



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



ESCUELA TÉCNICA
SUPERIOR INGENIERÍA
INDUSTRIAL VALENCIA

TRABAJO FIN DE GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA

**DISEÑO DE UNA PLANTA PILOTO QUE
TRATA UN CAUDAL DE 2000L/d PARA
CONCENTRACIÓN DE POLIFENOLES DE
LA CORTEZA DEL LIMÓN MEDIANTE
TÉCNICAS DE MEMBRANA (UF/NF)**

Alumna: Mariana Vázquez López

Tutora: Alicia Iborra Clar

Cotutora: M^a Isabel Iborra Clar

Curso Académico: 2020-2021

Agradecimientos

La realización de este Trabajo Fin de Grado es un gran logro personal, pero en realidad no es solo mío, los grandes sueños y esperanzas con las que llegue a España hace seis años no serían las mismas sin las personas que me acompañaron y me permitieron cumplirlas.

En primer lugar quiero agradecer a mis tutoras Isabel Iborra Clar y Alicia Iborra Clar por darme todo el apoyo en la elaboración de este trabajo, gracias por las correcciones y respuestas a mis miles de preguntas, sin vuestra guía no habría sido posible.

A mi compañera, Olga, que me ha acompañado en el grado, donde hemos compartido, disfrutado y algunas veces, hasta sufrido, de miles de experiencias.

Por último, gracias a mi mamá y mi papá por permitirme venir a cumplir lo que me propuse, por apoyarme en cada paso que me llevo hasta aquí, todos sus esfuerzos a lo largo de los años para que yo estuviera preparada no han sido en vano y quiero agradecerlos. Asimismo, quiero darles las gracias a Lulú y a Fer por su apoyo en estos años como mis confidentes, psicólogas y ejemplos a seguir. También quiero agradecer a Oscar y Mercedes por apoyarme necesidad que tuviera. Por lo tanto, gracias a mi familia que me han enseñado a que a pesar de las dificultades, hay que estar feliz solo por tener la oportunidad de intentarlo.

Resumen

Los cítricos son fuente de múltiples beneficios para los seres humanos, sin embargo, en la industria agroalimentaria, donde se utiliza el limón para la extracción de la pulpa, se obtiene un residuo, que es la corteza del limón. Este residuo, como tal debe ser gestionado constituyendo un coste extra para el proceso.

De la corteza del limón se pueden obtener productos de valor como aceites esenciales o polifenoles. Estos últimos son de especial interés por su actividad biológica y sus funciones en la industria farmacéutica, cosmética y alimentaria. Por ejemplo, los productos nutracéuticos sirven para la prevención de enfermedades causadas por estrés oxidativo.

En este Trabajo Fin de Grado, se propone en un primer paso, la extracción de los polifenoles de la corteza del limón para posteriormente diseñar una planta piloto que trate un caudal de 2000 L/d de extracto, donde se concentren mediante técnicas de membranas (Ultrafiltración y Nanofiltración), los polifenoles procedentes de un residuo de 2,5 toneladas de corteza de limón. Se utilizarán los procesos de membranas, ya que son adecuados por su alta eficacia en la separación, su bajo consumo energético, bajo coste y alta calidad del producto.

Para el diseño de la instalación se tendrá en cuenta que la primera parte del proceso consistirá en un acondicionamiento de los residuos, seguido de un proceso de extracción. Ya en una segunda etapa, se emplearán distintas técnicas de membranas para concentrar polifenoles contenidos en el extracto. Se realizará una ultrafiltración para la eliminación de los sólidos en suspensión, seguida de una nanofiltración para la eliminación de agua, azúcares y minerales, con el fin de obtener una corriente con los polifenoles concentrados. Finalmente se realizará el presupuesto de toda la instalación.

Palabras Clave:

Polifenoles, Corteza del Limón, Extracción, Membranas, Planta Piloto.

Abstract

Citrus are a source of lots of benefits for the human beings, however, in the agri-food industry, where lemon is used for the extraction of its pulp, a waste is obtained, which is the lemon peel. This residue, should be managed, implying an extra cost.

Valuable products can be obtained from the lemon peel, such as essential oils and polyphenols. These are of special interest for being bio active substances and with potential interest as raw materials in cosmetic, natural additives in food products and/or applications in the pharmaceutical and nutraceutical sectors.

This Final Degree Project suggest the extraction of polyphenols from the lemon peel waste, to later design a small concentration pilot plant from 2,5 tons of lemon peel waste that treats a flow rate of 2000L/d of extract, using membrane techniques (Ultrafiltration and Nanofiltration). These techniques where chosen because of their low operating energy and material costs, easy control and high selective separations.

The approach of this design throws into consideration that the first part of the process will be the residue conditioning, followed by a process extraction. In a second step, different membrane techniques will be used for concentrating the extract. First, an ultrafiltration membrane clarifies the residue and afterwards the permeate stream is concentrated by using a nanofiltration membrane. Finally, the pilot plant is budgeted to assess the expenses of the installation.

Key Words:

Polyphenols, Lemon Peel, Extractions, Membranes, Pilot Plant

Resum

Els cítrics son font de múltiples beneficis per als sers humans, no obstant, en la indústria agroalimentària, on s'utilitza la llima per a l'extracció de la polpa, s'obté un residu, que és l'escorça de la llima. Aquest residu, com a tal ha de ser gestionat formant un cost extra per al procés.

De l'escorça de la llima es poden obtenir productes de valor com olis essencials o polifenols. Aquests darrers són d'especial interès per la seua activitat biològica i les seues funcions en la industria farmacèutica, cosmètica i alimentària. Per exemple, els productes nutricèutics serveixen per a la prevenció de malalties causades per l'estrès oxidatiu .

En aquest Treball Fi de Grau es proposa, en un primer lloc, l'extracció dels polifenols de l'escorça de la llima per a posteriorment dissenyar una planta pilot que tracte un cabal de 2000 L/d d'extracte, on es concentren mitjançant tècniques de membranes (Ultrafiltració i Nanofiltració), els polifenols procedents d'un residu de 2,5 tones d'escorça de llima. S'utilitzaran els processos de membranes, ja que són adequats per l'alta eficàcia en la separació, el baix consum energètic, baix cost i l'alta qualitat del producte.

Per al disseny de la instal·lació es tindrà en compte que la primera part del procés consistirà en un condicionament dels residus, seguit d'un procés d'extracció. En una segona etapa, s'utilitzaran diferents tècniques de membranes per a concentrar polifenols continguts en l'extracte. Es realitzarà una ultrafiltració per a l'eliminació dels sòlids en suspensió, seguida d'una nanofiltració per a l'eliminació d'aigua, sucres i minerals, amb la finalitat d'obtenir una corrent amb els polifenols concentrats. Finalment, es realitzarà el pressupost de tota la instal·lació.

Paraules Clau:

Polifenols, Corfa de Llima, Extracció, Membranes, Planta Pilot.

ÍNDICE MEMORIA TÉCNICA

1. OBJETIVO	3
2. JUSTIFICACIÓN	5
2.1. Justificación Científica.....	5
2.2. Justificación Académica.....	5
3. ANTECEDENTES	7
3.1. El Limón.....	7
3.2. Composición Química De La Corteza Del Limón	8
3.3. Extracción de Polifenoles.....	13
3.4. Concentración de Polifenoles Mediante Tecnología de Membranas	14
4. DISEÑO DE EXPERIMENTOS	27
4.1. Procedimiento Experimental.....	28
5. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS	33
5.1. Humedad de la Corteza del Limón.....	33
5.2. Resultados de Absorbancia y Cálculo de la Concentración de Polifenoles	34
5.3. Determinación de Analíticas	36
6. DISEÑO DE LA INSTALACIÓN	41
6.1. Dimensionamiento de la instalación	41
6.2. Descripción de la Planta Piloto	47
7. SEGURIDAD	57
7.1. Seguridad En El Laboratorio.....	57
7.2. Seguridad En La Instalación	59

8.	GESTIÓN DE RESIDUOS.....	61
8.1.	Gestión De Residuos En El Laboratorio	61
8.2.	Gestión De Residuos En La Instalación.....	61
9.	CONCLUSIONES	65
10.	BIBLIOGRAFÍA	67
1.1.	BIBLIOGRAFIA.....	69
PRESUPUESTO		
1.	PRESUPUESTO.....	73
1.1.	PRESUPUESTOS PARCIALES	73
1.2.	PRESUPUESTO DE EJECUCIÓN MATERIAL.....	76
1.3.	PRESUPUESTO DE EJECUCIÓN POR CONTRATA.....	76
1.4.	PRESUPUESTO EN BASE DE LICITACIÓN.....	77
ANEXOS		
	ANEXO I: DIAGRAMA DE BLOQUES.....	81
	ANEXO II: DIAGRAMAS DE FLUJO.....	83
	ANEXO III: FICHAS DE SEGURIDAD.....	87
	ANEXO IV: HOJA TÉCNICA MEMBRANAS.....	93

MEMORIA TÉCNICA

1. OBJETIVO

El objetivo general de este Trabajo Fin de Grado es el diseño de una planta piloto para tratar un caudal de 2000L/d para concentración de polifenoles extraídos de un residuo de corteza de limón de 25tn mediante técnicas de Ultrafiltración y Nanofiltración.

Para alcanzar este objetivo se han planteado los siguientes objetivos específicos:

- Búsqueda bibliográfica con el fin de plantear un proceso adecuado de extracción y concentración de polifenoles.
- Diseño experimental del proceso de extracción para obtener las condiciones óptimas de operación.
- Diseño de la planta piloto de membranas para la concentración de polifenoles.
- Cálculo del presupuesto para evaluar la viabilidad económica del proyecto.

2. JUSTIFICACIÓN

2.1. Justificación Científica

La industria de los cítricos tiene un papel importante en España debido a que es el mayor productor en la Unión Europea y el quinto en el mundo. Además, la Comunidad Valenciana es la principal región citrícola a nivel nacional produciendo más de 3 millones de toneladas anuales, el 60% de la producción nacional [1].

Sin embargo, alrededor de 50% de la fruta procesada se convierte en residuos, de los cuales el 60-65% se refiere a la corteza [2]. Por lo tanto, es de especial interés gestionar este desecho para que tenga un valor añadido, ya que en general, los residuos de la industria de los zumos cítricos son llevados a vertederos.

Cabe destacar que una de las ventajas que podría tener la concentración de polifenoles a partir de residuos es en la inclusión e implementación del plan de acción del gobierno de España de la AGENDA 2030 [3], donde se establecen los objetivos para el Desarrollo Sostenible.

En específico, el objetivo 12 de la AGENDA 2030 para garantizar modalidades de consumo y producción sostenible, busca promover el uso eficiente de los recursos naturales y la gestión sostenible, reduciendo la generación de residuos y el desperdicio de alimentos, además de fomentar la gestión ecológicamente racional de los productos químicos estimulando la implementación de prácticas sostenibles en la industria.

De manera que adoptar políticas de impulso hacia una economía circular no solo por el punto de vista ambiental sino también desde el económico, permite prevenir la generación de residuos y fomentar estrategias de reciclaje, valorización y reutilización.

2.2. Justificación Académica

La motivación para la realización de este Trabajo de Fin de Grado tiene su origen en las asignaturas de Procesos industriales de Ingeniería Química, Operaciones y Procesos Unitarios en la Industria de Alimentos y el Laboratorio Integrado de Operaciones en Industria Alimentaria.

Mediante este trabajo se pretende demostrar un nivel adecuado en las habilidades y competencias adquiridas en el grado de Ingeniería Química. En específico, demostrar las capacidades para el diseño y presupuesto de una instalación de la Industria Química. Así como aplicar conocimientos en la realización de un trabajo individual, gestionando información procedente de distintas fuentes y defender ante un tribunal universitario.

3. ANTECEDENTES

3.1. El Limón

Citrus Limon, o limonero, es un árbol de fruto comestible de la familia *Rutaceae*. Florece todo el año y se clasifica de acuerdo a la época de maduración de sus frutos. El limón es un fruto alargado, ovalado y puntiagudo. Su exterior es verde y se vuelve amarillo durante la maduración. En el interior del fruto se encuentra una pulpa con jugo dividida que forma gajos.

Este fruto destaca por sus propiedades nutricionales debido a su actividad biológica. Además de ser rico en vitamina C, agua y fibra, previene infecciones y su zumo suele utilizarse para tratar dolor de garganta, fiebre, reumas e hipertensión [4].

La anatomía del limón, tal y como se muestra en la Figura 3.1, consiste en [5, 6, 7]:

Pericarpio: La corteza, está formada por el epicarpio o flavedo, cubierto de cera y con vesículas de aceites y colorantes carotenoides. La parte interna, es el mesocarpio o albedo, que es un tejido blanco. Estos tienen específicamente ácidos fenólicos y flavonoides, que tienen cualidades antioxidantes, antiinflamatorios, propiedades anti alérgicas, antivirales, anticancerígenas, neuroprotectoras y antimicrobianas.

Pulpa: Es la parte comestible, las vesículas de jugo, también conocidas como endocarpio se divide en segmentos por el tejido mesocarpio. Se puede consumir mediante una extracción mecánica y es comúnmente utilizado en la producción de alimentos y suplementos alimenticios.

Semillas: Comúnmente separadas para obtener aceites, harinas o pallets.

Corazón o eje central



Figura 3.1 Anatomía del limón

3.1.1. El Limón en la Industria Alimentaria

El limón tiene aplicaciones en la industria alimentaria debido a su composición química y las materias primas que se obtienen. Es una fruta del sudeste asiático y España es el primer país exportador en la Unión Europea, siendo la comunidad Valenciana uno de los principales productores. Alrededor de un 65% de los limones producidos son exportados [8, 9].

La fruta del limón se usa principalmente como un producto fresco, ya que dura varios meses manteniendo sus niveles de jugo, vitaminas, minerales, fibra y carbohidratos. Sin embargo, también se utiliza en la elaboración de zumos, mermeladas, jaleas, etc. [4].

Actualmente, cerca del 50% de la fruta procesada resulta en residuos, de los cuales el 60-65% se refieren a la corteza y estos son útiles en otras actividades. Sin embargo, actualmente no son aprovechados eficientemente, por eso hay una necesidad de identificar y recuperar las sustancias de interés.

Es por esto que se deberían aprovechar las ventajas de las propiedades de la corteza del limón, ya que al valorizarla se disminuye el impacto medioambiental, pues hasta el momento, el principal destino del residuo es darlo como alimento para ganado o acondicionarlo como compostaje, actividades que contribuyen al efecto invernadero. [2, 5, 10].

3.2. Composición Química De La Corteza Del Limón

La composición química del limón es conocida, tanto la del fruto como la de su jugo, aceites esenciales, hojas y el aceite extraído de las semillas. Se ha encontrado que contienen vitamina C (ácido ascórbico), ácido fólico, potasio y pectina.

En el flavedo son importantes los pigmentos, pues dan el color amarillo del limón. Cuando éste está verde, se debe a la clorofila y a medida que la fruta va madurando aparecen los carotenoides, como caroteno, xantofila y criptoxantina. El contenido de carotenos en el limón es bajo, puesto que en la corteza del limón hay mayor contenido de flavonas.

También hay aceites esenciales y terpenos, los cuales aportan el olor característico de la fruta. Y entre los azúcares se encuentra glucosa (63%), fructosa (20%) y sacarosa (16%).

Por otro lado, el ácido cítrico supone el 90% de los ácidos totales (cítrico, málico oxálico y ascórbico) con una proporción de ácidos sobre el total del zumo del 6% en limones. Además, el contenido de proteínas y lípidos es bajo en los cítricos, pues en su maduración están constituidos por muchos ácidos y pocos azúcares, y posteriormente, a lo largo de la maduración, la cantidad de ácido continúa en el limón.

Finalmente, los compuestos bioactivos más importantes en el limón y su corteza son los grupos fenólicos, especialmente los ácidos fenólicos y los flavonoides [11].

3.2.1. Polifenoles

Los polifenoles son antioxidantes presentes mayoritariamente en alimentos. Las propiedades de los flavonoides y otros polifenoles comenzaron a estudiarse recientemente, a partir de 1995, posiblemente debido a su diversidad y complejidad de estructuras químicas. De los polifenoles encontrados, los principales son los flavonoides y ácidos fenólicos, pero también hay estilbenos y lignanos [12, 13]. Según la OMS los flavonoides son posibles reductores de enfermedades cardiovasculares [14].

Flavonoides

Los flavonoides son un grupo de pigmentos de las plantas responsables del color de las flores y la fruta. En la corteza se puede encontrar la mayor cantidad de flavonoides en comparación con el jugo y las semillas. Estos compuestos fenólicos comparten una estructura de dos anillos aromáticos (A y B) unidos por 3 átomos de Carbono que forman un heterociclo oxigenado (anillo C), mostrados en la Figura 3.2[15].

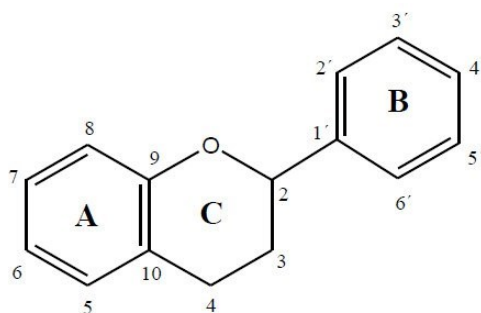
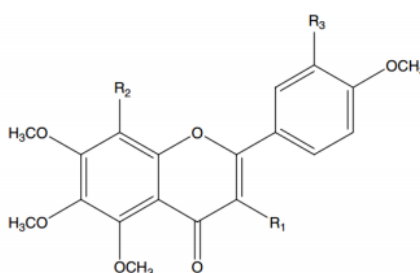


Figura 3.2 Estructura Química de los Flavonoides

En los cítricos, los flavonoides incluyen una clase de glucósidos y otra parte de flavonas polimetoxiladas que tienen la estructura de la Figura 3.3.



Compuesto	R_1	R_2	R_3
Sinensetina	H	H	OCH_3
Tangeretina	H	OCH_3	H
Nobiletina	H	OCH_3	OCH_3
Heptametoxiflavona	OCH_3	OCH_3	OCH_3
Hexametoxiflavona	OCH_3	H	OCH_3

Figura 3.3 Flavonas polimetoxiladas más comunes en los cítricos

Los flavonoides se pueden encontrar en seis distintas clases, y su estructura es la que se muestra en la Tabla 3.1 [5, 15, 16].

Flavonas: Son comunes en los cítricos, y contienen grandes cantidades de flavonas polimetoxiladas. Son, además, los flavonoides más hidrofóbicos.

Flavonoles: Se presentan en bajas densidades y se encuentran en mayor cantidad en las cebollas, puerro, brócoli y moras. Las frutas suelen contener de 5 a 10 diferentes compuestos, sobre todo en las hojas y corteza, pues su proceso de biosíntesis es estimulado mediante la luz. Por esa misma razón, hay mucha diferencia de concentración entre los flavonoles de la fruta entera, en comparación con solo el zumo.

Flavanoles: En los cítricos se encuentran principalmente Catequina y Proantocianidinas. Estos últimos son conocidos como taninos condensados. Son polímeros de Catequinas unidos por enlaces de carbono y su grado de polimerización en los alimentos no está totalmente determinado, su estructura se muestra en la Figura 3.4

Flavanonas: Se encuentran en tomates y ciertas plantas aromáticas como la menta, pero mayoritariamente en los cítricos. El albedo y flavedo contienen la mayor cantidad y son las que dan el sabor amargo.

Isoflavonas: Tienen estructura similar a los estrógenos. Su estructura les da propiedades pseudohormonales como la habilidad de unirse a receptores de estrógeno. Se encuentran principalmente en legumbres y son resistentes al calor.

Antocianidinas: Son pigmentos disueltos en los tejidos de las flores y frutas. Dan los colores rosa, rojo, azul y violeta, a las frutas, según su pH. Además, son inestables pero resistentes a la luz, a cambios en el pH y a condiciones de oxidación. Normalmente, se presentan en cereales y tubérculos.

Los flavonoides en los cítricos tienen propiedades relacionadas con la salud, como características anticancerígenas, antivirales y antiinflamatorias, así como prevenir la fragilidad capilar y agregación plaquetaria.

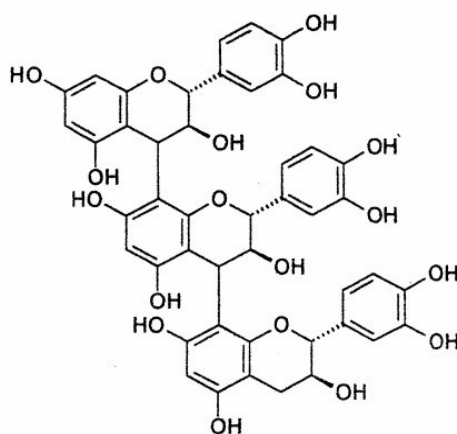
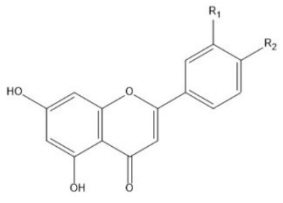
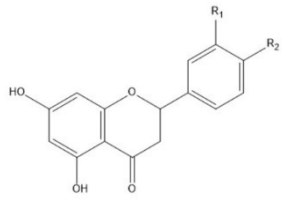
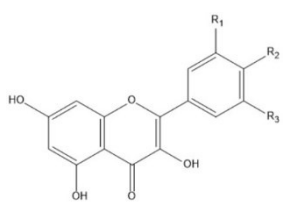
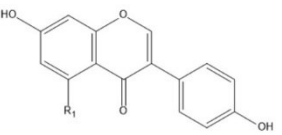
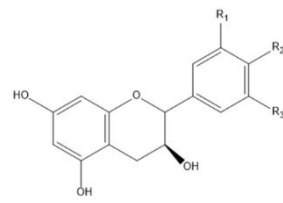
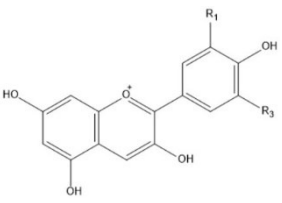


Figura 3.4 Estructura de Proantocianidinas

Tabla 3.1 Estructura de los Distintos Flavonoides

COMPUESTO	ESTRUCTURA	COMPUESTO	ESTRUCTURA
Flavonas		Flavanonas	
Apigenina	$R_1 = OH; R_2 = OH;$	Naringenina	$R_1 = H; R_2 = OH$
Luteolin	$R_1 = R_2 = OH$	Eriodictiol	$R_1 = R_2 = OH$
		Hesperina	$R_1 = OH; R_2 = OCH_3$
Flavonoles		Isoflavonas	
Kaempferol	$R_2 = OH; R_1 = R_3 = H$	Daidzeina	$R_1 = H$
Quercetina	$R_1 = R_2 = OH; R_3 = H$	Genistenina	$R_1 = OH$
Mircetina	$R_1 = R_2 = R_3 = OH$		
Flavanoles		Antocianidinas	
Catequina	$R_1 = R_2 = OH; R_3 = H$	Pelargonidina	$R_1 = R_2 = H$
Galocatequina	$R_1 = R_2 = R_3 = OH$	Cianidina	$R_1 = OH; R_2 = H$
		Delphinidina	$R_1 = R_2 = OH$
		Petunidina	$R_1 = OCH_3; R_2 = OH$
		Malvidina	$R_1 = R_2 = OCH_3$

Ácidos Fenólicos

Los ácidos fenólicos son fenoles con un ácido carboxílico, pero en el metabolismo de las plantas, hacen referencia a un grupo de ácidos orgánicos. La presencia de estos se suele asociar al color, cualidades sensoriales y propiedades nutricionales y antioxidantes de los alimentos. [17]. La actividad fenólica en los ácidos y sus ésteres depende del número de grupos hidroxilo en la molécula. Se pueden distinguir dos clases: los derivados del ácido benzoico, como el ácido gálico (ácidos hidroxibenzoicos) y los derivados del ácido cinámico (ácidos hidroxicinámicos). Los cuales se pueden encontrar en la Figura 3.5[18].

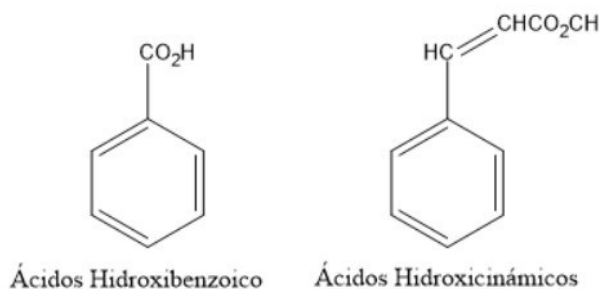


Figura 3.5 Estructura de los ácidos fenólicos.

El contenido del ácido hidroxibenzoico en las plantas comestibles es generalmente bajo. Es por eso que no se ha estudiado en gran medida y no se considera que tengan interés nutricional.

Los ácidos hidroxicinámicos son más comunes y consisten en ácidos coumáricos, cafeico, fenólico y sinapico. Estos, rara vez se encuentran de forma libre, excepto en alimentos procesados que se han congelado, esterilizado o fermentado [16].

3.2.2. Aplicaciones de los Polifenoles

Los polifenoles tienen un papel protector contra las enfermedades degenerativas. Además, están respaldados por una gran cantidad de estudios realizados en animales con el objetivo de proponer diferentes mecanismos de acción para explicar sus efectos protectores y su bioactividad.

Propiedades antioxidantes: Daños oxidativos a las células, DNA, y proteínas relacionadas con la edad contribuyen a ciertas enfermedades. Se ha comprobado que los polifenoles actúan como antioxidantes y pueden prevenir enfermedades como el cáncer, enfermedades cardiovasculares, la osteoporosis y enfermedades degenerativas asociadas con la edad [13].

A continuación, se mencionan algunas aplicaciones de polifenoles:

Aplicaciones en la prevención de cáncer: Varios estudios realizados en animales han demostrado que los polifenoles actúan como agentes reductores de tumores, tanto en cantidad como de tamaño. Pero aún hay poca evidencia de que puedan utilizarse como un tratamiento para el cáncer en lugar de para la prevención de cáncer [15].

Aplicaciones en la prevención de enfermedades cardiovasculares: Los polifenoles pueden prevenir las enfermedades asociadas con el corazón. En algunos estudios se ha comprobado que tienen la capacidad de inhibir la proteína de baja densidad, siendo de especial aplicación para personas con colesterol [4, 13].

Aplicaciones en la prevención de enfermedades degenerativas: En las personas mayores de 65 años, un alto porcentaje padece de Alzheimer y el 1% de la enfermedad de Parkinson, las cuales son causadas en gran medida por estrés oxidativo, por lo que los polifenoles pueden contribuir a su prevención [4, 13, 19].

Aplicaciones en la prevención de diabetes: Los polifenoles podrían limitar el riesgo de complicaciones dietéticas, pues los pacientes de diabetes con mayor edad presentan más problemas por estrés oxidativo, sin embargo, el efecto de estos compuestos en la glucemia o diabetes sigue siendo muy limitado [13].

Aplicaciones en la prevención de osteoporosis: La deficiencia de estrógenos en las mujeres después de la menopausia es una importante causa de osteoporosis. Actualmente, el tratamiento es un reemplazo de hormonas y se tienen muchos efectos secundarios, por lo que se está estudiando la aplicación de las isoflavonas porque son compuestos de actividad similar a los estrógenos [13].

Aunque tienen muchas aplicaciones, cabe destacar que la evidencia viene en su mayoría de estudios epidemiológicos y estudios clínicos, es decir, queda mucho por estudiar. Además, al desarrollar nuevos productos que contengan polifenoles para efectos específicos, también hay que tener en cuenta que no aumenten los riesgos en otras patologías [4, 13].

3.3. Extracción de Polifenoles

La capacidad de extracción de los compuestos fenólicos depende del tipo de disolvente, la naturaleza y preparación del material a extraer, la estructura de los polifenoles, la temperatura, el tiempo de extracción, la relación sólido-líquido y el método de extracción empleado [20].

La decisión del método de extracción empleado es influenciada por la naturaleza del residuo. En este trabajo, se va a tratar un residuo sólido, por lo que una extracción sólido-líquido sería una buena opción.

Antes de la extracción, el material debe ser acondicionado mediante un lavado, secado, molienda y homogeneización, con el objetivo de eliminar previamente las ceras, grasas, terpenos y clorofilas que puedan influir en el contenido total de polifenoles [21].

3.3.1. Extracción Sólido-Líquido

Las extracciones sólido - líquido y líquido - líquido son las más comunes ya que son fáciles de realizar, eficaces y con un gran rango de aplicación [21].

Este procedimiento consiste en separar los polifenoles de un residuo sólido utilizando un disolvente. La mejor manera de realizarla es con un sólido que tenga una relación superficie/volumen elevada para que el disolvente pueda actuar mejor. Es por este motivo que el sólido se tritura previamente, pero si es extremadamente pequeño, puede causar aglutinación y dificultar la penetración del disolvente [22].

En la extracción de polifenoles, los disolventes empleados más comunes son alcoholes, como etanol o metanol, acetona, éter dietílico o acetato de etilo y a menudo están mezclados con diferentes proporciones de agua. El rendimiento y tasa de extracción de los polifenoles se verá influenciado por el disolvente elegido.

La mezcla con agua es importante debido a que los disolventes mencionados presentan un peligro asociado a la salud humana y los residuos de los disolventes pueden permanecer en los productos finales, esto requiere una purificación adicional e influye en el coste y tiempo total del proceso. Además, mediante el uso de disolventes orgánicos puros, los ácidos fenólicos muy polares no se pueden extraer por completo [21].

La extracción suele hacerse en un rango de temperatura de 20-50°C, porque una temperatura muy alta, mayor a 70°C, puede llevar a una degradación del disolvente.

Existen otros métodos de extracción sólido-líquido tales como; una extracción asistida por ultrasonido, por microondas, extracción de fluido supercrítico y extracción de agua subcrítica. [21].

3.4. Concentración de Polifenoles Mediante Tecnología de Membranas

Los procesos de concentración de polifenoles mediante técnicas de membranas son una buena opción por su alta eficacia en la separación, bajo consumo energético, bajo coste y alta calidad del producto final [23]. Sin embargo, en la industria se pueden encontrar distintas maneras de separar según las propiedades de las especies a tratar, por lo que en la Tabla 3.2, se mencionan la clasificación de operaciones de separación utilizadas en la industria de procesado de alimentos.

Asimismo, concentrar mediante técnicas de membranas es un método eficaz porque a diferencia de otros métodos, no requieren la utilización de ningún aditivo, se puede trabajar en condiciones isoterma y a temperaturas bajas, minimizando la desnaturalización, inactivación o degradación de los productos tratados.

Tabla 3.2 Clasificación de Operaciones de Separación [23].

PROPIEDAD	OPERACIÓN DE SEPARACIÓN
Tamaño	Filtración, Microfiltración, Ultrafiltración, Diálisis, Separación de gases, Cromatografía de permeación gel
Presión de vapor	Destilación, Destilación por Membranas, Pervaporación
Punto de congelación	Cristalización
Afinidad	Extracción, Adsorción, Absorción, Ósmosis inversa, Separación de gases, Pervaporación
Carga	Intercambio iónico, Electrodialisis, Electroforesis
Densidad	Centrifugación
Naturaleza química	Membranas líquidas, complexometría

Las técnicas de membranas se utilizan por su capacidad de fraccionar selectivamente, y concentrar compuestos fenólicos de diferentes biomateriales, por ejemplo, el residuo de corteza del limón. Estas técnicas, combinadas entre ellas o con otras tecnologías de separación ofrecen oportunidades para recuperar eficientemente compuestos fenólicos sin perder su actividad y requiriendo poca energía [24].

3.4.1. Funcionamiento de las Técnicas de Membranas

Las membranas actúan como una barrera semipermeable y la separación ocurre porque la membrana controla el movimiento entre las fases de las moléculas. Las fases fluidas suelen ser miscibles y la barrera de la membrana impide el flujo de componentes específicos [24].

En la naturaleza se pueden encontrar membranas llamadas “membranas biológicas” que realizan intercambios entre las células y el medio exterior y son de poca aplicación industrial, sin embargo, también se pueden fabricar “membranas sintéticas” a partir de polímeros o compuestos inorgánicos capaces de emplearse con éxito en procesos industriales [25].

Las técnicas de membranas pueden utilizarse para distintos objetivos de separación [26]:

- **Concentración:** Hay un componente en bajas concentraciones en una disolución que se necesita eliminar.
- **Purificación:** Elimina impurezas de un disolvente.
- **Fraccionar:** Se separa una mezcla en dos o más componentes deseados.

Los procesos con membranas están caracterizados por tener un flujo que se divide en dos corrientes principales [27], tal y como se muestran en la Figura 3.6:

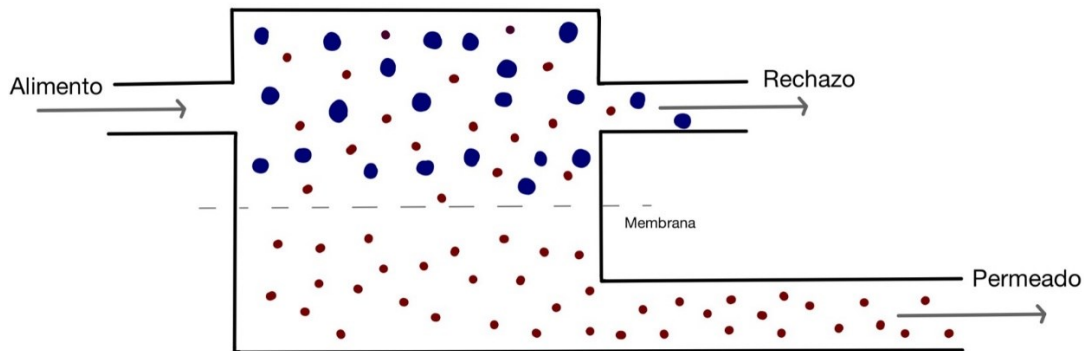


Figura 3.6 Esquema básico de separación por membranas

Estas corrientes son:

- **Alimento:** Corriente de entrada que contiene los solutos que se quiere separar.
- **Permeado:** Corriente de salida que contiene el disolvente y solutos que no han sido retenidos por la membrana.
- **Rechazo:** Corriente de salida donde están los solutos que no atraviesan la membrana.

Al realizar una concentración, la corriente con el producto deseado es la del permeado. Sin embargo, al purificar, tanto la corriente de rechazo como el permeado pueden tener el producto deseado dependiendo de la cantidad de impurezas que se deban eliminar [26].

Es importante mencionar que el rendimiento de la membrana se ve influenciada por el flux, la estabilidad química y térmica, así como la buena compatibilidad de los materiales con el medio ambiente [28].

3.4.2. Clasificación de las Membranas

Los procesos de separación se clasifican de acuerdo a la fuerza impulsora utilizada, el tamaño de las partículas que son capaces de retener y el mecanismo de operación. En líquidos, se tienen de mayor a menor tamaño de especie retenida: Microfiltración (MF), Ultrafiltración (UF), Nanofiltración (NF), y Osmosis Inversa [23, 24].

En la Tabla 3.3 se muestran las propiedades básicas de las técnicas de membranas y en la Figura 3.7 la representación de los procesos que tienen como fuerza impulsora la presión.

Tabla 3.3 Clasificación de Operaciones de Separación [24].

Proceso	Tamaño (μm)	Fuerza Impulsora	Aplicaciones principales
Microfiltración	0,2 – 10	Diferencia de Presión	<ul style="list-style-type: none"> • Eliminación de floculos que no sedimentan. • Etapa previa a la ultrafiltración.
Ultrafiltración	0,001 – 0,2	Diferencia de Presión	<ul style="list-style-type: none"> • Eliminación de grasas y aceites. • Pretratamiento del agua de mar para los procesos de ósmosis inversa.
Nanofiltración	0,005 – 0,0005	Diferencia de Presión	<ul style="list-style-type: none"> • Eliminación de azúcares, lactosa y iones polivalentes.
Ósmosis inversa	< 0,002	Diferencia de Presión	<ul style="list-style-type: none"> • Desalación de aguas salobres y de mar. • Eliminación de nitratos y boratos. • Eliminación de SD y contaminantes orgánicos de lixiviados de vertederos.
Dialisis	0,0005 – 0,2	Diferencia de Concentración	<ul style="list-style-type: none"> • Separaciones concretas en la industria textil
Electrodialisis	0,0005 – 0,1	Diferencia de Potencial Eléctrico	<ul style="list-style-type: none"> • Recuperación de metales. • Tratamiento de efluentes.

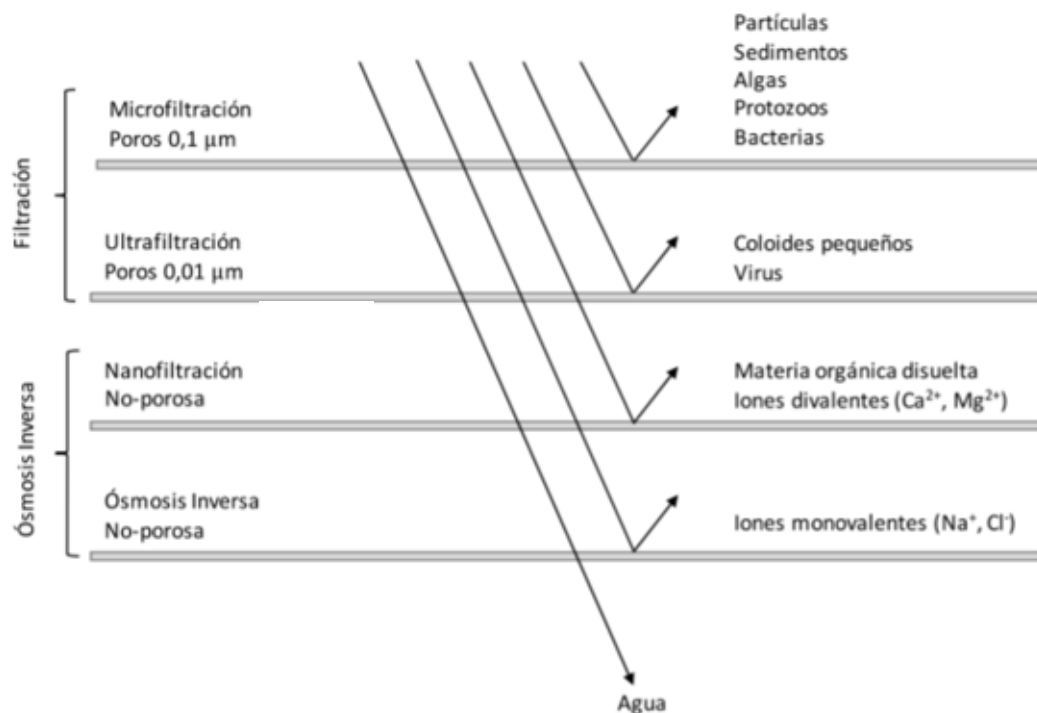


Figura 3.7 Niveles de separación en los procesos de membranas [24].

Los procesos donde la fuerza impulsora es la presión, consisten en emplear una bomba en la corriente del alimento para aumentar la presión, de manera que sea mayor que la corriente de permeado y se cree un gradiente de presión a través de la membrana [25].

En estos casos, tanto la fase del permeado como la del alimento son líquidas, por lo que son procedimientos adecuados para concentrar o purificar disoluciones acuosas diluidas, como es el extracto de polifenoles obtenido de un proceso de extracción sólido-líquido [25].

En la Tabla 3.4 se explican las diferencias entre los procesos.

Tabla 3.4 Comparación de procesos de membrana gobernados por la presión [25].

	Microfiltración	Ultrafiltración	Nanofiltración	Ósmosis Inversa
Principio en el que está basada la separación	Tamaño de partícula (Tamizado)	Tamaño de partícula (Tamizado)	Diferencias de solubilidad y difusividad, Tamaño de partícula, Carga	Diferencias de solubilidad y difusividad
Mecanismo de transferencia	Capilar	Capilar	Disolución – Difusión Capilar	Disolución – Difusión
Influencia de la presión osmótica	Despreciable	Despreciable	Moderada	Alta (5 – 25 bar)
Presión aplicada	0,2 – 2	2 – 10	10 – 40	15–25 (agua salobre) 40–80 (agua de mar)
Fluxes obtenidos (litro·m⁻²·h⁻¹)	>200	5– 200	20 – 80	5 – 40

3.4.3. Tipos de Membranas

Las membranas se pueden fabricar con materiales poliméricos, cerámicos o metálicos. Además, pueden ser molecularmente homogéneas, completamente uniformes en su composición y estructura, o pueden ser química o físicamente heterogéneas. Estas contienen agujeros o poros, de dimensiones finitas o con estructura en capas [29, 30].

Según su estructura física se pueden clasificar en membranas simétricas o anisotrópicas. Se explican a continuación y se muestran en el diagrama de la Figura 3.8.

Membranas Simétricas

Son membranas con estructura de poro isotrópica. Las membranas Microporosas tienen una distribución de diámetro de 0,001mm – 10mm, y se utilizan principalmente en Microfiltración y Ultrafiltración [30].

Las membranas densas son estructuras sin poros donde el paso de sustancias se debe a que los componentes de la solución se disuelven en la membrana y se difunden a través de ellas permitiendo la separación de moléculas o iones. Esta membrana se usa para técnicas de Osmosis Inversa y Nanofiltración [30].

Las membranas cargadas eléctricamente pueden ser porosas o densas, con restos aniónicos o catiónicos fijos en la estructura. La separación se realiza al evitar el paso a los componentes con carga igual a la de la membrana. Estas membranas se utilizan en los procesos de Electrodialisis [29, 30].

Membranas Anisótropas.

Membranas con estructura laminar o tubular donde el tamaño del poro, porosidad o la composición de la membrana cambia a lo largo de su espesor. Tienen una película delgada (densa o con poros muy finos) que soporta a una capa más gruesa y porosa, de manera que la primera es la responsable del proceso de separación y la segunda aporta la resistencia mecánica para soportar las condiciones de trabajo [30].

Ambas películas pueden ser del mismo material, como son las membranas de Loeb-Sourirajan, o con materiales distintos, membranas de tipo composite [30].

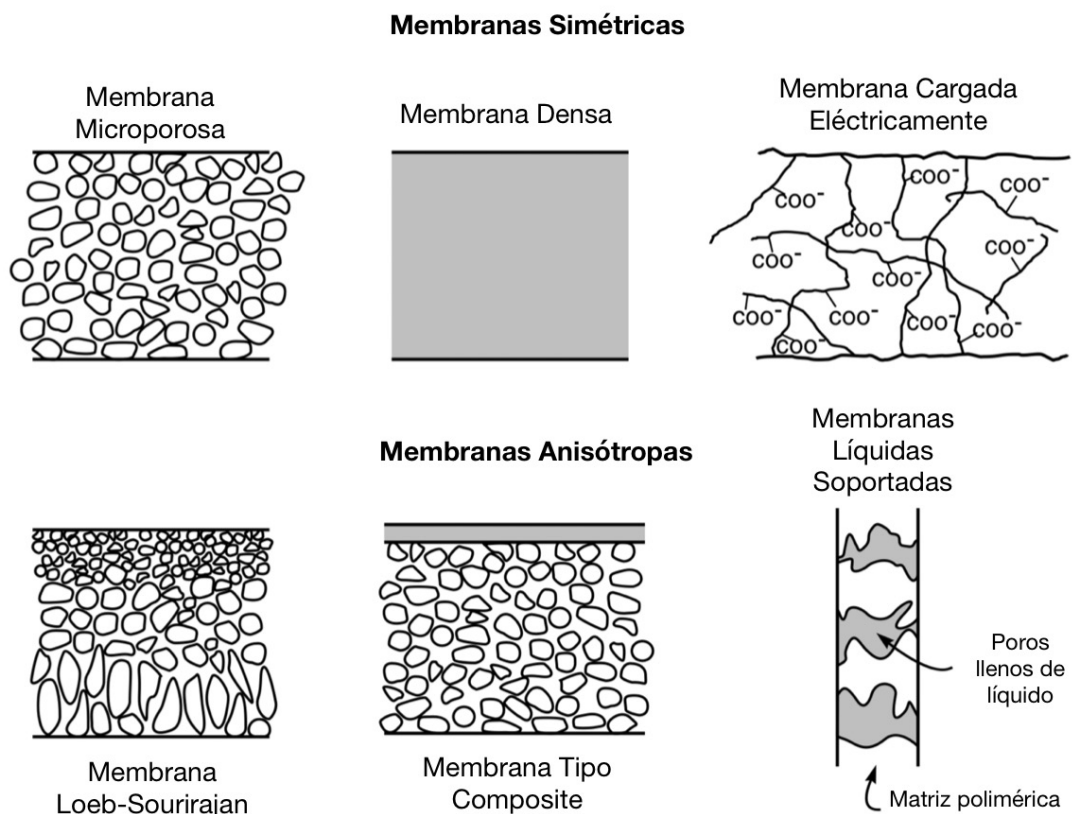


Figura 3.8 Diagrama de los principales tipos de membranas [29].

3.4.4. Configuraciones de Membrana

Para aplicar membranas en procesos de una industria a gran escala se unen en unidades pequeñas y compactas, denominadas módulos. En general, se necesitan sistemas de módulos ya sean de paso único o sistemas de recirculación [26].

Los distintos módulos que hay tienen configuraciones distintas, como se muestran en la Figura 3.9 y se explican a continuación:

- Configuración Plana: El alimento se introduce sobre las membranas en láminas horizontales separadas por espacios permeables que dirigen el flujo. Los sistemas de módulos con esta configuración más utilizados son el de Placas y Marcos y el Espiral [26].
- Configuración Tubular: La geometría de la membrana es tubular con distintas dimensiones dependiendo de si son: Tubulares ($\phi > 10\text{mm}$), Capilares ($0,5 < \phi < 10$) o de Fibras Huecas ($\phi < 0,5\text{mm}$) [26].

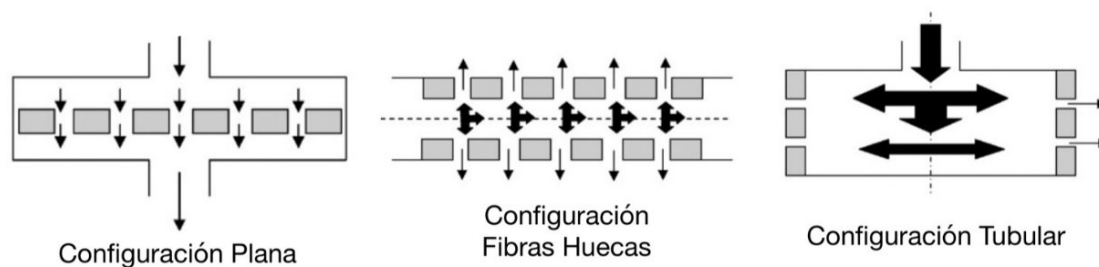


Figura 3.9 Diagrama de las configuraciones de membranas [31]

Las configuraciones de los módulos pueden ser los siguientes:

Placas y Marcos

Son los primeros sistemas de membranas que se utilizaron [26]. Tienen una disposición semejante al filtro-prensa donde la alimentación, impulsada por una bomba, circula por los espacios placa-membrana, concentrando el rechazo y permitiendo el flujo de permeado a través de las paredes de las membranas [31]. En la Figura 3.10 se puede observar un esquema simple de este sistema de módulos.

Enrolladas en Espiral

En estos sistemas se tiene una estructura compleja donde las paredes exteriores de una membrana enrollada forman espirales y se encuentran separadas por estructuras huecas que permiten que la alimentación pase a través de ellas y que el permeado fluya a través de las paredes de las membranas, Figura 3.11. Estos módulos suelen tener 20 cm de diámetro y 100 cm de largo con varias membranas enrolladas proporcionando una superficie de membrana de 1 - 2m³ [29, 31].

Tubulares

La estructura de un módulo tubular consiste en una carcasa de plástico o metal que contiene tubos de un papel poroso o fibra de vidrio que soportan la membrana, produciéndose un flujo de permeado a través de las paredes, Figura 3.12. Los módulos tubulares se suelen encontrar en los procesos de ultrafiltración [26, 29, 31].

Fibras Huecas

Tienen una estructura semejante a los intercambiadores de calor, se pueden tener 500 – 2000 membranas del tipo fibra hueca. En este módulo la alimentación puede circular por el interior o en dirección perpendicular a las fibras según el tipo de aplicación [31]. En la Figura 3.13 se puede ver un esquema de la estructura del sistema.

La elección del módulo y el sistema a utilizar se basa en el tipo de separación que se requiere, facilidad de limpieza, facilidad de mantenimiento, facilidad de operación, tamaño del sistema, escala y posibilidad de sustitución de la membrana cuándo sea necesario. Asimismo, un factor muy importante en la elección serán las condiciones económicas.

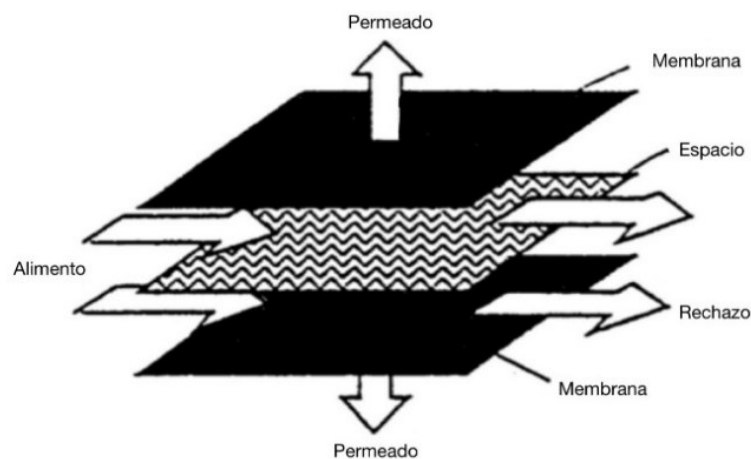


Figura 3.10 Estructura del módulo Placas y Marcos [26].

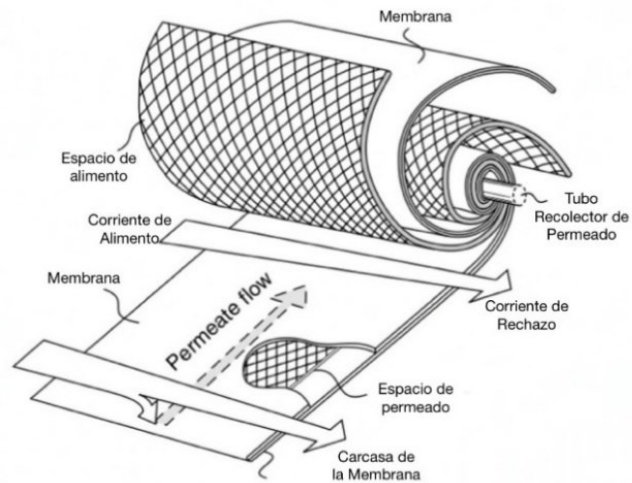


Figura 3.11 Diagrama del módulo en espiral [29].



Figura 3.12 Diseño típico del módulo de membranas tubular [29].

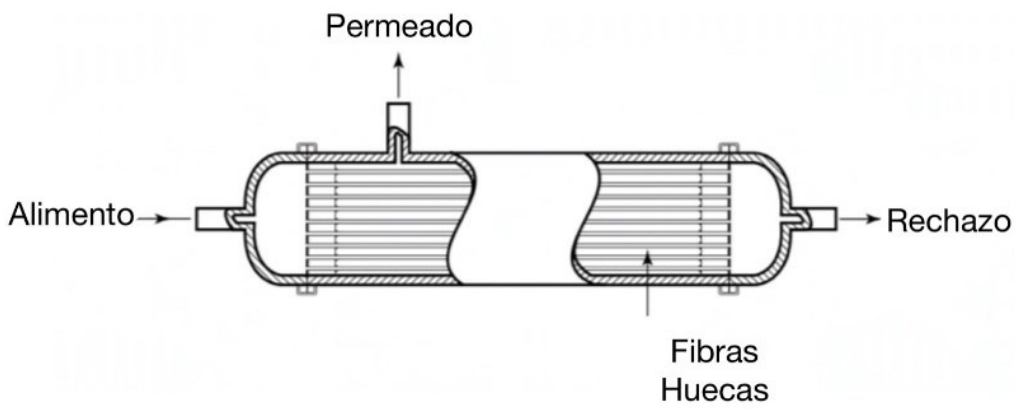


Figura 3.13 Esquema del módulo de fibras huecas [29].

En la Tabla 3.5 se muestran las características de las membranas empleadas en los procesos donde la presión es la fuerza impulsora.

Tabla 3.5 Características de las membranas utilizadas en procesos con diferencia de presión [25]

	Microfiltración	Ultrafiltración	Nanofiltración	Osmosis Inversa
Estructura de la membrana	Simétrica, asimétrica porosa	Asimétrica	Asimétrica	Asimétrica
Tamaño de poro (nm)	100 – 10000	1– 100	≈ 1	< 0,5
Espesor (µm)	10 – 150	150	150	150
Espesor de la capa activa (µm)	10 – 150	0,1 – 1	0,1 – 1	0,1 – 1
Material de la membrana	Materiales poliméricos o cerámicos	Polímeros: -polisulfona -poliacrilonitrilo Cerámicos: -óxidos de Zr -óxidos de Al	- Acetatos de celulosa - Poliamidas aromáticas - Polivinil alcohol	- Acetatos de celulosa - Poliamidas aromáticas

3.4.5. Fenómenos Limitantes

En procesos de separación con diferencia de presión como fuerza impulsora, el rendimiento disminuye con el tiempo. Además, se suele observar que el flujo a través de la membrana también disminuye con el tiempo. Este comportamiento se debe principalmente a los efectos de polarización de la concentración y al ensuciamiento [26].

Polarización por concentración

Consiste en el aumento de la concentración de moléculas de soluto en la superficie de la membrana. Por lo que lleva a los siguientes problemas:

- Aumenta el paso de soluto por la membrana.
- Peligro de precipitación de alguna sal sobre la membrana.
- Aumento de la presión osmótica (Aumentando el consumo energético y/o causando la rotura de la membrana).

Esta polarización de concentración reduce la diferencia de concentración, disminuyendo así su flujo y la selectividad de la membrana. Se puede evitar disminuyendo el flujo pero aumentando su velocidad. Este fenómeno afecta significativamente el rendimiento de la membrana en ósmosis inversa, pero también puede ser encontrado en membranas de Ultrafiltración, Electrodialisis y algunos procesos de Pervaporación [26, 29].

Ensuciamiento (fouling)

Es un fenómeno que consiste en la formación de costras en la superficie de la membrana por precipitación o deposición de partículas. Conlleva los siguientes problemas:

- Disminución en la productividad del permeado.
- Se necesita parar y limpiar la membrana periódicamente.

El ensuciamiento de la membrana es la principal causa de la disminución del flujo permeable y la pérdida de calidad del proceso. La causa y prevención de incrustaciones dependen en gran medida de la calidad de la corriente de alimentación, por lo que se deben de aplicar procedimientos de control adecuados, trabajar a concentraciones reducidas y presiones bajas, o bien, aumentando la temperatura y la turbulencia [26, 29].

Operaciones de Limpieza

Aunque se pueden llevar a cabo acciones para evitarse los fenómenos limitantes, siempre es importante que se tenga un método de limpieza. La frecuencia con la que se necesita limpiar se puede estimar a partir de la optimización del proceso.

A continuación, se definen los distintos métodos de limpieza [26].

1. *Limpieza hidráulica.*

Mediante un lavado a contracorriente (en procesos de MF y UF). Consiste en alternar la presurización y despresurización cambiando la dirección del flujo a una frecuencia dada. Después de un periodo de tiempo, la dirección del flujo del permeado se invierte, permeando el lado de la alimentación y eliminando la capa de suciedad dentro o en la superficie de la membrana.

- #### 2. *Limpieza mecánica.* (Aplicable solo a módulos tubulares utilizando esponjas).
- #### 3. *Limpieza química.*

Es el método más utilizado para la reducción del ensuciamiento, se pueden utilizar uno o varios compuestos químicos a la vez. La concentración del compuesto y el tiempo de limpieza son parámetros muy importantes. Se suelen utilizar ácidos, bases, detergentes, enzimas, desinfectantes, etc.

4. *Limpieza eléctrica.*

Consiste en aplicar un campo eléctrico que hace que las partículas o moléculas cargadas de la membrana se muevan en dirección del campo eléctrico, removiéndolas de la interfase. Es un método efectivo y no necesita interrumpir el proceso, pero es necesario un gasto energético.

3.4.6. Principios Básicos

Las características que definen el comportamiento de una membrana son las siguientes:

Flux o densidad de flujo [25]: La densidad de flujo volumétrico se entiende como el caudal que atraviesa a la membrana por unidad de área. Las unidades en las que se emplea son $\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$, $\text{litros} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{día}^{-1}$, $\text{litros} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$. En cambio, si se refiere a la densidad de flujo másico, se expresa en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ y para densidad de flujo molar, $\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$. Se calcula a partir del caudal de permeado (Q_p), el área transversal de la membrana, el coeficiente fenomenológico (A), la fuerza impulsora (X) y el espesor de la membrana (x).

$$J = \frac{Q_p}{\text{Área}} = -A \cdot \frac{dX}{dx} \quad (1)$$

Selectividad [25]: Permite cuantificar la capacidad separadora de la membrana, empleando los siguientes factores:

- *Índice de retención o coeficiente de rechazo de un componente.* Se calcula a partir de las concentraciones de componente en el alimento (C_a) y en el permeado (C_p) como:

$$\text{Rechazo}(\%) = \frac{C_a - C_p}{C_a} \cdot 100 = \left(1 - \frac{C_p}{C_a}\right) \cdot 100 \quad (2)$$

- *Conversión.* Se calcula a partir del caudal de permeado (Q_p) y caudal del alimento (Q_a).

$$\text{Conversión}(\%) = \frac{Q_p}{Q_a} \quad (3)$$

- *Factor de reducción de volumen (FRV).* Se calcula a partir del caudal de rechazo y caudal de alimento o a partir del volumen de rechazo y volumen de alimento.

$$\text{FRV} = \frac{Q_a}{Q_r} = \frac{V_a}{V_r} \quad (4)$$

- *Umbral de corte molecular.* Se define como el peso molecular que es retenido en alrededor de un 90% por la membrana.

4. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

El diseño de experimentos es la aplicación del método científico para que datos obtenidos experimentalmente puedan ser analizados mediante la estadística y así obtener respuestas válidas y objetivas [32].

Se utilizará el método de Superficie de Respuesta con el objeto de establecer las condiciones óptimas de operación para la extracción de polifenoles, mediante una extracción sólido-líquido.

Este método es un conjunto de técnicas matemáticas y estadísticas que permiten modelar y analizar aquellos problemas en los que una variable de interés es influenciada por otras. Se lleva a cabo utilizando el programa *Statgraphics Centurion* y se tiene en cuenta lo siguiente:

- La variable a optimizar o variable de respuesta es la concentración de polifenoles (PE).
- Los factores del proceso son dos:
 - El porcentaje de Etanol/Agua, donde el valor más bajo es de 15% y el más alto 85 %.
 - El tiempo de extracción, donde el valor más bajo es de 30 min y el más alto 120 min.
- Se realizan 10 ensayos, pues el tipo de diseño es factorial de 2 niveles más repetición del punto principal: $x\phi + \text{principal} = 22 + 1 = 10$ ensayos.

En la Tabla 4.1 se muestran los 10 ensayos a realizar obtenido por el programa *Statgraphics*.

Tabla 4.1 Diseño de Experimentos

Ensayo	Relación %EtOH/Agua	Tiempo (min)
1	0,5	75
2	15	30
3	15	120
4	50	12
5	50	139
6	50	75
7	50	75
8	85	30
9	85	120
10	99,5	75

4.1. Procedimiento Experimental

Para la realización de las extracciones se han utilizado limones.

Los reactivos que se necesitan son los siguientes:

- Etanol al 96% calidad para análisis de la casa comercial Panreac.
- Agua Destilada.
- Carbonato de Sodio al 7,5% en peso, preparado a partir del Carbonato Sódico de la casa comercial Panreac.
- Reactivo de Folin-Ciocalteu.

4.1.1. Acondicionamiento de las Muestras

Se quiere obtener una corteza de limón sin restos del fruto y sin impurezas, por lo que se comienza enjuagando todos los limones con agua destilada, y se exprimen para eliminar las vesículas de jugo. Utilizando un cuchillo se elimina completamente la pulpa de manera cuidadosa.

A continuación, se trocea y se deja en bandejas rectangulares de aluminio, como se muestra en la Figura 4.1. Es importante separar alrededor de 100 gramos de limón húmedo para facilitar la obtención del peso seco y la pérdida de humedad.

Seguidamente, se introducen las bandejas en la estufa a 70°C durante 72 horas, hasta obtener la corteza de limón deshidratada.



Figura 4.1 Troceado de la Corteza del Limón

4.1.2. Trituración y Tamizado de las Muestras

Las cortezas de limón deshidratado se trituran con un molinillo hasta tener un tamaño comprendido entre 2 y 1 mm, con el fin de aumentar la relación superficie/volumen. Para conseguir dicho tamaño de partícula, se pasan por un tamizador con tamices de luz de malla de 2 y 1 mm, tal y como se observa en la Figura 4.2.

Las partículas superiores a 2mm son reintroducidas en el molinillo para volver a ser trituradas hasta que todas las muestras tengan el tamaño deseado o menor. El polvillo, o muestras de tamaño menor a 1mm, se guarda para ser utilizado en otras aplicaciones.

Finalmente, las muestras trituradas y tamizadas se guardan en un recipiente cerrado herméticamente.



Figura 4.2 Tamizado del Residuo

4.1.3. Sistema de Extracción

La extracción de polifenoles se lleva a cabo mediante un sistema de extracción sólido-líquido. En primer lugar, se monta el equipo de calefacción y agitación, con una velocidad media y a 35°C. Para ello, se prepara un baño termostato con la finalidad de controlar mejor la temperatura del proceso de extracción.

A continuación, en un matraz Erlenmeyer se introducen los gramos de corteza seca y de disolvente, en una proporción 1:8. Por lo que en cada ensayo se introducen 5g de corteza y 40 g de disolvente. Este disolvente está compuesto por una determinada cantidad de gramos de etanol y agua tal y como se muestra en la Tabla 4.2. Posteriormente, se introduce en el baño termostatado a la temperatura de trabajo (35°C).

Finalmente, se deja el matraz en el baño termostatado durante el tiempo establecido en la Tabla 4.2 y posteriormente se separa el extracto mediante un sistema de filtración a vacío.

El montaje del sistema de extracción se puede ver en la Figura 4.3.

Tabla 4.2 Cantidades de Etanol y Agua de los Ensayos

Ensayo	%EtOH/Agua	Tiempo (min)	Gr EtOH	Gr Agua
1	0,5	75	0.20	39,79
2	15	30	6	34
3	15	120	6	34
4	50	11,36	20	20
5	50	138,64	20	20
6	50	75	20	20
7	50	75	20	20
8	85	30	34	6
9	85	120	34	6
10	99,5	75	39,79	0,20

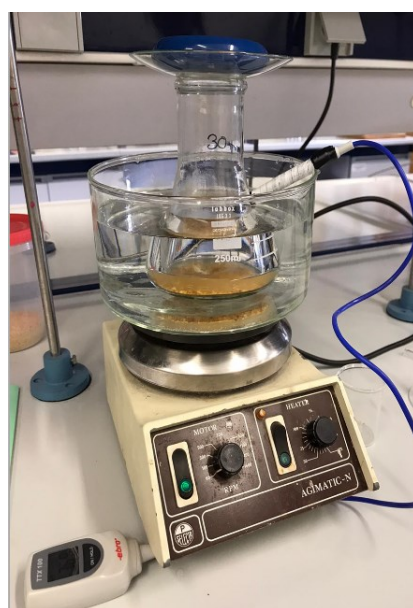


Figura 4.3 Montaje del Sistema de Extracción Sólido-Líquido

4.1.4. Purificación del Extracto

Mediante un sistema de filtración a vacío como el que se muestra en la Figura 4.4, de tamaño de poro de 1,2 micras, se separa el extracto en forma líquida y el refinado sólido. Posteriormente, la muestra extracto se traspa a un vial como el de la Figura 4.5 y se lleva a la centrífuga a 8000 rpm durante 10 minutos a 21°C, para eliminar aquellas impurezas que no haya retenido el filtro

Las muestras centrifugadas se conservarán en un recipiente hermético y se conservan en el congelador para su posterior análisis.



Figura 4.4 Montaje del Sistema de Filtración a Vacío



Figura 4.5 Extracto de la Corteza del Limón

4.1.5. Determinación de las Analíticas

Las analíticas de las muestras extracto, se realizan mediante el ensayo de Folin-Ciocalteu, el cual se utiliza para la medida del contenido de compuestos fenólicos totales en productos vegetales. Este análisis se basa en que los polifenoles reaccionan con el reactivo de Folin-Ciocalteu, a pH básico, dando lugar a una coloración azul susceptible de ser determinada con un espectrofotómetro a una longitud de onda de máxima absorción de 765 nm [5].

Este reactivo contiene una mezcla de wolframio sódico y molibdato sódico en ácido fosfórico. El ácido fosfomolibdico-fosfotúngstico, formado por las dos sales en el medio ácido, da un color amarillo, y al ser reducido por los grupos fenólicos, tiene lugar el complejo de color azul intenso, permitiendo la medida del contenido de polifenoles por una cuantificación espectrofotométrica en base a una recta patrón de ácido gálico. Esto se debe a la transferencia de electrones a pH básico que reduce al reactivo de manera proporcional al número de grupos hidroxilo de la molécula [33].

Para el análisis de polifenoles totales se diluye cada extracto en proporción 1:50 en un matraz aforado de 50 ml.

En otro matraz, se preparan los reactivos. Por una parte está el reactivo de Folin-Ciocalteu, el cual se diluye 10 veces y cubriéndolo con papel aluminio ya que es un reactivo fotosensible. Por otra parte, se prepara una disolución de Carbonato de Sodio al 7.5% en peso.

Este paso se puede observar en la Figura 4.1.

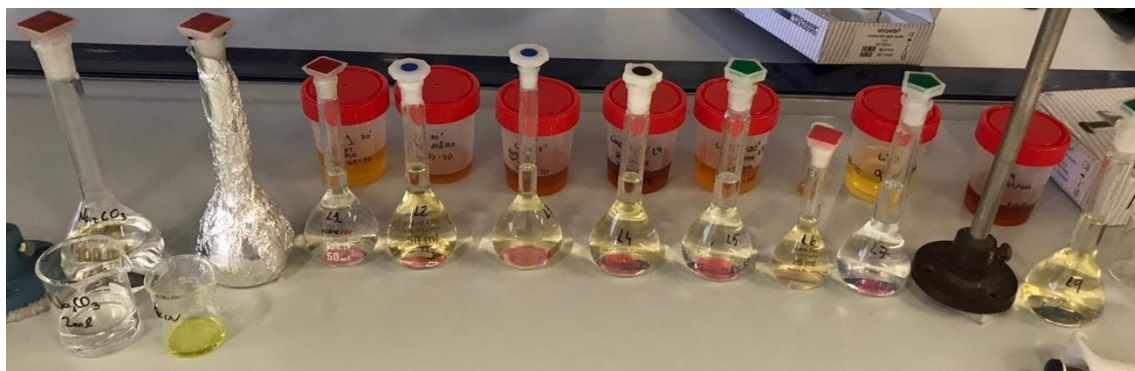


Figura 4.1 Ensayos para la Determinación de Analíticas

A continuación, en unos viales se echan 0,5ml de la dilución del extracto, 2ml del Na_2CO_3 y otros 2,5ml del reactivo de Folin. Además, se tiene que preparar un blanco con los mismos reactivos y agua destilada en lugar del extracto.

Finalmente, se llevan todas las analíticas a un espectrofotómetro y se mide su absorbancia a una longitud de onda máxima de absorción de 765 nm.

5. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

5.1. Humedad de la Corteza del Limón

En la preparación de las muestras se introdujo las cortezas de limón húmedo en la estufa y a partir de los pesos se puede obtener la pérdida de humedad.

Considerando que las bandejas pesan 2,92gr y 2,95gr, las masas son las siguientes:

Masas de las cortezas del limón húmedo:

$$m_{humeda1} = 38,82gr$$

$$m_{humeda2} = 37,818gr$$

Masas de las cortezas del limón deshidratado:

$$m_{deshidratada1} = 5,73gr$$

$$m_{deshidratada2} = 6,02gr$$

Obtención del porcentaje de humedad:

$$\%humedad = \frac{m_{humeda} - m_{deshidratada}}{m_{humeda}}$$

$$\%humedad1 = 85,24 \%$$

$$\%humedad2 = 84,08 \%$$

Por lo que el porcentaje de humedad en la corteza del limón es de 84,66 %.

5.2. Resultados de Absorbancia y Cálculo de la Concentración de Polifenoles

Una vez conocida la absorbancia de las muestras, se tiene la Tabla 5.1.

Tabla 5.1 Valores de absorbancia a λ_{\max} de 765 nm

Ensayo	Absorbancia	Absorbancia sin blanco
1	0,510	0,482
2	0,417	0,381
3	0,617	0,596
4	0,311	0,282
5	0,453	0,425
6	0,475	0,446
7	0,568	0,547
8	0,162	0,134
9	0,234	0,205
10	0,072	0,043

Dependiendo del día que se realizó el ensayo, los blancos de extracto poseen una absorbancia de 0,03 o 0,02.

Para poder realizar el cálculo de la concentración de polifenoles, se emplea la Recta de Calibrado de la Figura 5.1 y los datos de la Tabla 5.2.

Tabla 5.2 Recta de Calibrado en mgGAE/ml

Ensayo	Absorbancia	Absorbancia sin blanco
0,02	0,19	0,19
0,05	0,49	0,48
0,10	0,92	0,92
0,20	1,85	1,84

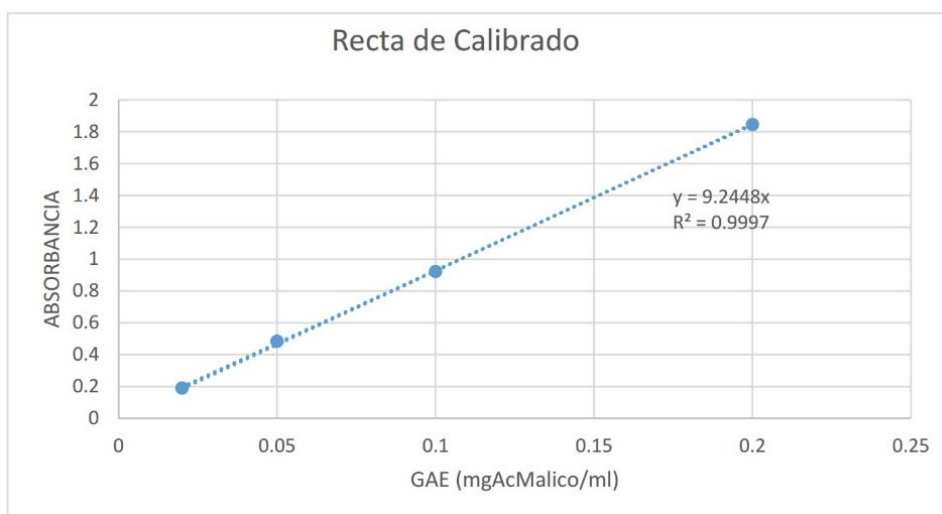


Figura 5.1 Recta de Calibrado

De esta manera se obtiene la evolución de la cantidad de polifenoles equivalentes de ácido gálico obtenidos respecto los gramos de corteza seca en función de los parámetros tiempo y porcentaje de etanol en el disolvente. Los valores de absorbancia se miden a una longitud máxima de onda de 765 nm para cada muestra, observándose que, a menor porcentaje de etanol, mayor absorbancia se obtiene.

Por otra parte, al observar el porcentaje de etanol de la muestra, se concluye que, a mayor porcentaje, se consigue una absorbancia mayor, y de la misma forma con el tiempo, puesto que a mayor tiempo de ensayo, la absorbancia también es más alta.

Con la ecuación de la intersección se puede obtener el valor de mg Ac. Gálico/ml de los ensayos, como se muestra en la Tabla 5.3.

$$\frac{mgGAE}{ml} = \frac{Absorbancia}{9,2448}$$

Tabla 5.3 Resultados del Cálculo para Obtener los mg Ac. Gálico/ml

Ensayo	Absorbancia Sin blanco	mg Ac.Gálico/ml
1	0,482	0,051
2	0,381	0,041
3	0,596	0,064
4	0,282	0,029
5	0,425	0,045
6	0,446	0,047
7	0,547	0,058
8	0,134	0,013
9	0,205	0,021
10	0,043	0,003

Como lo que se quiere obtener es mg Ac.Gálico/gr Corteza seca, se debe tener en cuenta que para la absorbancia se diluye el extracto a 1:50.

$$\frac{mgGAE}{ml} \cdot \frac{50ml}{1ml} \cdot \frac{ml\ disolución}{5gr\ corteza\ seca}$$

Los ml de disolución se obtuvieron a partir del siguiente cálculo:

$$ml\ disolución = \rho\ agua * \%agua + \rho\ EtOH * \% EtOH$$

Donde la densidad del agua es de 1g/ml y la del etanol es 0,79 g/ml.

Por lo que finalmente se obtienen los resultados de la Tabla 5.4.

Tabla 5.4 Polifenoles en mg Ac. Gálico/ gr Corteza Seca

Ensayo	mg Ac.Gálico/ml	ml disolución	mg Ac.Gálico/gr Corteza seca
1	0,05118	40,0422	20,4925
2	0,04102	41,3009	16,9418
3	0,06365	41,3009	26,2876
4	0,02939	44,6927	13,1368
5	0,04495	44,6927	20,0889
6	0,04729	44,6927	21,1332
7	0,05831	44,6927	26,0604
8	0,01312	48,6914	6,3863
9	0,02094	48,6914	10,1952
10	0,00327	50,5653	1,6549

Finalmente, según los resultados de la Tabla 5.4, los valores más altos se obtienen en los ensayos de 50% EtOH durante 75 minutos y 15 % EtOH durante 130 minutos.

5.3. Determinación de Analíticas

Como se ha explicado en el apartado de Diseño de Experimentos de la Metodología Experimental, se aplicará el método de Superficie de Respuesta, definiendo los valores de la variable de respuesta, es decir, la concentración de polifenoles extraídos (mg Ac.Gálico/g Corteza Seca) y se obtienen los siguientes resultados.

5.3.1. Coeficiente de Regresión

Mediante el coeficiente de regresión se genera la ecuación que describe las relaciones entre las variables de tiempo y porcentaje de etanol. La ecuación de regresión que se ha ajustado a los datos es la siguiente.

$$\text{Polifenoles Extraídos} = 3,88583 + 0,364106 * \% \text{ de Etanol/Agua} + 0,345914 * \text{Tiempo de extracción} - 0,00488505 * \% \text{ de Etanol/Agua}^2 - 0,000878873 * \% \text{ de Etanol/Agua} * \text{Tiempo de extracción} - 0,00158746 * \text{Tiempo de extracción}^2$$

El programa *Statgraphics* ajusta los datos experimentales a una ecuación cuadrática con los valores siguientes:

Tabla 5.5 Coeficiente de Regresión

Coeficiente	Estimado
Constante	3,88583
%Etanol (A)	0,364106
Tiempo (B)	0,345914
AA	-0.00488505
AB	-0.00087887
BB	-0.00158746

5.3.2. Análisis de Varianza

En el análisis de la varianza, conocido como ANOVA, se estudia el contraste de cada hipótesis expuesta en la ecuación de obtención de polifenoles extraídos, es decir, se estudia si la ecuación es correcta. Por ende, se observarán los valores de la Razón F y el valor P.

La razón F sirve para observar la significancia de los términos obtenidos y del propio modelo, detallándose que, a mayor valor, más significativo es el término. Mientras que el valor P mide la probabilidad de hipótesis nula, detallándose que, a menores valores, más significativos son.

Tabla 5.6 Análisis de Varianza

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:% etanol	354,955	1	354,955	88,85	0,0007
B:tiempo	66,0477	1	66,0477	16,53	0,0153
AA	163,705	1	163,705	40,98	0,0031
AB	7,66432	1	7,66432	1,92	0,2383
BB	47,2403	1	47,2403	11,82	0,0263
Error Total	15,9805	4	3,99513		
Total (corr.)	610,718	9			

R-cuadrada = 97,3833 por ciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 94,1125 por ciento

Error estándar del est. = 1,99878

Error absoluto medio = 0,943032

Estadístico Durbin-Watson = 2,0745 (P=0,7251)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0,256535

En este caso se observa una R cuadrada muy alta y un error bajo, por lo que la ecuación obtenida es adecuada para estudiar mg de polifenoles/g corteza seca. Además, el porcentaje de etanol es el término más significativo en base a la razón F y Valor P.

5.3.3. Gráfico de Pareto

Mediante el diagrama de Pareto, se observa el resultado de la ecuación de regresión, permitiendo el análisis de los parámetros controlados que afectan al sistema.

En la Figura 5.2, la línea vertical azul es la línea de significancia, de tal forma que todo parámetro que traspase dicha línea es significativamente importante. Si es de color gris, entonces su influencia afecta positivamente, y si es de color azul, su influencia será negativa en el proceso de extracción.

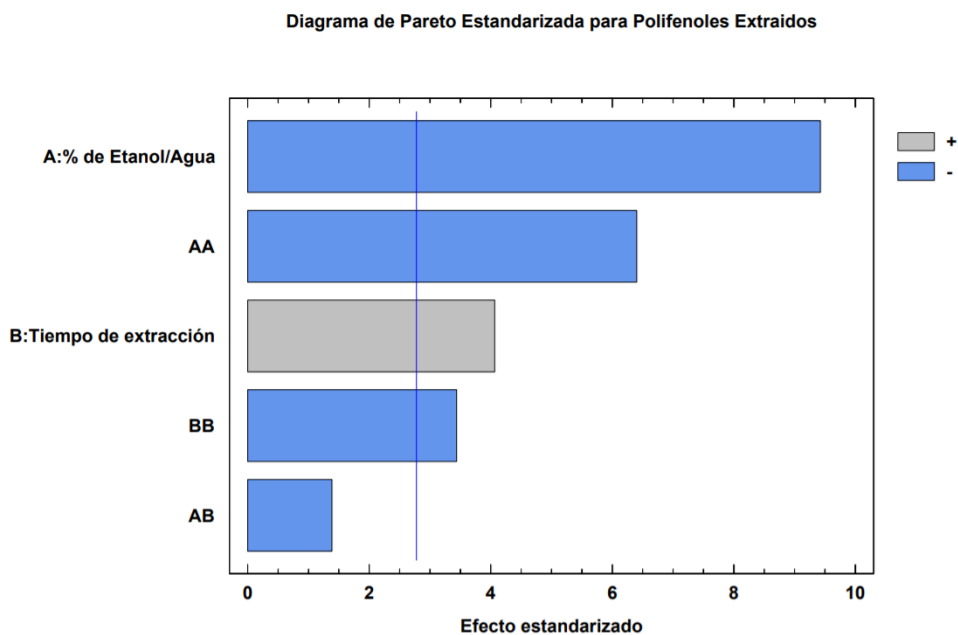


Figura 5.2 Diagrama de Pareto

Como se puede observar, las líneas del porcentaje de etanol (A), %Etanol² (AA) y tiempo² (BB) son azul y traspasan la línea de significancia, por lo que influyen negativamente para obtener la máxima concentración y la línea del tiempo (B) también traspasa la línea de significancia pero afecta positivamente. Estos valores no se pueden despreciar.

5.3.4. Gráfico de Efectos Principales

El gráfico de efectos principales, muestra en 2D el efecto del tiempo y porcentaje de etanol en la obtención de la máxima concentración de polifenoles extraídos.

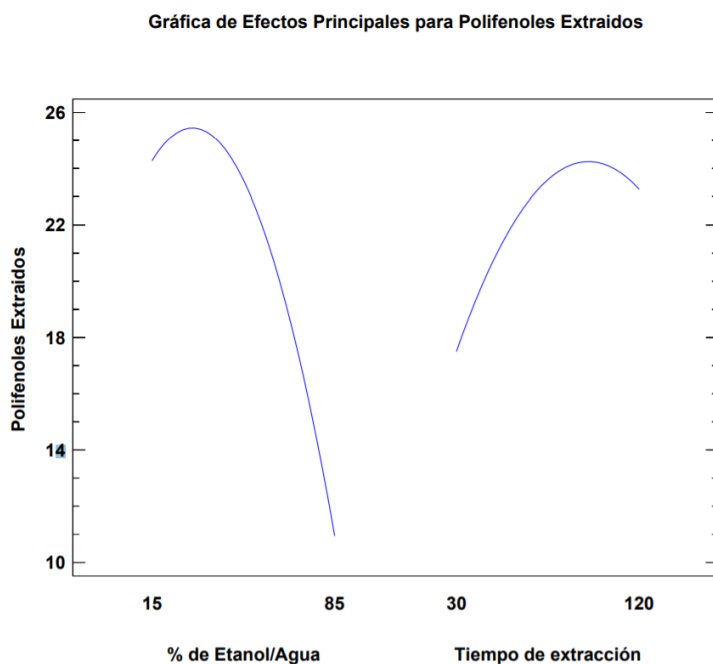


Figura 5.3 Gráfico de Efectos Principales para la Concentración de Polifenoles

Mediante las dos parábolas de la Figura 5.3 se puede deducir que a porcentajes de etanol altos y a tiempos muy altos y muy bajos, la concentración de polifenoles será mínima, mientras que alrededor de un ~30% de Etanol durante ~100 minutos se tendrá el mejor valor de polifenoles.

5.3.5. Gráfico de Superficie de Respuesta Estimada

De manera similar al gráfico anterior, en la Figura 5.4 se muestran los puntos experimentales en una representación 3D de la ecuación cuadrática.

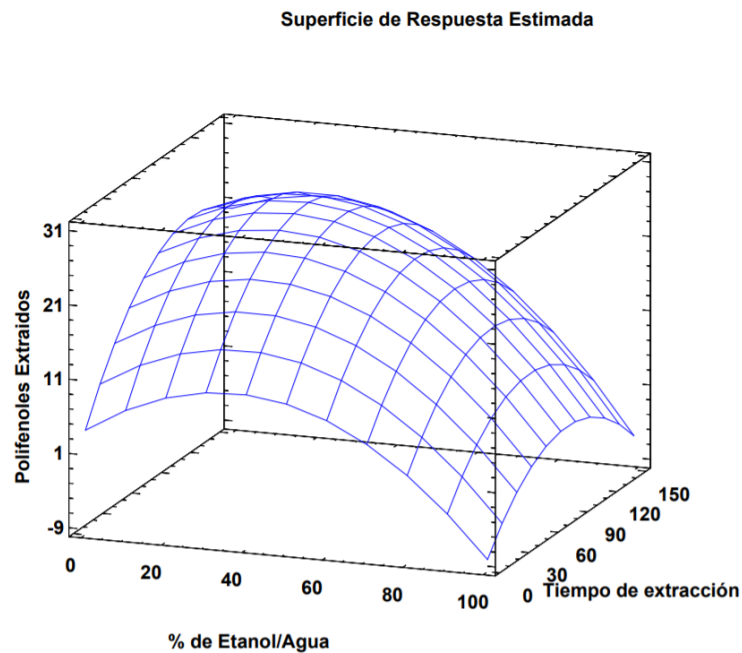


Figura 5.4 Gráfico de Superficie de Respuesta Estimada

Se puede observar que ni a tiempos bajos ni a tiempos altos hay una buena concentración de polifenoles. Por tanto, el valor óptimo se encuentra, entre los valores de 90 y 120 minutos y el porcentaje de etanol alrededor de 30 a 50%.

5.3.6. Respuesta Óptima

Finalmente, se determina el punto óptimo para cada variable, donde la meta es maximizar la concentración de polifenoles

Tabla 5.7 Respuesta Óptima

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
%EtOH	0,502525	99,4975	28,1695
Tiempo	11,3604	138,64	101,148

El valor óptimo es de 26,51 mg Ac. Gálico/gr Corteza Seca.

6. DISEÑO DE LA INSTALACIÓN

En este apartado se propone el diseño de una planta piloto para la extracción y concentración de los polifenoles mediante dos etapas, la extracción de polifenoles y la concentración.

6.1. Dimensionamiento de la instalación

6.1.1. Primera Etapa: Extracción de Polifenoles

La primera etapa consiste en la extracción de los polifenoles de un residuo de 2,5 toneladas de corteza de limón como materia prima.

En primer lugar, como el objetivo es obtener una corteza de limón sin impurezas, se enjuaga el residuo con agua y se lleva a la siguiente etapa, donde se trocea y se introduce en una estufa a 70°C durante una semana para obtener una corteza de limón deshidratada.

Por el ensayo experimental, se sabe que, en el proceso de preparación de la corteza, limpieza y secado, se pierde alrededor del 85% del peso, por lo tanto, realmente de las 2,5 toneladas de residuo, se van a tratar unos 375kg de corteza seca

$$2500 \frac{\text{kg}}{\text{día}} \cdot 15\% = \frac{375 \text{ kg de corteza seca}}{\text{día}}$$

A continuación, la corteza del limón deshidratado se tritura y tamiza hasta conseguir partículas de un tamaño entre 2 y 1 mm, con el fin de aumentar el área superficial.

Las porciones mayores a 2 mm se vuelven a triturar y las menores a 1 mm se recogen y se gestionan en la bolsa de subproductos. Esto conlleva un rendimiento de la operación del 90%.

Seguidamente, se realiza a extracción sólido-líquido durante 100 minutos con el disolvente, que consta de 30% EtOH y 70% Agua.

Inicialmente se tratarán 375 kg de corteza seca al día.

Debido a que la relación entre sólido y disolvente es 1:8, es decir que se necesitan 8 kg de disolvente por kilo de extracto seco, se calcula el volumen de disolvente utilizado por carga.

$$375 \frac{\text{kg}}{\text{día}} \cdot 8 = \frac{3000 \text{ kg de disolvente}}{\text{día}}$$

$$\rho \text{ disolución} = \rho \text{ agua} \cdot \% \text{ agua} + \rho \text{ EtOH} \cdot \% \text{ EtOH}$$

$$\rho \text{ disolución} = 1 \text{ kg/L} \cdot 70\% + 0,79 \text{ kg/L} \cdot 30\%$$

$$\rho \text{ disolución} = 0,94 \text{ kg/L}$$

$$3000 \frac{\text{kg}}{\text{día}} \cdot \frac{1 \text{ L}}{0,94 \text{ kg}} = 3191,49 \text{ L/día}$$

Por lo tanto, se necesitará un volumen de 3,19 m³/día de disolvente y el volumen exacto de cada uno es el siguiente:

$$\text{Volumen Etanol} = 3191,49 \text{ L/día} \cdot 28\% = 893,62 \text{ L/día}$$

$$\text{Volumen Agua} = 3191,49 \text{ L/día} \cdot 72\% = 2297,87 \text{ L/día}$$

Para finalizar la etapa, el extracto se pasa por un filtro prensa donde la torta se recoge y se lleva a gestión.

Por cada 50 g de corteza que entran al proceso de extracción, se obtienen 300 ml de extracto, a partir de esto, se puede calcular la cantidad de alimento obtenido tras filtrar.

$$375 \frac{\text{kg corteza seca}}{\text{día}} \cdot \frac{0,3 \text{ L}}{0,05 \text{ Kg}} = 2250 \frac{\text{L extracto}}{\text{día}} = 2,2 \text{ m}^3/\text{día}$$

Este extracto se mantendrá almacenado en un tanque refrigerado en dos depósitos de 1m³ y de ahí se tratará la cantidad de 2 m³/día con una concentración de polifenoles totales de alrededor de 26,51 mg Ácido Gálico/g Corteza Seca o 1,62 g GAE/L.

$$26,51 \frac{\text{mg GAE}}{\text{g corteza seca}} \cdot \frac{1 \text{ g corteza seca}}{8 \text{ g disolución}} \cdot 0,49 \frac{\text{g}}{\text{L}} = 1,62 \frac{\text{mg GAE}}{\text{ml}} = 1,62 \frac{\text{g GAE}}{\text{L}}$$

6.1.2. Segunda Etapa: Concentración de Polifenoles

La concentración de los Polifenoles se llevará a cabo bombeando el caudal a un sistema de prefiltrado conformado por una batería de cartuchos para obtener el extracto clarificado, después se realizará una Ultrafiltración para la eliminación de los sólidos en suspensión, seguida de una Nanofiltración para la eliminación de agua, azúcares y minerales, con el fin de obtener una corriente con los polifenoles concentrados.

ULTRAFILTRACIÓN

Para este trabajo se decide consultar los parámetros publicados en un Trabajo de Fin de Máster sobre el “Estudio de la viabilidad técnica y económica de una instalación de membranas para la eliminación de contaminantes emergentes de salida de EDARU” [34].

En la Tabla 6.1 se muestran las especificaciones de la membrana de Ultrafiltración que se utilizará en la planta piloto.

Tabla 6.1. Especificaciones de Trabajo de las Membranas de Ultrafiltración [34].

Casa comercial	Tami Industries (Francia)
Configuración	Tubular
Material	TiO ₂ – ZrO ₂
Dimensión del módulo (mm)	25 × 1178
Presión (bar)	4
Temperatura máxima (°C)	250
pH	10
Diámetro hidráulico (mm)	6
Área de membrana efectiva (m ²)	0,2
Número de canales	8
Densidad de flujo óptima Jp _{60%} (L/m ² ·h)	33,661
Factor de Reducción de Volumen	2,5
Corte de peso molecular nominal (kDa)	1

Se elige este tipo de membrana, debido a que en otras publicaciones consultadas se utilizan para la concentración de polifenoles, membranas de bajo corte molecular, en nuestro caso de 1kDa. Estas membranas alcanzan unos porcentajes de rechazo cercanos al 73,73% [35].

Como el caudal del alimento es de 2000L/d, el caudal a tratar en la instalación cada día, teniendo en cuenta 4 horas para la limpieza de las membranas, es el siguiente:

$$Q_{alimento} = 2000 \frac{L}{día} \cdot \frac{1 día}{20 h} = 100 L/h$$

Conocido el caudal de alimento de la instalación y fijando un rendimiento a obtener de 50%, se obtiene el caudal de permeado de la planta piloto mediante la ecuación (3), así como el caudal de rechazo, según la ecuación (4) del apartado de Principios Básicos de las membranas

$$Y(\%) = \frac{Q_{permeado}}{Q_{alimento}} \quad (3)$$

$$Q_{permeado} = Q_{alimento} \cdot Y$$

$$Q_{permeado} = 100 \frac{L}{h} \cdot 60\% = 60L/h$$

$$FRV = \frac{Q_{alimento}}{Q_{rechazo}} \quad (4)$$

$$Q_{rechazoUF} = \frac{Q_a}{FRV}$$

$$Q_{rechazoUF} = \frac{100 \frac{L}{h}}{2.5} = 40 \frac{L}{h}$$

De manera que trabajando con las condiciones especificadas en la Tabla 6.1, se obtiene el área total de membrana necesaria para la instalación siguiendo la ecuación (1).

$$A_{Total\ membrana} = \frac{Q_{permeado}}{Densidad\ de\ flujo} \quad (1)$$

$$A_{Total\ membrana} = \frac{60\ L/h}{33,661\ L/m^2h} = 1,78m^2$$

Como la membrana seleccionada ofrece un área de membrana efectiva de 0,2m², se necesitarán 8 membranas.

$$no.\ membranas = \frac{A_{Total\ membranaUF}}{A_{membrana}}$$

$$no.\ membranas = \frac{1,78\ m^2}{0,2\ m^2} = 8,9 \approx 9\ membranas$$

Teniendo en cuenta los cartuchos que ofrece el fabricante de membranas, se decide utilizar tres cartuchos de tres membranas, de manera que se tienen 9 membranas, y se procede a calcular el área total real y el caudal de permeado que se obtendrá.

$$A_{Total\ membranaUF} = 9 \cdot 0,2m^2 = 1,8m^2$$

$$Q_{permeadoUF} = 33,661 \frac{L}{m^2h} \cdot 1,8m^2 = 60,58 \frac{L}{h}$$

Finalmente, si la concentración inicial es de 1,62gGAE/L y el factor de concentración de la membrana es de 2,5, se obtiene la concentración final de la etapa de Ultrafiltración:

$$FC_{UF} = \frac{C_{rechazoUF} \cdot V_{rechazoUF}}{C_{alimento} \cdot V_{alimento}} = \frac{C_{rechazoUF} \cdot (V_{alimento} \cdot 50\%)}{C_{alimento} \cdot V_{alimento}}$$

$$C_{rechazoUF} = \frac{FC_{UF} \cdot C_{alimento}}{60\%} = \frac{2,5 \cdot 1,62}{60\%} = 6,75\ g/L$$

En la misma etapa de UF, se trabajará a retorno casi total del rechazo al tanque de alimentación, hasta obtener la conversión establecida 6,75 g/L. En este tipo de sistemas el ensuciamiento de la membrana debe de estar muy controlado, por lo que es fundamental la etapa de limpieza para la recuperación de parámetros permeselectivos.

Para los protocolos de limpieza de las membranas, siguiendo las recomendaciones del fabricante (Tami Industries) y el método estándar de regeneración, se necesitará realizar diferentes tipos de limpiezas:

- Limpieza por enjuague con agua destilada, a $T=25-40^{\circ}\text{C}$ durante 30 min.
- Limpieza alcalina con hidróxido de sodio, 15-20g/L, a $T=85^{\circ}\text{C}$, durante 30min.
- Limpieza ácida con ácido nítrico, 5mL/L, a $T=50^{\circ}\text{C}$, durante 15min.

De manera que se tendrá en cuenta estos protocolos de limpieza en el diseño de la instalación y se diseñarán los tanques adecuados para llevarla a cabo.

NANOFILTRACIÓN

De manera análoga, para la etapa de nanofiltración se ha decidido consultar los parámetros publicados en el “Estudio de la viabilidad técnica y económica de una instalación de membranas, para la eliminación de contaminantes emergentes de salida de EDARU” [34].

En la Tabla 6.2 se muestran las especificaciones de la membrana SeIRO MPS-34 4040 A2X de Nanofiltración que se utilizará en la planta piloto.

Tabla 6.2. Especificaciones de Trabajo de las Membranas de Nanofiltración [34].

Casa comercial	Koch membrane systems
Configuración	Enrollamiento en Espiral
Material	Policloruro de vinilo clorado (CPVC)
Dimensión del módulo (mm)	99 × 1016
Presión (bar)	8
Temperatura máxima ($^{\circ}\text{C}$)	50
pH	10
Caudal de trabajo ($\text{m}^3/\text{día}$)	6
Área de membrana efectiva (m^2)	5,6
Espaciador (mm)	0,8
Densidad de flujo óptima $J_{p\ 80\%}$ ($\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}$)	8,36
Factor de Reducción de Volumen	2
Corte de peso molecular nominal (Da)	200

Se ha considerado una membrana de corte molecular cercana a la Osmosis Inversa, de 200Da, para asegurarnos un porcentaje de rechazo a los polifenoles de un 95%.

Al terminar la etapa de ultrafiltración se habría acumulado el rechazo en un tanque, y de ahí se alimenta a la etapa de nanofiltración. Para que ambos procesos fluyan a una velocidad similar, el caudal a tratar será similar al obtenido mediante la etapa de ultrafiltración, por lo que el caudal a tratar en esta etapa es aproximadamente de 33,33 L/h. De manera que fijando un rendimiento a obtener de 80%, se obtiene el caudal de permeado mediante la ecuación (3), así como el caudal de rechazo, según la ecuación (4).

$$Q_{\text{permeadoNF}} = 40 \frac{\text{L}}{\text{h}} \cdot 80\% = 32 \text{ L/h}$$

$$Q_{\text{rechazoNF}} = \frac{40}{2} = 20 \frac{\text{L}}{\text{h}}$$

Trabajando con las condiciones especificadas en la Tabla 6.1, se obtiene el área total de membrana necesaria para la instalación siguiendo la ecuación (1).

$$A_{Total\ membranaNF} = \frac{32\ L/h}{8,36\ L/m^2h} = 3,83m^2$$

Como la membrana seleccionada ofrece un área de membrana efectiva de 5,6m², se puede trabajar con una sola membrana.

De manera que, si la concentración de entrada a la membrana de Nanofiltración es la establecida en la etapa anterior, 8,1g/L, y el factor de concentración de la membrana es de 2, se obtiene la concentración final de la etapa de Ultrafiltración:

$$C_{rechazoNF} = \frac{FC_{NF} \cdot C_{rechazoUF}}{50\%} = \frac{2 \cdot 8,1}{80\%} = 20,25\ g/L$$

Así mismo, en la misma etapa de NF, se debe tener en cuenta el proceso de limpieza de membranas, por lo que siguiendo las recomendaciones del fabricante (Kosh membrane systems) del método estándar de regeneración, se necesitará:

- Enjuague con agua destilada a T^a=25-30 °C durante 30 min.
- Limpieza alcalina con hidróxido de sodio, 0.1-5%p/p, a T=50°C.
- Limpieza ácida con ácido nítrico, 0,2-1%p/p, a T=50°C.

Por lo que se tendrán en cuenta estos protocolos de limpieza en el diseño de la instalación y se diseñarán los tanques adecuados para llevarla a cabo.

Finalmente, en la Tabla 6.3 se muestran los parámetros diseñados de la Planta Piloto para concentración de polifenoles de la corteza del limón mediante técnicas de membranas.

Tabla 6.3. Resultados Finales de la Planta Diseñada

Corriente	Caudal (L/h)	Volumen (L)	Concentración (g/L)
Alimentación	100	2000	1,62
Rechazo UF	40	800	6,75
Rechazo NF	20	400	20,25

6.2. Descripción de la Planta Piloto

El proceso completo de la planta piloto se puede observar en el diagrama de bloques de la Figura 6.1 y el diagrama de flujos de la Figura 6.2. Así como en el anexo I y II.

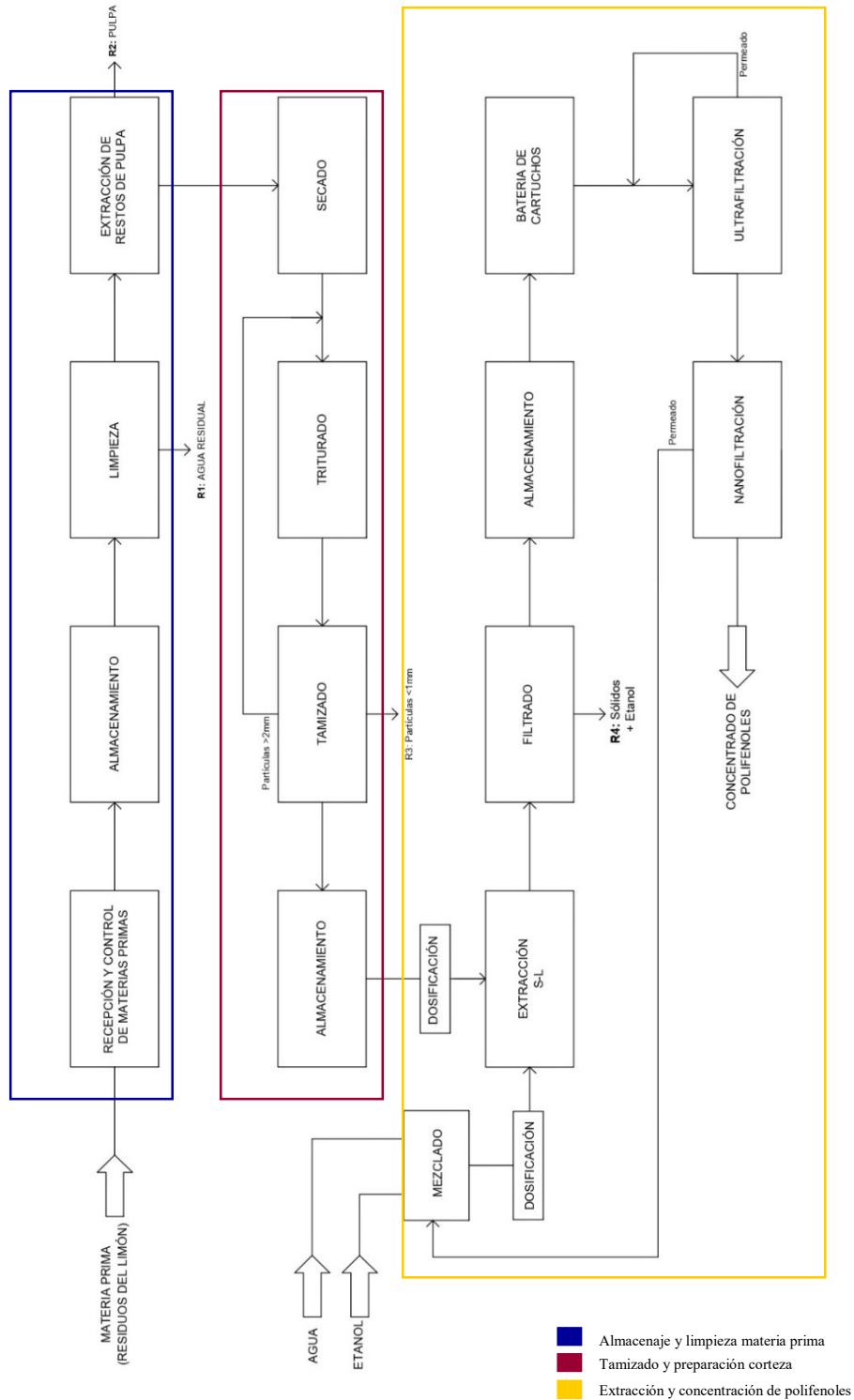


Figura 6.1. Diagrama de Bloques de la Planta Piloto

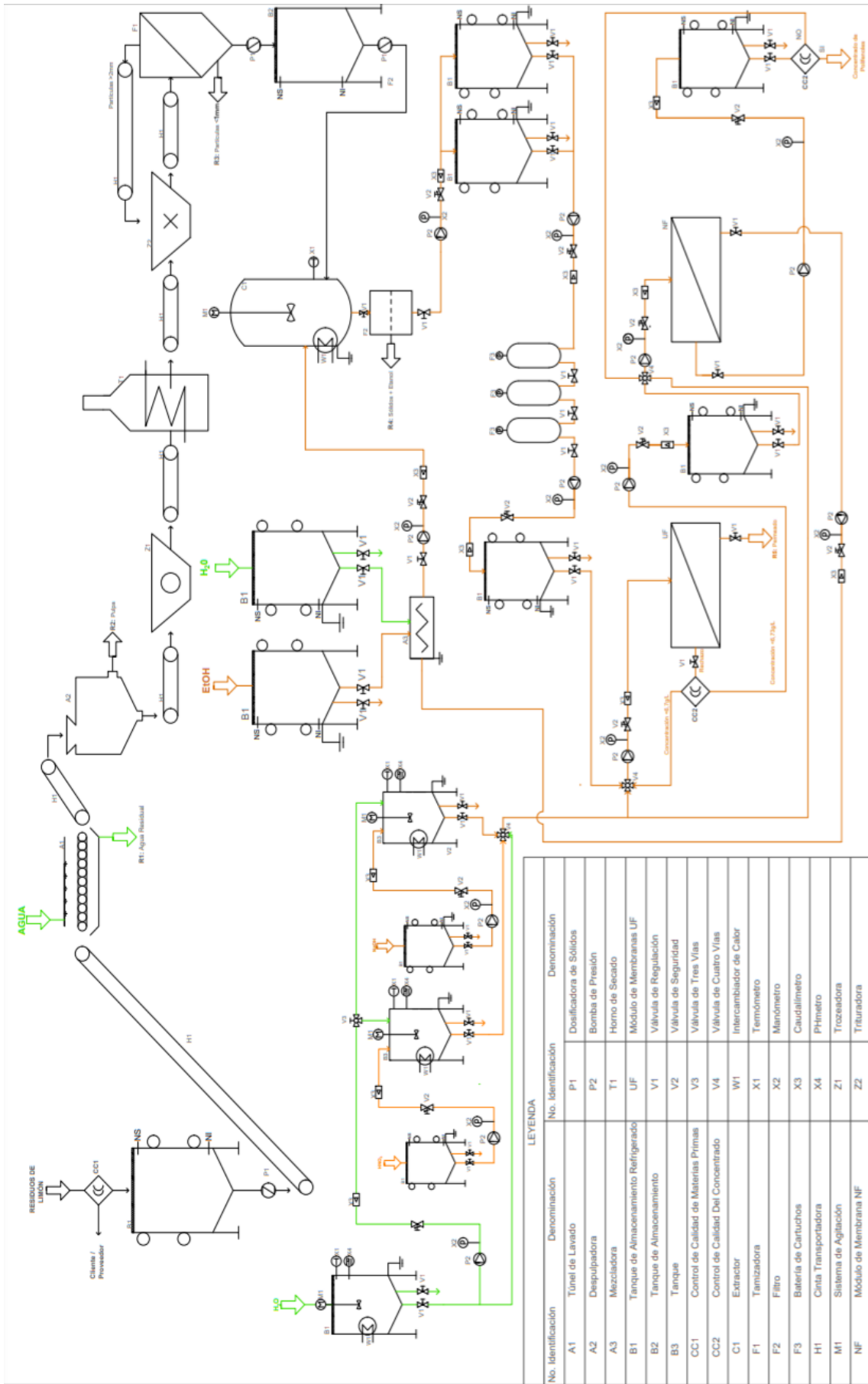


Figura 6.2 Diagrama de Flujo de la Planta Piloto

6.2.1. Primera Etapa: Extracción de Polifenoles

RECEPCIÓN Y CONTROL DE MATERIAS PRIMAS

En primer lugar, al llegar la materia prima a la planta se recogen algunas muestras para comprobar que tengan buena calidad y se pueda proceder con la descarga de frutos, de manera que a la planta entran diariamente a primera hora de la mañana 2500 Kg de cáscaras de limón exprimidas procedentes de una industria de zumos.

El primer paso es llevar el limón a una zona de almacenamiento, mediante una cinta transportadora donde también se eliminan aquellos que se encuentren en mal estado. Después, mediante un dosificador de sólidos y otra cinta transportadora, se llevan a la etapa de limpieza.

En la Tabla 6.3 se muestran las especificaciones de los equipos que se podrían utilizar.

Tabla 6.4 Especificaciones de los Equipos de Recepción de Materias Primas

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Cinta transportadora	2	CODINA	De acero inoxidable: AISI 304 Dimensiones: 0,58 × 2 m
Dosificador	1	TARNOS	De acero inoxidable Caudal de 315 kg/h
Tanque de Almacenamiento	1	ETI / TV030A	Capacidad: 3000L

Cabe mencionar que el tanque de almacenamiento debe incluir refrigeración para una buena conservación del limón a unos 5°C y la terminación inferior debe ser cónica para agilizar su vaciado.

LIMPIEZA

La limpieza consiste en un transportador de rodillos de 3,5m por el que van rodando los limones mientras se lavan con agua expulsada por cinco aspersores, colocados en el eje central del transportador cada 0,5m en los primeros 2,5m, de manera que a través de los rodillos pasa el agua hacia un cubeto de retención donde queda recogida (R1) y los limones lavados son trasladados por una cinta transportadora a la siguiente etapa.

En la Tabla 6.4 se muestran las especificaciones de los equipos que se podrían utilizar.

Tabla 6.5 Especificaciones de los Equipos de Limpieza

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Transportador de rodillos	1	DEXVE	De acero inoxidable Dimensiones: 0,5 × 3,5 m
Aspersores	5	BETE	Caudal de 11,5L/h Presión de 0,7 bares
Cubeto de retención	1	Shall	De polietileno de media densidad. 4,5m de largo 1m de ancho 0,5m de alto
Cinta transportadora	1	CODINA	De acero inoxidable: AISI 304 Dimensiones: 0,58 × 2 m

EXTRACCIÓN DE RESTOS DE PULPA

Utilizando una despulpadora se eliminan los restos de pulpa (R2) que pudieran quedar en la corteza después de ser exprimidos los limones. A partir de eso se llevan a una troceadora.

Tabla 6.6 Especificaciones de los Equipos de Extracción de Restos de Pulpa

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Despulpadora	1	Talleres Prados / SPH 3	De acero inoxidable AISI 304 Producción: 500kg/h 4 cuchillas intercambiables Motor eléctrico trifásico Potencia: 3CV 1,45m de largo 0,41 m de ancho 1,7m de alto
Cinta transportadora	1	CODINA	De acero inoxidable: AISI 304 Dimensiones: 0,58 × 2 m

TROCEADO Y SECADO

En esta etapa se trocea la corteza del limón para disminuir su tamaño y facilitar el triturado. Después, mediante una cinta transportadora se utiliza un horno de secado para eliminar la humedad presente en la corteza. Finalmente, mediante otra cinta transportadora se llevan los restos del limón a una trituradora.

En la Tabla 6.6 se muestran las especificaciones de los equipos que se podrían utilizar.

Tabla 6.7 Especificaciones de los Equipos de Secado

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Estufa de secado	1	Nabertherm	Tmax: 260°C.
Troceadora	1	Sammic / CA-301 VV	De acero inoxidable Producción: 500 kg/h Potencia: 1500W
Cinta transportadora	2	CODINA	De acero inoxidable: AISI 304 Dimensiones: 0,58 × 2 m

TRITURADO

Una vez que se tengan los restos de corteza completamente secos, utilizando una cinta transportadora se trasladará la corteza del limón hasta una trituradora donde se buscará conseguir partículas de un tamaño entre 2 y 1mm. A continuación, se utilizará otra cinta transportadora para llevar las partículas a la siguiente etapa.

Tabla 6.8 Especificaciones de los Equipos de Troceado y Triturado

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Trituradora	1	Discaf	Producción: 300-600kg/h Potencia: 12.5 CV
Cinta transportadora	1	CODINA	De acero inoxidable: AISI 304 Dimensiones: 0,58 × 2 m

TAMIZADO

En esta etapa se utiliza una tamizadora que permita el paso de las partículas menores a 2 mm y retenga las mayores a 1mm, de manera que las que no pasen el filtro sean recirculadas a la trituradora mediante una cinta transportadora, y las que sean menores a 1mm se almacenen y gestionan (R3).

Aquellas partículas que tengan el tamaño adecuado serán llevadas a un tanque de almacenamiento y posteriormente, utilizando un dosificador de sólidos, entrarán a la etapa de extracción sólido – líquido.

Cabe mencionar, que el tanque de almacenamiento tendrá que estar en un lugar seco y sin luz para no degradar las propiedades de la materia.

Tabla 6.9 Especificaciones de los Equipos de Troceado y Triturado

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Tamizadora vibratoria	1	Russell / Russell Compact Sieve	Capacidad de 500L
Tanque de almacenamiento	1	Rotoplast	Producción: 300-600Kg/h Potencia: 12.5 CV
Cinta transportadora	1	CODINA	De acero inoxidable: AISI 304 Dimensiones: 0,58 × 2 m
Dosificador	1	TARNOS	De acero inoxidable Caudal de 315 kg/h

EXTRACCIÓN SÓLIDO LÍQUIDO

En esta etapa serán necesarios dos depósitos de almacenamiento refrigerados para el H₂O desionizada y EtOH de 2000L, es importante que estos cumplan las normas de seguridad para el almacenamiento de etanol, como las que se muestran en el Anexo de la Ficha de Seguridad del Etanol, por ejemplo, que se almacene en un lugar fresco y seco, alejado de fuentes de ignición y de calor, cerrado herméticamente, protegido del calor y de la luz directa del sol. Además, cada cubeto tendrá dos válvulas reguladoras, una para llevar el compuesto a la mezcladora y otra para vaciar el tanque en caso de que fuera necesario.

También se utilizará una mezcladora para tener la proporción óptima de EtOH y H₂O proveniente de los depósitos de almacenamiento y de la corriente de permeado de la etapa de Nanofiltración.

De esta manera, mediante válvulas reguladoras se llevará el disolvente y las partículas almacenadas de la etapa de trituración a un reactor con sistema de calefacción, agitación y sensor de temperatura para controlar el proceso donde se va a producir la extracción de polifenoles.

Posteriormente, el extracto se pasará por un filtro prensa donde la torta se recoge y se lleva a gestión (R4).

Cabe mencionar que para bombear el extracto y el disolvente al equipo de filtración es necesario un manómetro después de la bomba, un caudalímetro, y una válvula de seguridad o de alivio.

En la Tabla 6.8 se muestran las especificaciones de los equipos que se podrían utilizar.

Tabla 6.10 Especificaciones de los Equipos de Extracción Sólido – Líquido

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Tanque de Almacenamiento	2	ETI / TV020A	Capacidad 2000L
Mezcladora	1	Keda	Capacidad hasta 1000L
Reactor de extracción S-L	1	Herraiz / DE02300	Capacidad 300L
Filtro Prensa	1	Draco/FPM 47	Superficie filtrante total 1,4m ² Volumen torta total 19L
Válvula de esfera	7	Cepex / Standard	PVC-U encolar Diámetro 16mm
Válvula de alivio	1	MECESA / Si 2325	DN50
Caudalímetro	1	Tecfluid / SeriePTPS	Rango de medición: hasta 50m ³
Manómetro	1	Nuova Firma	Con muelle tubular de acero inoxidable, 0,6bar

6.2.1. Segunda Etapa: Concentración de Polifenoles

ACONDICIONAMIENTO DEL EXTRACTO

El extracto obtenido se llevará a dos tanques de 1000L para ser almacenados y bombeados al sistema de prefiltrado conformado por una batería de cartuchos. En la Tabla 6.8 se muestran las especificaciones de los equipos que se podrían utilizar.

Cada tanque tiene dos válvulas reguladoras, una para llevar el extracto al sistema de filtración y otra para vaciar el tanque en caso de que sea necesario. Además, para bombear el extracto al equipo de filtración es necesario un manómetro después de la bomba, un caudalímetro, y una válvula de seguridad o de alivio.

Tabla 6.11 Especificaciones de los Equipos de Acondicionamiento del Extracto

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Tanque de Almacenamiento	2	ETI / TV010A	De acero inoxidable ASI 304 Capacidad 1000L
Válvula de esfera	7	Cepex / Standard	PVC-U encolar DN16
Bomba	1	Cat Pumps; 2531	D=16mm PVC-U PE-EPDM Ecolar PN16
Válvula de alivio	3	MECESA / Si 2325	DN50
Caudalímetro	3	Tecfluid / SeriePTPS	Rango de medición: hasta 50m ³
Manómetro	3	Nuova Firma	Con muelle tubular de acero inoxidable, 0,6bar
Equipo de Microfiltración	1	Equipo Microfiltración	

ULTRAFILTRACIÓN

El extracto clarificado se lleva a un depósito de entrada a la instalación de UF de donde saldrán dos corrientes, la del rechazo, que se recircula a la válvula de cuatro vías de la entrada de la membrana hasta que la concentración sea de 8,1g/L y la del permeado que se lleva a gestión.

Tabla 6.12 Especificaciones de los Equipos de Ultrafiltración

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Tanque de Almacenamiento	1	ETI / TV010A	De acero inoxidable ASI 304 Capacidad 1000L
Válvula de esfera	6	Cepex / Standard	PVC-U encolar
Válvula de cuatro vías	1	Cepex	0-6 bar. Actuador Eléctrico 230 VAC
Bomba	3	Cat Pumps; 2531	D=16mm PVC-U PE-EPDM Ecolar PN16
Válvula de alivio	3	MECESA / Si 2325	DN50
Manómetro	3	Nuova Firma	Con muelle tubular de acero inoxidable, 0,6bar
Caudalímetro	3	Tecfluid / SeriePTPS	Rango de medición: hasta 50m ³
Equipo de Ultrafiltración	3	Tami Industries (Francia)	3 carters que albergan 9 membranas en total

NANOFILTRACIÓN

Asimismo, en la etapa de NF, se tendrá un tanque para el alimento al que le llegará el extracto de la etapa de UF, después, se llevará al equipo de filtración del que salen dos corrientes, el rechazo que se llevará a un tanque de almacenamiento de 300L y otra que se recirculará a la mezcladora de etanol y agua. A la corriente de concentrado de polifenoles se le realizará un control de calidad, de cumplirlo, se tendrá un buen concentrado de polifenoles y de no cumplirlo se recirculará a la membrana de Nanofiltración.

Tabla 6.13 Especificaciones de los Equipos de Nanofiltración

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Tanque de Almacenamiento	2	Poliéster Álvarez Pino	Depósitos estándar de poliéster con tapa V=400L
Válvula de cuatro vías	1	Cepex	0-6 bar
Válvula de esfera	4	Cepex / Standard	PVC-U encolar Diámetro 16mm
Bomba	1	Cat Pumps; 2531	D=16mm PN16
Válvula de alivio	1	MECESA / Si 2325	DN50
Manómetro	1	Nuova Firma	Con muelle tubular de acero inoxidable, 0,6bar
Caudalímetro	1	Tecfluid / SeriePTPS	Rango de medición: hasta 50m ³
Equipo de Ultrafiltración	3	Tami Industries (Francia)	3 carters que albergan 9 membranas

LIMPIEZA DE MEMBRANAS

El sistema de limpieza constará de un tanque de 300L para agua osmotizada, dos tanques de 150L para la limpieza ácida y limpieza básica, junto a dos de 25L para el producto concentrado, cada uno de los tanques con tapa, en los tanques de mezcla se necesitará un sistema de calefacción, agitación y sensor de temperatura y pH.

Por lo tanto, se bombeará la disolución de la limpieza correspondiente a la instalación de membranas y a las corrientes de salida de la membrana se les realizará una gestión de efluentes industriales en una planta de tratamiento físico químico.

En la Tabla 6.13 se muestran las especificaciones de los equipos que se podrían utilizar.

Tabla 6.14 Especificaciones de los Equipos de Limpieza

Equipo	Cantidad	Fabricante/Modelo	Características
Tanque de Almacenamiento	1	Poliéster Álvarez Pino	Depósitos con tapa V=400L
Tanque de Almacenamiento	2	Poliéster Álvarez Pino	Depósitos con tapa V=150L
Tanque de Almacenamiento	2	Poliéster Álvarez Pino	Depósitos con tapa V=150L
Válvula de esfera	8	Cepex / Standard	PVC-U encolar DN16mm
Bomba	2	Cat Pumps; 2531	D=16mm PVC-U PE-EPDM
Válvula de alivio	2	MECESA / Si 2325	DN50
Válvula de tres vías	1	Cepex	PVC-U PE-EPDM encolar, D=50mm, PN10
Manómetro	1	Nuova Firma	Con muelle tubular de acero inoxidable, 0,6bar
Caudalímetro	1	Tecfluid / SeriePTPS	Rango de medición: hasta 50m ³

7. SEGURIDAD

7.1. Seguridad En El Laboratorio

Es importante cuando se trabaja en un laboratorio seguir las medidas de seguridad necesarias para realizar cualquier procedimiento. Por ejemplo, llevar el equipo de protección individual adecuado y necesario para garantizar la máxima seguridad posible. El equipo debe de estar formado por, la bata de laboratorio, gafas de protección y guantes entre otros (calzado cerrado, pantalones largos, etc).

Además, es importante comprobar que no se estén realizando otras actividades peligrosas en el laboratorio que puedan afectar al experimento, y de igual forma, estudiar previamente en que va a consistir el trabajo para tomar todas las precauciones necesarias, como mirar la ficha de seguridad de los compuestos a tratar y saber que equipos se utilizarán.

En el caso de utilizar aparatos eléctricos, siempre se deben de tomar las precauciones ante un riesgo eléctrico, tales como: comprobar el estado del aparato o instalación eléctrica antes de su uso, no utilizar cables dañados o aparatos defectuosos, no tirar de los cables de los enchufes para desconectar los aparatos, así como no enchufar aparatos que se hayan mojado o estén cerca de agua [36].

A continuación, se van a describir las medidas de seguridad llevadas a cabo en cada uno de los procedimientos realizados en el laboratorio:

1. Acondicionamiento de las muestras

En este paso se cortaron los limones y se secaron en un horno a 70°, por lo que es de suma importancia prestar atención a los alrededores y concentrarse en lo que se hacía cuando se utilizaba el cuchillo. Al utilizar el horno, se debe revisar que el equipo no tenga fallos y que la persona responsable de llevar y sacar las muestras se coloque los elementos de protección personal, en este caso, los guantes para riesgos por altas temperaturas).

2. Trituración y Tamizado

Para la trituración se utilizó una batidora eléctrica, por lo tanto se deben de tener precauciones ante un riesgo eléctrico, trabajando con cautela y concentración al conectarse a la red eléctrica o con el riesgo mecánico que conllevan las cuchillas de la batidora.

Al trabajar con el polvillo es de especial interés utilizar gafas de protección, pues puede ser irritante en los ojos e inhalarse.

3. Extracción Sólido-Líquido

Durante esta etapa se utilizó un agitador magnético con sistema calefactor, lo que conlleva a un riesgo eléctrico, por lo que se deben tener en cuenta las precauciones necesarias.

Otro aspecto importante es que como se trabaja en un baño de agua a una temperatura de 35°, puede haber un riesgo de quemaduras, por lo que se debe tener cuidado al trabajar mientras el equipo esté en funcionamiento. De ser necesario se deben utilizar los guantes para riesgos de temperaturas altas. Además, al trabajar con material de vidrio puede haber cortes o heridas producidos por rotura del material, por lo que se debe trabajar con cuidado durante todo el experimento.

Debido a que se trabaja con etanol, el matraz debe estar tapado en todo momento, no solo para tener mejores resultados experimentales, sino que la inhalación del etanol puede ser perjudicial para la salud, como se puede consultar en el anexo II, en las indicaciones de seguridad del reactivo.

En el caso de derrames, se debe limpiar inmediatamente, porque el etanol es inflamable y puede provocar incendios. De la misma forma, en esta etapa es de suma importancia utilizar guantes y llevar las gafas de protección por la peligrosidad de este compuesto.

4. Purificación del Extracto

En esta etapa se filtra el extracto, por lo que se utiliza una bomba de vacío, donde hay riesgo eléctrico, pero además, al trabajar con material de vidrio puede haber cortes o heridas producidos por rotura del material, por lo que se debe trabajar con cuidado en todo momento. También puede haber salpicaduras, que al tratar con el etanol puede provocar irritación en la piel y/u ojos si no se lleva el equipo apropiado. En el caso de derrames, se debe limpiar la superficie inmediatamente, porque el etanol es inflamable y puede provocar incendios.

Para evitar accidentes se debe hacer un uso correcto del sistema de filtración y verificar su buen estado y funcionamiento. Al desmontar el equipo de filtración, hay que asegurarse que se encuentre a presión atmosférica [37].

Al utilizar la centrífuga se deben de tomar las precauciones por riesgos eléctricos.

5. Ensayo de Folin-Ciocalteu

En esta etapa se trabaja con disoluciones del reactivo de Folin y Carbonato de Sodio.

Al manejar la disolución de carbonato de sodio se tienen que utilizar gafas de protección, pues el contacto con la disolución provoca irritación ocular grave, según las indicaciones de seguridad del reactivo, anexo II.

En el caso del reactivo de Folin este es corrosivo, provoca irritación cutánea y ocular, por lo que es de especial importancia utilizar las gafas de protección y los guantes, asimismo, se puede consultar en el anexo II las indicaciones de seguridad del reactivo.

Al utilizar el espectrofotómetro se deben de tomar las precauciones por riesgos eléctricos.

7.2. Seguridad En La Instalación

El diseño de una planta tiene que hacerse no solo pensando en los equipos de trabajo sino también en las personas que trabajarán en dicha instalación. Por lo tanto, se deben contemplar las necesidades espaciales, de manera que no haya problemas de seguridad en la realización del proceso.

1. Trituración y Tamizado

Durante esta etapa se pueden producir caídas, golpes, proyecciones y atrapamientos en la trituradora, además de que el ruido producido por los equipos puede producir trastornos auditivos que podrían conllevar a problemas de salud y bajo rendimiento del personal. Como medida preventiva se pueden emplear protecciones auditivas. Las vibraciones prolongadas pueden ser irritantes o dañinas para el cuerpo, afectando la coordinación, concentración y control respiratorio.

Además, la inhalación de polvo prolongada puede causar consecuencias, por lo que se recomienda un equipo de protección individual con filtro mecánico.

Cualquier contacto con alguna corriente eléctrica podría provocar un riesgo eléctrico, dando lugar a lesiones o incluso a la muerte, por lo que es necesario extremar la precaución cuando se realizan manipulaciones con las partes eléctricas de la trituradora.

2. Extracción Sólido-Líquido

Durante la etapa de extracción se pueden distinguir los riesgos causados por el equipo y por el disolvente.

La acumulación de electricidad estática en el equipo podría dar lugar a un riesgo eléctrico provocando explosión e incendios, por lo que es necesario como medida preventiva instalar una toma de tierra.

Cualquier contacto con alguna corriente eléctrica del equipo puede provocar un riesgo eléctrico, por lo que es necesario extremar precauciones al realizar manipulaciones en las partes eléctricas del equipo.

El etanol es altamente inflamable por lo que podría darse un riesgo químico que produzca explosiones e incendios, por lo que es necesario mantenerlo alejado de fuentes de calor, chispas, llamas o superficies calientes.

Además, el contacto con la piel y/u ojos puede provocar irritación, por lo que se deben emplear guantes de protección y gafas de seguridad por si hubiera alguna fuga en el sistema. También puede provocar intoxicación por ingestión e inhalación prolongada.

3. Filtración

En esta etapa puede haber riesgos por la corriente de alimentación y permeado que contiene etanol, por lo que de manera análoga a la extracción, se deben emplear guantes de protección y gafas de seguridad para evitar los riesgos mencionados anteriormente.

Al utilizar los equipos de filtración se debe tener en cuenta que cualquier contacto con alguna corriente eléctrica del equipo puede provocar un riesgo eléctrico, por lo que es necesario extremar precauciones al realizar manipulaciones en las partes eléctricas del equipo.

Por otro lado, en el proceso de limpieza de las membranas se utilizan los compuestos de ácido nítrico e hidróxido de sodio, ambos corrosivos por lo que es necesario utilizar las gafas de protección y los guantes además de seguir las indicaciones de seguridad de los compuesto, como se pueden consultar en el anexo II.

8. GESTIÓN DE RESIDUOS

8.1. Gestión De Residuos En El Laboratorio

En el laboratorio se lleva a cabo la extracción de polifenoles, por lo que los residuos que se obtienen son principalmente orgánicos y no son muy peligrosos. Aun así, es importante llevar a cabo una gestión de residuos eficaz:

8.1.1. Residuos Líquidos

- **Agua residual:** Se obtiene al lavar los limones al inicio de los ensayos. Esta agua sucia no contiene contaminantes peligrosos, por lo que se deshecha por el desagüe, siempre y cuando cumpla los límites exigidos por la ordenanza municipal de vertido.
- **Extracto:** Al terminar los ensayos, el extracto se lleva a un depósito etiquetado para que tenga un tratamiento adecuado.

8.1.2. Residuos Sólidos

- **Pulpa:** Se obtiene al separarla de la corteza y no es de interés para los ensayos. Estos desechos orgánicos pueden ser gestionados para compostaje o en este caso, como residuo urbano no peligroso en el contenedor de recogida de materia orgánica.
- **Sólido + Disolvente:** Se obtuvo tras filtrar y centrifugar el extracto. Aunque el etanol es un residuo peligroso, como este residuo no contiene grandes cantidades, no se le hizo ningún tratamiento específico y se deshecho como un residuo urbano no peligroso.

8.2. Gestión De Residuos En La Instalación

En cualquier industria es necesario que se lleve a cabo una gestión correcta de los residuos producidos para intentar minimizar el impacto que estos puedan tener sobre el medioambiente y evitar la contaminación, además de tener interés en un uso eficiente de los recursos para evitar la generación de residuos.

8.2.1. Residuos Líquidos

- **Agua residual:** Se obtiene al lavar los residuos. En este caso, no debería de contener contaminantes peligrosos, por lo que, cumpliendo los límites establecidos en la ordenanza municipal, se podría verter al alcantarillado, para posteriormente ser tratada en una EDARU.
- **Disolvente + Sólido:** Obtenido después de la filtración del extracto. Debido a que el etanol es un residuo peligroso por ser inflamable, se debe llevar a un depósito o bidón que este etiquetado y almacenado correctamente hasta que una empresa gestora lo recoja para que se lleve a una planta de tratamiento Físico Químico para una gestión de efluentes y posteriormente pueda ser tratada en una EDARU.
- **Permeado:** Es la corriente obtenida a través de la membrana que no contiene los polifenoles, su gestión es análoga a la del disolvente + sólido.
- **Limpieza Química:** Al terminar el proceso de limpieza de las membranas se obtiene la disolución ácida o básica con los restos del ensuciamiento de las membranas, por lo que se les debe llevar a una planta de tratamiento Físico Químico para una gestión de efluentes y posteriormente pueda ser tratada en una EDARU.

8.2.2. Residuos Sólidos

- **Residuos del limón:** Se obtienen en la etapa de acondicionamiento del residuo. Pueden contener trozos de cáscara y pulpa. No es un residuo peligroso y por lo tanto se puede tratar en plantas de compostaje.
- **Sólido + Disolvente:** Se obtiene después de la filtración y centrifugación del extracto, así como en los residuos del proceso de filtración con membranas. Debido a que el etanol es un residuo peligroso por ser inflamable, se debe llevar a un depósito para ser llevado a una empresa gestora de tratamiento físico-químico.

8.2.3. Propuesta de Valorización de los Residuos

Con la finalidad de garantizar el uso eficiente de los recursos, reducir la generación de residuos y el desperdicio de alimentos, es necesario buscar que los residuos tengan una función útil en el proceso.

En primer lugar, se puede estudiar un tratamiento adecuado al agua residual obtenida en el proceso de limpieza para su reutilización.

Los residuos del limón, según sus propiedades, pueden ser valorizados energéticamente o darle un uso como abono, ya que se trata de un material orgánico que posee cualidades como los del estiércol, pero de origen vegetal. Para ello se llevará a un proceso de compostaje, donde se degrade y descomponga de forma lenta, por la acción de los propios microorganismos que la integran.

La valorización energética podría ser de interés para los residuos de la cáscara provenientes de la etapa de tamizado, por su bajo porcentaje de humedad. Se obtendrían pallets para utilizarse como biocombustible, obteniéndose energía y disminuyendo la cantidad de residuos.

En cuanto al residuo que tiene sólido y disolvente se puede estudiar la separación del disolvente para su reutilización en el proceso de extracción en caso de tener una buena calidad. De no ser posible la separación, una posible reutilización es como combustible para una valorización energética.

9. CONCLUSIONES

En este Trabajo Fin de Grado se ha diseñado una planta piloto para concentrar los polifenoles de un caudal de 2000L/d extraídos de un residuo de corteza de limón de 25t mediante técnicas de Ultrafiltración y Nanofiltración.

Se utilizó el método de Superficie de Respuesta con el programa *Statgraphics Centurion* con el que se realizó un diseño de experimentos y sus ensayos experimentales correspondientes, con el fin de establecer las condiciones óptimas de operación para la extracción de polifenoles, mediante una extracción sólido - líquido.

Tras la realización de todos los ensayos, se concluye que la corteza del limón tiene una humedad alrededor del 85%, y que las condiciones óptimas de extracción se obtienen con un disolvente que consta de 30% EtOH y 70% Agua en un tiempo de 100 minutos. Además, los resultados experimentales obtenidos de la extracción son similares a los esperados según el programa, obteniendo como conclusión que la extracción sólido – líquido de la corteza del limón es un método fiable para la extracción de polifenoles.

De manera que, se ha diseñado una planta piloto de extracción de polifenoles para 25t de corteza de limón y obtener un extracto de 2000 L/d con una concentración de polifenoles de 1,62g/L.

En base a una búsqueda bibliográfica, se ha realizado el diseño de la instalación de membranas en las que se obtiene una etapa de Ultrafiltración con un rendimiento del 60% y un volumen final de 800L con una concentración de polifenoles de 6,73g/L. Posteriormente, esto se lleva a una etapa de Nanofiltración con un rendimiento del 80% para obtener finalmente un volumen de 400L con una concentración de 20,25g/L.

A la vista de la planta piloto diseñada se ha evaluado la viabilidad económica del proyecto y se ha concluido que la inversión necesaria para llevar a cabo la planta piloto diseñada es de 214,033.27€.

10. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Urbaneja A., Catalán J., Tena A., Jacas, J.A. Citricultura Valenciana. <http://gipcitricos.ivia.es/citricultura-valenciana>. Online; accessed 10 mayo 2020.
- [2] Negro, V., Ruggeri, B., Mancini, G., & Fino, D. (2017). Recovery of D-limonene through moderate temperature extraction and pyrolytic products from orange peels. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 92(6), 1186-1191. (2017).
- [3] Gobierno de España. (2018). Plan de Acción para la Implementación de la Agenda 2030. *Hacia una Estrategia Española de Desarrollo Sostenible*.
- [4] Klimek-Szczykutowicz, M., Szopa, A., & Ekiert, H. (2020). Citrus limon (Lemon) Phenomenon—A Review of the Chemistry, Pharmacological Properties, Applications in the Modern Pharmaceutical, Food, and Cosmetics Industries, and Biotechnological Studies. *Plants*, 9(1), 119.
- [5] Rafiq, S., Kaul, R., Sofi, S. A., Bashir, N., Nazir, F., & Nayik, G. A. (2018). Citrus peel as a source of functional ingredient: A review. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17(4), 351-358.
- [6] Gómez-Mejía, E., Rosales-Conrado, N., León-González, M. E., & Madrid, Y. (2019). Citrus peels waste as a source of value-added compounds: Extraction and quantification of bioactive polyphenols. *Food chemistry*, 295, 289-299.
- [7] Mamma, D., & Christakopoulos, P. (2008). Citrus peels: An excellent raw material for the bioconversion into value-added products. *WORLD*, 94793(59041.4), 19224-9.
- [8] Food and Agriculture Organization of the United Nations. CITRUS FRUIT Statistical Bulletin. <http://www.fao.org/3/a-i8092e.pdf>. Online; accessed 18 mayo 2020.
- [9] Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación. Boletín de Comercio Exterior de Cítricos. https://www.mapa.gob.es/es/agricultura/temas/producciones-agricolas/181120boletindecercioexteriordecitricos-campana2018-19sept-agost_tcm30-522099.pdf. Online; accessed 13 mayo 2020.
- [10] Londoño Londoño, J. (2011). Aprovechamiento de residuos de la agroindustria de cítricos: extracción y caracterización de flavonoides. In *Perspectivas y Avances de Investigación de la serie Lasallista Investigación y Ciencia*. Corporación Universitaria Lasallista.
- [11] Abscission, F. F., & Balance, G. F. H. (2010). FRUIT MORPHOLOGY, ANATOMY, AND PHYSIOLOGY. *Citrus Fruit: Biology, Technology and Evaluation*, 103.

- [12] Scalbert, A., Johnson, I. T., & Saltmarsh, M. (2005). Polyphenols: antioxidants and beyond. *The American journal of clinical nutrition*, 81(1), 215S-217S.
- [13] Scalbert, A., Manach, C., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2005). Dietary polyphenols and the prevention of diseases. *Critical reviews in food science and nutrition*, 45(4), 287-306.
- [14] World Health Organization. (2003). Diet, nutrition, and the prevention of chronic diseases: report of a joint WHO/FAO expert consultation (Vol. 916). World Health Organization.
- [15] Tripoli, E., La Guardia, M., Giammanco, S., Di Majo, D., & Giammanco, M. (2007). Citrus flavonoids: Molecular structure, biological activity and nutritional properties: A review. *Food chemistry*, 104(2), 466-479.
- [16] Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2004). Polyphenols: food sources and bioavailability. *The American journal of clinical nutrition*, 79(5), 727-747.
- [17] Robbins, R. J. (2003). Phenolic acids in foods: an overview of analytical methodology. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51(10), 2866-2887.
- [18] Rice-Evans, C. A., Miller, N. J., & Paganga, G. (1996). Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free radical biology and medicine*, 20(7), 933-956.
- [19] Benavente-Garcia, O., Castillo, J., Marin, F. R., Ortuno, A., & Del Rio, J. A. (1997). Uses and properties of citrus flavonoids. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 4505-4515.
- [20] Bucić-Kojić, A., Planinić, M., Tomas, S., Jokić, S., Mujić, I., Bilić, M., & Velić, D. (2011). Effect of extraction conditions on the extractability of phenolic compounds from lyophilised fig fruits (*Ficus carica* L.). *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 61(3), 195-199.
- [21] Brglez Mojzer, E., Knez Hrnčič, M., Škerget, M., Knez, Ž., & Bren, U. (2016). Polyphenols: Extraction methods, antioxidative action, bioavailability and anticarcinogenic effects. *Molecules*, 21(7), 901.
- [22] Gunt Hamburg. THERMAL PROCESS ENGINEERING EXTRACTION. https://www.gunt.de/images/download/extraction_english.pdf. Online; accessed 21 mayo 2020.
- [23] Conidi, C., Drioli, E., & Cassano, A. (2018). Membrane-based agro-food production processes for polyphenol separation, purification and concentration. *Current Opinion in Food Science*, 23, 149-164.
- [24] Solís, C. A., Vélez, C. A., & Ramírez, J. S. Tecnología de membranas: desarrollo histórico | Membrane technology: historical development Tecnología de membranas: desenvolvimiento histórico.

-
- [25] Gozávez Zafrilla, J. M. (2009). Fabricación de membranas de acetato de celulosa aptas para osmosis inversa y nanofiltración mediante el método de inversión de fase (Tesis Doctoral).
- [26] Mulder, M., & Mulder, J. (2012). Basic principles of membrane technology. Springer science & business media.
- [27] Vidal Brotons, DJ.; Gras Romero, ML.; Castelló Gómez, ML.; Pérez Esteve, E.; Barrera Puigdollers, MC.; Betoret Valls, N. (2017). Separación por membranas. <http://hdl.handle.net/10251/83393>
- [28] Scott, K., & Hughes, R. (Eds.). (1996). Industrial membrane separation technology. Springer Science & Business Media.
- [29] Baker, R. W. (2012). Membrane technology and applications. John Wiley & Sons.
- [30] Condorchem envitech. “Tratamiento de aguas residuales: tipos de membranas de filtración y posibles configuraciones” <https://blog.condorchem.com/tratamiento-de-aguas-residuales-tipos-de-membranas-de-filtracion-y-posibles-configuraciones/> Online; accessed 16 octubre 2020.
- [31] Saxena, A., Tripathi, B. P., Kumar, M., & Shahi, V. K. (2009). Membrane-based techniques for the separation and purification of proteins: An overview. *Advances in colloid and interface science*, 145(1-2), 1-22.
- [32] SPC consulting group. Diseño de experimentos. <https://spcgroup.com.mx/doe/>. Online; accessed 21 mayo 2020
- [33] Soto, M. L., Moure, A., Domínguez, H., & Parajó, J. C. (2011). Recovery, concentration and purification of phenolic compounds by adsorption: A review. *Journal of Food Engineering*, 105(1), 1-27.
- [34] Martínez Serrano, L. (2018). Estudio de viabilidad técnica y económica de una instalación de membranas, para la eliminación de contaminantes emergentes de salida de EDARU (1.000 HE/día). <http://hdl.handle.net/10251/110019>
- [35] Saffarzadeh-Matin, S., & Masoudi-Khosrowshahi, F. (2018). Simultaneous separation and concentration of polyphenols from pomegranate industrial waste by multistage counter-current system; comparing with ultrafiltration concentration. *Separation and Purification Technology*, 204, 261-275.
- [36] Instituto de Investigación Hospital Universitario La Paz. “Protocolo Horno de laboratorio” [https://www.idipaz.es/ficheros/files/Que%20es/2015/HORNO\(2\).pdf](https://www.idipaz.es/ficheros/files/Que%20es/2015/HORNO(2).pdf). Online; accessed 17 julio 2020.
- [37] Instituto de Investigación Hospital Universitario La Paz. “BOMBAS DE VACÍO” [https://www.idipaz.es/ficheros/files/Que%20es/2015/BOMBAS%20DE%20VAC%C3%8DO\(1\).pdf](https://www.idipaz.es/ficheros/files/Que%20es/2015/BOMBAS%20DE%20VAC%C3%8DO(1).pdf). Online; accessed 17 julio 2020.
-

PRESUPUESTO

1. PRESUPUESTO

El presupuesto es el documento que indica la inversión necesaria para llevar a cabo un proyecto. En él se reflejan las mediciones de las distintas unidades de obra que lo componen y se determina el precio unitario de cada unidad de obra.

1.1. PRESUPUESTOS PARCIALES

1.1.1. Precio De La Mano De Obra

En la Tabla 1.1 se especifica el personal necesario para el montaje de la instalación, considerando que se tardará 1 mes en realizarse y que los operarios trabajaran a jornada completa de 8 horas al día, 5 días a la semana.

Tabla 1.1. Resumen Precio Mano de Obra

Unidad	Descripción	Medición	Precio (€/ud)	Precio Total (€)
h	Ingeniero Químico	200	25.00	5000.00
h	Oficial de 1ª	200	13.42	2684.00
h	Jefe mantenimiento	200	12.91	2582.00
h	Técnico laboratorio	200	12.77	2554.00
IMPORTE TOTAL				12820.00

El precio total de la mano de obra es de **doce mil ochocientos veinte euros**.

1.1.2. Precio De Equipos E Instrumentación

En las siguientes tablas, se muestran los equipos y la instrumentación necesarios para llevar a cabo el proyecto. El precio de los equipos se ha consultado en los catálogos de distintos fabricantes.

Tabla 1.2. Resumen Precio Tanques de Almacenamiento

Unidad	Descripción	Medición	Precio (€/ud)	Precio Total (€)
ud	Tanque almacenamiento 3000L	1	3000.00	3000.00
ud	Tanque de almacenamiento Rotoplast	1	600.00	600.00
ud	Tanque de almacenamiento 2000L	2	2100.00	4200.00
ud	Tanque de almacenamiento 1000L	3	1400.00	4200.00
ud	Tanque de almacenamiento 400L	3	60.00	360.00
ud	Tanque de almacenamiento 150L	2	50.00	100.00
ud	Tanque de almacenamiento 25L	2	40.00	80.00
ud	Cubeto de retención	1	300.00	300.00
IMPORTE TOTAL				12660.00

Tabla 1.3. Resumen Precio Equipos e Instrumentación

Unidad	Descripción	Medición	Precio (€/ud)	Precio Total (€)
ud	Aspersores	1	50.00	50.00
ud	Despulpadora	1	3500.00	3500.00
ud	Estufa de secado	1	12350.00	12350.00
ud	Troceadora	1	3800.00	3800.00
ud	Trituradora	1	4000.00	4000.00
ud	Tamizadora vibratoria	1	1500.00	1500.00
ud	Mezcladora	1	2000.00	2000.00
ud	Reactor de Extracción S-L	1	25000.00	25000.00
ud	Filtro Prensa	1	140.00	140.00
ud	Equipo de Microfiltración	1	1540.50	1540.50
ud	Equipo de Ultrafiltración	9	1230.00	11070.00
ud	Equipo de Nanofiltración	1	4210.00	4210.00
IMPORTE TOTAL				69160.5

Tabla 1.4. Resumen Precio Equipos de Laboratorio

Unidad	Descripción	Medición	Precio (€/ud)	Precio Total (€)
ud	Phmetro	1	1100.00	1100.00
ud	Conductímetro	1	652.00	652.00
ud	Espectrofotometro	1	1750.00	1750.00
ud	Refractómetro	1	3134.60	3134.60
IMPORTE TOTAL				6636.60

Tabla 1.5. Resumen Precio Equipos Auxiliares

Unidad	Descripción	Medición	Precio (€/ud)	Precio Total (€)
ud	Dosificador de sólidos	2	2250.00	4500.00
ud	Cinta Transportadora	7	900.00	6300.00
ud	Transportador de rodillos	1	550.00	550.00
ud	Bomba	7	4200.00	29400.00
ud	Válvula de esfera	32	5.97	191.04
ud	Válvula de alivio	10	22.00	220.00
ud	Válvula de tres vías	1	189.00	189.00
ud	Válvula de cuatro vías	2	115.00	230.00
ud	Caudalímetro	9	90.00	810.00
ud	Manómetro	9	20.00	180.00
IMPORTE TOTAL				42570.04

Con los datos expuestos, se realiza la suma correspondiente al coste de todos los equipos necesarios para llevar a cabo la instalación diseñada.

Tabla 1.6. Resumen Precio Equipos e Instrumentación

PRESUPUESTO	Coste (€)
Depósitos de almacenamiento	12660
Equipo e instrumentación	69160.5
Equipos Auxiliares	42570.04
Equipos de laboratorio	12820.00
Total	137210.54

El precio total perteneciente a equipos e instrumentación es de **ciento treinta y siete mil doscientos diez euros con cincuenta y cuatro céntimos**.

1.2. PRESUPUESTO DE EJECUCIÓN MATERIAL

El presupuesto de ejecución material es la suma de los presupuestos parciales.

Tabla 1.7. Presupuesto de Ejecución Material

Presupuestos Parciales	Coste (€)
Mano de obra	12820.00
Equipos e instrumentación	137210.54
Total	150030.54

El presupuesto de ejecución material (PEM) es de **ciento cincuenta mil treinta euros con cincuenta y cuatro céntimos**.

1.3. PRESUPUESTO DE EJECUCIÓN POR CONTRATA

El presupuesto de ejecución por contrata se calcula a partir del presupuesto de ejecución material, incluyendo los gastos generales (13% del PEM) y el Beneficio Industrial (6% del PEM)

Tabla 1.8. Presupuesto de Ejecución por Contrata

PRESUPUESTO	Coste (€)
Presupuesto de Ejecución Material	150030.54
Beneficio Industrial (6%)	9001.8324
Gastos Generales (13%)	19503.9702
Total	178536.34

El presupuesto de ejecución por contrata es de **ciento setenta y ocho mil quinientos treinta y seis euros con treinta y cuatro céntimos**.

1.4. PRESUPUESTO EN BASE DE LICITACIÓN

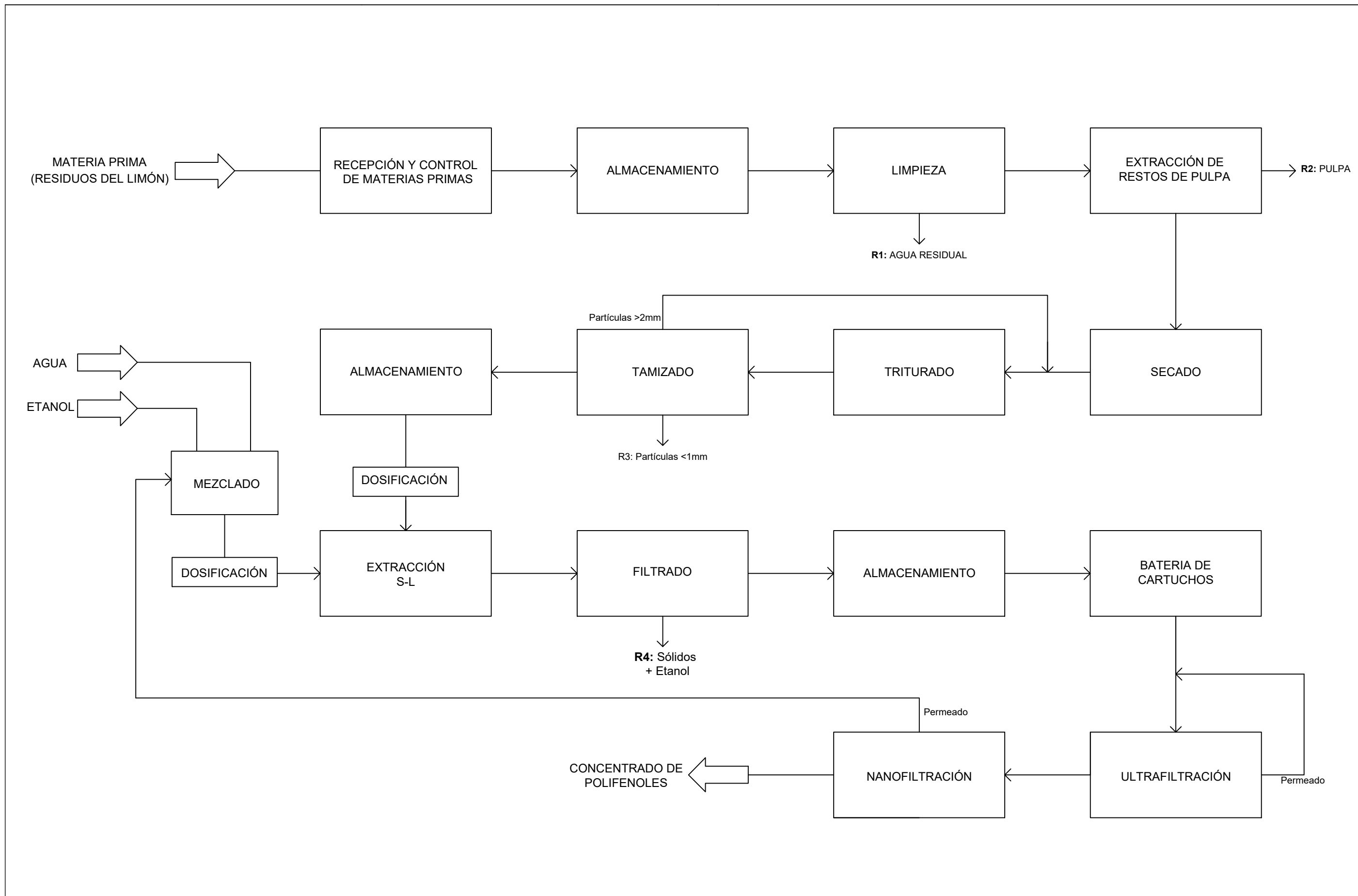
El Presupuesto en Base de Licitación se obtiene añadiendo el 21% de IVA al Presupuesto de Ejecución por Contrata.

PRESUPUESTO	Coste (€)
Presupuesto de Ejecución por Contrata	178536.34
IVA (21%)	37492.6319
Total	216028.97

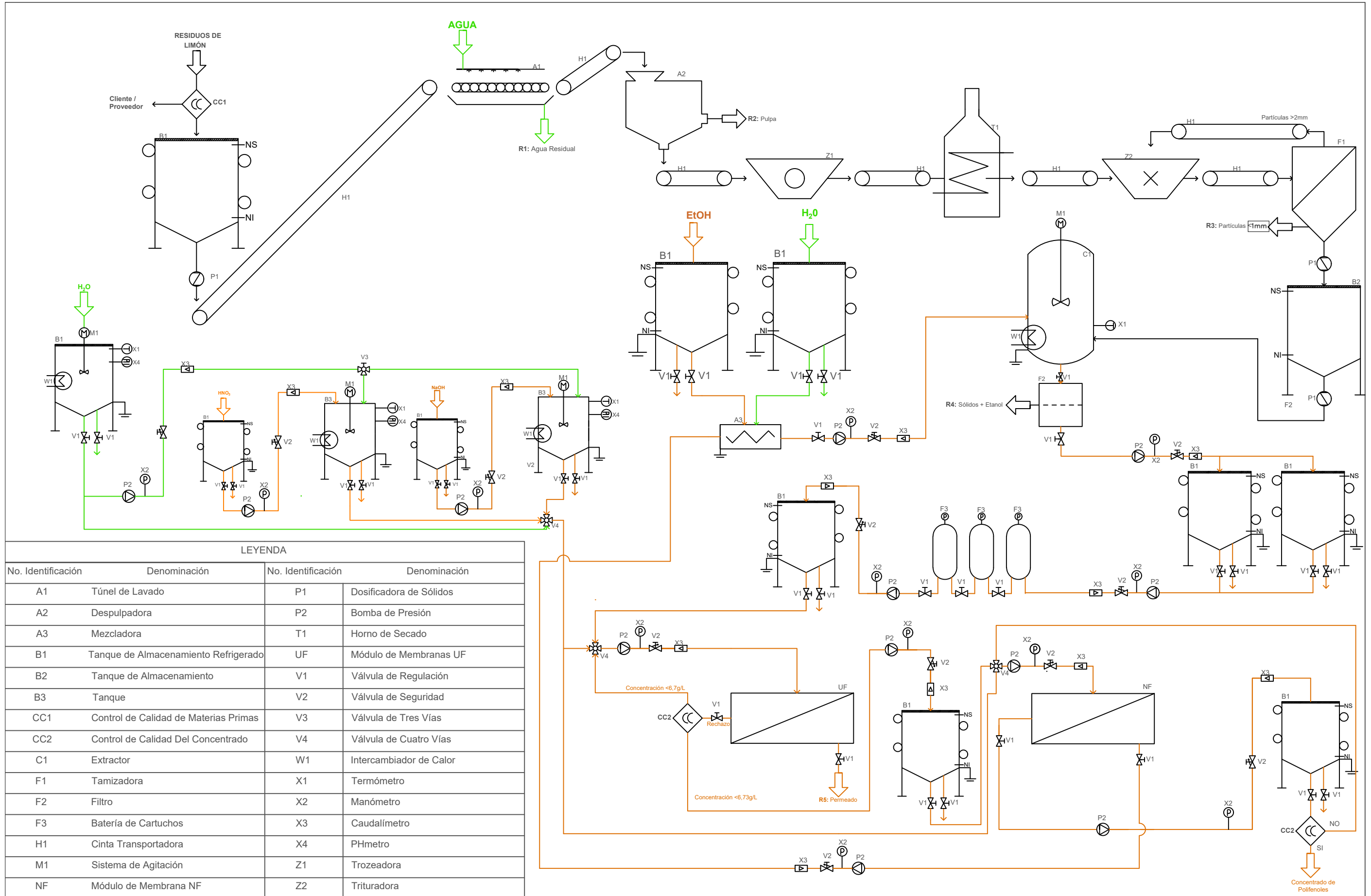
El Presupuesto en Base de Licitación es de **doscientos dieciséis mil veintiocho euros con noventa y siete céntimos.**

ANEXOS

ANEXO I: DIAGRAMA DE BLOQUES



ANEXO II: DIAGRAMAS DE FLUJO



LEYENDA

No. Identificación	Denominación	No. Identificación	Denominación
A1	Túnel de Lavado	P1	Dosificadora de Sólidos
A2	Despulpadora	P2	Bomba de Presión
A3	Mezcladora	T1	Horno de Secado
B1	Tanque de Almacenamiento Refrigerado	UF	Módulo de Membranas UF
B2	Tanque de Almacenamiento	V1	Válvula de Regulación
B3	Tanque	V2	Válvula de Seguridad
CC1	Control de Calidad de Materias Primas	V3	Válvula de Tres Vías
CC2	Control de Calidad Del Concentrado	V4	Válvula de Cuatro Vías
C1	Extractor	W1	Intercambiador de Calor
F1	Tamizadora	X1	Termómetro
F2	Filtro	X2	Manómetro
F3	Batería de Cartuchos	X3	Caudalímetro
H1	Cinta Transportadora	X4	PHmetro
M1	Sistema de Agitación	Z1	Trozeadora
NF	Módulo de Membrana NF	Z2	Trituradora

TRABAJO FINAL DE GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA



Proyecto: DISEÑO DE UNA PLANTA PILOTO QUE TRATA UN CAUDAL DE 2000 L/d PARA UNA CONCENTRACIÓN DE POLIFENÓLES DE LA CORTEZA DEL LIMÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE MEMBRANAS (UF/NF)

Plano: DIAGRAMA DE FLUJO DE LA PLANTA PILOTO

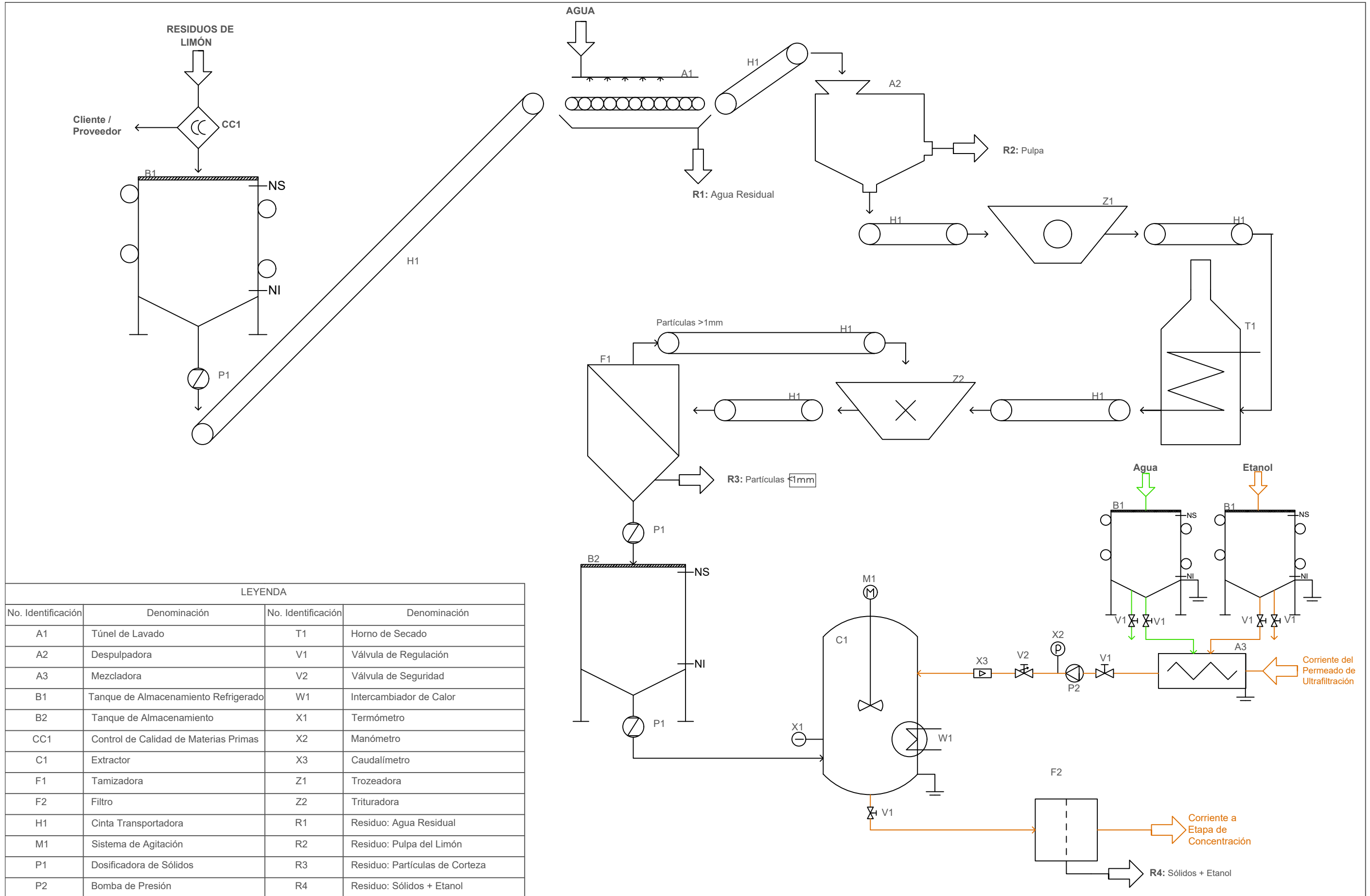
Autor: Mariana Vázquez López

Fecha: Diciembre 2020

Escala: S/E

Nº Plano:

2



LEYENDA

No. Identificación	Denominación	No. Identificación	Denominación
A1	Túnel de Lavado	T1	Horno de Secado
A2	Despulpadora	V1	Válvula de Regulación
A3	Mezcladora	V2	Válvula de Seguridad
B1	Tanque de Almacenamiento Refrigerado	W1	Intercambiador de Calor
B2	Tanque de Almacenamiento	X1	Termómetro
CC1	Control de Calidad de Materias Primas	X2	Manómetro
C1	Extractor	X3	Caudalímetro
F1	Tamizadora	Z1	Trozeadora
F2	Filtro	Z2	Trituradora
H1	Cinta Transportadora	R1	Residuo: Agua Residual
M1	Sistema de Agitación	R2	Residuo: Pulpa del Limón
P1	Dosificadora de Sólidos	R3	Residuo: Partículas de Corteza
P2	Bomba de Presión	R4	Residuo: Sólidos + Etanol

TRABAJO FINAL DE GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA

Proyecto: DISEÑO DE UNA PLANTA PILOTO QUE TRATA UN CAUDAL DE 2000 L/d PARA UNA CONCENTRACIÓN DE POLIFENÓLES DE LA CORTEZA DEL LIMÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE MEMBRANAS (UF/NF)

Plano: DIAGRAMA DE FLUJO DE LA ETAPA DE EXTRACCIÓN

Autor: Mariana Vázquez López

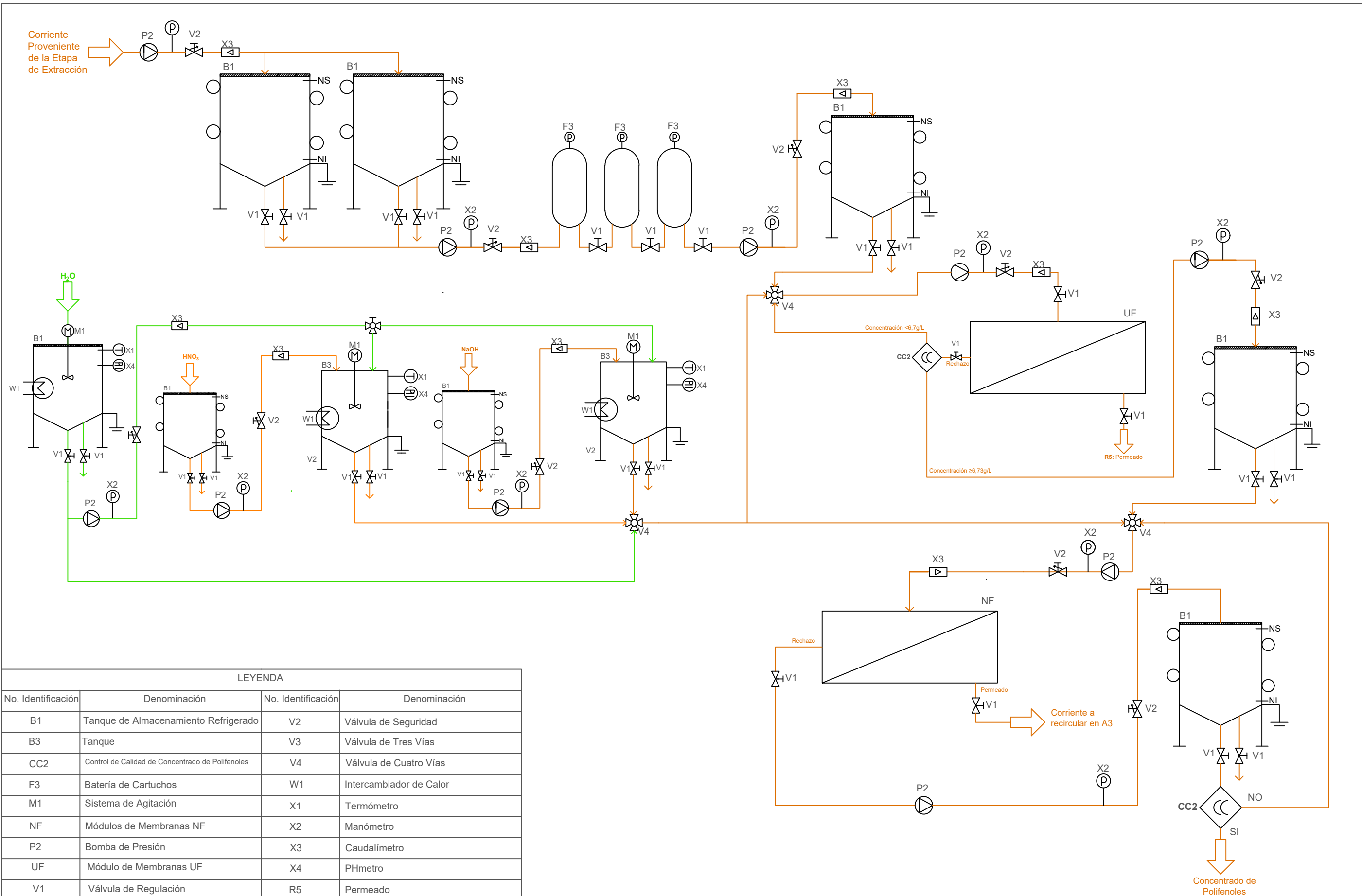
Fecha: Diciembre 2020

Escala: S/E

Nº Plano:

3





LEYENDA

No. Identificación	Denominación	No. Identificación	Denominación
B1	Tanque de Almacenamiento Refrigerado	V2	Válvula de Seguridad
B3	Tanque	V3	Válvula de Tres Vías
CC2	Control de Calidad de Concentrado de Polifenoles	V4	Válvula de Cuatro Vías
F3	Batería de Cartuchos	W1	Intercambiador de Calor
M1	Sistema de Agitación	X1	Termómetro
NF	Módulos de Membranas NF	X2	Manómetro
P2	Bomba de Presión	X3	Caudalímetro
UF	Módulo de Membranas UF	X4	PHmetro
V1	Válvula de Regulación	R5	Permeado

TRABAJO FINAL DE GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA



Proyecto: DISEÑO DE UNA PLANTA PILOTO QUE TRATA UN CAUDAL DE 2000 L/d PARA UNA CONCENTRACIÓN DE POLIFENOLES DE LA CORTEZA DEL LIMÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE MEMBRANAS (UF/NF)

Plano: DIAGRAMA DE FLUJO DE LA ETAPA DE CONCENTRACIÓN

Autor: Mariana Vázquez López

Fecha: Diciembre 2020

Escala: S/E

Nº Plano:



4



ANEXO III: SEGURIDAD DE LOS REACTIVOS


1. SEGURIDAD DE LOS REACTIVOS


1.1. Tabla de Seguridad de los Reactivos del Proceso.

Se han obtenido las indicaciones de peligro a partir de las Fichas de Seguridad de PanReac.

Compuesto	Pictograma de Peligro	Indicaciones de peligro (Frasas H)	Consejos de Prudencia (Frasas P)
Etanol	 GHS02 Producto Inflamable  GHS07 Producto Irritante Palabra de advertencia: Peligro	H225 Líquido y vapores muy inflamables. H319 Provoca irritación ocular grave.	P210 Mantener alejado del calor, de superficies calientes, de chispas, de llamas abiertas y de cualquier otra fuente de ignición. P233 Mantener el recipiente herméticamente cerrado. P241 Utilizar un material eléctrico, de ventilación o de iluminación. P280 Llevar guantes, prendas, gafas, máscara de protección. P305 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS. Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. P351 P338 P501 Eliminar el contenido o el recipiente conforme a la reglamentación local, regional, nacional o internacional.

Compuesto	Pictograma de Peligro	Indicaciones de Peligro (Frases H)	Consejos de Prudencia (Frases P)
<p>Carbonato de Sodio</p>	 <p>GHS07 Producto Irritante</p> <p>Palabra de advertencia: Atención</p>	<p>H319 Provoca irritación ocular grave.</p>	<p>P264 Lavarse concienzudamente tras la manipulación.</p> <p>P280 Llevar guantes, prendas, gafas, máscara de protección.</p> <p>P305 P351 P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS. Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.</p> <p>P337 P313 Si persiste la irritación ocular: Consultar a un médico.</p>
<p>Reactivo de fenol de Folin-Ciocalteu</p>	 <p>GHS05 Producto Corrosivo</p> <p>Palabra de advertencia: Atención</p>	<p>H290 Puede ser corrosivo para los metales.</p> <p>H315 Provoca irritación cutánea.</p> <p>H319 Provoca irritación ocular grave.</p>	<p>P280 Llevar guantes, prendas, gafas, máscara de protección.</p> <p>P302 P352 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS. Aclarar cuidadosamente con agua.</p> <p>P305 P351 P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS. Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.</p>

Compuesto	Pictograma de Peligro	Indicaciones de Peligro (Frases H)	Consejos de Prudencia (Frases P)
<p>Hidróxido de Sodio</p>	 <p>GHS05 Producto Corrosivo</p> <p>Palabra de advertencia: Atención</p>	<p>H290 Puede ser corrosivo para los metales.</p> <p>H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.</p>	<p>P280 Llevar guantes, prendas, gafas, máscara de protección.</p> <p>P303 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo). Quitar inmediatamente toda la ropa contaminada. Enjuagar la piel con agua (o ducharse).</p> <p>P305 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS. Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.</p> <p>P310 Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico.</p> <p>P405 Guardar bajo llave.</p> <p>P501 Eliminar el contenido o el recipiente conforme a la reglamentación local, regional, nacional, internaciona.</p>

Compuesto	Pictograma de Peligro	Indicaciones de Peligro (Frases H)	Consejos de Prudencia (Frases P)
<p>Ácido Nítrico 20%</p>	 <p>GHS05 Producto Corrosivo</p> <p>Palabra de advertencia: Peligro</p>	<p>H290 Puede ser corrosivo para los metales.</p> <p>H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.</p>	<p>P260 No respirar el polvo, el humo, el gas, la niebla, los vapores, o el aerosol.</p> <p>P280 Llevar guantes, prendas, gafas, máscara de protección.</p> <p>P301 EN CASO DE INGESTIÓN. Enjuagarse la boca. No provocar el vómito.</p> <p>P330</p> <p>P331</p> <p>EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS. Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos.</p> <p>P305</p> <p>P351</p> <p>P338 Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando-</p>

ANEXO IV: HOJAS TÉCNICAS DE MEMBRANAS

2. HOJAS TÉCNICAS

2.1. Módulo De Membranas De Ultrafiltración



TAMI INDUSTRIES CARTERS FOR TUBULAR CERAMIC MEMBRANES

Carters designed specifically for TAMI Industries tubular membranes ensure a maximum of area in a minimum of space with several connection possibilities. A carter is made up of one S.S. tube providing 2 connections allowing the product to enter and exit.

Retentate connections available are:

- ISO flange
- ANSI flange
- Clamp
- Screw clamp



On either end of the carter is located a permeate outlet (2 connections). Membranes are placed inside the carter in parallel and are secured and protected with individual gaskets.

TAMI Industries gaskets guarantee the maximum protection in a minimum of space.

Gaskets are available in five materials:

- EPDM
- FFKM
- HNBR
- SILICONE
- VITON

Advantages

- Unequalled surface to volume occupied ratio.
- Individual gaskets for membrane protection.
- Compatible configurations with existing industrial units.



Operation

The solution to be treated is fed into the carter by a pump which allows tangential circulation in the membranes. The permeate (or filtrate) comes out through two permeate outlets. The retentate circulates inside the membranes continuously, part is either sent towards the feed tank or extracted. The recommend circulation velocity is between 2 and 4.5 m/s for UF, and 4 to 6 m/s for the MFT.

Applications

- Food Industry
 - Milk, wine, juice...
- Bio-Industry / Bio-Pharma
 - Fermentation products, ferment coupling
 - Vaccines
 - Antibiotics
- Environment
 - Effluents
 - Process water
 - Decreasing bath
 - Oil/Water separation

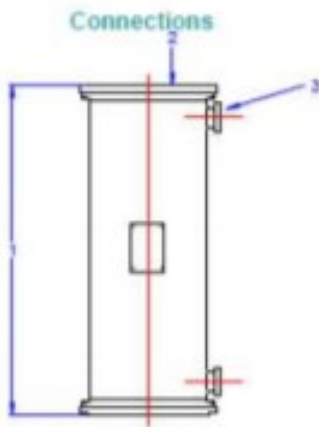


CARTER FOR TUBULAR CERAMIC MEMBRANES

January 2017

Different carter capacities and corresponding filtration areas (m²)

Membrane type			Number of membranes per carter							
Shape	Ø ext (mm)	Channels	1	3	7	19	37	55	99	187
	25	8	0.20	0.60	1.40	3.80	7.40	11.00	19.60	37.40
	25	11	0.25	0.75	1.75	4.75	9.25	13.75	24.75	46.75
	25	23	0.35	1.05	2.45	6.65	12.95	19.25	34.65	64.45
	25	39	0.50	1.50	3.50	9.50	18.50	27.50	49.50	93.50
	25	93	0.60	1.80	4.20	11.40	22.20	33.00	59.40	112.20



Standard carter

carter - Ø25	Standard carter				
	1	2		3	
Type	Length (mm)	Clamp	Flanges	Screw Clamp	
Carter 1	1209	DN 38			Ø 25 Clamp
Carter 3	1209	DN 101,6	DN 65	DN 65	Ø 25 Clamp
Carter 7	1209	DN 101,6	DN 100	DN 100	Ø 25 Clamp
Carter 19	1209	DN 150	DN 150	DN 150	Ø 38 Clamp
Carter 37	1209	DN 200	DN 200	DN 200	Ø 38 Clamp
Carter 55	1209		DN 250	DN 250	Ø 51 Clamp
Carter 99	1234		DN 350	DN 350	Ø76.1 SMS
Carter 187	1234		DN 500		Ø104 SMS

Carter USDA: consult us.

Technical data

- Process temperature: <95 °C
- pH range: 0-14
- Process maximum pressure: 10 bars, (in aqueous phase, for fluids from the group II according to the directive 97/23/CE - article 9 - § 2.2)
- Material: 316 L/UB6/Duplex.
- Surface quality: (polishing grain)
 - Standard: Ra < 1.6 µm.
 - Option: Ra < 0.8 µm.

Distributed by:



Head office: ZA Les Laurons CS 65
 26111 Nyons cedex - France
 Tel +33 475 26 47 69/Fax +33 475 26 47 87
 Email : tami-info@tami-industries.com
 Web : www.tami-industries.com

TAMI INDUSTRIES keeps the right to modify at any time the non contractual values and information in the present document.

2.2. Módulo De Membrana De Nanofiltración



SeIRO[®] MPS-34 - pH Stable Membrane Nanofiltration Spiral Module Series – 2540, 4040

PRODUCT DESCRIPTION	Membrane Chemistry:	Proprietary composite nanofiltration membrane
	Membrane Type:	pH stable nanofiltration membrane
	Molecular Weight Cut-Off (MWCO):	200 Dalton
	Construction:	Spiral wound element
	Major Applications:	Acid and caustic recovery, product concentration
	Permeate Tube Material:	CPVC
Options:	Feed channel spacers: 30 mil (X) and 57 mil (Z)	

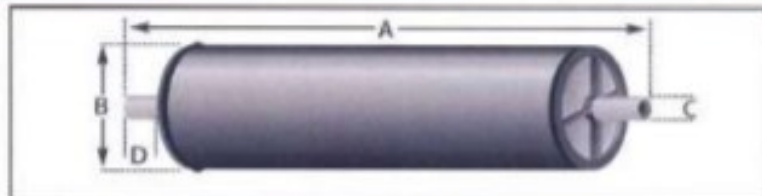
SPECIFICATIONS*	Model	Part Number	Rejection [%]		Permeate Flow gpd (m ³ /day)	Membrane Area ft ² (m ²)	Feed Spacer mil (mm)
			Glucose / Sucrose	NaCl			
	MPS-34 2540 A2X	0770061	95 / 97	35	610 (2.3)	17.2 (1.6)	30 (0.8)
	MPS-34 2540 A2Z	0770090	95 / 97	35	455 (1.7)	12.9 (1.2)	57 (1.4)
	MPS-34 4040 A2X	0770166	95 / 97	35	2,240 (8.5)	60.3 (5.6)	30 (0.8)
	MPS-34 4040 A2Z	0770092	95 / 97	35	1,520 (5.8)	43.0 (4.0)	57 (1.4)

*Test Conditions: RO water at 440 psi (30 bar), 86°F (30°C). Feed solution for rejection tests is 2% glucose / 2% sucrose or 5% NaCl.

OPERATING AND DESIGN INFORMATION*	Typical Operating Pressure:	220-510 psi (15-35 bar)
	Maximum Temperature:	122°F (50°C)
	Allowable pH - Continuous Operation:	0-14
	Allowable pH - Clean-in-Place (CIP):	0-14
	Maximum Pressure Drop Per Element:	10 psi (0.7 bar)
	Maximum Pressure Drop Per Vessel (5 in Series):	50 psi (3.5 bar)

* Consult Process Technology group for specific applications.

NOMINAL DIMENSIONS



Model	A		B		C		D	
Model	inches	(mm)	inches	(mm)	inches	(mm)	inches	(mm)
MPS-34 2540	40.0	(1016)	2.4	(61)	0.75	(19.0)	1.0	(25.4)
MPS-34 4040	40.0	(1016)	3.9	(99)	0.75	(19.0)	1.0	(25.4)

TYPICAL PROCESS STREAMS	5% HCl	15% Acetic acid	3% NaOH
	37% HCl	5% HNO ₃	20% NaOH
	15% H ₂ SO ₄	20% H ₃ PO ₄	10% KOH

SeIRO® MPS-34 - pH Stable Membrane

Membrane Characteristics:

SeIRO® Composite nanofiltration membrane in a spiral wound configuration, with superior pH and temperature stability.

Operating Limits:

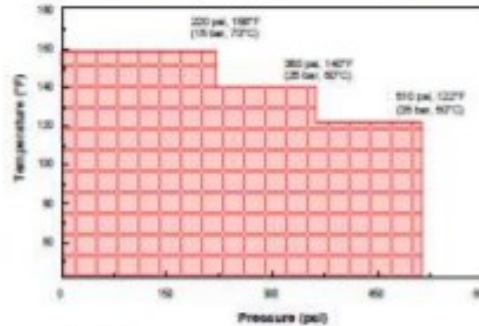
- **Operating Pressure:** Maximum operating pressure for SeIRO® MPS-34 is 510 psi (35 bar). Actual operating pressure is dependent upon system flux rate, as well as feed, recovery and temperature conditions.
- **Permeate Pressure:** Maximum allowed permeate pressure is 3 psi (0.2 bar).
- **Differential Pressure:** Maximum differential pressure limit is 10 psi (0.7 bar) per element. Maximum differential pressure for any length vessel is 50 psi (3.5 bar).
- **Operating and Cleaning Temperature:** Maximum temperature is 158°F (70°C) for B2 elements (stainless steel permeate tube). The operating and cleaning temperature is limited to 122°F (50°C) for A2 elements (CPVC permeate tube). For guidelines of recommended temperature and pressure please refer to the "Recommended Envelope for Code 30 Membranes" in this document.
- **pH:** Allowable range for continuous operation is 0-14. When a stainless steel permeate tube is used, corrosive acids should be avoided.
- **Water Quality for Cleaning and Diafiltration:**
 - Turbidity:** Maximum feed turbidity is 1 NTU.
 - Guidelines:** For more details please consult with KMS Process Technology Group.
- **Chlorine and Chemical Exposure:**
 - It is not recommended to expose the MPS-34 membrane to chlorine or other oxidants, as it may affect the membrane performance.
 - Sodium metabisulfite (without catalysts such as cobalt) is the preferred chemical to eliminate free chlorine or other oxidizers in the feed.
 - It is not recommended to expose the MPS-34 membrane to organic solvents, such as alcohol, acetone, etc.
- **Feed Flow Rate:** Maximum and minimum flow rate for the MPS-34 spiral module are as follows:

2540	Minimum	2 gpm (7.5 liter/min)
2540	Maximum	5 gpm (19 liter/min)
4040	Minimum	6 gpm (22 liter/min)
4040	Maximum	17 gpm (65 liter/min)

Actual feed flow rate is dependent upon system flux rate, feed characteristics, fouling tendency and system design.

Operating Envelope For Code 30 Membranes:

It is important to follow the pressure - temperature relationship guidelines, in order to prevent irreversible compaction and performance deterioration. The following diagram should be used as a guideline to operating the MPS-34 spiral module:



Element Handling:

- **Recommended Cleaning Materials:** Depending on the nature of the feed, the following cleaning agents can be chosen:
 - 0.1-5% w/w sodium hydroxide at 122°F (50°C)
 - 0.2-1% w/w nitric or phosphoric acid at 122°F (50°C)
 - 0.1-0.5% w/w detergent mix KOCHKLEEN® KLD-III
 - 0.5% anionic surfactant (such as SDS) at 122°F (50°C)

Consult KMS regarding the use of other cleaning materials.
 - **Lubricants:** For element installation, use only water or glycerin to lubricate seals. The use of petroleum or vegetable-based oils or solvents may damage the element and will void any warranty.
 - **Storage Solution:** Should be made with:
 - Short Term (up to two weeks): 0.25 w/w sodium metabisulfite.
 - Long Term: 0.7% w/w benzalkonium chloride.

Glycerin should not be used for storage of the MPS-34 membrane.

The membrane module should not get dry. It should be stored in a sealed bag, in a temperature ranging from 36°F - 86°F (2°C - 30°C).
- Service and Ongoing Technical Support:**
Koch Membrane Systems (KMS) has an experienced staff of professionals available to assist end-users and OEM's for optimization of existing systems and support with the development of new applications. KMS also offers a complete line of KOCHKLEEN® membrane pretreatment, cleaning, and maintenance chemicals.

The information contained in this publication is believed to be accurate and reliable, but is not to be construed as implying any warranty or guarantee of performance. We assume no responsibility, obligation or liability for results obtained or damages incurred through the application of the information contained herein. Refer to Standard Terms and Conditions of Sale and Performance Warranty documentation for additional information.

Koch Membrane Systems, Inc., www.kochmembrane.com

Corporate Headquarters: 850 Main Street, Wilmington, Massachusetts 01887-3388, US, Tel. Toll Free: 1-888-677-6624, Telephone: 1-978-694-7050, Fax: 1-978-657-8208
European Headquarters: Koch Chemical Technology Group Ltd., Units 3-6, Frank Foley Way, Stotford ST16 2ST, GB, Telephone: +44-178-627-2600, Fax: +44-178-622-3149

• Aachen DE • Lyon FR • Madrid ES • Milan IT • Wijnegem BE • Beijing & Shanghai CN • Mumbai & Chennai IN • Melbourne & Sydney AU • Singapore • Sao Paulo BR • Manama BH •

The FLOW LINES DESIGN and KOCHKLEEN are registered trademarks of Koch Membrane Systems, Inc. in the US and other countries.

The STYLIZED K is a registered trademark of Koch Industries, Inc. in the US and other countries.

SeIRO® is a registered trademark of Membrane Products Kiyul Weizmann, Ltd. in the US.

Koch Membrane Systems, Inc. is a Koch Chemical Technology Group, LLC company.

© 2012 Koch Membrane Systems, Inc. All rights reserved worldwide.

05/12 Rev 10-1