Lancaster, Technological Publishing Company. Pp. 527-528.
- Conidi C, Cassano A, Caiazzo F and Drioli E, 2017. Separation and purification of phenolic compounds from pomegranate juice by ultrafiltration and nanofiltration membranes. *Journal of Food engineering* 195: 1-13.
- Coulson JM and Richardson JF, 1991. Membrane separation processes. In Backhurst, J R, Harker J H, (Eds.), *Chemical Engineering*, New York, USA. Pergamon Press. Vol. 2. Pp. 858-891.
- De Barros SD, Andrade CMG, Mendes ES and Peres L, 2003. Study of fouling mechanism in pineapple juice clarification by ultrafiltration. *Journal of Membrane Science* 215: 213-224.
- De Bruijn JPF, Venegas A, Martinez JA and Borquez R, 2003. Ultrafiltration performance of Carbosep membranes for the clarification of apple juice. *LWT-Food Science and Technology* 36: 397-406.
- El-Nemr SE, Ismail IA and Ragab M, 1990. Chemical composition of juice and seeds of pomegranate fruit. *Food/Nahrung* 34: 601-606.
- Farmani B, Haddadekhodaparast MH, Hesari J and Aharizad S, 2008. Determining optimum conditions for sugarcane juice refinement by pilot plant dead-end ceramic micro-filtration. *Journal of Agricultural Science and Technology* 10: 351-357.
- Fouladitajar A, Zokaee Ashtiani F, Rezaei H, Haghmoradi A and Kargari A, 2014. Gas sparging to enhance permeate flux and reduce fouling resistances in cross flow microfiltration. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20, 624-632.
- Gil MI, Francisco ATB, Betty HP, Deirdre MH and Kader A, 2000. Antioxidant activity of pomegranate juice and its relationship with phenolic composition and processing. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 48: 4581-4589.
- Gökmen V, Artık N, Acar J, Kahraman N and Poyrazog˘lu E, 2001. Effects of various clarification treatments on patulin, phenolic compound and organic acid compositions of apple juice. *European Food Research and Technology* 213: 194-199.
- Gökmen V, Çetinkaya Ö, 2007. Effect of pretreatment with gelatin and bentonite on permeate flux and fouling layer resistance during apple juice ultrafiltration. *Journal of Food Engineering* 80: 300-305.
- Hamachi M, Gupta BB and Ben Aim R, 2003. Ultrafiltration: a means for decolorization of cane sugar solution. *Separation and Purification Technology* 30: 229-239.
- He Y, Ji Z and Li S, 2007. Effective clarification of apple juice using membrane filtration without enzyme and pasteurization pretreatment. *Separation and Purification Technology* 57: 366-373.

- Kashyap DR, Vohra PK, Chopra S and Tewari R, 2001. Application of pectinases in the commercial sector: a review. *Journal bioresource technology* 77(3): 215-227.
- McLellan MR and Padilla-Zakour OI, 2005. Juice Processing. In: *Processing Fruits, Science and Technology*, Eds: Barrett D. M, Somogyi L and Ramaswamy H, Second edition, Florida. USA., CRC Press LLC. Pp. 71-95.
- Mirsaeedghazi H, Emam-Jomeh Z, Mousavi SM, Aroujalian A and Navidbakhsh M, 2009. Changes in blocking mechanisms during membrane processing of pomegranate juice. *International Journal of Food Science and Technology* 44: 2135–2141.
- Orak H, 2007. Total antioxidant activities, phenolics, anthocyanins, poly phenoloxidase activities of selected red grape cultivars and their correlations. *Scientia Horticulturae* 111: 235-241.
- Pabby AK, Rizvi SH and Sastre AM, 2009. *Handbook of membrane separations: Chemical, pharmaceutical, food, and biotechnological applications*. Boca Raton: CRC press.
- Pulipati S, Babu PS and Narasu ML, 2014. Quantitative determination of tannin content and evaluation of antibacterial activity of *Amaranthus tricolor (L)*. *International Journal of Biological Pharmaceutical Resource* 5: 623-626.
- Rai P, Rai C, Majumdar GC, DasGupta S and De S, 2006. Resistance in series model for ultrafiltration of mosambi (*Citrus sinensis (L.) Osbeck*) juice in a stirred continuous mode. *Journal of Membrane Science* 283: 116–122.
- Siebert KJ, 1999. Protein-polyphenol haze in beverages. *Food Technology* 53 (1): 54-57.
- Taylor B, 2005. Fruit and juice processing. In: Ashurst PR, *Chemistry and technology of soft drinks and fruit juices*. Second edition, Oxford, UK. Blackwell Publishing Ltd. Pp. 35-67.
- Todisco S, Pena L, Drioli E and Tslarico P, 1996. Analysis of the fouling mechanism in microfiltration of orange juice. *Journal of food processing and preservation*. 20 (6): 453-466.
- ToupalPoudineh M, Zarafshan P, Mirsaeedghazi H and Dehghani M, 2019. Comparison study of the effect modeling of flow parameters on the membrane clarification efficiency for pomegranate juice. *Engineering in Agriculture, Environment and Food* 12 (4): 379-387.
- Vural G, Zandrie B and Herry HN, 1998. Improved ultrafiltration for color reduction and stabilization of apple juice. *Journal of Food Science* 63: 504-507.
- Wrolstad RE, 1976. Color and pigment analyses in fruit products. In: *Agricultural Station Bulletin* 624. Oregon State University.
- Youn K S, Hong JH, Bae D H, Kim SJ and Kim SD, 2004. Effective clarifying process of reconstituted apple juice using membrane filtration with filter-aid pretreatment. *Journal of Membrane Science* 228(2): 179-86.

Journal of Food Researches/vol.31 No.3 2021/pp 183-197
https://foodresearch.tabrizu.ac.ir
DOI: 10.22034/FR.2021.40623.1752

Effect of operating parameters on permeate flux and fouling behavior during clarification of pomegranate juice using ultrafiltration polymeric membrane

S Bodbodak^{1*} B Farmani¹ and M Nejatian²

Received: July 17, 2020

Accepted: February 27, 2021

¹Assistant Professor of Department of Food Science and Technology, Ahar Faculty of Agriculture and Natural Resources, University of Tabriz, Tabriz, Iran

²Assistant Professor of Department of nutrition and food hygiene, Faculty of Health, Baqiyatallah University of Medical Sciences, Tehran, Iran

*Corresponding author: s.bodbodak@tabrizu.ac.ir

Introduction: Pomegranate juice is classified in the group of clarified fruit juices. Therefore, clarification operation is necessary after the extraction process of pomegranate juice. Removal of most turbidity agents and colorants by the membrane process is possible without addition of chemicals. However, membrane fouling is an important subject in the clarification of fruit juices (Mirsaeedghazi et al., 2009). The objective of the study was to evaluate the efficiency of ultrafiltration polymeric membrane for clarification of pomegranate juice under the different operating parameters (different pressures and temperatures).

Materials and methods: Pomegranate *Malas* variety (*Punica granatum L.*) was supplied from local market in Saveh and after transporting to laboratory, washed and juice was extracted by juicer. The cross-flow membrane pilot system with tubular ultrafiltration (UF) polymeric membrane (polyvinylidene difluoride (PVDF)) with kDa 20 MWCO was used. Clarification process was carried out at 2 levels of temperatures (20 and 30 ° C) and 3 levels of Transmembrane pressure (TMP) (1.5, 2 and 2.5 bar) for 45 min and the permeate flux was measured (Bodbodak et al., 2009). Quality indices such as tannin retention rate (Pulipati et al., 2014), clarity (Bodbodak et al., 2009), titratable acidity (He et al., 2007), total soluble solids (Gökmen et al., 2001), density (He et al., 2007), pH (He et al., 2007), apparent viscosity (Orak 2007), phenolic compounds (Gökmen et al., 2001), total anthocyanin (Gil et al., 2000), decomposition constant (Gil et al., 2000), color intensity (Wrolstad, 1976), browning index (Gökmen et al., 2001) and amount of pectin (Kashyap et al., 2001) in pomegranate juice were measured before and after membrane process. The efficiency indices of ultrafiltration process including permeability of pomegranate juice, percentage of reversible and irreversible fouling of the membrane and retention rate of the compounds were measured. Total resistance, intrinsic resistance of the membrane, concentration polarization resistance or reversible resistance and irreversible fouling resistance were calculated using the resistance-in-series model. In this research, the effect of process operating parameters including temperature and TMP on ultrafiltration process efficiency indices and quality attributes of pomegranate juice using factorial experiments in a completely randomized design using SAS software was analyzed.

Results and discussion: The results showed that the permeate-time curves were divided into 3 sections: I) The rapid decrease region of the permeate flux up to the 5th minute II) the slow decrease region of the permeate flux which begins from the 6th minute up to about 22-27th minute III) the constant flow area was from the 28th minute until the end of the operation. The rapid decrease in permeate flux could be attributed to the surface adsorption of colloidal particles such as pectins, tannins, polymeric colorants, and other polymeric materials present in pomegranate juice

and the formation of concentration polarization layer. Increase of the pressure at 20 and 30 °C significantly increased the permeate flux ($p < 0.05$). This was result of the increase in the driving force of the convective flow to the surface of the membrane (Todisco et al., 1996). The experimental results indicated that increase of TMP from 1.5 to 2 and 2.5 bar at constant temperature of 20°C led to increase of the permeate flux in the steady state by 51.33 and 58.68%, respectively. The total resistance value decreased significantly with increase of the temperature from 20 to 30 °C at different pressures. It could be attributed to the decrease of apparent viscosity and increase of the diffusion coefficient of the compounds from the cake layer into the retentate flow. Also, the total flux increased with increase of pressure despite rise of the resistance, because the rate of deposition of colloidal particles on the surface of the membrane was enhanced at high pressures. It resulted in more compaction of the deposited components on the surface of the membrane and formation of a thicker and denser cake layer with high resistance (McLellan and Padilla-Zakour 2005). The results showed that the effect of different pressures and temperatures on the intrinsic resistance of the membrane was significant and R_m significantly reduced with raising the temperature from 20 to 30 °C ($p < 0.05$). Also, increasing the pressure from 1.5 to 2.5 bar caused a significant increase in R_m . The highest contribution in the total resistance is related to the fouling resistance ($R_{rf} + R_{if}$), which indicates that the membrane fouling was severe. R_{if} had the lowest contribution in total resistance. Furthermore, R_{if} was increased with raising temperature. This is due to the higher penetration of particles into the membrane pores and blockage of the membrane pores at high temperatures (Todisco et al., 1996). Raising temperature reduced the apparent viscosity and increased the diffusion coefficient of the compounds from the cake layer to the retentate flow and reduced the fouling. The main effects of pressure and temperature on reversible fouling were significant ($p < 0.05$). With raising pressure and temperature, it was decreased and increased respectively. In all treatments, the value of reversible fouling was about 12-31%. The pomegranate juice pectin was reduced by 99% during the ultrafiltration membrane clarification process. Anthocyanin decomposition constant increased significantly with raising temperature from 20 to 30°C ($p < 0.05$), due to the acceleration of the decomposition reactions and polymerization of anthocyanins (Siebert 1999). The retention rate of tannins increased with increasing temperature and pressure. It should be mentioned that raising pressure had higher effect on retention rate of tannins as compared with increasing the temperature. As the surface cake layer, as a secondary membrane, became denser and thicker, the permeability of tannin compounds decreased and its retention rate was increased (Youn et al., 2004).

Conclusion: Finally, it was found that clarification of pomegranate juice using ultrafiltration membrane, in all treatments decreased pomegranate juice pectin content about 99%. The treatments of 20°C- 2 bar and 30 °C- 2 bar had the lowest (4.25%) and the highest (15.315) anthocyanin retention value, respectively. The lowest (42.43%) and highest (50.93%) tannin retention values were observed at treatments of 20°C- 1.5bar and 30°C- 2 bar, respectively.

Keywords: Pomegranate juice clarification, Permeate flux, Membrane Process, Separation of Impurities, Membrane fouling.