



UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Escuela Politécnica Superior de Alcoy

Valorización de las lias de vino procedente de la primera fermentación en la producción de vino. Diseño de un proceso de membrana en la separación efectiva de polifenoles.

Trabajo Fin de Grado

Grado en Ingeniería Química

AUTOR/A: Reig Valor, Miguel Jorge Tutor/a: López Pérez, Maria Fernanda Cotutor/a externo: LOPEZ BORRELL, ALEXIS CURSO ACADÉMICO: 2022/2023

Resumen

La industria vitivinícola es un sector de gran importancia en la economía e industria españolas, suponiendo cuantiosos ingresos económicos anuales. Sin embargo, un problema virtual que presenta este tipo de industria es la cantidad de residuos que se generan, alcanzando millones de toneladas producidas al año durante las etapas de vendimia, concretamente.

Estos residuos están constituidos por materia orgánica que puede ser de potencial interés industrial, ya que son origen de compuestos como los taninos o el ácido tartárico. No obstante, los compuestos más interesantes y en los que se centra este estudio son los polifenoles, sustancias caracterizadas por sus excelentes propiedades antioxidantes que los hacen ideales para su uso en las industrias alimentaria, cosmética y farmacéutica.

Para su extracción, se estudia el empleo de técnicas modernas, como la tecnología de membranas, basada en la separación de compuestos atendiendo a su tamaño, centrándose, principalmente, en el uso de membranas de ultrafiltración.

Con este trabajo, se identifican y validan los modelos de ensuciamiento aplicados al filtrado de residuos del vino por membranas cerámicas en ultrafiltración, al igual que del modelo que justifica el comportamiento de una membrana polimérica en nanofiltración. También se realiza la cuantificación de los polifenoles extraídos mediante el método colorimétrico de Folin-Ciocalteau. Además, se propone el diseño de una planta de extracción de polifenoles mediante la tecnología de membranas y se estudia la viabilidad económica de la solución propuesta.

Asimismo, se analizará la contribución que este tipo de sistemas aporta en lo que concierne a los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS) y en la economía circular del proceso.

Palabras clave: polifenoles; lías; vino; tecnología de membranas; ultrafiltración; nanofiltración.

Resum

La indústria vitivinícola és un sector d'una gran importancia per a l'economia i indústria espanyoles, suposant ingressos econòmics considerables anualment. No obstant això, un problema virtual que presenta aquest tipus d'indústria és la quantitat de residus que es generen, arribant a milions de tones produïdes anualment durant les etapes de verema, concretament.

Aquests residus estan constituïts per matèria orgànica que pot ser de potencial interés industrial, ja que són origen de compostos com els tanins o l'àcid tartàric. Tanmateix, els compostos més interessants i en els quals se centra aquest estudi són els polifenols, substàncies caracteritzades per les seues excel·lents propietats antioxidants que els fan ideals per al seu ús en les indústries alimentària, cosmètica i farmacèutica.

Per a la seua extracció, s'estudia l'ús de tècniques modernes, com la tecnologia de membranes, basada en la separació de partícules atenent a la seua grandària, centrant-se, principalment, en l'ús de membranes d'ultrafiltració.

Amb aquest treball, s'identifiquen i validen els models d'embrutiment aplicats al filtratge de residus del vi per membranes ceràmiques en ultrafiltració, igual que del model que justifica el comportament d'una membrana polimèrica en nanofiltració. També es realitza la quantificació dels polifenols extrets mitjançant el mètode colorimètric de Folin-Ciocalteau. A més, es proposa el disseny d'una planta d'extracció de polifenols mitjançant la tecnologia de membranes i s'estudia la viabilitat econòmica de la solució proposada

Amb aquest treball, s'identifiquen i validen els models d'embrutiment aplicats al filtratge de residus del vi per membranes ceràmiques en ultrafiltració, igual que del model que justifica el comportament d'una membrana polimèrica en nanofiltració. També es realitza la quantificació els polifenols extrets mitjançant el mètode colorimètric de Folin-Ciocalteau. A més, es proposa el disseny d'una planta d'extracció de polifenols mitjançant la tecnologia de membranes i s'estudia la viabilitat econòmica de la solució proposada.

Així mateix, s'analitzarà la contribució que aquest tipus de sistemes aporta pel que fa als Objectius de Desenvolupament Sostenible (ODS) i en l'economia circular del procés.

Paraules clau: polifenols, lies de vi; tecnologia de membranes; ultrafiltració; nanofiltració

Abstract

The wine industry is a sector of great importance in the Spanish economy and industry, representing substantial annual economic revenue. However, a virtual problem that this type of industry presents is the amount of waste generated, reaching millions of tons produced per year during the grape harvest stages, specifically.

These wastes are made up of organic matter that can be of potential industrial interest, as they are the source of compounds such as tannins or tartaric acid. Nevertheless, the most interesting compounds and the focus of this study are the polyphenols, substances characterized by their excellent antioxidant properties that make them ideal for use in the food, cosmetic, and pharmaceutical industries.

For their extraction, the use of modern techniques is being studied, such as membrane technology, based on the separation of particles according to their size, focusing mainly on the use of ultrafiltration membranes.

With this work, the fouling models applied to the filtration of wine wastes through ceramic membranes in ultrafiltration are identified and validated, as well as the model that justifies

the behavior of a polymeric membrane in nanofiltration. Additionally, the quantification of the extracted polyphenols is performed using the Folin-Ciocalteu colorimetric method. Furthermore, the design of a polyphenol extraction plant using membrane technology is proposed and the economic viability of the proposed solution is studied.

Likewise, the contribution that this type of system makes regarding the Sustainable Development Goals (SDGs) and the circular economy of the process will be analyzed.

Keywords: polyphenols; wine lees; membrane technology; ultrafiltration; nanofiltration.

Agradecimientos

Me gustaría expresar mi gratitud a mi tutora, Fernanda, por otorgarme la oportunidad de descubrir el mundo de la investigación, y fruto de esa oportunidad es este trabajo de final de grado. A mi cotutor, Alexis, por la extensa ayuda que me ha ofrecido durante estos meses y sin la cual me habría encontrado con numerosos obstáculos.

A mi padre, madre y hermana, quienes me han visto comenzar este trayecto y cuyo apoyo incondicional, infinita paciencia y ayuda han sido indispensables para finalizar mis estudios y poder crecer como persona.

A mis amigos, con quienes he disfrutado tanto estos últimos años y se han creado tan buenos recuerdos y momentos, quienes me han permitido descubrir quién soy y que realmente nunca estaré solo.

Finalmente, me gustaría hacer una mención especial a un muy buen amigo, Javi, con quien he trabajado conjuntamente este último año y quien ha estado ahí en los momentos más duros. No podría haber elegido un mejor compañero de laboratorio y amigo.

Índice general

| 1. | Mot | tivació | n | 1 | | | | |
|----|------------------------------|------------------------------------|---|-----------|--|--|--|--|
| 2. | . Objetivos | | | | | | | |
| 3. | Intr | Introducción | | | | | | |
| | 3.1. | Polifen | oles: antioxidantes de la industria | 4 | | | | |
| | 3.2. | Revalo | rización de residuos de la industria vinícola | 6 | | | | |
| | 3.3. | Técnic | as de extracción de polifenoles | 8 | | | | |
| | 3.4. Tecnología de membranas | | | | | | | |
| | | 3.4.1. | Clasificación de los procesos de membranas $\ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ $ | 10 | | | | |
| | | 3.4.2. | Parámetros característicos de los procesos de membranas \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots | 13 | | | | |
| | | 3.4.3. | Fenómeno de ensuciamiento en ultrafiltración $\ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ $ | 15 | | | | |
| | 3.5. | Econor | nía circular y ODSs | 16 | | | | |
| 4. | Mo | Modelos matemáticos 1 | | | | | | |
| | 4.1. | Modelo | os de ensuciamiento en ultrafiltración | 18 | | | | |
| | | 4.1.1. | Modelo de bloqueo completo | 18 | | | | |
| | | 4.1.2. | Modelo de bloqueo intermedio | 19 | | | | |
| | | 4.1.3. | Modelo de bloqueo estándar | 20 | | | | |
| | | 4.1.4. | Modelo de bloqueo por formación de una capa de gel | 20 | | | | |
| | 4.2. | Modelo | de ajuste en nanofiltración \ldots | 21 | | | | |
| 5. | Mat | teriales | s y metodología | 23 | | | | |
| | 5.1. | 5.1. Técnicas analíticas | | | | | | |
| | | 5.1.1. | Determinación de los compuestos fenólicos | 23 | | | | |
| | | 5.1.2. | Medición del tamaño de partícula | 25 | | | | |
| | 5.2. | .2. Residuos de vinazas utilizados | | | | | | |
| | 5.3. | 5.3. Plantas piloto | | | | | | |
| | | 5.3.1. | Planta piloto de ultrafiltración | 27 | | | | |
| | | 5.3.2. | Planta piloto de nanofiltración | 28 | | | | |
| | 5.4. | Metode | ología experimental | 30 | | | | |
| | | 5.4.1. | Pretratamiento y conservación de los residuos de vinazas | 30 | | | | |
| | | 5.4.2. | Ensayos de permeabilidad con membrana de ultrafiltración | 31 | | | | |
| | | 5.4.3. | Ensavos de permeabilidad con membrana de nanofiltración | 32 | | | | |

| | | 5.4.4. | Ensayos de ensuciamiento en ultrafiltración con vinazas | 32 |
|----|--------|---------|---|----|
| | | 5.4.5. | Ensayos de nanofiltración con vinazas | 33 |
| | | 5.4.6. | Ensayos de limpieza | 33 |
| 6. | Res | ultado | 8 | 34 |
| | 6.1. | Result | ados y análisis del proceso de ultrafiltración | 34 |
| | | 6.1.1. | Determinación de la permeabilidad de la membrana cerámica de ultrafiltración | 34 |
| | | 6.1.2. | Análisis de la evolución de la concentración de polifenoles y del rechazo del proceso de | |
| | | | ultrafiltración | 36 |
| | | 6.1.3. | Ensayos de filtración y limpieza de ultrafiltración | 38 |
| | | 6.1.4. | Identificación del tipo de ensuciamiento de la membrana de ultrafiltración | 40 |
| | 6.2. | Result | ados y análisis del proceso de nanofiltración | 43 |
| | | 6.2.1. | Determinación de la permeabilidad de la membrana polimérica de nanofiltración | 43 |
| | | 6.2.2. | Análisis de la evolución de la concentración de polifenoles y del rechazo del proceso de | |
| | | | nanofiltración | 45 |
| | | 6.2.3. | Ensayos de filtración y limpieza de nanofiltración | 46 |
| | | 6.2.4. | Ajuste del modelo de nanofiltración | 49 |
| | 6.3. | Estima | ción del tamaño de partícula en el alimento y permeado en los procesos de ultrafiltración | |
| | | y nano | filtración | 50 |
| 7. | Dise | eño de | planta | 52 |
| | 7.1. | Escala | do industrial | 52 |
| | | 7.1.1. | Etapa de ultrafiltración | 53 |
| | | | 7.1.1.1. Ecuaciones implementadas para el escalado de la etapa de ultrafiltración | 53 |
| | | | 7.1.1.2. Resultados de la etapa de ultrafiltración | 54 |
| | | | 7.1.1.3. Diagrama de flujo de la etapa de ultrafiltración | 54 |
| | | 7.1.2. | Etapa de nanofiltración | 55 |
| | | | 7.1.2.1. Ecuaciones implementadas para el escalado de la etapa de nanofiltración | 55 |
| | | | 7.1.2.2. Resultados de la etapa de nanofiltración | 57 |
| | | | 7.1.2.3. Diagrama de flujo de la etapa de nanofiltración | 58 |
| | | 7.1.3. | Elementos de la planta | 59 |
| 8. | Est | udio e | conómico | 61 |
| | 8.1. | Presup | uesto de la planta | 61 |
| | 8.2. | Estima | α ición del coste anual de operación \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots | 69 |
| | 8.3. | Análisi | s de la viabilidad económica de la planta | 70 |
| 9. | Cor | nclusio | nes | 73 |
| Bi | blio | rrafía | | 75 |
| ŕ | 1. | | | 70 |
| In | dice | alfabe | tico de acronimos | 78 |
| I. | Ane | exos | | 79 |
| | I.I. | Relació | ón del trabajo con los Objetivos de Desarrollo Sostenible de la Agenda 2030 \ldots | 80 |
| | I.II. | Comur | nicaciones científicas | 82 |
| | I.III. | Planos | | 83 |
| | I.IV. | Catálo | gos | 92 |

Índice de figuras

| 3.1. | Clasificación de los polifenoles según su estructura (adaptado de Belščak-Cvitanović et al., 2018). | 5 |
|-------|--|----|
| 3.2. | Estructura química del tirosol. | 5 |
| 3.3. | Estructura química del hidroxitirosol. | 5 |
| 3.4. | Distribución de los residuos generados en la industria vitivinícola (Ruggieri et al., 2009) | 7 |
| 3.5. | Esquema de un proceso de filtración por membranas (Solís-Carvajal et al., 2018) | 11 |
| 3.6. | Región de aplicación de membranas en función del tamaño de partícula (adaptado de Baker, 2012). | 12 |
| 4.1. | Ilustración del mecanismo de bloqueo completo de una membrana (adaptado de Vela et al., 2008). | 18 |
| 4.2. | Ilustración del mecanismo de bloque o intermedio de una membrana (adaptado de Vela et al., 2008). | 19 |
| 4.3. | Ilustración del mecanismo de bloqueo estándar de una membrana (adaptado de Vela et al., 2008). | 20 |
| 4.4. | Ilustración del mecanismo de bloqueo por capa de gel de una membrana (adaptado de Vela et al., | |
| | 2008) | 21 |
| 5.1. | Recta de calibrado tomando el tirosol como compuesto fenólico de referencia (López Borrell, 2022). | 24 |
| 5.2. | Espectrofotómetro Thermo Spectronic Helios $\delta.$ | 25 |
| 5.3. | Material de laboratorio empleado para el análisis de polifenoles totales | 25 |
| 5.4. | Equipo de DLS utilizado. | 26 |
| 5.5. | Muestra de los residuos de vinazas tomados como alimento. | 26 |
| 5.6. | Planta piloto de UF con membrana cerámica. | 27 |
| 5.7. | Membrana cerámica 15 kDa utilizada | 28 |
| 5.8. | Plata piloto de NF con membrana polimérica | 29 |
| 5.9. | Módulo de membrana de NF CF042SS CELL de Sterlitech. | 29 |
| 5.10. | Membrana polimérica NF270-2540 utilizada. | 30 |
| 5.11. | Equipos de filtración destinados para el pretratamiento de las vinazas | 31 |
| 5.12. | Filtros utilizados para el pretratamiento de las vinazas. | 31 |
| 6.1. | Ensayos de permeabilidad con agua destilada a 15,20,25 y 27 °C con una potencia de la bomba | |
| | de 7 y PTM de 2 bar. | 35 |
| 6.2. | Filtrado de puntos de ensayos de permeabilidad con agua destilada a $15,20,25$ y $27^{\circ}\mathrm{C}$ con una | |
| | potencia de la bomba de 7 y PTM de 2 bar. | 35 |
| 6.3. | Ajuste de la permeabilidad hidráulica de la membrana cerámica de 15 kDa | 36 |
| 6.4. | Variación de las concentraciones de polifenoles en el alimento y permeado en UF | 37 |
| 6.5. | Ciclos de filtración con membrana cerámica de 15 k Da a $20^{\circ}\mathrm{C}$ y PTM de 2 bar | 38 |

| 6.6. | Comparación de ensayos de filtración con agua destilada tras limpiezas con membrana cerámica | |
|-------|--|----|
| | de 15 kDa a 20 °C y PTM de 2 bar | 40 |
| 6.7. | Ensayo de filtración con membrana cerámica de $15\rm kDa$ a $20^\circ\rm C$ y PTM de 2 bar para la deter | |
| | minación del tipo de ensuciamiento experimentado. | 41 |
| 6.8. | Filtrado de puntos del ensayo de filtración con membrana cerámica de 15 kDa a 20 °C y PTM de | |
| | 2 bar para la determinación del tipo de ensuciamiento experimentado. \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots | 41 |
| 6.9. | Ajustes de los modelos de ensuciamiento en UF. | 42 |
| 6.10. | Ensayo de permeabilidad con agua destilada a 20 °C y PTM de 5, 9,5 y 15 bar. \ldots . \ldots . | 43 |
| 6.11. | Filtrado de puntos del ensayo de perme abilidad con agua destilada a 20 °C y PTM de 5, 9,5 y | |
| | 15 bar | 44 |
| 6.12. | Ajuste de la permeabilidad hidráulica de la membrana polimérica NF270-2540 | 44 |
| 6.13. | Variación de las concentraciones de polifenoles en el alimento y permeado en NF | 45 |
| 6.14. | Ciclos de filtración con membrana polimérica NF270-2540 a 20 °C y PTM de 9,5 bar. $~$ | 46 |
| 6.15. | Efecto de ensuciamiento en la membrana polimérica NF270-2540 utilizada tras el paso de las $\hfill \hfill $ | |
| | vinazas | 48 |
| 6.16. | Comparación de ensayos de filtración con agua destilada tras limpiezas con membrana polimérica | |
| | NF270-2540 a 20 °C y PTM de 9,5 bar | 48 |
| 6.17. | Resultados gráficos obtenidos del DLS. | 51 |
| 7.1. | Diagrama de flujo de la etapa de UF. | 54 |
| 7.2. | Evolución del flux a través de la etapa de NF. | 57 |
| 7.3. | Variación de los caudales de rechazo y permeado en el sistema de NF | 57 |
| 7.4. | Variación de las concentraciones de polifenoles en el rechazo y permeado en el sistema de NF. | 58 |
| 7.5. | Diagrama de flujo de la etapa de NF. | 59 |
| | | |

Índice de tablas

| 3.1. | Comparativa de técnicas de extracción de polifenoles. | 8 |
|-------|--|----|
| 5.1. | Características de la membrana cerámica INSIDE CéRAM™utilizada | 28 |
| 5.2. | Características de la membrana polimérica NF270-2540 utilizada. | 30 |
| 6.1. | Coeficiente de permeabilidad de la membrana cerámica de 15 kDa. | 36 |
| 6.2. | Rechazos medidos en los ensayos de UF | 37 |
| 6.3. | Recuperación de la membrana cerámica tras los ensayos de filtración | 39 |
| 6.4. | Comparación del flux de permeado de agua destilada de la membrana cerámica tras los procesos | |
| | de limpieza | 39 |
| 6.5. | Constantes de ensuciamiento determinadas. | 42 |
| 6.6. | Coeficiente de permeabilidad de la membrana polimérica NF270-2540 | 44 |
| 6.7. | Rechazos medidos en los ensayos de NF | 46 |
| 6.8. | Recuperación de la membrana polimérica tras los ensayos de filtración. | 47 |
| 6.9. | Comparación del flux de permeado de agua destilada de la membrana polimérica tras los procesos | |
| | de limpieza | 49 |
| 6.10. | Resultado del ajuste de los datos experimentales al modelo de NF | 49 |
| 6.11. | Resultados obtenidos para las alimentaciones y permeado con el DLS. \ldots | 50 |
| 7.1. | Elementos necesarios para la planta diseñada. | 60 |
| 8.1. | Desglose de costes de las tuberías. | 63 |
| 8.2. | Desglose de costes de la bomba centrífuga de UF | 63 |
| 8.3. | Desglose de costes de la bomba centrífuga de NF | 64 |
| 8.4. | Desglose de costes de los depósitos. | 64 |
| 8.5. | Desglose de costes del filtro de cartucho. | 65 |
| 8.6. | Desglose de costes de las válvulas reguladoras de presión. | 65 |
| 8.7. | Desglose de costes de los caudalímetros. | 65 |
| 8.8. | Desglose de costes de los sensores de temperatura. | 66 |
| 8.9. | Desglose de costes de los sensores de conductividad. | 66 |
| 8.10. | Desglose de costes de las válvulas de tres vías. | 66 |
| 8.11. | Desglose de costes de las membranas cerámicas de 15 kDa. | 67 |
| 8.12. | Desglose de costes de los módulos de las membranas cerámicas | 67 |
| 8.13. | Desglose de costes de los elementos de membranas NF270-4040 | 67 |
| | | |

| 8.14. Desglose de costes de los tubos de presión. | • | | • | | • | • | 68 |
|--|---|-----|---|---|---|---|----|
| 8.15. Desglose de costes del equipo de liofilización. | • | | | | • | | 68 |
| 8.16. Resumen de costes de instalación de la planta. | | | | | | | 69 |
| 8.17. Resumen de costes anuales de operación y mantenimiento | • | | | | • | | 70 |
| 8.18. Resumen de costes totales de producción. | • | | • | | | | 71 |
| | | | | | | | 00 |
| 1.1. Grado de relación del trabajo con los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS). | · | • • | • | · | • | • | 80 |

1 Motivación

Actualmente, en la sociedad se está identificando un cambio de mentalidad, donde el buen estado de salud y el bienestar son factores prioritarios y de creciente preocupación. Por ello, se contempla el seguimiento de dietas saludables y equilibradas con el objetivo de prevenir enfermedades y promover un estilo de vida saludable.

En consecuencia, las diferentes industrias hacen uso de aditivos, como los antioxidantes, en sus productos para ofrecer a los consumidores artículos cosméticos o alimentos para satisfacer sus expectativas.

Estos aditivos antioxidantes son sustancias que se encuentran estrechamente relacionadas con la prevención de enfermedades crónicas como el cáncer, la diabetes y enfermedades cardiovasculares. Dentro de este grupo se encuentran los polifenoles, los cuales han cobrado gran interés industrialmente gracias a su diversa variedad de propiedades que aportan a los productos.

Además, se ha demostrado que los polifenoles pueden desempeñar un papel importante en el tratamiento y prevención de enfermedades crónicas, como cardiovasculares, la diabetes y la obesidad. Por lo tanto, la investigación y el desarrollo de tecnologías para la recuperación y concentración de polifenoles se considera esencial para la producción de alimentos y productos farmacéuticos con propiedades saludables.

La creciente importancia de estos compuestos en las industrias alimentaria y cosmética plantea la necesidad de encontrar una fuente de materia prima para su obtención. Es por ello que la industria vitivinícola se ofrece como una alternativa para su recolección.

La industria de producción del vino se trata de un sector de gran importancia en España, constituyendo la tercera potencia mundial en dicho sector. Sin embargo, el empleo de abundantes cantidades de agua y la cuantiosa generación de residuos incita a incluir procedimientos alternos para contribuir a la economía circular del proceso.

Debido al medio en el que se encuentran los residuos vitivinícolas, la inclusión de técnicas de separación de membranas permite la extracción de los compuestos fenólicos de las vinazas, pudiendo ser posteriormente concentradas para su venta final. De esta manera, se generan productos de alto valor añadido que pueden ser comercializados a industrias interesadas.

Cabe destacar que el uso de la tecnología de membranas presenta el potencial de ser una opción más respetuosa con el medio ambiente frente a los medios convencionales, como puede ser la extracción con disolventes orgánicos. Por lo tanto, es una alternativa disponible para la extracción de compuestos bioactivos de alta calidad y de manera sostenible.

Ante esta posibilidad, la elección de abordar el estudio de obtener compuestos fenólicos de los residuos de vinazas mediante la tecnología de membranas resulta interesante, ya que involucra la disminución de estos residuos generados y la extracción de compuestos de alto valor añadido interesantes a nivel industrial, tal y como se ha mencionado anteriormente.

En este Trabajo de Final de Grado se busca diseñar una planta destinada a la extracción de polifenoles mediante la tecnología de membranas, haciendo uso de los residuos generados durante la producción del vino como alimento. Asimismo, el análisis de su viabilidad será desarrollado con el objetivo que verificar la efectividad de su inclusión.

2 Objetivos

El objetivo principal de este trabajo es estudiar la extracción de compuestos fenólicos procedentes de las vinazas residuales del proceso de elaboración del vino mediante el uso de la tecnología de membranas de forma secuencial.

A su vez, se pueden establecer una serie de subobjetivos que permiten desarrollar el proyecto en su totalidad:

- Caracterizar las membranas empleadas para la extracción de polifenoles presentes en las vinazas del vino.
- Identificar el tipo de ensuciamiento generado en la membrana cerámica de ultrafiltración tras el proceso de separación de compuestos fenólicos procedentes de las vinazas residuales del vino.
- Obtener una expresión que explique el comportamiento de una membrana polimérica de nanofiltración ante la filtración de un alimento de vinazas de vino procedente de una etapa previa de ultrafiltración.
- Diseñar una planta destinada a la extracción de polifenoles a partir de residuos de la industria vitivinícola.
- Realizar el estudio económico del proceso de obtención de polifenoles presentes en las vinazas del vino mediante la tecnología de membranas.
- Cuantificar la cantidad de compuestos fenólicos extraídos mediante técnicas analíticas.
- Proponer un sistema de filtrado por membranas para la extracción de polifenoles haciendo uso progresivo de membranas con menor tamaño de poro.

3 Introducción

En este capítulo se describe el concepto de los polifenoles, o compuestos fenólicos, junto a su importancia y aplicabilidad en diferentes sectores industriales, además de las distintas técnicas a emplear para su extracción y la economía circular para este proceso. En la sección 3.1 se realiza una descripción sobre qué son los polifenoles, su clasificación y propiedades principales. En la sección 3.2 se detalla la importancia del sector vitivinícola en la industria española, además de la producción de residuos generados por su actividad. En la sección 3.3 se exponen las principales técnicas de extracción y separación de polifenoles. En la sección 3.4 se describe la tecnología de membranas junto a la clasificación de éstas, sus posibles aplicaciones industriales y las expresiones generales que las caracterizan. Finalmente, en la sección 3.5 se analiza la economía circular para el proceso de obtención de polifenoles a partir de residuos del vino y su relación con los Objetivos de Desarrollo Sostenible.

3.1 Polifenoles: antioxidantes de la industria

Los polifenoles son sustancias químicas orgánicas encontradas en la naturaleza, especialmente en plantas y alimentos vegetales. Estas moléculas están caracterizadas por presentar en su estructura uno o varios grupos fenólicos, los cuales les proporcionan excelentes propiedades beneficiosas para la salud.

Existen más de 10.000 especies de compuestos fenólicos identificadas, las cuales pueden clasificarse atendiendo a diferentes criterios: según su origen, distribución en la naturaleza, función biológica o estructura química (Belščak-Cvitanović et al., 2018).

Comúnmente se emplea la última clasificación de las mencionadas, donde los compuestos fenólicos se dividen en ácidos fenólicos, flavonoides, estilbenos, lignanos y otros, tal y como se observa en la figura 3.1.

Los ácidos fenólicos se caracterizan por incluir en su estructura un anillo bencénico, un grupo carboxilo y uno o varios grupos hidroxilo o metoxilo. Éstos se encuentran en frutas como arándanos, kiwis, cerezas o manzanas. Los complejos más comunes pertenecientes a estos grupos son el ácido cafeico y el ácido ferúlico (Mojzer et al., 2016).



Figura 3.1: Clasificación de los polifenoles según su estructura (adaptado de Belščak-Cvitanović et al., 2018).

Los estilbenos son compuestos que contienen dos anillos fenólicos unidos entre ellos por un doble enlace. A pesar de ser el grupo de menor presencia en la dieta, contienen efectos anticancerígenos estudiados en moléculas como el resveratrol, presentes en el vino en pequeñas cantidades.

Los lignanos presentan dos unidades de fenilpropano. Los compuestos más destacados son el secoisolariciresinol y el matairesinol, los cuales se encuentran principalmente contenidos, en semillas como la linaza, pero también en legumbres, cereales y vegetales.

Finalmente, los flavonoides, el grupo más voluminoso y estudiado, constan de 8.000 especies conocidas organizadas en 13 clases en función del tipo de anillo heterocíclico presente, siendo las más destacadas las flavonas, flavonoles, flavanonas, antocianinas e isoflavonas. Los flavonoides se encuentran presentes en una gran variedad de alimentos, entre los que se incluyen frutas y verduras como los arándanos, la uva o el té verde (Gharras, 2009).

Dentro del grupo de los flavonoides, se hallan dos de los compuestos más estudiados y deseados a nivel industrial, el tirosol y el hidroxitirosol, presentes en pocas cantidades en el aceite de oliva (Marković et al., 2019). Las estructuras químicas de estos compuestos se muestran representadas en la figura 3.2 y la figura 3.3.



Figura 3.2: Estructura química del tirosol.

Figura 3.3: Estructura química del hidroxitirosol.

Este tipo de compuestos ha ganado mucha importancia en los últimos años, debido a que presentan una serie de propiedades que hacen de estas especies un gran atractivo en las industrias cosmética, alimentaria y farmacéutica, entre otras. Algunas de las propiedades más destacadas son las siguientes (Xia et al., 2010):

- Propiedades antioxidantes: la característica principal que se le atribuye a estas sustancias. Los polifenoles tienen la capacidad de actuar como especie que protege a las células del ataque de radicales libres, evitando así su oxidación y desgaste (Zhang & Tsao, 2016).
- Propiedades antiinflamatorias: los polifenoles permiten reducir el dolor e inflamación de tejidos afectados, debido entre otros factores a las propiedades antioxidantes indicadas previamente.
- Propiedades vasodilatadoras: estos compuestos favorecen el flujo del corriente sanguíneo al reducir la agregación plaquetaria y la presión arterial. Ésto permite reducir el riesgo de sufrir enfermedades cardiovasculares (como la hipertensión, ateroclerosis, infartos o ictus) y la acumulación de colesterol en la sangre.
- Propiedades anticancerígenas: los efectos de algunos compuestos fenólicos, como el resveratrol, han sido estudiados y comprobados que actúan como agentes antimutagénicos, permitiendo actuar en el proceso de formación y progresión del tumor (Mojzer et al., 2016).
- Efectos antienvejecimiento: debido a sus propiedades antioxidantes, los compuestos fenólicos pueden prevenir el deterioro de tejidos y órganos provocado por la oxidación de éstos.
- Efectos antimicrobianos: se ha demostrado que los polifenoles procedentes de vegetales presentan un papel antibacterial, antifúngico y antiviral, provocado por el efecto inhibidor de estos compuestos frente diferentes bacterias y microorganismos.

Como se ha indicado anteriormente, estas propiedades son el principal atractivo de los compuestos fenólicos en las industrias y sectores cosmético, alimentario y farmacéutico. Actualmente, los polifenoles empleados industrialmente proceden de fuentes naturales, como frutas, verduras, cacao o café, aunque pueden ser sintetizadas químicamente, asimismo (Quideau et al., 2011).

No obstante, hay industrias dedicadas a la producción de alimentos que generan un elevado cantidad de residuos, donde su elevado contenido en polifenoles podría hacer de éstos una fuente interesante de materia prima. Dentro de este tipo de industrias destaca, principalmente, la producción de vinos.

3.2 Revalorización de residuos de la industria vinícola

Como se ha comentado anteriormente en la sección 3.1, la industria de producción de vinos constituye una potencial fuente de obtención de polifenoles. Esto es debido a que la uva es una fruta rica en este tipo de compuestos, especialmente de ácidos fenólicos, flavonoles y antocianinas (Xia et al., 2010). Estas sustancias se encuentran en mayor proporción en la piel, el tallo, la hoja y la semilla de la uva.

Por otro lado, el sector vitivinícola constituye una sección de gran importancia en lo que a la economía, sociedad y cultura española se refiere. De hecho, en 2022 (Federación Española del Vino, s.f.), en España se elaboraron 40,5 millones de hectolitros de vino, convirtiendo al país en el tercer mayor productor de vino a nivel mundial. En lo que concierne a las ganancias económicas, las bodegas españolas facturaron 5.381 millones de euros anuales, suponiendo un 2,2% del Valor Añadido Bruto en España en actividades de la cadena de valor vitivinícola.

Sin embargo, esta elevada producción de vino supone la generación de cuantiosas cantidades de residuos, en torno a 1,3 y 1,4 kilogramos por litro de vino producido. En consecuencia, es estimado que se forman alrededor de 5 y 6 millones de toneladas anuales de residuos originados durante el proceso de vendimia, principalmente (Maicas & Mateo, 2020). Éstos se constituyen de piel y pepitas en mayor proporción (también denominados orujos), seguidos de lías generadas con la clarificación de la fermentación del vino (HAproWINE, 2011).



Figura 3.4: Distribución de los residuos generados en la industria vitivinícola (Ruggieri et al., 2009).

En consecuencia, este tipo de industria se ofrece como una potencial fuente de productos de alto valor añadido. De hecho, estos residuos orgánicos pueden ser origen de otros productos interesantes a nivel industrial, como son los taninos (compuestos empleados en el curado de cuero) o el ácido tartárico (empleado como aditivo en alimentos).

No obstante, este trabajo se centrará en la obtención de compuestos fenólicos procedentes de los residuos de las vinazas. De esta manera, se propone una efectiva estrategia que influenciaría favorablemente en la economía circular de la actividad vitivinícola, la cual será detallada en la sección 3.5.

3.3 Técnicas de extracción de polifenoles

Dado el potencial interés que presentan los residuos vitivinícolas en lo que a su elevado contenido en polifenoles se refiere, es necesario identificar los distintos métodos de extracción y separación disponibles para su obtención. En la tabla 3.1 se realiza una comparativa de las diferentes técnicas aptas para la extracción de estos compuestos.

| Técnica | Principio | Ventajas | Desventajas | | | | |
|--|--|--|---|--|--|--|--|
| Extracción líquido- líquido/sólido- líquido | Empleo de disolventes para separar un cons- tituyente de una diso- lución | Buenos rendimientos Amplio rango de aplicabilidad Facilidad de uso | Uso de disolventesPosterior etapa de purificación | | | | |
| Extracción asis- tida por ultraso- nidos | Uso de ultrasonidos para romper las pare- des celulares | Proceso rápido Económico frente otras técnicas modernas Menor consumo de di- solvente | Fomenta la degrada- ción de los polifenoles Moléculas voluminosas disminuyen el rendi- miento | | | | |
| Extracción asis- tida por micro- ondas | Uso de energía micro- ondas para romper las paredes celulares | Proceso rápido Económico frente otras técnicas modernas Menor consumo de di- solvente | Fomenta la degrada- ción de los polifenoles Moléculas voluminosas disminuyen el rendi- miento | | | | |
| Extracción me- diante fluidos su- percríticos | Empleo de un fluido supercrítico para que actúe como disolvente | Productos libres de di- solvente No acelera la degrada- ción de polifenoles | Operar en condiciones muy controladas Proceso discontinuo | | | | |
| Tecnología de membranas | Separación por tama- ños moleculares por fuerza impulsora | Carencia de uso de di- solventes Fácil implementación y manejo Modificación de condi- ciones de operación pa- ra mejorar rendimien- tos Reducido coste de ope- ración | Afectadas por el ensu- ciamiento orgánico Limpieza necesaria Posible degradación ante su desuso | | | | |

Tabla 3.1: Comparativa de técnicas de extracción de polifenoles.

Actualmente, la técnica de extracción de compuestos fenólicos más empleada es la extracción líquido-líquido y sólido-líquido. En este proceso se hace uso de una amplia variedad de disolventes, entre los que se incluyen alcoholes (metanol y etanol, principalmente), acetona, dietil éter y acetato de etilo mezclados, generalmente, con una proporción de agua determinada (Mojzer et al., 2016). Presentan buenos rendimientos de extracción y, debido a su amplio rango de aplicabilidad y facilidad de uso, se ha considerado la principal técnica de extracción de estos compuestos. No obstante, este tipo de técnicas presenta la gran desventaja de que estos disolventes pueden ser peligrosos y provocar efectos perjudiciales en la salud humana. En consecuencia, etapas posteriores de purificación son necesarias para garantizar la seguridad de los compuestos fenólicos extraídos, lo cual supone un incremento en el coste y el tiempo requerido para ello.

Alternativamente, se han desarrollado nuevas metodologías modernas para la extracción de polifenoles, entre las que se incluyen la extracción asistida por ultrasonidos y microondas o la extracción mediante fluidos supercríticos.

Las extracciones asistidas por ultrasonidos y microondas son dos técnicas basadas en el mismo principio, degradar las paredes celulares de sólidos, generalmente plantas, para conseguir un mayor rendimiento de extracción de compuestos fenólicos.

Por un lado, la extracción asistida por ultrasonido hace uso de ondas ultrasónicas para dañar las paredes celulares, consiguiendo liberar un mayor contenido de polifenoles recuperados en disolventes adecuados, entre los cuales se encuentran los indicados anteriormente. Respecto a la extracción asistida por microondas, se diferencia de la primera en el uso de energía microonda, la cual calienta la muestra y logra la ruptura de las células (Jovanović et al., 2017).

Ambas técnicas presentan las ventajas de la reducción considerable del tiempo requerido para la extracción, la disminución de disolvente a emplear y la economicidad de éstos en comparación a otras técnicas modernas.

Sin embargo, ambas metodologías conllevan un incremento de la temperatura del medio durante la extracción, lo cual puede acelerar el proceso de degradación de los polifenoles, al ser especies extremadamente sensibles a la temperatura (Antony & Farid, 2022). Además, la presencia de grandes cantidades de partículas y residuos puede afectar negativamente el rendimiento de extracción.

Otra de las técnicas más modernas para la obtención de compuestos antioxidantes es la extracción mediante el uso de fluidos supercríticos. Esta metodología ha sido estudiada extensamente en la actualidad debido a que se ofrece como una alternativa para extraer antioxidantes capaz de evitar la degradación u oxidación de éstos. Su principio se basa en tomar un fluido, incrementar su presión por encima del punto crítico y conseguir dicho fluido supercrítico. En estas condiciones, el fluido adquiere propiedades comparables a un gas, como la viscosidad, difusión y tensión superficial, pero con densidades similares a las de un líquido. Estas propiedades permiten hacer de estas sustancias excelentes disolventes para extracción (Talmaciu et al., 2015).

Para la extracción de polifenoles mediante fluidos supercríticos, se hace uso del CO_2 , dado que no requiere de condiciones de trabajo difíciles de alcanzar, es un disolvente no tóxico ni inflamable y es considerado como seguro de utilizar en la industria alimentaria.

La principal ventaja de esta técnica es que genera productos libres de disolvente, sin la aparición de coproductos y temperaturas de trabajo bajas, garantizando así la evasión de la degradación de los polifenoles. A pesar de todo, es una metodología que requiere operar

a condiciones muy controladas, en especial la presión, y que no permite extraer producto en continuo, lo cual puede suponer un incremento en el tiempo total requerido para tratar una determinada cantidad de residuo.

Finalmente, existe un conjunto de métodos que no requieren el uso de disolventes para la extracción de compuestos fenólicos y que han sido ampliamente estudiados en la actualidad (Giacobbo et al., 2017; Sánchez-Arévalo et al., 2021), y éstos se basan en la tecnología de membranas (Sridhar et al., 2021). Los procesos de extracción con membranas se basan en la separación de partículas atendiendo a sus dimensiones, donde se hace uso de membranas de diferente tamaño de poro que permiten el paso de moléculas de dimensiones inferiores al tamaño de poro establecido. Dentro de este conjunto de tecnologías, se puede clasificar cada proceso según el tipo de membrana utilizada: microfiltración, ultrafiltración, nanofiltración y ósmosis inversa, cuyo funcionamiento y características se detallarán en la sección 3.4.

Las principales ventajas que presenta el uso de la tecnología de membranas en procesos de extracción de sustancias son, como se ha indicado anteriormente, la falta de disolvente, la facilidad de montaje y manejo del sistema, el reducido coste energético y la posibilidad de trabajar en condiciones asequibles y modificables para obtener altos rendimientos de extracción. Asimismo, son sistemas de fácil implementación debido a la modularidad de los elementos de membranas.

El particular incoveniente del uso de membranas es la necesidad de limpieza de éstas, además de la posible degradación y desgaste de las mismas en caso de no ser adecuadamente cuidadas y tratadas. No obstante, la facilidad de inclusión en otros sistemas ya en funcionamiento y la capacidad de trabajar en forma continua hacen de estas técnicas una alternativa interesante y prometedora en la recuperación de polifenoles procedentes de residuos del vino, y es por ello que en este trabajo se focalizará su estudio.

3.4 Tecnología de membranas

En esta sección, se detallan los diferentes tipos de procesos de filtración por membranas que existen en la actualidad, se destacan los parámetros característicos en dichos procesos y se plantean los principales modelos que justifican el comportamiento por el ensuciamiento de las membranas.

3.4.1 Clasificación de los procesos de membranas

Como se ha indicado anteriormente en la sección 3.3, en este proyecto se emplea la tecnología de membranas para la extracción de compuestos fenólicos procedentes de residuos de vinos en la industria vitivinícola.

El proceso de filtración por membranas sigue el esquema representado en la figura 3.5, donde el alimento a filtrar es introducido en el módulo de membranas, y a la salida se obtienen dos corrientes distintas. Por un lado, se obtiene el permeado, el cual es la corriente filtrada por la membrana, y por otro lado el rechazo o retenido, el cual se



encuentra concentrado de las partículas de mayor tamaño de poro que la membrana utilizada presenta.

Figura 3.5: Esquema de un proceso de filtración por membranas (Solís-Carvajal et al., 2018).

Como se ha destacado anteriormente, existen diferentes maneras de clasificar un proceso de filtración por membranas en función del tamaño de partícula que la membrana permite separar, cuyo rango de aplicación viene representado en la figura 3.6. Los diversos tipos de membranas son desarrollados a continuación:

- Microfiltración (MF): se corresponde a procesos de filtración donde las membranas permiten la separación de partículas de diámetros comprendidos entre 0,1 y 10 μm, operando a presiones entre 0,5 y 2 bar. Este tipo de procesos cae entre el filtrado convencional y los procesos de ultrafiltración. Se emplea principalmente para retener partículas voluminosas y bacterias. Las membranas de microfiltración tienen su aplicabilidad en la esterilización de productos farmacéuticos, cerveza, vino y en la industria electrónica para el filtrado de agua ultrapura.
- Ultrafiltración (UF): este tipo de membranas presenta un diámetro de poro en un rango de 10 y 100 nm y trabajan a presiones de 0,5 y 5 bar, por lo que permite separar agua y microsolutos de coloides y macromoléculas. Este tipo de procesos se utilizan ampliamente en la industria alimentaria en producción de productos lácteos o en la clarificación de zumos, en procesos de recuperación de aceites lubricantes en la industria metalúrgica, en el tratamiento de aguas residuales y operaciones de reciclado de productos en el procesado de alimentos o incluso en el sector de la biotecnología para la separación de proteínas o ADN en el cultivo de células.
- Nanofiltración (NF): los procesos de nanofiltración, aunque no se encuentran identificados en la figura 3.6, se ubican en una zona comprendida entre la UF y la ósmosis inversa correspondiente a la región entre 10 y 1 nm. Estos procesos permiten trabajar a 5 y 10 bar de presión. Se emplean en procesos de eliminación de contaminantes de efluentes, encontrando utilidad en la supresión de éstos y especies iónicas en agua relativamente limpia.
- Ósmosis inversa (OI): este tipo de membranas se corresponden a la región de tamaño de poro de 1 a 0,1 nm. Sin embargo, lo más adecuado es tratar este tipo de membranas y las de NF como una capa densa que interacciona con las partículas. Éstas son las membranas que requieren de mayores presión para operar adecuadamente,

alcanzando presiones entre 5 y 80 bar. De igual manera, las membranas de este grupo permiten separar iones, sales y minerales del agua. En consecuencia, la principal aplicación para este tipo de membranas se centra en la desalación de aguas.



Figura 3.6: Región de aplicación de membranas en función del tamaño de partícula (adaptado de Baker, 2012).

Para justificar el transporte de las partículas a través de la membrana durante la filtración, existen dos modelos que permiten su explicación.

El primero es el modelo donde el permeado es resultado de la presión como fuerza impulsora que consigue que el fluido pase por los poros de la membrana, de manera que las partículas que atraviesan la membrana presentan un tamaño inferior al de poro de la misma.

El segundo modelo es el de solución-difusión, en el cual el permeado se disuelve en la membrana y, mediante un gradiente de concentración, se difunde hacia el exterior de la membrana. En este caso, el concepto de tamaño de poro no es empleado, sino que se habla de una capa activa en la membrana, donde las partículas afines se disuelven y la atraviesan, resultando en el permeado extraído.

De los tipos de procesos de membrana descritos previamente, las membranas de MF, UF y parcialmente las membranas de NF ven su comportamiento justificado según el primer modelo descrito, mientras que las membranas de NF y OI describen su funcionamiento atendiendo al modelo de solución-difusión (Baker, 2012).

3.4.2 Parámetros característicos de los procesos de membranas

En los procesos de membranas, es habitual trabajar con una serie de parámetros que permiten definir adecuadamente cualquier sistema. En primer lugar, se define la fuerza impulsora, la cual comúnmente se refiere a la presión aplicada en el proceso, definida como presión transmembranal (PTM) (ΔP) y que es calculada atendiendo a la expresión (3.1).

$$PTM = \frac{P_A + P_R}{2} \tag{3.1}$$

Donde P_A es la presión del alimento en la entrada y P_R es la presión del rechazo en la salida.

A continuación, se define la densidad de flujo de permeado (J_P) , descrita según la Ley de Darcy en la ecuación (3.2).

$$J_P = L_p \cdot \Delta P = \frac{\Delta P}{\mu \cdot R_m} \tag{3.2}$$

Donde L_p es el término de permeabilidad, μ representa la viscosidad y R_m se corresponde a la resistencia intrínseca de la membrana.

En el caso de que se considere la presencia de algún componente en disolución, se incluye el término de presión osmótica ($\Delta \pi$), tal y como se muestra en la expresión (3.3). Finalmente, otro parámetro propio de cada membrana es el coeficiente de reflexión (σ), el cual depende de su estructura, composición y afinidad con la disolución a la que se encuentra en contacto.

$$J_P = L_p \cdot (\Delta P - \sigma \cdot \Delta \pi) \tag{3.3}$$

El término de $\Delta \pi$ puede calcularse haciendo uso de la expresión simplificada (3.4).

$$\Delta \pi = i \cdot \frac{c \cdot R \cdot T}{M_r} \tag{3.4}$$

Donde *i* es el número de iones en disolución, *c* es la concentración másica de la especie, *R* es la constante universal de los gases perfectos, *T* es la temperatura de la corriente y M_r es el peso molecular del compuesto presente en la disolución.

Alternativamente, la densidad de flujo de permeado puede expresarse como el volumen de permeado obtenido (V_P) por unidad de superficie (A_m) y tiempo (t), dada en la ecuación (3.5).

$$J_P = \frac{V_P}{A_m \cdot t} \tag{3.5}$$

Una vez planteadas las expresiones que definen el flujo de permeado obtenido, es deseado conocer la efectividad de las membranas de permitir el paso de determinados componentes (R_i) . Para ello, se utiliza la expresión (3.6), que determina la capacidad de la membrana para eludir que dichos componentes acaben en el permeado.

$$R_{i} = \frac{C_{i,A} - C_{i,P}}{C_{i,A}} = 1 - \frac{C_{i,P}}{C_{i,A}}$$
(3.6)

Donde el término $C_{i,A}$ es la concentración de la especie *i* en el alimento y $C_{i,P}$ es la concentración de la especie *i* en el permeado.

Por otro lado, para identificar la recuperación de la membrana tras el filtrado, se define el factor de conversión (Y), obtenido con la expresión (3.7).

$$Y = \frac{Q_P}{Q_A} \tag{3.7}$$

Donde Q_P es el caudal de permeado y Q_A es el caudal de alimentación.

Finalmente, se definen dos factores propios de los procesos de membrana. El factor de reducción de volumen en continuo (FRV) determina la reducción en volumen o masa resultante tras el proceso de filtración, la cual viene dada por la expresión (3.8).

$$FRV = \frac{Q_A}{Q_R} = \frac{V_A}{V_R} \tag{3.8}$$

Donde Q_R es el caudal de la corriente de rechazo. En el caso de trabajar por lotes se tiene que V_A y V_R son los volúmenes de alimento y rechazo, respectivamente.

Por otro lado, el factor de concentración (FC) especifica la concentración que se obtiene en la corriente de rechazo y viene definida por la expresión (3.9).

$$FC = \frac{C_{i,R}}{C_{i,A}} \tag{3.9}$$

Donde $C_{i,R}$ es la concentración de la especie *i* en la corriente de rechazo.

3.4.3 Fenómeno de ensuciamiento en ultrafiltración

Previamente mencionado en la sección 3.3, los procesos de membranas son susceptibles al ensuciamiento generado por el depósito de partículas sobre la superficie de las membranas. Ésto genera un decrecimiento en el flujo de permeado resultante, lo cual conlleva la disminución del rendimiento del proceso de filtración.

De hecho, tal es su efecto que se han realizado estudios que permiten determinar de qué manera se bloquean las membranas en procesos de tratamientos de aguas residuales (Sousa et al., 2018). Esta determinación se basa en el empleo de los modelos que justifican el mecanismo del bloqueo de los poros desarrollados por Hermia, 1982.

En el caso de estudio de este trabajo, estos modelos son utilizados para identificar el tipo de ensuciamiento que sufre una membrana en un proceso de filtración en flujo cruzado de UF y justificar el descenso del flux de permeado experimentado. En consecuencia, la expresión general planteada por Hermia se corresponde a la ecuación (3.10)

$$\frac{\mathrm{d}^2 t}{\mathrm{d}V^2} = k \cdot \left(\frac{\mathrm{d}t}{\mathrm{d}V}\right)^n \tag{3.10}$$

Donde t es la variable tiempo y V es el volumen de permeado acumulado en el proceso de filtración. Los parámetros k y n son las constantes que varían según el tipo de ensuciamiento sufrido.

La constante k es el coeficiente de resistencia función de las condiciones de operación y otros parámetros, mientras que la constante n es un número adimensional relacionado con el tipo de ensuciamiento. Los valores entre los que puede alternarse son 2,0 en caso de bloqueo completo, 1,5 para bloqueo estándar, 1,0 para bloqueo intermedio y 0 para la formación de una torta.

En definitiva, la función general aplicada a un proceso de filtración por flujo cruzado en UF se muestra en la ecuación (3.11).

$$-\frac{\mathrm{d}J}{\mathrm{d}t} = k \cdot (J - J_{SS}) \cdot J^{2-n} \tag{3.11}$$

Donde J es el flujo de permeado, t es la variable tiempo, J_{SS} es el permeado en el estado estacionario y las constantes k y n son los parámetros de ajuste.

Las expresiones y funcionamiento de los diferentes tipos de ensuciamiento indicados anteriormente se desarrollan en la sección 4.1.

3.5 Economía circular y ODSs

En la actualidad, la inclusión de procesos o técnicas que influyan en la economía circular de una determinada actividad industrial es un factor de gran atractivo, puesto que permite obtener productos de alto valor añadido y una reducción o regulación de los residuos generados durante dicha actividad.

La implementación de la tecnología de membranas en la industria del vino para la extracción de compuestos fenólicos a partir de los residuos producidos presenta un efecto positivo en dicha industria. Como se ha indicado anteriormente, la extracción de polifenoles a partir de los residuos del vino supone la creación de productos de alto valor añadido a las empresas productoras de esta bebida, lo cual las hace más competitivas en un sector de alta influencia en la economía española.

Además, el aprovechamiento de los residuos generados durante la elaboración del vino supone la reducción de la cantidad producida de éstos, sin la necesidad de emplear disolventes para su extracción que pueden afectar negativamente al medio ambiente e incrementar los costes para su sustracción.

De hecho, en 2015 se diseñaron una serie de objetivos para abordar diferentes desafíos relacionados con el ámbito económico, social y ambiental más urgentes en el mundo. Estos son los ODS, los cuales se constituyen de 17 objetivos y 169 metas planteadas por las Naciones Unidas en la Agenda 2030 para el desarrollo sostenible (Naciones Unidas, 2017).

En lo que concierne a la extracción de polifenoles de residuos del vino por tecnología de membranas, la implementación de este proceso en la industria vitivinícola puede contribuir en gran medida en numerosos de los ODS registrados, viéndose especialmente efectiva ante los siguientes objetivos y metas:

- ODS 6: "Garantizar la disponibilidad y la gestión sostenible del agua y el saneamiento para todos". Los tratamientos con membranas generalmente permiten la mejora de la calidad del agua residual originados por la producción del vino, fomentando la reutilización y reciclado de ésta, tal y como se mustra indicado en la meta 6.3.
- ODS 8: "Promover el crecimiento económico sostenido, inclusivo y sostenible, el empleo pleno y productivo y el trabajo decente para todos". El uso de tecnologías modernas, como es la de membranas, y su introducción en la industria del vino conlleva un incremento de la productividad y mejoraría la producción y consumos eficientes de los recursos naturales, estipulados en las metas 8.2 y 8.4.
- ODS 9: "Construir infraestructuras resilientes, promover la industrialización inclusiva y sostenible y fomentar la innovación". El uso de nuevas técnicas permiten ofrecer un valor añadido a los productos elaborados en la industria del vino, como son los compuestos fenólicos para su uso en otras industrias, según indica la meta 9.5.
- ODS 12: "Garantizar modalidades de consumo y producción sostenibles". Estrechamente relacionada con las metas 12.2, 12.3 y 12.5, la extracción de polifenoles por

membranas logra disminuir los desechos generados por la producción de vinos mediante su reutilización y aprovechamiento de los recursos naturales consumidos.

4 Modelos matemáticos

En este capítulo se detallan los modelos matemáticos empleados para la caracterización de las membranas utilizadas en UF y NF. En la sección 4.1 se proponen los diferentes modelos que explican los tipos de ensuciamiento que una membrana puede sufrir tras el filtrado en UF. En la sección 4.2 se propone el modelo de ajuste para un proceso de NF.

4.1 Modelos de ensuciamiento en ultrafiltración

En esta sección se describen los modelos empíricos utilizados para la identificación del tipo de ensuciamiento que sufren las membranas cerámicas de UF tras el filtrado de las vinazas.

4.1.1 Modelo de bloqueo completo

Este tipo de modelo aplicado al filtrado en flujo cruzado supone que las moléculas que alcanzan la superficie de la membrana y no consiguen pasar los poros bloquean completamente dicha entrada. Además, también considera que una molécula no puede superponerse a una partícula ya depositada. Este comportamiento puede verse identificado en la figura 4.1.



Figura 4.1: Ilustración del mecanismo de bloqueo completo de una membrana (adaptado de Vela et al., 2008).

Dado que en esta clase de bloqueo el tamaño de partícula es mayor al del poro, éste se bloquea únicamente en su superficie, pero no en su interior.

La expresión que justifica este comportamiento viene descrita en la (4.1) (Vela et al., 2009).

$$J_P = J_{Pss} + (J_0 - J_{Pss}) \cdot e^{K_c \cdot J_0 \cdot t}$$
(4.1)

Donde J_P es el flujo de permeado en m/s, J_{Pss} es el flujo de permeado en el estado estacionario en m/s, J_0 es el flujo de permeado inicial en m/s, K_c es la constante correspondiente al modelo de bloqueo completo para un filtrado en flujo cruzado en 1/m y t es el tiempo en s.

4.1.2 Modelo de bloqueo intermedio

A diferencia del modelo expuesto anteriormente, este modelo también tiene en cuenta la posibilidad que tienen las partículas de depositarse unas sobre las otras.

Por otro lado, este caso de ensuciamiento sucede en aquellos casos donde el tamaño de partícular es similar al del poro, de manera que pueden llegar a obstruirlo, pero sin llegar a bloquearlo completamente. Dicho funcionamiento se ilustra visualmente en la figura 4.2.



Figura 4.2: Ilustración del mecanismo de bloqueo intermedio de una membrana (adaptado de Vela et al., 2008).

Este modelo se ajusta, así, a la (4.2) (Vela et al., 2009).

$$J_P = \frac{J_0 \cdot J_{Pss} \cdot e^{K_i \cdot J_{Pss} \cdot t}}{J_{Pss} + J_0 \cdot (e^{K_i \cdot J_{Pss} \cdot t} - 1)}$$
(4.2)

Donde J_P es el flujo de permeado en m/s, J_{Pss} es el flujo de permeado en el estado estacionario en m/s, J_0 es el flujo de permeado inicial en m/s, K_i es la constante correspondiente al modelo de bloqueo intermedio para un filtrado en flujo cruzado en 1/m y t es el tiempo en s.

4.1.3 Modelo de bloqueo estándar

El modelo de bloqueo estándar considera que las partículas se introducen por los poros de la membrana y, debido a irregularidades en la superficie, quedan adheridas a las paredes. En consecuencia, el volumen de poros en la membrana mengua progresivamente conforme se realiza la filtración.

Para que suceda este tipo de ensuciamiento, las partículas deben ser de dimensiones inferiores al tamaño de poro, en cuyo interior sucede dicho ensuciamiento, tal y como se muestra en la figura 4.3.



Figura 4.3: Ilustración del mecanismo de bloqueo estándar de una membrana (adaptado de Vela et al., 2008).

Además, debido al hecho indicado previamente, el ensuciamiento se vuelve independiente de la velocidad de flujo tangencial y el término del permeado en estado estacionario presenta valor nulo en ensayos prolongados. Es por ello que la ecuación que ajusta este modelo se corresponde a la expresión (4.3) (Vela et al., 2009).

$$J_P = \frac{J_0}{(J_0 + J_0^{1/2} \cdot K_s \cdot t)^2}$$
(4.3)

Donde J_P es el flujo de permeado en m/s, J_0 es el flujo de permeado inicial en m/s, K_s es la constante correspondiente al modelo de bloqueo estándar para un filtrado en flujo cruzado en $1/(m^{1/2} \cdot s^{1/2})$ y t es el tiempo en s.

4.1.4 Modelo de bloqueo por formación de una capa de gel

El último modelo capaz de explicar un tipo de ensuciamiento en la membrana es el que se basa en la formación de una torta o capa de gel sobre los poros de la membrana.

En este caso, las partículas no se introducen en los poros, sino que forman una capa sobre la superficie de la membrana, fenómeno representado en la figura 4.4.

La expresión resultante para describir este fenómeno se corresponde a la ecuación (4.4) (Vela et al., 2009).

$$t = \frac{1}{K_{gl} \cdot J_{Pss}^{2}} \cdot \ln\left[\left(\frac{J_{P}}{J_{0}} \cdot \frac{J_{0} - J_{Pss}}{J_{P} - J_{Pss}}\right) - J_{Pss} \cdot \left(\frac{1}{J_{P}} - \frac{1}{J_{0}}\right)\right]$$
(4.4)



Figura 4.4: Ilustración del mecanismo de bloqueo por capa de gel de una membrana (adaptado de Vela et al., 2008).

Donde J_P es el flujo de permeado en m/s, J_0 es el flujo de permeado inicial en m/s, K_{gl} es la constante correspondiente al modelo de bloqueo estándar para un filtrado en flujo cruzado en s/m² y t es el tiempo en s.

4.2 Modelo de ajuste en nanofiltración

Una vez planteados los modelos que permiten estimar el comportamiento de los procesos de UF, la siguiente etapa es definir aquél que justifique el funcionamiento de los procesos de NF.

Para ello, se hace uso de las ecuaciones simplificadas propuestas por Spiegler-Kedem, las cuales relacionan el transporte de solvente y soluto según las ecuaciones (4.5) y (4.6) (López-Borrell et al., 2022).

$$J_v = L_p \cdot (\Delta P - \sigma \Delta \pi) \tag{4.5}$$

$$J_s = P_s \cdot (C_m - C_p) + (1 + \sigma) \cdot C_m \cdot J_v \tag{4.6}$$

Donde P_s es la permeabilidad del soluto y C_m y C_p son las concentraciones de polifenoles en la superficie de la membrana y en el pemeado, respectivamente.

Con la combinación de éstas se alcanza la ecuación (4.7). Esta expresión tiene en cuenta la polarización por concentración y se elimina la repulsión por carga eléctrica en la superficie de la membrana.

$$J_v = L_p \cdot \left[\Delta P - \sigma \cdot R \cdot T \cdot (C_f - C_p) \cdot exp\left(\frac{J_v}{k}\right) \right]$$
(4.7)

Donde C_f es la concentraciones de polifenoles en el alimento y k es el coeficiente de transferencia de materia expresado en $L/m^2 \cdot h$. Debido a la dependencia del parámetro de la permeabilidad de la temperatura, se ha ajustado dicho parámetro a una expresión de Arrhenius (4.8).

$$L_p = L_{p0} \cdot exp\left(-\frac{\Delta H}{R} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right)$$
(4.8)

Donde ΔH es la entalpía de activación en J/mol y T_0 es la temperatura de referencia expresada en K.

En definitiva, para ajustar los datos experimentales resultantes de los ensayos de NF, se combinan las expresiones anteriores y se obtiene el modelo matemático desarrollado en la ecuación (4.9).

$$J_v = L_{p0} \cdot exp\left(-\frac{\Delta H}{R} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right) \cdot \left[\Delta P - \sigma \cdot R \cdot T \cdot (C_f - C_p) \cdot exp\left(\frac{J_v}{k}\right)\right] \quad (4.9)$$

5 Materiales y metodología

En este capítulo se detallan los materiales, metodología y técnicas empleadas para llevar a cabo los ensayos experimentales realizados. En la sección 5.1 se definen las técnicas analíticas manejadas para el análisis cuantitativo de los polifenoles extraídos en el permeado. En la sección 5.2 se describen los residuos de vinazas utilizados para los ensayos. En la sección 5.3 se indican los elementos y equipos utilizados para llevar a cabo la filtración de los vinos. Finalmente, en la sección 5.4 se detalla el procedimiento seguido para realizar los ensayos de permeabilidad, ensuciamiento y limpieza de las membranas.

5.1 Técnicas analíticas

En esta sección se describen los métodos analíticos utilizados para el análisis de las muestras tomadas en los ensayos de extracción de polifenoles.

5.1.1 Determinación de los compuestos fenólicos

El principal objetivo de este proyecto es verificar la posibilidad de utilizar residuos procedentes de la industria vitivinícola para extraer polifenoles de ellos. En consecuencia, la determinación de la cantidad de compuestos fenólicos presentes en el alimento y en el permeado es esencial para dicha comprobación.

El método seguido para la cuantificación de polifenoles se trata de una técnica colorimétrica donde se hace uso del reactivo de Folin-Ciocalteau (FCR), una mezcla de ácidos fosfomolíbdico y fosfowolfrámico que, al reducirse, adquiere una tonalidad azulada que permite ser medida mediante la absorbancia de la muestra a una longitud de onda de 765 nm (Agbor et al., 2014).

Debido a que la intensidad de la absorbancia es directamente proporcional al contenido de polifenoles, se puede identificar la cantidad de éstos en una muestra determinada según la medida registrada de la absorbancia haciendo uso de una recta de calibrado centrada en uno de los compuestos fenólicos existentes, concretamente tomando como referencia la concentración de tirosol en mg/L, la cual se muestra representada en la figura 5.1.



Figura 5.1: Recta de calibrado tomando el tirosol como compuesto fenólico de referencia (López Borrell, 2022).

Para llevar a cabo los ensayos de determinación de polifenoles, se hicieron uso de los siguientes reactivos: reactivo comercial de Folin-Ciocalteau de concentración 2 normal y una disolución de carbonato sódico (Na_2CO_3) al 20 % p/p.

En lo que se refiere al procedimiento que se siguió para su determinación, éste es el siguiente:

Primeramente, en matraces aforados de $25 \,\mathrm{mL}$ se adicionan $6.8 \,\mathrm{mL}$ de agua destilada, $7 \,\mathrm{mL}$ en el caso de preparar el blanco, seguidos de $0.2 \,\mathrm{mL}$ de la muestra tomada para analizar. Seguidamente, se introducen $0.5 \,\mathrm{mL}$ del FCR. Tras todas las adiciones, la mezcla se homogeneiza y se deposita en oscuridad durante 3 minutos, debido a que el FCR se degrada con la luz.

Tras el transcurso del tiempo indicado, se adiciona 1 mL de Na₂CO₃ a la mezcla, siendo posteriormente agitada y dejada en oscuridad durante un periodo de 1 hora. Una vez finalizado el tiempo de espera, la muestra estará preparada y disponible para la lectura de la absorbancia en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 765 nm.

Las mediciones se realizaron por triplicado, con el objetivo de minimizar el error cometido en la elaboración de las muestras y obtener un resultado fiable.

Respecto al material utilizado para llevar a cabo el análisis de los compuestos fenólicos totales en las muestras, el equipo empleado para la lectura de la absorbancia fue un espectrofotómetro Thermo Spectronic Helios δ , el cual se puede observar en la figura 5.2.



Figura 5.2: Espectrofotómetro Thermo Spectronic Helios $\delta.$



Figura 5.3: Material de laboratorio empleado para el análisis de polifenoles totales.

Por otro lado, el material de laboratorio usado para los ensayos se encuentra agrupado en la figura 5.3. Se incluye una pipeta de 1 mL con su pera, dos pipetas automáticas de volumen variable, 7 matraces aforados de 25 mL, una cubeta de plástico, filtros de 1 μ m con jeringuillas de plástico, un vaso de precipitados de 100 mL para contener la disolución de Na₂CO₃, otro vaso de precipitados de 500 mL para las limpiezas de la cubeta y matraces y una caja para garantizar un espacio de oscuridad.

5.1.2 Medición del tamaño de partícula

Tras los procesos de filtrado de las vinazas, es de esperar que las partículas presentes en el permeado se adecuen al tamaño de corte molecular de las membranas. Por tal motivo, se ha empleado un análisis de la dispersión de luz dinámica (DLS).

Esta técnica se basa en la medición de las fluctuaciones en la intensidad de la luz dispersada por las moléculas suspendidas en la muestra. Las partículas presentes dispersan la luz incidida sobre éstas en varias direcciones, atendiendo a su tamaño y propiedades ópticas.

Las fluctuaciones en la intensidad de la luz generadas son medidas por un detector de la DLS y las correlaciona en función del tiempo. Seguidamente, se obtiene una función de autocorrelación que describe de qué manera dichas fluctuaciones se relacionan en diferentes retardos de tiempo. De esta manera, se consigue obtener una distribución del tamaño de partícula presente en la muestra.

El equipo utilizado para realizar esta medición se encuentra ubicado en la Universitat Politècnica de València en el campus de Alcoy, el cual puede ser apreciado en la figura 5.4.


Figura 5.4: Equipo de DLS utilizado.

5.2 Residuos de vinazas utilizados

Los residuos de vinazas empleados como alimento para su filtración proceden de una industria vitivinícola ubicada en la Comunidad Valenciana generados en el año 2022. Una muestra de dichos residuos se observa en la figura 5.5.



Figura 5.5: Muestra de los residuos de vinazas tomados como alimento.

Tal y como se puede apreciar, las vinazas presentan un color granate uniforme. Además, cabe destacar la presencia de partículas sólidas correspondiente al poso de las vinazas. En consecuencia, un etapa de pretratamiento es necesaria para eliminar los coloides de mayor tamaño y evitar así un ensuciamiento mayor de las membranas.

5.3 Plantas piloto

En esta sección se describen las plantas piloto utilizadas para realizar los ensayos de extracción de polifenoles mediante membrana cerámica de UF y polimérica de NF.

5.3.1 Planta piloto de ultrafiltración

La planta piloto empleada para la extracción de polifenoles mediante membranas cerámicas de UF se muestra representada en la figura 5.6.



Figura 5.6: Planta piloto de UF con membrana cerámica.

Tal y como se aprecia en la figura 5.6, este sistema incluye una balanza Kern PLS de $4200 \,\mathrm{g}$ con una resolución de 0,01 g, un equipo de refrigeración PolyScience y un termopar Testo 922 con una resolución de 0,1 °C. La planta de UF fue confeccionada por Likuid Nanotek S.L.

La planta de UF se encuentra equipada con un depósito de 16 L de capacidad, cuyo contenido es impulsado a través del módulo de membranas por una bomba centrífuga. Esta bomba viene equipada con un panel de control que permite modificar la potencia de ésta, abarcando un rango de 1 a 10. El rechazo es recuperado en el depósito, mientras que el permeado fluye por un caudalímetro por un circuito alterno. La planta, asimismo, incluye dos válvulas que permiten ajustar la PTM del proceso de filtración, la cual es determinada con tres manómetros presentes a la salida de la bomba, del módulo de membranas y del permeado.

El permeado resultante durante las sesiones de filtración es vertido en un recipiente, cuya variación de peso es registrada por la balanza de forma continua. Estos datos son

posteriormente recogidos en un portátil a través de LabView. El tratamiento de los datos recopilados se realiza seguidamente con Matlab R2021b.

La membrana empleada se corresponde a una membrana cerámica tubular INSIDE Cé-RAMTM, visualizada en la figura 5.7, cuyas características se recogen en la tabla 5.1 (TAMI Industries, 2023).



Figura 5.7: Membrana cerámica 15 kDa utilizada.

Tabla 5.1: Características de la membrana cerámica INSIDE CéRAM[™]utilizada.

| Longitud (mm) | 1178 |
|---------------------------------|----------|
| Diámetro (mm) | 25 |
| Diámetro hidráulico (mm) | $3,\!50$ |
| Número de canales | 19 |
| Área total (m^2) | $0,\!25$ |
| Tamaño de corte molecular (kDa) | 15 |
| | |

5.3.2 Planta piloto de nanofiltración

La planta piloto empleada para la extracción de polifenoles mediante membranas poliméricas de NF se muestra representada en la figura 5.8.

Al igual que en la planta piloto descrita en la subsección 5.3.1, este sistema consta de una balanza Kern PLS de 4200 g con una resolución de 0,01 g, un equipo de refrigeración PolyScience y un termopar Testo 922 con una resolución de 0,1 °C.

El módulo de membranas utilizado es un modelo CF042SS CELL elaborado por la empresa Sterlitech con un área activa de membrana disponible de 42 cm^2 , el cual se muestra en la figura 5.9.

El proceso de filtración se inicia en un recipiente que contiene el alimento, el cual es el permeado extraído en la planta previa de UF. Mediante una bomba centrífuga, el fluido atraviesa un filtro previo para proteger la bomba de posibles sólidos y entra en el módulo de membranas. El permeado es extraído y vertido en una jarra graduada, mientras que el



Figura 5.8: Plata piloto de NF con membrana polimérica



Figura 5.9: Módulo de membrana de NF CF042SS CELL de Sterlitech.

rechazo sigue el circuito por un caudalímetro y reintroducido, finalmente, en el recipiente con el alimento.

Con el objetivo de mantener la temperatura constante de los ensayos, un equipo de refrigeración es utilizado en el depósito de alimentación. La PTM es medida haciendo uso de dos manómetros presentes a la entrada y salida del módulo de membranas, siendo modificada mediante la apertura o cierre de una válvula situada en la línea de rechazo delante del caudalímetro.

El permeado resultante cae en una jarra graduada sobre una balanza que mide el peso de ésta de manera continua. La balanza, a su vez, se encuentra conectada a un portátil, donde se recogen los datos medidos a través de una interfaz de LabView. Finalmente, el tratamiento de datos se realiza haciendo uso de Matlab R2021b.

La membrana empleada se corresponde a una membrana polimérica FilmTechTMNF270-2540 de la casa comercial DuPont, la cual se observa en la figura 5.10 y cuyas características se recogen en la tabla 5.2 (DuPont, 2021).



Figura 5.10: Membrana polimérica NF270-2540 utilizada.

Tabla 5.2: Características de la membrana polimérica NF270-2540 utilizada.

| Geometría | Plana |
|---------------------------------|---------------------|
| Material | Poliamida aromática |
| $ \text{ Årea } (\text{cm}^2) $ | 42 |
| Tamaño de corte molecular (Da) | 340 |

5.4 Metodología experimental

En esta sección se definen los procesos y procedimientos aplicados para el acondicionamiento del alimento utilizado durante los ensayos de filtración, la determinación de la permeabilidad, el ensuciamiento y la limpieza de las membranas de UF y NF.

5.4.1 Pretratamiento y conservación de los residuos de vinazas

Con el objetivo de eliminar las partículas de mayor tamaño presentes en los residuos de vinazas trabajados, se les aplicó un proceso de filtración previo a los ensayos. Para ello, se hizo uso de filtros de papel de 100 y 5 μ m inicialmente, mientras que se utilizaron filtros de hilo de 20 μ m en el caso de que se generara una capa de moho en la superficie del líquido.

Los equipos y filtros utilizados se muestran agrupados en la figura 5.11 y figura 5.12, respectivamente.

Por otro lado, debido a la sensibilidad a la temperatura, el alimento tomado fue almacenado en un refrigerador a unos 3 °C. De esta manera, se conseguía disminuir la generación de una capa de moho en la superficie de la mezcla.



(a) Equipo de filtración por filtros de papel.

(b) Equipo de filtración por filtros de hilo.





(a) Filtros de papel de 100 y 5 μ m.



(b) Filtros de hilo.

Figura 5.12: Filtros utilizados para el pretratamiento de las vinazas.

5.4.2 Ensayos de permeabilidad con membrana de ultrafiltración

Los ensayos para la determinación de la permeabilidad de la membrana cerámica utilizada se realizaron empleando agua destilada. Inicialmente, se hizo circular el agua destilada por todo el circuito con el equipo de refrigeración en marcha hasta conseguir una temperatura estable y constante en el ensayo. Además, este paso previo permitía que los gases presentes por la membrana cerámica fueran expulsados y se midiera adecuadamente la PTM deseada, modificando la válvula a la salida del módulo de membranas.

Los ensayos se realizaron modificando las condiciones de operación de temperatura, alternando entre valores de 15, 20, 25 y 27 °C, manteniendo la PTM a 2 bar. La velocidad de paso tangencial (CFV) no fue modificada debido a la complejidad para su variación en la planta de UF y por el bajo impacto resultante en el flux medido.

La determinación del flux de permeado se realizó midiendo la diferencia de peso en tiempos de muestreo de 10 s empleando una balanza conectada a un portátil a través de la interfaz de LabView. Esta interfaz calculaba instantáneamente el flux del permeado resultante

atendiendo a los datos de área activa de membrana. Los resultados obtenidos fueron, posteriormente, tratados con Matlab R2021b.

5.4.3 Ensayos de permeabilidad con membrana de nanofiltración

Al igual que en la subsección 5.4.2, la determinación de la permeabilidad de la membrana polimérica se realizó mediante ensayos con agua destilada. Previo al inicio del ensayo, la membrana se dejó humedecer en un vaso de precipitados con agua destilada, de manera que el aire retenido en ésta queda expulsado.

Posteriormente, se procedió a verter agua destilada en el depósito, la cual fue sometida a un proceso de enfriamiento mediante el equipo de refrigeración, permitiendo así alcanzar la temperatura deseada. Simultáneamente, se puso en circulación el alimento hasta alcanzar las condiciones de temperatura y presión deseadas.

Los ensayos se realizaron a una temperatura de 20 °C y a una PTM de 9,5 bar. El caudal resultante del rechazo se mantuvo a 5,75 L/min, medido con el caudalímetro presente en la planta.

El cálculo del flux de permeado se realizaba automáticamente haciendo uso de la interfaz de LabView. Éste recogía las medidas de peso procedentes de la balanza de manera continua en intervalos de tiempo de 30 s. Seguidamente, determinaba la diferencia de pesos entre medidas y empleaba el área de la membrana para determinar dicho parámetro. Una vez finalizado los ensayos, los datos fueron tratados con Matlab R2021b.

5.4.4 Ensayos de ensuciamiento en ultrafiltración con vinazas

En lo que se refiere a los ensayos de ensuciamiento de la membrana cerámica realizados experimentalmente, todos los ensayos se llevaron a cabo manteniendo una PTM de 2 bar, a una temperatura constante de 20 °C y a una potencia de la bomba de 7.

Inicialmente, se vertió la disolución con las vinazas en el depósito y se dejaron temperar con el enfriador a la temperatura indicada.

Una vez alcanzadas las condiciones deseadas, se inició la puesta en marcha del ensayo, regulando las presiones y la temperatura en caso de haber alguna fluctuación generada por la aparición de burbujas o por el calentamiento de la bomba. Conforme se obtenía el permeado, éste fue devuelto al depósito para evitar alterar en gran medida la concentración del alimento inicial.

El cálculo del flux del permeado siguió el mismo procedimiento que el explicado en la subsección 5.4.2.

Durante los ensayos, se tomaron muestras del alimento y permeado para verificar la concentración de polifenoles de éstas mediante la técnica descrita en la subsección 5.1.1.

5.4.5 Ensayos de nanofiltración con vinazas

Respecto a los ensayos de NF de las vinazas con membrana polimérica, éstos se realizaron a una PTM de 9,5 bar, a una temperatura de alimentación constante de 20 °C y a un caudal de rechazo de 5,75 L/min.

El alimento en estos ensayos era constituido por el permeado resultante de la previa etapa de UF. Previo al filtrado, se empleó el equipo de refrigeración para conseguir que el alimento se encontrase en las condiciones de temperatura adecuadas.

Cuando la temperatura del alimento se mantuvo constante, el ensayo era iniciado. Debido al calentamiento resultante del funcionamiento de la bomba, era necesario regular la temperatura del equipo de refrigeración para evitar fluctuaciones en el flux medido.

El cálculo del flux del permeado siguió el mismo procedimiento que el explicado en la subsección 5.4.3.

Durante los ensayos, se tomaron muestras del alimento y permeado para medir la concentración de compuestos fenólicos de éstas mediante la técnica expuesta en la subsección 5.1.1.

5.4.6 Ensayos de limpieza

Para llevar a cabo la limpieza de las membranas tanto de UF como de NF, primeramente se hizo uso de agua destilada en recirculación para eliminar el ensuciamiento superficial de la membrana durante 2-3 horas. En caso de que el ensuciamiento fuese muy pronunciado, se prepararon disoluciones de NaOH al 1% que fueron recirculadas por la planta de filtración durante intervalos de 2-3 horas.

Tras la limpieza en recirculación con sosa cáustica de 2-3 horas, se dejó en reposo en el circuito durante 24 h. Posteriormente, se realizó un lavado con agua destilada hasta neutralizar el pH de las plantas de UF y NF.

6 Resultados

En este capítulo se recopila toda la información obtenida mediante los ensayos propuestos y técnicas analíticas empleadas, al igual que la identificación de los parámetros de los modelos de ajuste planteados para los sistemas de UF y NF. En la sección 6.1 se caracteriza la membrana cerámica de UF utilizada en los ensayos, se analizan las concentraciones obtenidas tras los ensayos, los cuales son visualizados junto a las limpiezas realizadas y se identifica el tipo de ensuciamiento experimentado. En la sección 6.2 nuevamente se realiza la caracterización de la membrana polimérica de NF utilizada, se analizan las concentraciones resultantes con los filtrados, se representan los ensayos de filtrado y limpieza y se realiza el ajuste al modelo matemático desarrollado. Finalmente, en la sección 6.3 se estima el tamaño de partícula presente en cada volumen de alimento y permeado obtenido con los ensayos de filtración mediante la técnica del DLS.

6.1 Resultados y análisis del proceso de ultrafiltración

En este apartado se detallan los cálculos empleados para la determinación del coeficiente de permeabilidad para la membrana cerámica de 15 kDa empleada, al igual que la evolución de las concentraciones, los rechazos resultantes y ensayos de filtración. Además, se identifica el tipo de ensuciamiento que sufre la membrana con el filtrado de vinazas.

6.1.1 Determinación de la permeabilidad de la membrana cerámica de ultrafiltración

Tal y como se ha descrito previamente en la subsección 5.4.2, se han realizado ensayos con agua destilada a 15, 20, 25 y 27 °C a una PTM de 2 bar para determinar la permeabilidad hidráulica (L_p) de la membrana cerámica de 15 kDa utilizada en UF. Los resultados de flux resultantes de los ensayos se muestran representados en la figura 6.1.

Las medidas experimentales para cada ensayo adquieren valores prácticamente constantes, sin tener en cuenta aquellos puntos que se comportan de forma anómala. Además, se observa que el flux de permeado incrementa con la temperatura, lo cual es un comportamiento lógico en los procesos de filtrado por membrana. Esto es debido a que el



Figura 6.1: Ensayos de permeabilidad con agua destilada a 15, 20, 25 y 27 °C con una potencia de la bomba de 7 y PTM de 2 bar.

incremento de dicho parámetro provoca una disminución de la viscosidad del fluido y, atendiendo a la ecuación (3.2), el flux resultante aumenta.

Debido a la presencia de dichas medidas dispares que podrían interferir en la correcta estimación del parámetro de la permeabilidad, un filtrado de puntos experimentales es empleado para eliminar aquellos valores que se excedan del error un 5%. Como resultado se obtiene la figura 6.2.



Figura 6.2: Filtrado de puntos de ensayos de permeabilidad con agua destilada a 15, 20, 25 y 27 °C con una potencia de la bomba de 7 y PTM de 2 bar.

Con los datos filtrados, se promedian los valores de flux medidos para cada temperatura. Ajustando los puntos a una recta en función de la temperatura, tal y como se muestra en la figura 6.3, se determina el coeficiente de permeabilidad hidráulica. Dicho valor queda recogido en la tabla 6.1.



Figura 6.3: Ajuste de la permeabilidad hidráulica de la membrana cerámica de 15 kDa.

Tabla 6.1: Coeficiente de permeabilidad de la membrana cerámica de 15 kDa.

| $L_p \; (L/bar \cdot h \cdot m^2)$ | Error estándar | Coeficiente de regresión, \mathbf{R}^2 |
|------------------------------------|----------------|--|
| 8,183 | 0,366 | 0,994 |

Como es apreciable, el parámetro de permeabilidad resultante presenta un coeficiente de regresión de 0,994, lo cual supone que el ajuste es adecuado. En cuanto al valor resultante, no se ha encontrado información en bibliografía que emplease este tipo de membranas en sus ensayos, por lo que no ha sido posible contrastar el resultado obtenido.

6.1.2 Análisis de la evolución de la concentración de polifenoles y del rechazo del proceso de ultrafiltración

En este apartado se analiza la evolución de la concentración de polifenoles presentes tanto en el alimento como en el permeado en los ensayos de UF, al igual que los rechazos obtenidos experimentalmente tras dichos ensayos.

En lo que concierne a la variación de la concentración de polifenoles presentes en el alimento utilizado y permeado resultante en los ensayos de UF, ésta puede verse visualizada en el conjunto de gráficas de la figura 6.4. Cabe destacar que los valores indicados en la figura 6.4b se corresponden a los datos de ensayos de los días 30, 33 y 35 de la figura 6.4a.

Para empezar, es menester señalar la existencia del gran error presente en las medidas, pudiendo variar hasta en 200 mg de Tirosol eq/L en algunos puntos. Este amplio rango



(a) Variación de la concentración de polifenoles presentes en (b) Variación de la concentración de polifenoles presentes en el permeado destinado a UF.

Figura 6.4: Variación de las concentraciones de polifenoles en el alimento y permeado en UF.

es debido a que, para determinar la concentración de polifenoles presente en las muestras, se requería hacer una previa dilución de éstas puesto que excedían el alcance de la recta de calibrado utilizada.

No obstante, es apreciable que, conforme se realizaron los ensayos, la concentración del alimento disminuye progresivamente, al igual que en el permeado. Esto es debido principalmente al efecto de la temperatura sobre los compuestos fenólicos, ya que al estar sometidos a temperaturas relativamente elevadas éstos pueden degradarse, haciendo disminuir la concentración de estos compuestos. Inicialmente se determinaron alrededor de 2300 mg de Tirosol eq/L, pero con el paso del tiempo y la temperatura que provocan una lenta degradación de los compuestos y los ensayos de filtrado la concentración se redujo considerablemente hasta los 1600 mg de Tirosol eq/L.

De igual manera, otro factor perceptible es el efecto de la conservación del alimento durante los ensayos de extracción. A partir de los 33 días, las vinazas tomadas como alimento en UF fueron conservadas en un refrigerador a baja temperatura, de manera que el efecto de la degradación de polifenoles se ve minimizado.

Los rechazos determinados se encuentran recopilados en la tabla 6.2, siendo calculados atendiendo a la ecuación (3.6).

| Ensayo | Rechazo ($\%$) | Error |
|--------|------------------|----------|
| 1 | $57,\!60$ | 6,46 |
| 2 | $52,\!05$ | 4,83 |
| 3 | $52,\!97$ | $4,\!18$ |

Tabla 6.2: Rechazos medidos en los ensayos de UF.

Tal y como se puede observar, los tres ensayos resultan en valores de rechazo similares entre sí, obteniendo como resultado un rechazo promedio de 54.21 ± 1.72 %. Esto indicaría

que alrededor de la mitad de los polifenoles presentes en las vinazas presentan un tamaño molecular superior a 15 kDa.

6.1.3 Ensayos de filtración y limpieza de ultrafiltración

En este apartado se muestran los ensayos de filtración registrados experimentalmente en los procesos de UF. Para su representación, previamente se han filtrado los datos para ofrecer una visualización más clara de cada ensayo.



Figura 6.5: Ciclos de filtración con membrana cerámica de 15 kDa a 20 °C y PTM de 2 bar.

El ensayo (1) se corresponde con el primer ensayo de filtración de las vinazas, donde se observa que el flux disminuye drásticamente desde los 60 L/m² · h hasta alcanzar los 20 L/m² · h, aproximadamente.

Tras este ensayo, se realizó una limpieza con agua destilada para verificar la recuperación de la membrana respecto al primer dato de flux del primer ensayo, siguiendo con el ensayo de filtración (2). En este caso, se observa que la membrana se recupera un 52,31% haciendo uso de la ecuación (3.7).

Con la realización del ensayo (3), no se hizo circular agua destilada para su limpieza para comprobar el efecto de filtrar sin un lavado previo de la membrana. En consecuencia, la recuperación de la membrana respecto al valor inicial del flux obtenido en el primer ensayo resulta del 47,82 %.

Nuevamente, se realizó una limpieza con agua destilada con el objetivo de observar la recuperación de la membrana tras dos ensayos de filtración sin limpieza intermedia. Los

resultados posteriores del filtrado se corresponden al ensayo (4). En este caso, la recuperación se incrementa hasta el 48,79%, por lo que es apreciable que la limpieza con agua es capaz de eliminar parte de las partículas residuales presentes en la membrana tras dos procesos de filtrado.

Respecto al ensayo (5), previo a éste se hizo un lavado con agua destilada. En este caso, la recuperación obtenida es del 44,28 %. Debido a la disminución de flux obtenido en el ensayo respecto al inicial del ensayo (1), posteriormente se realizó un lavado químico con NaOH al 1% para comprobar si es posible recuperar por completo el flux inicial.

Con los datos recopilados del ensayo (6), es evidente la eficacia de la limpieza química de la membrana, ya que se ha obtenido una recuperación de ésta del 83,68 %. En consecuencia, una limpieza periódica con sosa cáustica permite que el proceso de filtración de las vinazas pueda realizarse nuevamente.

Cabe destacar que la diferencia entre el flux inicial anotado y el obtenido tras la limpieza química indica que hay un porcentaje que no puede recuperarse debido a la generación de un ensuciamiento irreversible. Éste requeriría de un proceso de lavado más exhaustivo que incrementaría el coste de su mantenimiento.

Los valores de recuperación registrados para cada ensayo quedan recopilados a modo resumen en la tabla 6.3.

| Ensayo | Recuperación ($\%$) |
|--------|-----------------------|
| 2 | 52,31 |
| 3 | 47,82 |
| 4 | 48,79 |
| 5 | 44,28 |
| 6 | 83,68 |

Tabla 6.3: Recuperación de la membrana cerámica tras los ensayos de filtración.

Otra manera de comprobar la recuperación de la membrana cerámica estudiada es mediante la realización de ensayos de permeabilidad tras los periodos de limpieza y analizar la alteración del flux de permeado resultante respecto al inicial. Éstos pueden verse representados gráficamente en la figura 6.6.

Los valores de recuperación para cada ensayo de limpieza respecto del original se indican en la tabla 6.4.

 Tabla 6.4: Comparación del flux de permeado de agua destilada de la membrana cerámica tras los procesos de limpieza.

| Ensayo de limpieza | Recuperación ($\%$) | Error |
|--------------------|-----------------------|----------|
| NaOH | $92,\!49$ | 0,06 |
| Agua destilada | $35,\!96$ | $0,\!03$ |



Figura 6.6: Comparación de ensayos de filtración con agua destilada tras limpiezas con membrana cerámica de 15 kDa a 20 °C y PTM de 2 bar.

Tal y como se puede apreciar, la limpieza con sosa ofrece los mejores resultados en cuanto a la recuperación de la membrana se refiere, pudiendo recuperar hasta un 95 % del flux de permeado original. Por el contrario, la limpieza con agua destilada no resulta tan efectiva, ya que solamente el 36 % del flux de permeado original puede ser recuperado con este tipo de lavado.

6.1.4 Identificación del tipo de ensuciamiento de la membrana de ultrafiltración

Tras realizar los ensayos de ensuciamiento con la membrana cerámica de 15 kDa, es posible determinar el tipo de ensuciamiento que sufre al hacerle circular los residuos de vinazas pretratados. Los datos experimentales empleados para su identificación se muestran representados en la figura 6.7.

Debido a la gran dispersión de los datos recopilados, un filtrado de puntos ha sido aplicado para reducir el error y proporcionar ajustes posteriores más verídicos. El filtrado resultante se muestra en la figura 6.8.

Para poder realizar el ajuste, las expresiones han sido modificadas para facilitar la determinación de los parámetros de los modelos. Los ajustes resultantes pueden observarse gráficamente en la figura 6.9.

Cabe destacar que, para realizar el ajuste de bloqueo por la formación de una torta sobre la membrana, un posterior filtrado de puntos ha sido realizado para eliminar aquellos datos que fueren negativos o de valor extremadamente elevado para garantizar un buen ajuste.



Figura 6.7: Ensayo de filtración con membrana cerámica de 15 kDa a 20 $^{\circ}$ C y PTM de 2 bar para la determinación del tipo de ensuciamiento experimentado.



Figura 6.8: Filtrado de puntos del ensayo de filtración con membrana cerámica de 15 kDa a 20 $^{\circ}$ C y PTM de 2 bar para la determinación del tipo de ensuciamiento experimentado.

De las cuatro representaciones, es apreciable que los modelos de bloqueo completo e intermedio son los que mejor se ajustan a los datos experimentales. Por el contrario, el modelo de bloqueo estándar no predice adecuadamente el comportamiento experimental. Finalmente, el modelo de bloqueo por formación de una torta parece adecuarse satisfactoriamente al inicio del ensayo, pero la dispersión de datos posteriores provoca que el ajuste no sea comparable a los dos primeros.

Respecto a las constantes resultantes de los ajustes, éstas quedan recogidas en la tabla 6.5.

0 0.2 0.4 0.6 0.8



(c) Ajuste del modelo de bloqueo estándar. (

Tiempo (h)

1.2 1.4 1.6 1.8

 $\label{eq:timpo} \begin{array}{c} Tiempo\left(h\right) \\ \mbox{(d)} \mbox{ Ajuste del modelo de bloqueo por formación de una torta.} \end{array}$

0.8

1

1.2

1.4

1.6

Figura 6.9: Ajustes de los modelos de ensuciamiento en UF.

0

0.2

0.4

0.6

| Constante | Valor | Error |
|---|-----------|----------|
| $K_c (1/\mathrm{m})$ | 86,52 | 5,08 |
| $K_i (1/\mathrm{m})$ | $95,\!26$ | $6,\!17$ |
| $K_s \left(1 / \left(m^{1/2} \cdot s^{1/2} \right) \right)$ | 0,100 | 0,008 |
| $K_{gl} \ (s/m^2) \cdot 10^{-7}$ | 1,068 | 0,039 |

Tabla 6.5: Constantes de ensuciamiento determinadas.

En definitiva, se puede debatir que el tipo de ensuciamiento que sufre una membrana de UF al ser sometida a un proceso de filtrado de vinazas de vino puede tratarse de un bloqueo de los poros completo o intermedio.

6.2 Resultados y análisis del proceso de nanofiltración

En esta sección se detallan los cálculos y resultados obtenidos para la caracterización de la membrana polimérica NF270-2540 utilizada, además de la evolución de la concentración de polifenoles en la alimentación y permeado y del rechazo de la membrana. También se muestran los ensayos de filtración realizados y se realiza el ajuste al modelo de NF descrito anteriormente.

6.2.1 Determinación de la permeabilidad de la membrana polimérica de nanofiltración

Respecto a la determinación de la permeabilidad hidráulica de la membrana polimérica NF270-2540, se realizaron ensayos modificando la PTM entre 4,5, 9,5 y 14,5 bar y manteniendo la temperatura a 20 °C. Experimentalmente se registraron los datos representados en la figura 6.10.



Figura 6.10: Ensayo de permeabilidad con agua destilada a 20 °C y PTM de 5, 9,5 y 15 bar.

A diferencia de los ensayos realizados en UF, la dispersión de puntos es mucho más considerable, por lo que un posterior filtrado de datos es necesario para minimizar el error en la estimación del coeficiente de permeabilidad. No obstante, sí que se detecta una tendencia lineal constante en el flux de permeado obtenido en los tres ensayos.

Aplicando el mismo filtrado de puntos que el indicado en la subsección 6.1.1, se extrae la figura 6.11.

A continuación, se determina el flux promedio resultante de los datos experimentales y, con dicho valor, se ajusta una recta que pase por el origen de coordenadas. Esta recta se muestra en la figura 6.12. En la tabla 6.6 se recoge el resultado numérico de la permeabilidad hidráulica estimada.



Figura 6.11: Filtrado de puntos del ensayo de permeabilidad con agua destilada a 20 °C y PTM de 5, 9,5 y 15 bar.



Figura 6.12: Ajuste de la permeabilidad hidráulica de la membrana polimérica NF270-2540.

Tabla 6.6: Coeficiente de permeabilidad de la membrana polimérica NF270-2540.

| $L_p \; (\mathrm{L/bar} \cdot \mathrm{h} \cdot \mathrm{m^2})$ | Error estándar | Coeficiente de regresión, \mathbf{R}^2 |
|---|----------------|--|
| 8,538 | 0,883 | 0,979 |

Como se puede apreciar, experimentalmente se ha determinado que la permeabilidad hidráulica para la membrana polimérica estudiada es de 8,538 L/bar \cdot h \cdot m², con un co-

eficiente de regresión de 0,979. Este valor es similar al indicado por otros autores, manteniendo un mismo orden de magnitud (López-Borrell et al., 2022).

Esta discrepancia puede deberse a numerosos motivos, siendo el más determinante la influencia de la sección de membrana utilizada para los ensayos. Debido a que cada sección tiene un acabado distinto y la superficie puede no ser uniforme, el resultado de permeabilidad es propio de cada sección de membrana utilizada y presenta cierta variabilidad.

6.2.2 Análisis de la evolución de la concentración de polifenoles y del rechazo del proceso de nanofiltración

En este apartado se estudia la variación de la concentración de compuestos fenólicos existentes en la alimentación y permeado tras los ensayos de NF, además de los rechazos resultantes con cada ensayo.

En el conjunto de gráficas de la figura 6.13 se aprecia cómo varía la concentración de polifenoles con el paso del tiempo tanto en el alimento como en el permeado.



(a) Variación de la concentración de polifenoles presentes en el alimento destinado a NF.
 (b) Variación de la concentración de polifenoles presentes en el permeado destinado a NF.

Figura 6.13: Variación de las concentraciones de polifenoles en el alimento y permeado en NF.

Con lo datos registrados, la concentración de polifenoles del alimento parece situarse en un rango entre 700 y 850 mg de Tirosol eq/L. A pesar de ser almacenado en un ambiente a baja temperatura, el posible error cometido durante la preparación de las muestras en el análisis puede justificar la variación de las concentraciones determinadas en el alimento.

Asimismo, el permeado presenta un comportamiento similar. Acotando a un rango entre 60 y 92 mg de Tirosol eq/L, la concentración presenta cierta variabilidad debido al posible error cometido en la preparación de las muestras en el ensayo de Folin.

Al igual que en las medidas de UF, los valores anotados contienen un elevado error de medida, lo cual incrementa la variabilidad de dichas medidas.

Respecto al rechazo resultante para verificar la efectividad de separación de este tipo de procesos, los valores calculados según la expresión (3.6) se recogen en la tabla 6.7

| Ensayo | Rechazo ($\%$) | Error |
|--------|------------------|----------|
| 1 | 90,02 | 1,23 |
| 2 | $91,\!24$ | $0,\!64$ |
| 3 | 90,36 | $1,\!03$ |
| 4 | 90,36 | $1,\!21$ |
| 5 | 88,08 | $1,\!97$ |
| 6 | 90,78 | $0,\!80$ |

Tabla 6.7: Rechazos medidos en los ensayos de NF.

Tal y como se puede observar, los valores de rechazo obtenidos, al igual que en el caso de UF, son muy similares entre sí. De promedio se puede determinar un rechazo del $90,14 \pm 0,45\%$. Esto supone que una gran proporción de los polifenoles presentes en el alimento de NF son incapaces que atravesar la membrana polimérica de 340 Da y son reintroducidos en el alimento.

6.2.3 Ensayos de filtración y limpieza de nanofiltración

En este apartado se representan los ensayos de filtración realizados en NF. Para aportar una representación más nítida, se ha aplicado un filtrado de puntos previo a la visualización de los ensayos en la figura 6.14.



Figura 6.14: Ciclos de filtración con membrana polimérica NF270-2540 a 20 $^\circ\mathrm{C}$ y PTM de 9,5 bar.

El ensayo (1) se corresponde con el primer proceso de filtración del permeado extraído de la etapa previa de UF. Se aprecia una disminución del flux de permeado resultante desde los 27 $L/m^2 \cdot h$ hasta los 25 $L/m^2 \cdot h$, aproximadamente tras 2 h de filtración.

Una vez finalizado el ensayo inicial, la siguiente filtración se ejecutó sin un lavado previo para visualizar su efecto. Como se aprecia en el ensayo (2), se produce una disminución importante en el flux de permeado, llegando a alcanzar los 20 L/m² · h.

Tras los ensayos iniciales, se realizó una limpieza con sosa debido a la inefectividad del agua destilada de generar un incremento sustancial en el flux de permeado obtenido. De esta manera, se puede comprobar la eficacia de ésta. El efecto puede verse visualizado en el ensayo (3), donde el flux se ve aumentado considerablemente hasta los 33 L/m² · h, superando el flux medido en el ensayo (1).

Con la terminación del ensayo (3), nuevamente se prosiguió con el filtrado del alimento sin una limpieza previa. Como resultado, se obtienen los datos correspondientes al ensayo (4). Éste presenta un comportamiento disímil respecto a los ensayos registrados, donde el flux incrementa inicialmente y, posteriormente, disminuye. Este suceso puede justificarse debido al efecto de la temperatura, donde inicialmente el alimento se encontraba a menor temperatura y, conforme se llevaba a cabo el ensayo, la temperatura se estabilizaba al valor deseado. Con este ensayo, es posible apreciar la importancia de la temperatura en los procesos de filtración con membranas.

Previo al ensayo (5), se realizó un lavado con sosa de la membrana. Como resultado, un nuevo incremento de similares proporciones que el registrado en el ensayo (3) se evidencia. Este fenómeno se debe al efecto de la sosa empleada sobre la membrana, la cual puede deshacer parte de la capa densa de ésta y en el módulo de membranas un mayor flux de permeado pueda extraerse. Los valores resultantes de recuperación de la membrana tras ambas limpiezas respecto al flux inicial del ensayo (1) se recogen en la tabla 6.8.

| Ensayo | Recuperación ($\%$) |
|--------|-----------------------|
| 3 | 120,91 |
| 5 | 118,71 |

 Tabla 6.8: Recuperación de la membrana polimérica tras los ensayos de filtración.

Como se aprecia, la recuperación supera el 100 % en ambos casos, debido precisamente a la degradación de la membrana por la sosa al haberse sobrepasado ligeramente los límites de pH establecidos por el fabricante. Sin embargo, este efecto no parece incitar a que una mayor cantidad de polifenoles acaben en el permeado, puesto que, como se ha analizado en la subsección 6.2.2, las concentraciones determinadas se mantienen muy similares tras los ensayos.

Finalmente, el ensayo (6) se realizó sin hacer una limpieza previa a éste. Se observa que no se produce una disminución tan cuantiosa como la detectada en los ensayos (2) y (4). La razón de este comportamiento puede deberse a que se realizó de forma continuada respecto al ensayo (5), de manera que se impide que la membrana se relaje, permanezca compactada y el flux de permeado no mengüe sustancialmente.

El efecto del paso de las vinazas suministradas como alimento puede apreciarse en la figura 6.15. En la imagen se hace evidente la sección por donde fluye el alimento y la zona de entrada de éste, tratándose de la porción más oscurecida de la membrana.



Figura 6.15: Efecto de ensuciamiento en la membrana polimérica NF270-2540 utilizada tras el paso de las vinazas.

Al igual que se ha indicado en la subsección 6.1.3, mediante el estudio de la permeabilidad de la membrana tras los procesos de lavado es posible analizar su efectividad. En la figura 6.16 se representan los ensayos de permeabilidad original y tras la limpieza de la membrana con agua destilada y sosa cáustica.



Figura 6.16: Comparación de ensayos de filtración con agua destilada tras limpiezas con membrana polimérica NF270-2540 a 20 °C y PTM de 9,5 bar.

Asimismo, la recuperación resultante tras cada limpieza se indica en la tabla 6.9.

Al igual que sucedía en los ensayos de filtración, la limpieza con sosa provoca que el flux de permeado resultante sea notablemente mayor respecto al original medido debido a la

| Ensayo de limpieza | Recuperación ($\%$) | Error |
|--------------------|-----------------------|-------|
| NaOH | 134,78 | 0,74 |
| Agua destilada | $75,\!03$ | 0,32 |

 Tabla 6.9:
 Comparación del flux de permeado de agua destilada de la membrana polimérica tras los procesos de limpieza.

eliminación de parte de la capa densa de la membrana, alcanzando una recuperación del 135%. Por el contrario, la limpieza con agua supone una recuperación inferior del 75%.

A pesar de que la limpieza parece recuperar en gran medida el flux de agua destilada, mediante ensayos de filtración de las vinazas se comprobó que el flux resultante era similar a los registrados sin limpieza alguna. Es por ello que el lavado con sosa parece más efectivo en recuperar la membrana polimérica y obtener un mayor caudal de permeado. No obstante, la limpieza química en condiciones de pH superiores a los indicados por el fabricante puede provocar un disminución de la capa activa de la membrana polimérica y el caudal de permeado se vea incrementado en mayor proporción.

6.2.4 Ajuste del modelo de nanofiltración

En esta sección se realiza el ajuste del modelo matemático correspondiente a la expresión (4.9). Dado que previamente se ha determinado la permeabilidad en la subsección 6.2.1, este valor se empleará en dicho ajuste.

Cabe destacar que, como los ensayos de filtración se realizaron manteniendo una temperatura constante, el factor $\Delta H/R$ no puede ser determinado. A raíz de ello, se tomará un valor de 3181 K identificado por López-Borrell et al., 2022, debido a que los residuos utilizados son de la misma naturaleza.

Por otro lado, para la obtención del coeficiente de transferencia de materia k se hace uso de un valor de T_0 y T de 293,15 K, ΔP de 9,5 bar y σ de 0,999 (López-Borrell et al., 2022). Asimismo, se han considerado unas concentraciones de alimento (C_f) y de permeado (C_p) de 950 y 80 mg de Tirosol eq/L, respectivamente, mientras que al flux experimental J_v se le ha atribuido un valor de 25,2837 L/m² · h.

El resultado del ajuste realizado se puede observar en la tabla 6.10.

 Tabla 6.10:
 Resultado del ajuste de los datos experimentales al modelo de NF.

| Parámetro de ajuste | Valor |
|-----------------------|-------|
| $k \ (L/m^2 \cdot h)$ | 6,737 |

6.3 Estimación del tamaño de partícula en el alimento y permeado en los procesos de ultrafiltración y nanofiltración

En este apartado se analizan los resultados obtenidos con la técnica del DLS de cada alimentación y permeado utilizados y extraídos en las distintas etapas de filtración. Los resultados gráficos se pueden apreciar en el conjunto de gráficas de la figura 6.17.

Considerando los datos del pico máximo detectado en el equipo para cada muestra analizada, los tamaños de partículas y su desviación estándar se encuentran recopilados en la tabla 6.11.

| Muestra | Tamaño de partícula (nm) | Desviación estándar |
|-----------------|--------------------------|---------------------|
| Alimentación UF | 812,4 | 458,7 |
| Alimentación NF | 286,5 | $22,\!96$ |
| Permeado NF | 236,0 | $17,\!33$ |

 Tabla 6.11: Resultados obtenidos para las alimentaciones y permeado con el DLS.

Como se puede observar, únicamente los resultados referentes al alimento tomado en UF parecen ser similares entre los tres barridos y coherentes. Por el contrario, los obtenidos respecto a la alimentación de NF y el permeado resultante de NF presentan mucha variabilidad en los barridos y carecen de sentido lógico.

Por un lado, es de esperar que el alimento de UF contenga las partículas de mayor tamaño, puesto que no ha sido sometido a ningún proceso de filtración de los estudiados en este trabajo. Sin embargo, en las otras dos muestras los valores resultantes no son lógicos.

A pesar de que el tamaño de partícula decrece conforme pasa por membranas de tamaño de poro inferior, lo cual es un comportamiento lógico, el orden de magnitud al que se encuentra no es adecuado. Por un lado, el paso por la membrana cerámica de 15 kDa debería extraer moléculas de un tamaño aproximado inferior a 10 nm, mientras que el paso por la membrana polimérica NF270-2540 debería resultar en un permeado con compuestos de tamaño inferior a 1 nm (TAMI Industries, 2020).

Evidentemente, el análisis no coincide con el comportamiento teórico en los procesos de filtración por membranas, debido a que se han identificado tamaños de partículas superiores en las corrientes de permeado que aquellos delimitados por las membranas utilizadas. En consecuencia, los tamaños determinados mediante la técnica del DLS no son congruentes.





(a) Resultado del DLS del alimento de UF.



(b) Resultado del DLS del alimento de NF.



(c) Resultado del DLS del permeado de NF.

Figura 6.17: Resultados gráficos obtenidos del DLS.

7 Diseño de planta

En este capítulo se plantea el diseño de una planta de extracción de polifenoles haciendo uso de dos procesos alternativos de membranas, comenzando con una etapa previa de UF y prosiguiendo con una etapa de NF final.

7.1 Escalado industrial

En esta sección se describe el procedimiento seguido junto a los cálculos determinados para elaborar un diseño a escala industrial de las etapas de UF y NF.

Una vez caracterizadas las membranas y realizado el ajuste de los modelos matemáticos que explican el comportamiento de las membranas empleadas en UF y NF, se desea realizar un escalado a nivel industrial, cuyo objetivo es reutilizar los residuos generados en la industria del vino mediante la obtención de un producto de alto valor añadido que supondría una ganancia adicional a dicha industria.

Para ello, inicialmente se ha establecido un caudal de alimento correspondiente al 5 % de los residuos de vinazas totales generados por la industria vitivinícola española en el año 2022, lo cual supone un caudal de $23,12 \text{ m}^3/\text{h}$. Por otro lado, se ha tomado como condición de diseño la concentración máxima alcanzable por el tirosol antes de precipitar. Ese fenómeno sucede una vez el tirosol en disolución alcanza una concentración de 25 g/L, por lo que un valor máximo permitido de 24 g/L será suficiente para garantizar que el compuesto no precipite en la membrana y pueda ser obstruida.

El escalado será realizado empleando el programa Matlab R2021b. Además, se utilizarán los parámetros que se consideren necesarios para dicho escalado y de los que se tenga disponibilidad. En definitiva, se busca determinar el área de membrana necesaria para las condiciones de diseño fijadas anteriormente.

7.1.1 Etapa de ultrafiltración

La etapa de tratamiento por UF se corresponde a la primera fase que los residuos de vinazas experimentan. Por ello, inicialmente se introduce el caudal de $23,12 \text{ m}^3/\text{h}$ especificado anteriormente.

Las membranas a utilizar en el diseño se corresponden a membranas cerámicas de 15 kDa confeccionadas por Atech Innovations GmbH, introducidas en módulos que albergan hasta 114 membranas. En total, el área activa por módulo es de $27,36 \text{ m}^2$.

Por otro lado, se establece una conversión global de esta etapa de filtración del 50%. El permeado resultante será derivado a la etapa de NF, cuyo diseño se detalla en la subsección 7.1.2.

7.1.1.1 Ecuaciones implementadas para el escalado de la etapa de ultrafiltración

El escalado de la etapa de ultrafiltración se ha llevado a cabo considerando el estado estacionario del proceso de filtración. A raíz de ello, se hace uso de la expresión de balance de materia propia de los procesos de membranas, correspondiente a la ecuación (7.1).

$$Q_A = Q_P + Q_R \tag{7.1}$$

Donde Q_A , Q_P y Q_R son los flujos de alimentación, permeado y rechazo en L/h. Con esta expresión y junto a la que relaciona estos flujos con el factor de conversión dado en la ecuación (3.7), es posible identificar cada uno de los caudales resultantes.

Para identificar el área total necesaria para tratar la cantidad de residuos fijada, se emplea la expresión (7.2).

$$Q_P = J_{SS} \cdot A_m \tag{7.2}$$

Donde J_{SS} es el flujo de permeado en el estado estacionario en $L/m^2 \cdot h$ y A_m es el área de membrana en m². Experimentalmente en la subsección 6.1.4 se ha determinado que J_{SS} en el proceso de ultrafiltración por membrana cerámica adquiere un valor de 22,47 $L/m^2 \cdot h$, por lo que este dato será considerado en escalado.

Finalmente, una vez calculada el área necesaria para tratar el caudal planteado, únicamente se realiza el cociente indicado en la ecuación (7.3).

$$n_{m\acute{o}dulos} = \frac{A_m}{A_{m\acute{o}dulo}} \tag{7.3}$$

Donde se conoce el área activa por módulo indicado anteriormente y se identifican el número de módulos requeridos para filtrar el caudal especificado.

7.1.1.2 Resultados de la etapa de ultrafiltración

Con el caudal inicial impuesto anteriormente, se requieren un total de 2144 membranas, las cuales quedan distribuidas en 19 módulos. Sin embargo, uno de los módulos no albergaría el máximo de membranas totales capaz de contener. Por ello, conociendo el número de módulos necesarios, se realiza el procedimiento inverso para determinar cuánto caudal de alimento la etapa de UF puede tratar.

En consecuencia, con un total de 2166 membranas contenidas en 19 módulos, se permite tratar un caudal de alimentación de $23,36 \text{ m}^3/\text{h}$. Fruto de esta etapa es un caudal de permeado de $11,68 \text{ m}^3/\text{h}$, el cual continuará la línea del proceso por la etapa de NF.

7.1.1.3 Diagrama de flujo de la etapa de ultrafiltración

Como esquema representativo del proceso de UF, en la figura 7.1 se muestra el diagrama de flujo correspondiente a esta etapa junto a los elementos necesarios para su correcto funcionamiento.



Figura 7.1: Diagrama de flujo de la etapa de UF.

Los módulos de las membranas cerámicas se dispondrían verticalmente en forma de pilas en dos columnas, una con 9 módulos y la otra con 10 módulos. El rechazo resultante es derivado a un tanque de almacenamiento para su posterior procesamiento. Para la limpieza de las membranas, una corriente de lavado es introducida por cada módulo, primero con sosa cáustica y posteriormente un enjuague con agua. Posteriormente, los residuos son vertidos en un tanque alterno para su gestión.

7.1.2 Etapa de nanofiltración

Tras el diseño de la etapa de UF, el permeado resultante de ésta es derivado a la etapa de NF. En consecuencia, el caudal de alimento de será de $11,68 \text{ m}^3/\text{h}$, y en este caso se tendrá en cuenta un límite de concentración de tirosol máxima de 24 g/L en la corriente de rechazo.

Para el diseño de esta instalación, se emplearán módulos o tubos de presión de la membrana NF270-4040 con un área activa de 7,6 m². Éstos presentan una caída de presión máxima de 0,9 bar, la cual también se tendrá en cuenta.

Por otro lado, se establece que las concentraciones de alimento a esta etapa y del permeado serán de 950 y 80 mg de Tirosol eq/L y con un rechazo del proceso del 90,14 % determinado experimentalmente.

Con el fin de realizar el análisis de diseño, se examinará un elemento de membrana. Para ello, se ha dividido dicho elemento en "n" secciones, y se observa la evolución del flujo de permeado y del flujo de rechazo a lo largo de dicho componente. Cabe destacar que el rechazo del primer segmento será el alimento del segmento siguiente, y cada segmento presentará un caudal y concentración de permeado distintos. Una vez finalizado el análisis de un componente completo de membrana, se considerará el rechazo del primer componente componente componente. De esta manera, se podrá examinar la evolución del sistema a lo largo de un tubo de presión, que puede albergar hasta 6 elementos de membrana.

Si el diseño con una etapa no satisface los requerimientos especificados, una siguiente etapa en configuración piramidal será incluida. La etapa posterior incluirá la mitad de los tubos de presión de la etapa anterior, de manera que la alimentación de uno de los tubos de presión de la etapa siguiente se constituye de dos corrientes de rechazo de la etapa previa.

7.1.2.1 Ecuaciones implementadas para el escalado de la etapa de nanofiltración

Al igual que se ha realizado en la subsección 7.1.1.1, los cálculos se han llevado a cabo atendiendo al estado estacionario en un elemento de membrana. Este elemento se ha dividido en 100 secciones para su estudio. Mediante la implementación de un bucle, se establece que la salida del primer segmento calculado se corresponde al alimento del siguiente, así progresivamente hasta analizar completamente el elemento de membrana.

Nuevamente, se ha hecho uso de la ecuación (7.1) para identificar los flujos de salida. Además, aplicando un balance se materia por componentes, se obtiene la expresión (7.4).

$$Q_A \cdot C_A = Q_P \cdot \overline{C_P} + Q_R \cdot C_R \tag{7.4}$$

Donde C_A y C_R son las concentraciones en el alimento y rechazo en mol/L. El término $\overline{C_P}$ se trata de la concentración de permeado, la cual en un proceso de membranas se le atribuye el valor medio de las concentraciones medidas en cada segmento de la membrana.

Teniendo en cuenta las ecuaciones (3.6), (7.1) y (7.4), se obtiene la ecuación (7.5). Además, si se desea realizar el análisis por segmento de la membrana, esta expresión queda modificada según la ecuación (7.6).

$$C_R = \frac{C_A - Y \cdot C_P}{1 - Y} \tag{7.5}$$

$$C = \frac{C_A - Y \cdot C_P}{1 - Y} \tag{7.6}$$

Para determinar la concentración de rechazo por segmento de la membrana, se desarrolla la expresión anterior y se integra la conversión entre los segmentos 0 y 100, resultando en la expresión (7.7). El permeado se calcula despejando la ecuación (3.6) y teniendo en cuenta que el alimento se corresponde al rechazo del segmento anterior, visualizado en la expresión (7.8).

$$C_R = C_A \cdot (1 - Y)^{-R} \tag{7.7}$$

$$C = \frac{C_A - Y \cdot C_P}{1 - Y} \tag{7.8}$$

Una vez se conocen las concentraciones en cada segmento, se requiere conocer el caudal de permeado que se genera en cada fracción. Para ello se hace uso de los datos anteriormente mencionados de área de la membrana y la caída de presión por segmento y se calcula el valor de J_P resultante.

El cálculo de J_P se realiza atendiendo a la ecuación (4.9), haciendo uso de los parámetros L_P y k determinados experimentalmente en la subsección 6.2.4. Así, se determina el flujo de permeado por segmento según la expresión (7.9).

$$Q_{P_seg} = J_P \cdot A_{m_seg} \tag{7.9}$$

Por último, se aplica un bucle que identifica dichas variables para cada segmento y elemento de membrana. Únicamente se requiere modificar el número de etapas, elementos por tubo de presión y su cantidad en paralelo para alcanzar una solución que se adecue a los límites de diseño establecidos.

Cabe destacar que, en este diseño, se ha tenido en cuenta un factor de disminución del flujo de agua y un incremento del paso de sales que trascurre por una membrana de edad de 2,5 años, que en definitiva disminuyen el la calidad del permeado extraído.

7.1.2.2 Resultados de la etapa de nanofiltración

Tras la implementación en Matlab R2021b de las ecuaciones anteriores, se ha determinado que, para tratar un caudal de alimento de $11,68 \text{ m}^3/\text{h}$ procedente de la etapa de UF, se requieren de dos etapas. La primera consta de 10 tubos de presión en paralelo, mientras que la segunda contiene 5 tubos de presión. Cada tubo incluye 5 elementos de membrana.

En cuanto a la variación del flux a través de cada etapa, ésta puede ser visualizada en la figura 7.2. Es apreciable que, conforme se avanza en las etapas del proceso, el flux disminuye progresivamente hasta alcanzar valores mínimos en los elementos finales.



Figura 7.2: Evolución del flux a través de la etapa de NF.

Respecto a los flujos de rechazo y permeado obtenidos, su variación se puede visualizar en el conjunto de gráficas de la figura 7.3.



(a) Variación del caudal de rechazo a lo largo del sistema.
 (b) Variación del caudal de permeado a lo largo del sistema.
 Figura 7.3: Variación de los caudales de rechazo y permeado en el sistema de NF.

En ambos casos se identifica una disminución progresiva de los caudales a medida que se progresa en el sistema. Es necesario remarcar el incremento que se observa en la entrada de la segunda etapa del caudal de rechazo, debido principalmente a la organización de piramidal. En total, se genera un caudal de rechazo y permeado de $2,22 \text{ m}^3/\text{h}$ y $9,46 \text{ m}^3/\text{h}$, respectivamente.

Finalmente, también se puede conocer la evolución de las concentraciones de polifenoles en el rechazo y permeado en cada etapa y elemento del proceso, la cual viene representada en la figura 7.4.



Figura 7.4: Variación de las concentraciones de polifenoles en el rechazo y permeado en el sistema de NF.

Ambas curvas quedan superpuestas una sobre la otra, observando que la concentración de polifenoles en el rechazo alcanza al final del proceso un valor de 23,56 g/L, mientras que el permeado adquiere un valor de 2,81 g/L.

En definitiva, se obtiene como conversión final del proceso un 81,01 %. Es menester mencionar que se ha alcanzado un valor superior al establecido anteriormente, lo cual conlleva un efecto positivo al sistema planteado. Además, dado que la concentración en el rechazo no excede al límite marcado que implicaría la precipitación del tirosol en la membrana, el resultado alcanzado se considera como válido.

7.1.2.3 Diagrama de flujo de la etapa de nanofiltración

Al igual que se ha realizado en la subsección 7.1.1.3, en la figura 7.5 se exhibe el diagrama de flujo que explica el proceso llevado a cabo en la etapa de NF.

De forma semejante a la etapa de UF, los tubos de presión se dispondrán de forma vertical apilados en dos columnas con 5 tubos de presión cada una para la primera etapa y una única columna con los 5 tubos restantes de la segunda etapa. La limpieza de las membranas



Figura 7.5: Diagrama de flujo de la etapa de NF.

se realizará introduciendo una corriente de lavado por la entrada del circuito, siendo los residuos vertidos en un tanque para su posterior tratamiento.

Asimismo, en el diseño se incluye un equipo de liofilización destinado a tomar el permeado obtenido, eliminarle toda el agua presente y obtener un polvo con los polifenoles presentes en éste. Este polvo, que incluye componentes como el tirosol o el resveratrol, será el producto a vender a otras compañías.

El diagrama de flujo con los elementos introducidos junto a su nomenclatura de todo el sistema diseñado se muestra representado en la sección I.III.

7.1.3 Elementos de la planta

Una vez planteado el diseño del sistema de extracción de polifenoles por membranas, se propone la cantidad de elementos y materiales necesarios para llevar a cabo su construcción. A modo recopilatorio, estos elementos se indican en la tabla 7.1 junto al número de unidades requeridos.

El número de depósitos necesarios se ha identificado atendiendo a que se desea garantizar que la planta esté en funcionamiento un mínimo de 30 minutos sin necesidad de verter más alimento a filtrar. Por ello, mediante depósitos de 3700 L, se requieren 4 depósitos a los que se les irán vertiendo los residuos de vinazas a medida que el proceso esté en operación. Además, se proponen 4 depósitos destinados a la limpieza del circuito, la mitad con sosa cáustica diluida y la otra mitad con agua para su enjuague. Finalmente, 2 depósitos se utilizarán para recoger el permeado obtenido con uno final para recoger los polifenoles tras el proceso de liofilización y otros 3 depósitos para ambos rechazos resultantes del proceso de filtración.

En cuanto a la red de tuberías, se estima una longitud de 200 m de tuberías necesaria para la construcción de la planta.

En cuanto al equipo de liofilización, éste incluiría un congelador para pretratar el permeado extraído, una máquina inyectora para introducir el caldo en los viales, la red de traslado de las bandejas con los viales y, finalmente, la liofilizadora.

| Elemento | Unidades |
|-------------------------------|----------|
| Bomba centrífuga | 2 |
| Caudalímetro | 4 |
| Depósito | 14 |
| Elemento membrana NF270-4040 | 75 |
| Equipo de liofilización | 1 |
| Filtro de cartucho | 1 |
| Manómetro | 2 |
| Membrana cerámica 15 kDa | 2166 |
| Módulo de membrana NF | 15 |
| Módulo de membrana UF | 18 |
| Sensor de conductividad | 33 |
| Sensor de temperatura | 2 |
| Sensor de nivel | 28 |
| Válvula reguladora de presión | 33 |
| Válvula de tres vías | 7 |

Tabla 7.1: Elementos necesarios para la planta diseñada.

8 Estudio económico

En este capítulo se realiza un estudio económico de la planta de membranas diseñada, junto a la elaboración de un presupuesto y el análisis de viabilidad de su implementación. En la sección 8.1 se detalla el presupuesto sugerido para la instalación de la planta de extracción de polifenoles mediante la tecnología de membranas. En la sección 8.2 se determina el coste de operación y mantenimiento de la planta ideada. Finalmente, en la sección 8.3 se estudia la viabilidad económica del proceso diseñado.

8.1 Presupuesto de la planta

La elaboración del presupuesto de la planta diseñada se ha realizado utilizando el programa CYPE (CYPE Ingenieros, S.A), con el objetivo de obtener un precio que se ajuste a la realidad. Esta herramienta es un conjunto de software especializado en ingeniería y arquitectura que ofrece una amplia gama de programas de diseño y cálculo para diferentes disciplinas de la construcción, incluyendo estructuras, instalaciones, energía, etc. Además, este programa indica el coste referente a los materiales, mano de obra y los costes directos complementarios.

En el caso de que esta plataforma no contenga los elementos necesarios para el diseño de la planta, otras fuentes alternativas se han consultado para obtener el coste de dichos materiales, como son la plataforma McGraw Hill Higher Education o páginas web como Automation24 o RS Components.

Dados los elementos estimados para la construcción de la planta de extracción de polifenoles indicados en la tabla 7.1, para cada uno se ha elaborado una tabla donde se recogen los materiales, mano de obra y costes directos complementarios que suponen. Además, se incluye el precio unitario para éstos y el precio total atendiendo al número de elementos determinado.

Comenzando con las tuberías que conforman el circuito del proceso de filtración, su coste desglosado se muestra en la tabla 8.1.

En cuanto a los equipos de bombeo, se han seleccionado dos bombas diferentes para cada etapa de filtrado para asegurar que la presión que se aporte al sistema sea la adecuada. Por un lado, que en la etapa de UF se asegure una PTM de 2 bar por los módulos y que
en la etapa de NF sea de una PTM de 9,5 bar. Su descomposición en precio se visualiza en la tabla 8.2 y tabla 8.3.

Los depósitos donde se albergarán los residuos de vinazas, los productos extraídos y de limpieza de las membranas presentan el precio descompuesto indicado en la tabla 8.4. Éste a su vez incluye los sensores de nivel para cada depósito.

El filtro de cartucho ubicado al inicio de la etapa de UF presenta el coste recogido en la tabla 8.5.

Respecto a las válvulas reguladoras de presión situadas en cada línea de rechazo en ambas etapas de UF y NF, éstas adquieren los costes presupuestados en la tabla 8.6.

Todos los elementos anteriores fueron determinados haciendo uso de la herramienta informática CYPE. Los precios del equipamiento indicados a continuación se encontraron mediante búsquedas en páginas web mencionadas anteriormente. Los costes de mano de obra y complementarios se han determinado haciendo comparativas con otros productos similares encontrados en la herramienta CYPE.

En la tabla 8.7, tabla 8.8, tabla 8.9, tabla 8.10 se recogen el precio descompuesto para los caudalímetros, sensores de temperatura, de conductividad y válvulas de tres vías del sistema, respectivamente.

Respecto a los equipos de la etapa de UF, los costes de las membranas cerámicas y los módulos que las contienen se encuentran recopilados en la tabla 8.11 y la tabla 8.12, respectivamente.

En cuanto a los elementos de la etapa de NF, en la tabla 8.13 y la tabla 8.14 se ubican los costes desglosados para la adquisición de los elementos de membrana NF270-4040 y sus tubos de presión, respectivamente.

Finalmente, la inclusión de un equipo de liofilización supone un coste desglosado recopilado en la tabla 8.15, con todo el equipamiento indicado anteriormente en la subsección 7.1.3.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Tubo de policloruro de vinilo clorado (PVC- C) de 25 mm de diámetro con material auxiliar incluido | m | 200,00 | 9,90 | 1980,00 |
| Oficial 1 ^ª fontanero | h | 10,00 | 22,00 | 220,00 |
| Ayudante fontanero | h | 10,00 | 20,30 | 203,00 |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 2403,00 | 48,06 |
| | | | Coste total (\in) | 2451,06 |

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Grupo de presión for- mado por 3 bombas centrífugas de poten- cia nominal total de 6,6 kW, válvula anti- rretorno y con mate- rial auxiliar incluido | Ud | 1,00 | 16577,21 | 16577,21 |
| Oficial $1^{\underline{a}}$ fontanero | h | $6,\!90$ | 22,00 | $151,\!80$ |
| Ayudante fontanero | h | $3,\!45$ | $20,\!30$ | 203,00 |
| Costes directos com- plementarios | % | 4,00 | 16 799,05 | 671,96 |
| | | | Coste total (€) | 17 471,01 |

Tabla 8.2: Desglose de costes de la bomba centrífuga de UF.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|---|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Grupo de presión for- mado por 3 bombas centrífugas de poten- cia nominal total de 16,5 kW, válvula anti- rretorno y con mate- rial auxiliar incluido | Ud | 1,00 | 29 252,21 | 29 252,21 |
| Oficial 1 ^{<u>a</u>} fontanero | h | 8,16 | 22,00 | 179,52 |
| Ayudante fontanero | h | 4,08 | 20,30 | 82,82 |
| Costes directos com- plementarios | % | 4,00 | $29514,\!55$ | 1180,58 |
| | | | Coste total (\in) | 30 695,14 |

| Tabla 8 | .3: | Desglose | de | \cos tes | de | la | bomba | centrífuga | de | NF. |
|---------|-----|----------|----|------------|---------------|----|-------|------------|---------------|-----|
|---------|-----|----------|----|------------|---------------|----|-------|------------|---------------|-----|

 Tabla 8.4:
 Desglose de costes de los depósitos.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|---|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Depósito de 3700 L con válvula de corte de compuerta y sensores de nivel | Ud | 14,00 | 1229,78 | 17216,92 |
| Oficial 1 ^a fontanero | h | 34,02 | 22,00 | 748,44 |
| Ayudante fontanero | h | 34,02 | 20,30 | 690,61 |
| Costes directos com- | h | 3,50 | 22,00 | 77,00 |
| plementarios | % | 2,00 | 18 732,97 | 374,66 |
| | | | Coste total (\in) | $19107,\!63$ |

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--|----------|----------|-------------------------------------|---------------------|
| Filtro de cartucho de tela filtrante, para un | TTI | 1.00 | | 00.050.01 |
| dos llaves de paso de compuerta | Ud | 1,00 | 500,77 | 29 252,21 |
| Oficial 1 ^a fontanero | h | $1,\!40$ | 22,00 | $30,\!80$ |
| Ayudante fontanero | h | 0,70 | 20,30 | 14,21 |
| Costes directos com- plementarios | % | 4,00 | 611,78 | 24,47 |
| | | | Coste total (${\boldsymbol{\in}})$ | 636,25 |

 Tabla 8.5: Desglose de costes del filtro de cartucho.

 Tabla 8.6: Desglose de costes de las válvulas reguladoras de presión.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Válvula limitadora de presión con presión de | | | | |
| entrada máxima de 25 bar y salida regula- | Ud | 33,00 | 114,46 | 3777,18 |
| ble entre 1 y 6 bar | | 1.07 | | |
| Oficial 1 ^ª fontanero | h | $4,\!95$ | 22,00 | 108,90 |
| Ayudante fontanero | h | 4,95 | 20,30 | 100, 49 |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 3986,57 | 79,73 |
| | | | Coste total (\in) | 4066,30 |

 Tabla 8.7: Desglose de costes de los caudalímetros.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--------------------------------------|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Caudalímetro magneto-inductivo | Ud | 4,00 | 1338 | 5352,00 |
| Oficial 1 ^a fontanero | h | $0,\!60$ | $22,\!00$ | $13,\!20$ |
| Ayudante fontanero | h | $0,\!60$ | $20,\!30$ | $12,\!18$ |
| Electricista | h | $1,\!00$ | 22,00 | 22,00 |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 5399,38 | 107,99 |
| | | | Coste total (€) | 5507,37 |

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|---------------------------------------|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Sensor de temperatu- ra | Ud | 2,00 | 113,00 | 226,00 |
| Oficial $1^{\underline{a}}$ fontanero | h | $0,\!30$ | 22,00 | $6,\!60$ |
| Ayudante fontanero | h | $0,\!30$ | 20,30 | 6,09 |
| Electricista | h | $0,\!50$ | 22,00 | 11,00 |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 249,69 | 4,99 |
| | | | Coste total (\in) | 254,68 |

 Tabla 8.8: Desglose de costes de los sensores de temperatura.

Tabla 8.9:Desglose de costes de los sensores de conductividad.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--------------------------------------|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Medidor de conducti- vidad | Ud | 33,00 | 213,40 | 7042,20 |
| Oficial 1 ^a fontanero | h | $4,\!95$ | 22,00 | $108,\!90$ |
| Ayudante fontanero | h | $4,\!95$ | $20,\!30$ | 100, 49 |
| Electricista | h | 8,25 | 22,00 | 181,50 |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 7433,09 | 148,66 |
| | | | Coste total (€) | 7581,75 |
| | | | | |

 Tabla 8.10:
 Desglose de costes de las válvulas de tres vías.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|---|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Válvula de tres vías de diámetro de 25 mm | Ud | 7,00 | $55,\!24$ | 386,68 |
| Oficial $1^{\underline{a}}$ fontanero | h | $1,\!05$ | 22,00 | $23,\!10$ |
| Ayudante fontanero | h | $1,\!05$ | 20,30 | 21,32 |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 431,10 | 8,62 |
| | | | Coste total (\in) | 439,72 |

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Membranas cerámicas de 15 kDa de 25,4 mm y longitud de 1200 mm | Ud | 2166,00 | 118,30 | 256 237,80 |
| Oficial $1^{\underline{a}}$ fontanero | h | 108,3 | 22,00 | $2382,\!60$ |
| Ayudante fontanero | h | 108,3 | $20,\!30$ | $2198,\!49$ |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 260 818,89 | 5216,38 |
| | | | Coste total (\in) | $266035,\!27$ |

Tabla 8.11: Desglose de costes de las membranas cerámicas de 15 kDa.

Tabla 8.12: Desglose de costes de los módulos de las membranas cerámicas.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--------------------------------------|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Módulo de membra- nas cerámicas | Ud | 18,00 | 3224,86 | 58 047,44 |
| Oficial 1 ^a fontanero | h | 9,00 | 22,00 | 198,00 |
| Ayudante fontanero | h | 9,00 | 20,30 | 182,70 |
| Costes directos com- plementarios | % | 4,00 | 58 428,14 | 2337,13 |
| | | | Coste total (\in) | $60765,\!27$ |
| | | | | |

Tabla 8.13: Desglose de costes de los elementos de membranas NF270-4040.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|---------------------------------------|----------|-----------|------------------------|---------------------|
| Elementos de mem- brana NF270-4040 | Ud | 75,00 | 391,50 | 29362,50 |
| Oficial $1^{\underline{a}}$ fontanero | h | $11,\!25$ | 22,00 | $247,\!50$ |
| Ayudante fontanero | h | $11,\!25$ | 20,30 | 228,38 |
| Costes directos com- plementarios | % | 2,00 | 29 838,38 | 596,77 |
| | | | Coste total (\in) | 30 435,14 |

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|---------------------------------------|----------|----------|-------------------------------------|---------------------|
| Tubos de presión de membranas NF | Ud | 15,00 | 1490,13 | 22 351,89 |
| Oficial $1^{\underline{a}}$ fontanero | h | $7,\!50$ | 22,00 | $165,\!00$ |
| Ayudante fontanero | h | 7,50 | 20,30 | $152,\!25$ |
| Costes directos com- plementarios | % | 4,00 | $22669,\!14$ | 906,77 |
| | | | Coste total (${\boldsymbol{\in}})$ | $23575,\!90$ |

Tabla 8.14: Desglose de costes de los tubos de presión.

 Tabla 8.15: Desglose de costes del equipo de liofilización.

| Descripción | Unidades | Cantidad | Precio unitario (€) | Precio total (€) |
|--|----------|----------|------------------------|---------------------|
| Equipo de liofiliza- ción, con inyectora y congelador incluidos de 250 kW | Ud | 1,00 | 225000,00 | 225 000,00 |
| Oficial 1 ^a fontanero | h | 12,50 | 22,00 | 275,00 |
| Ayudante fontanero | h | $6,\!25$ | $20,\!30$ | $126,\!88$ |
| Electricista | h | 12,50 | 22,00 | $275,\!00$ |
| Costes directos com- plementarios | % | 4,00 | $225676,\!88$ | 9027,08 |
| | | | Coste total (\in) | 234 703,95 |

En definitiva, los costes totales de forma resumida se incluyen en la tabla 8.16. Cabe destacar que los precios indicados anteriormente no contienen el incremento del IVA. En consecuencia, en dicha tabla también se indica el coste correspondiente a la adición del 21 % del IVA.

| Descripción | Coste total sin IVA (\in) | Coste total con IVA (\in) |
|--------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| Materiales | 673 376,80 | 814785,93 |
| Oficial 1 ^a fontanero | 4859,36 | 5879,83 |
| Ayudante fontanero | 4189,92 | 5069,80 |
| Electricista | 566, 50 | $685,\!47$ |
| Costes directos com- plementarios | 20733,84 | $25087,\!95$ |
| Coste total (€) | 703 726,42 | 851 508,98 |

Tabla 8.16: Resumen de costes de instalación de la planta.

Es menester mencionar que, para este tipo de instalaciones a gran escala, la adquisición de numerosos elementos del mismo tipo conlleva normalmente descuentos por parte de la empresa con su compra, por lo que los costes totales pueden verse disminuidos conside-rablemente. Además, no se ha tenido en cuenta la estancia donde se ubicará la planta, puesto que se considera que se organizará en la empresa atendiendo al espacio disponible, ni el transporte de los materiales.

8.2 Estimación del coste anual de operación

Una vez determinado el gasto por capital o presupuesto de la planta diseñada, a la hora de realizar el estudio económico del proyecto también es deseable estimar el coste de operación de la misma. Es decir, identificar los gastos del proceso referentes a su funcionamiento y mantenimiento, como son el gasto energético o la mano de obra.

Para ello, se ha decidido trabajar en porcentajes del coste de operación y mantenimiento total para determinar sus costes variables y fijos. Respecto a los costes variables de operación, se han considerado como parámetros el consumo energético, los reactivos para la limpieza de las membranas, el recambio de éstas y la gestión de residuos. Por otro lado, los costes fijos de operación se dividen en el término de potencia contratada, la mano de obra, el mantenimiento y los costes indirectos. El cálculo de cada coste se ha realizado partiendo del gasto energético de la planta.

De toda la maquinaria presupuestada, las bombas de ambas etapas de filtración y el equipo de liofilización son los elementos que consumen mayor energía y cuyo impacto en el estudio será superior al resto de equipamiento. Por ello, se ha calculado el consumo energético que suponen estos tres elementos.

Estos cálculos se han realizado atendiendo a que el sistema de extracción de polifenoles estará en funcionamiento durante la etapa de vendimia, estimada en unos 40 días al año,

en 3 turnos de 8 h al día para maximizar la producción de polifenoles. Además, se ha establecido un precio del kWh de $0,22 \in /kWh$. Las potencias de las bombas de la etapa de UF, NF y el equipo de liofilización son de 6,6, 16,5 y 250 kWh, respectivamente.

En definitiva, los porcentajes atribuidos a cada coste y el total que suponen vienen recogidos en la tabla8.17

| Tipo de coste | Porcentaje del coste ($\%$) | Coste (€/día) |
|--------------------------|-------------------------------|---------------|
| Costes variables | | |
| Energía | 40,0 | 60,08 |
| Reactivos | 6,5 | 9,76 |
| Recambio membranas | 7,0 | 10,51 |
| Gestión de residuos | 3,5 | 5,26 |
| Costes fijos | | |
| Término de potencia | 5,0 | 7,51 |
| Mano de obra | 9,0 | $13,\!52$ |
| Mantenimiento | 10,0 | 15,02 |
| Funcionamiento y control | 2,0 | $3,\!00$ |
| Costes indirectos | 2,0 | $3,\!00$ |
| Costes totales | 100,0 | 150,21 |

Tabla 8.17: Resumen de costes anuales de operación y mantenimiento.

Por lo tanto, para llevar a cabo el proceso de extracción de polifenoles se estima un coste de 150,21 €/día, siendo el consumo energético el coste con mayor peso del total.

8.3 Análisis de la viabilidad económica de la planta

Tras la obtención de un presupuesto y los costes de operación de la planta de extracción de polifenoles diseñada, es interesante realizar un análisis de la viabilidad económica de la misma. Este análisis tiene como objetivo estimar en cuánto tiempo es posible recuperar la inversión inicial.

Este análisis se ha llevado a cabo teniendo en cuenta las siguientes variables. Por un lado, el producto a comercializar se ha simplificado en venta de tirosol en polvo, resultante de la etapa de liofilización. Se estima que a la planta se le alimenta diariamente $560,7 \text{ m}^3/\text{día}$ de residuos de vinazas y tiene una producción diaria en volumen de permeado de $227,1 \text{ m}^3/\text{día}$. Por otro lado, la concentración de tirosol en dicha corriente es de 2,81 g de tirosol/L.

No obstante, cabe destacar que el producto resultante no se trata de tirosol con una pureza del 90 - 100%, sino que hay otros compuestos que se encuentran presentes en el permeado al no ser eliminados en la etapa de NF.

Partiendo de los costes de operación de 150,21 €/día que se han determinado anteriormente y la producción diaria de permeado junto a la concentración de tirosol presente en dicha corriente, se estima un coste de producción de $0,24 \in /kg$ de tirosol.

En cuanto al coste de los residuos de vinazas, se estima un coste de oportunidad de 500 \in/m^3 , dado que estos residuos en la actualidad se puede comercializar para producir fertilizantes, entre otros productos.

Conociendo el caudal de entrada diaria y convirtiendo el resultado en referencia al tirosol, se estima que la compra de los residuos de vinazas es de $439,32 \in /kg$ de tirosol.

Finalmente, se estima una imputación por inversión de $0,03 \in /g$ de tirosol producido para recuperar la financiación inicial de la instalación.

Considerando que la planta estará en funcionamiento durante la temporada de vendimia, estimada en 40 días en jornada completa de 3 turnos de 8 h, dicha imputación por la inversión de la planta implica una estimación de ingresos diarios de 19144,53 €, o equivalente a 765781,20 € anuales. En definitiva, el coste total para la producción de tirosol en polvo se estima en 469,55 €/kg. A modo resumen, la tabla 8.18 recoge los costes determinados para la producción de tirosol en polvo.

| Tipo de coste | Coste (ϵ/kg de tirosol) |
|-----------------------------|-----------------------------------|
| Producción | 0,24 |
| Adquisición residuos vinaza | 439,32 |
| Amortización de inversión | 30,00 |
| Coste total | 469,56 |

Tabla 8.18: Resumen de costes totales de producción.

De esta manera, conociendo que el coste de la instalación presupuestado es de 703726,42 \in , con los ingresos determinados anteriormente, se estima el tiempo necesario para recuperar la inversión inicial.

$$Payback = \frac{Inversión\ inicial}{Ingresos} = \frac{703726,42}{765781,20} = 0,92 \text{ años}$$

Se observa que en la primera anualidad se consigue recuperar la inversión inicial. A partir de este instante, se obtendría un beneficio neto.

A pesar de que el sistema planteado resulta viable económicamente y la inversión se recupera en un periodo de tiempo muy corto, realmente no se conoce cómo se comportaría el sistema ante estos residuos ni si los costes determinados se acoplarían a los estudiados.

Por un lado, no se ha estudiado el comportamiento de las membranas cuando se les aplica un alimento con concentraciones de polifenoles superiores a los 3 g/L, cosa que se da por supuesto en el escalado. Es posible que a concentraciones elevadas el alimento adquiera una cierta viscosidad que provoque que las membranas no funcionen adecuadamente y se obstruyan. Es por ello que se requiere mayor investigación en este ámbito.

Por otro lado, se requeriría hacer un análisis económico más exhaustivo, teniendo en cuenta más gastos que se pueden dar en la planta. Así, se podría comprobar si el proceso de extracción de polifenoles resulta viable al tener precio más acotado.

9 Conclusiones

En este capítulo se describen las conclusiones alcanzadas con la elaboración de este proyecto, tratando la efectividad de incluir un proceso de filtración para la recuperación de compuestos fenólicos a partir de residuos de vinazas procedentes de la producción del vino y su viabilidad económica a nivel industrial.

Con la elaboración de este trabajo de final de grado se ha conseguido estudiar la efectividad de la tecnología de separación por membranas para extraer compuestos fenólicos presentes en los residuos de vinazas procedentes de la industria de producción del vino. Asimismo, con este trabajo se ha conseguido cumplimentar los subobjetivos establecidos anteriormente.

Por un lado, experimentalmente se han caracterizado las membranas cerámicas y poliméricas utilizadas para el proceso de extracción de polifenoles. Además, se ha comprobado el efecto que acarrea el filtrado de este tipo de residuos y se ha comprobado que la limpieza química supone una mayor recuperación de las membranas y un incremento en su reutilización.

En lo que concierne al contenido de polifenoles tras los procesos de filtración, se ha concluido que el paso por una membrana de tamaño de poro de 15 kDa es capaz de retener el 54 % de los polifenoles presentes en los residuos de las vinazas. En cuanto al uso de una membrana que permite el paso de partículas de un tamaño inferior a 340 kDa para tratar el permeado resultante del filtrado anterior, se ha determinado que el 90 % de los compuestos fenólicos presentes son demasiado voluminosos y una pequeña porción de estos compuestos puede ser extraída.

También se ha identificado el tipo de ensuciamiento que experimenta una membrana cerámica de $15 \,\mathrm{kDa}$, tratándose de un ensuciamiento completo o intermedio de la membrana.

Por otro lado, se ha obtenido una expresión e identificado sus parámetros que justifican el comportamiento de la membrana con el filtrado de las vinazas.

En definitiva, se ha llegado a la conclusión que una etapa previa de UF como pretratamiento de las vinazas a la etapa de NF resulta beneficiosa para el proceso, suponiendo una reducción considerable del ensuciamiento de la membrana de esta última etapa y un incremento en el rendimiento de extracción de compuestos deseados. En cuanto al diseño de una planta de extracción de polifenoles, se ha ideado una planta capaz de tratar 23,36 m³/h durante un periodo de 40 días correspondiente al periodo de la vendimia a jornada completa en 3 turnos de 8 horas. Esta planta sería capaz de generar un caudal de permeado de 227,13 m³/d con una concentración de tirosol de 2,81 g/mol.

Económicamente, se ha presupuestado un coste de inversión inicial de 851 508,97 \in , IVA incluido, y un coste estimado de operación y mantenimiento de 150,21 \in /d.

Por otro lado, incluyendo en el coste estimado total una cantidad de $0,03 \in /g$ destinados a la amortización del coste de inversión inicial, se obtiene un ingreso de 19144,53 \in /d . Ésto supone que dicha inversión inicial queda totalmente subsanada en la primera anualidad tras la puesta en marcha.

No obstante, es necesario remarcar la incertidumbre de implantar este tipo de sistemas, ya que no hay suficientes estudios experimentales que analicen el comportamiento de las membranas con el paso de residuos con una elevada concentración de polifenoles. Ésto podría implicar un fluido más espeso que colmataría las membranas y las inutilizarían. Además, un estudio económico más preciso es pertinente, teniendo en cuenta gastos de la planta que pudieran encarecer el proceso de extracción.

Por lo tanto, la planta y proceso diseñados resultan ser extremadamente viables económicamente hablando, ya que la planta es capaz de recuperar toda la inversión inicial en menos de un año de operación. Además, dado el gran atractivo que presentan este tipo de productos para las empresas farmacéuticas, alimentarias y cosméticas, el resultado de este proceso tiene una gran aceptación en el mercado y supone una alternativa viable frente al uso de los residuos de la vinaza para la fabricación de fertilizantes.

Finalmente, con la elaboración de este trabajo se ha logrado alinear algunos de los ODS estipulados en la Agenda 2030, siendo éstos los ODS 6: Agua limpia y saneamiento, ODS 8: Trabajo decente y crecimiento económico, ODS 9: Industria, innovación e infraestructuras y ODS 12: Producción y consumo responsables.

Bibliografía

- Agbor, G. A., Vinson, J. A., & Donnelly, P. E. (2014). Folin-Ciocalteau Reagent for Polyphenolic Assay. International Journal of Food Science, Nutrition and Dietetics, 147-156. https://doi.org/10.19070/2326-3350-1400028
- Antony, A., & Farid, M. (2022). Effect of Temperatures on Polyphenols during Extraction. Applied Sciences 2022, Vol. 12, Page 2107, 12, 2107. https://doi.org/10.3390/ APP12042107
- Baker, R. W. (2012). Membrane technology and applications. John Wiley & Sons.
- Belščak-Cvitanović, A., Durgo, K., Huđek, A., Bačun-Družina, V., & Komes, D. (2018). Overview of polyphenols and their properties. *Polyphenols: Properties, Recovery, and Applications*, 3-44. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813572-3.00001-4
- DuPont. (2021). Consultado el 8 de junio de 2023, desde https://www.dupont.com/ content/dam/dupont/amer/us/en/water-solutions/public/documents/en/NF-FilmTec-NF270-PDS-45-D01529-en.pdf
- Federación Española del Vino. (s.f.). Consultado el 22 de marzo de 2023, desde https://www.fev.es
- Gharras, H. E. (2009). Polyphenols: Food sources, properties and applications A review. International Journal of Food Science and Technology, 44, 2512-2518. https://doi. org/10.1111/J.1365-2621.2009.02077.X
- Giacobbo, A., Bernardes, A. M., & de Pinho, M. N. (2017). Sequential pressure-driven membrane operations to recover and fractionate polyphenols and polysaccharides from second racking wine lees. Separation and Purification Technology, 173, 49-54. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.09.007
- HAproWINE. (2011). Life HAproWINE. Gestión integral de residuos y análisis del ciclo de vida del sector vinícola. De residuos a productos de alto valor añadido. Generación

y Gestión de Residuos del Sector. https://patrimonionatural.org/ficheros/15% 20Residuos%20del%20Sector%20Vitivinicola-20210820-140058.pdf

- Hermia, J. (1982). Constant pressure blocking filtration laws—application to power law non-Newtonian fluids. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, V 60, 183-187.
- Jovanović, A., Petrović, P., Đorðević, V., Zdunić, G., Šavikin, K., & Bugarski, B. (2017). Polyphenols extraction from plant sources. *Lekovite sirovine*, 37, 45-49. https://doi. org/10.5937/LEKSIR1737045J
- López Borrell, A. (2022). Estudio para la recuperación y valorización de los compuestos fenólicos presentes en las vinazas derivadas del proceso productivo de fabricación de vino mediante tecnología de membranas. http://hdl.handle.net/10251/185646
- López-Borrell, A., López-Pérez, M.-F., Cardona, S. C., & Lora-García, J. (2022). membranes Experimental Study and Mathematical Modeling of a Nanofiltration Membrane System for the Recovery of Polyphenols from Wine Lees. https://doi.org/10.3390/ membranes12020240
- Maicas, S., & Mateo, J. J. (2020). Sustainability of Wine Production. Sustainability 2020, Vol. 12, Page 559, 12, 559. https://doi.org/10.3390/SU12020559
- Marković, A. K., Torić, J., Barbarić, M., & Brala, C. J. (2019). Hydroxytyrosol, Tyrosol and Derivatives and Their Potential Effects on Human Health. *Molecules 2019, Vol.* 24, Page 2001, 24, 2001. https://doi.org/10.3390/MOLECULES24102001
- Mojzer, E. B., Hrnčič, M. K., Škerget, M., Knez, Ž., & Bren, U. (2016). Polyphenols: Extraction Methods, Antioxidative Action, Bioavailability and Anticarcinogenic Effects. *Molecules 2016, Vol. 21, Page 901, 21, 901.* https://doi.org/10.3390/ MOLECULES21070901
- Naciones Unidas. (2017, 6 de julio). Resolución aprobada por la Asamblea General el 6 de julio de 2017 "Labor de la Comisión de Estadística en relación con la Agenda 2030 para el Desarrollo Sostenible", A/RES/71/313. https://undocs.org/A/RES/71/313
- Quideau, S., Deffieux, D., Douat-Casassus, C., & Pouységu, L. (2011). Plant Polyphenols: Chemical Properties, Biological Activities, and Synthesis. Angewandte Chemie International Edition, 50, 586-621. https://doi.org/10.1002/ANIE.201000044
- Ruggieri, L., Cadena, E., Martínez-Blanco, J., Gasol, C. M., Rieradevall, J., Gabarrell, X., Gea, T., Sort, X., & Nchez, A. S. (2009). Recovery of organic wastes in the Spanish wine industry. Technical, economic and environmental analyses of the composting process. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2008.12.005

- Sánchez-Arévalo, C. M., Jimeno-Jiménez, Á., Carbonell-Alcaina, C., Vincent-Vela, M. C., & Álvarez-Blanco, S. (2021). Effect of the operating conditions on a nanofiltration process to separate low-molecular-weight phenolic compounds from the sugars present in olive mill wastewaters. *Process Safety and Environmental Protection*, 148, 428-436. https://doi.org/10.1016/J.PSEP.2020.10.002
- Solís-Carvajal, C. A., Pasos, C. A. V., & Ramírez-Navas, J. S. (2018). Membrane technology: Ultrafiltration. Entre ciencia e ingeniería; Vol 11 No 22 (2017); 26-36, 11, 26-36. https://doi.org/10.31908/19098367.3546
- Sousa, M. R. S., Lora-Garcia, J., & López-Pérez, M. F. (2018). Modelling approach to an ultrafiltration process for the removal of dissolved and colloidal substances from treated wastewater for reuse in recycled paper manufacturing. *Journal of Water Process Engineering*, 21, 96-106. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2017.11.017
- Sridhar, A., Ponnuchamy, M., Kumar, P. S., Kapoor, A., Vo, D. V. N., & Prabhakar, S. (2021). Techniques and modeling of polyphenol extraction from food: a review. *Environmental Chemistry Letters 2021 19:4*, 19, 3409-3443. https://doi.org/10. 1007/S10311-021-01217-8
- Talmaciu, A. I., Volf, I., & Popa, V. I. (2015). A Comparative Analysis of the 'Green' Techniques Applied for Polyphenols Extraction from Bioresources. *Chemistry & Bio*diversity, 12, 1635-1651. https://doi.org/10.1002/CBDV.201400415
- TAMI Industries. (2020). Consultado el 1 de junio de 2023, desde https://www.tamiindustries.com/wp-content/uploads/2020/11/table-filtration.pdf
- TAMI Industries. (2023). Consultado el 16 de febrero de 2023, desde https://www.tamiindustries.com/es/produits/inside-ceram-5/
- Vela, M. C. V., Blanco, S. Á., García, J. L., & Rodríguez, E. B. (2008). Analysis of membrane pore blocking models applied to the ultrafiltration of PEG. Separation and Purification Technology, 62, 489-498. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2008.02.028
- Vela, M. C. V., Blanco, S. Á., García, J. L., & Rodríguez, E. B. (2009). Analysis of membrane pore blocking models adapted to crossflow ultrafiltration in the ultrafiltration of PEG. *Chemical Engineering Journal*, 149, 232-241. https://doi.org/10.1016/J. CEJ.2008.10.027
- Xia, E. Q., Deng, G. F., Guo, Y. J., & Li, H. B. (2010). Biological Activities of Polyphenols from Grapes. International Journal of Molecular Sciences 2010, Vol 11, Pages 622-646, 11, 622-646. https://doi.org/10.3390/IJMS11020622
- Zhang, H., & Tsao, R. (2016). Dietary polyphenols, oxidative stress and antioxidant and anti-inflammatory effects. *Current Opinion in Food Science*, 8, 33-42. https://doi. org/10.1016/J.COFS.2016.02.002

Índice alfabético de acrónimos

CFV velocidad de paso tangencial 31

- DLS dispersión de luz dinámica 25, 26, 34, 50, 51
- FC factor de concentración 14
- FCR reactivo de Folin-Ciocalteau 23, 24
- FRV factor de reducción de volumen en continuo 14
- MF microfiltración 11, 12
- **NF** nanofiltración 11, 12, 18, 21, 22, 27–30, 33, 34, 43, 45, 46, 49–55, 57–60, 62, 64, 68, 70, 73
- **ODS** Objetivos de Desarrollo Sostenible 16, 74, 80
- OI ósmosis inversa 11, 12
- **PTM** presión transmembranal 13, 27, 29, 31–35, 38, 40, 41, 43, 44, 46, 48, 61, 62
- **UF** ultrafiltración 11, 12, 15, 18, 21, 27, 28, 30, 31, 33, 34, 36–38, 42, 43, 45–47, 50–55, 57, 58, 60–63, 70, 73

I Anexos

I.I Relación del trabajo con los Objetivos de Desarrollo Sostenible de la Agenda 2030

 Tabla I.1: Grado de relación del trabajo con los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS).

| Objetivos de Desarrollo Sostenibles | Alto | Medio | Bajo | No procede |
|---|------|-------|------|------------|
| ODS 1. Fin de la pobreza | | | | × |
| ODS 2. Hambre cero | | | | × |
| ODS 3. Salud y bienestar | | | | × |
| ODS 4. Educación de calidad | | | | × |
| ODS 5. Igualdad de género | | | | × |
| ODS 6. Agua limpia y saneamiento | × | | | |
| ODS 7. Energía asequible y no contaminante | | | | × |
| ODS 8. Trabajo decente y crecimiento económico | × | | | |
| ODS 9. Industria, innovación e infraestructuras | × | | | |
| ODS 10. Reducción de las desigualdades | | | | × |
| ODS 11. Ciudades y comunidades sostenibles | | | | × |
| ODS 12. Producción y consumos responsables | × | | | |
| ODS 13. Acción por el clima | | | | × |
| ODS 14. Vida submarina | | | | × |
| ODS 15. Vida de ecosistemas terrestres | | | | × |
| ODS 16. Paz, justicia e instituciones sólidas | | | | × |
| ODS 17. Alianzas para lograr objetivos | | | | × |

De los ODS planteados en la Agenda 2030, se ha considerado los ODS 6, 8, 9 y 12 como los que el trabajo realizado puede ser alineado y adquiere una mayor influencia o impacto.

Respecto a la ODS 6, el empleo de los tratamientos mediante tecnología de membranas puede afectar directamente a este objetivo, en especial a la meta 6.3, donde el uso de esta tecnología supondría la disminución de cuantiosas cantidades de residuos por parte de las empresas productoras de vino. Además, se promovería la reutilización y reciclado de dichos residuos, permitiendo la obtención de productos alternativos de gran valor añadido.

En cuanto a la ODS 8, la implementación de las técnicas de separación de compuestos por membranas implica la incremento de la productividad de económica al incluir una tecnología moderna que supone la obtención de productos de alto valor añadido, como son los polifenoles. Este proyecto afecta, pues, a la meta 8.2 estipulada. Además, en lo referente a la meta 8.4, esta implementación promueve la mejora de la producción y el consumo eficientes de los recursos naturales, tratándose en este caso de la uva y sus residuos.

La ODS 9 también se mostraría afectada por la implantación de la tecnología de membranas para extraer polifenoles al alentar la investigación científica para ello, la innovación y desarrollo de productos de alto valor añadido, como los compuestos fenólicos, según indica la meta 9.5.

Finalmente, la ODS 12 se encuentra, asimismo, influida en gran medida por el proceso estudiado. En lo referente a la meta 12.2, se lograría un consumo eficiente de los recursos naturales disponibles al revalorizar los residuos de vinazas para extraer polifenoles incluidos en éstos. En cuanto a la meta 12.3, también se reduciría el desperdicio de alimentos

81

procesados al destinarlos a otras vías de producción. Por último, la meta 12.5 expone el deseo de disminuir considerablemente los residuos generados mediante su revalorización, reciclado y reutilización, el cual podría ser alcanzado con la implementación de este sistema de separación de compuestos fenólicos presentes en los residuos del vino.

I.II Comunicaciones científicas

Es importante destacar que el presente trabajo se llevó a cabo en el marco de una beca de colaboración en el Departamento de Ingeniería Química y Nuclear de la Escuela Politécnica Superior de Alcoy (EPSA). Gracias a ello, se ha brindado la oportunidad de mostrar parte del trabajo realizado en dos congresos:

- X Congreso I+D+i Campus d'Alcoi "Creando Sinergias", celebrado el días 15 de julio en Alcoy de 2023 con el título del trabajo "Extracción de compuestos fenólicos procedentes de las lías de vino mediante procesos de nanofiltración".
- XXXVII Jornadas de Ingeniería Química: El puente hacia un futuro sostenible del 13 al 15 de septiembre de 2023, con el título del trabajo "Valorización de las lías de vino procedente de la primera fermentación en la producción de vino. Diseño de un proceso de membrana en la separación efectiva de polifenoles".

I.III Planos

















I.IV Catálogos





modules in industrial design

| , . | | Ê | | M1 | | M2 | | M3 | | M5 | | M7 | | M8 | | M10 | | M12 | | M14 | | M19 | | M27 | | M30 |
|-------------------|-----------------|---------------------|------------|------|-----|------|----------|------------------|------|------|-----|------|--------|-------|---|------|-----|--------|--------|------------------|------|-------|-----|-------|-----|-------|
| Membrane diameter | Membrane design | 4embrane length (mr | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | | | 0 | | 0 | | 000 | | 0 | | | |
| | | ~ | | | | filt | ter surf | ace in m² per mo | dule | | | | | | | | | filter | r surf | ace in m² per mo | dule | | | | | |
| | 7/6 | 1000 | | 0.13 | | 0.26 | | 0.40 | | 0.66 | L | 0.92 | | - | | 1.32 | | - | | 1.85 | | 2.51 | | - | | - |
| _ | | 1200 | ΙL | 0.16 | | 0.32 | | 0.48 | | 0.79 | L | 1.11 | | | | 1.58 | | - | | 2.22 | | 3.01 | | - | | - |
| Ē | 10/3 3 | 1000 | / 25 | 0.20 | 25 | 0.40 | 725 | 0.60 | 20 | 1.00 | 20 | 1.40 | | | | 2.00 | | - | 150 | 2.80 | 150 | 3.80 | | - | | - |
| 25.4 | 15/5.5 | 1200 |]≨_ | 0.24 | 1 ž | 0.48 | _]≨[| 0.72 |] Į | 1.20 | ۶L | 1.68 | | - | ≩ | 2.40 | | - | Ž | 3.36 | N× I | 4.56 | | - | | - |
| | 27/2 | 1000 | | 0.23 | | 0.46 | | 0.70 | | 1.16 | | 1.62 | | - | | 2.32 | | - | | 3.25 | | 4.41 | | - | | - |
| | 3772 | 1200 | | 0.28 | | 0.56 | | 0.84 | | 1.39 | | 1.95 | | - | | 2.78 | | - | | 3.90 | | 5.29 | | - | | - |
| | 10/6 | 1200 | | 0.43 | | - | | 1.29 | | - | | 3.01 | | - | | - | | 5.16 | | - | | 8.17 | | 11.61 | | - |
| | 19/0 | 1500 | | 0.54 | | - | | 1.62 | | - | | 3.76 | | - | | - |] [| 6.45 | | - | | 10.21 |] [| 14.58 | | - |
| E | 27/2.0 | 1200 | 32 | 0.53 | | - | 125 | 1.59 |] [| - | 150 | 3.71 | | - | | - | 200 | 6.36 | | - | 250 | 10.07 | 300 | 14.31 | | - |
| 41 r | 37/3.8 | 1500 | Ì≩ | 0.67 | | - |]≩[| 2.01 |] [| - | ≩ | 4.69 | | - | | - |]≩[| 8.04 | | - | ≩[| 12.73 |]≩[| 18.09 | | - |
| | (1/2 5 | 1200 | 1 | 0.58 | | - | 771 | 1.74 | 1 [| - | | 4.06 | | - | | - | | 6.96 | | - | | 11.02 | 1 [| 15.66 | | - |
| | 61/2.5 | 1500 | 1 [| 0.72 | | - | 7 [| 2.16 | 1 [| - | Γ | 5.04 | | - | | - | 1 [| 8.64 | | - | | 13.68 | 1 [| 19.44 | | - |
| | 10/9 | 1200 | | 0.57 | | - | | 1.71 | | - | | - | | 4.56 | | - | | 6.84 | | - | | 10.83 | | - | | 17.10 |
| | 19/0 | 1500 | | 0.72 | | - | | 2.15 |] [| - | | - | | 5.80 | | - |] [| 8.70 | | - |] [| 13.68 |] [| - | | 21.60 |
| | 61/4 | 1200 |] [| 1.03 | | - | ٦.[| 3.09 |] [| - | Γ | - | | 8.24 | | - | 1 [| 12.36 | | - | 1 [| 19.57 | 1 [| - | | 30.90 |
| E | 01/4 | 1500 |] 6 [| 1.29 | | - | 125 | 3.87 |] [| - | Γ | - | 200 | 10.32 | | - | 250 | 15.48 | | - | 300 | 24.51 | 1 [| - | 400 | 38.70 |
| 52 r | 05/0.0 | 1200 | 1 <u>2</u> | 1.06 | 1 🗖 | - |]≩[| 3.18 | 1 [| - | | - | \geq | 8.48 | | - | l≩[| 12.72 | | - | l≩ | 20.14 | 1 | - | ≩ | 31.80 |
| | 85/3.3 | 1500 | 1 | 1.32 | | - | | 3.97 | 1 | - | | - | | 10.57 | | - | | 15.86 | | - | | 25.08 | 1 [| - | ~ - | 39.60 |
| | 211/2 | 1200 | | 1.59 | | - | | 4.77 |] [| - | | - | | 12.72 | | - | | 19.08 | | - | | 30.21 | | - | | 47.70 |
| | 211/2 | 1500 | | 1.99 | | - | | 5.97 | | - | | - | | 15.92 | | - | | 23.88 | | - | | 37.81 | | - | | 59.70 |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |



modules in industrial design

| , | | Ê | | M31 | | M32 | | M46 | | M47 | | M68 |
|-------------------|-----------------|---------------------|--------|------|-----|-------|-------|--------------------|--------|-------|----|-------|
| Membrane diameter | Membrane design | lembrane length (mr | 0 | | 000 | | | | 0 | | | |
| | | ~ | | | _ | filte | er su | rface in m² per mo | dule | | _ | |
| 1 | 7/6 | 1000 | | 4.09 | | _ | | | | 6.20 | | 8.98 |
| - | //0 | 1200 | | 4.91 | | - | | _ | | 7.44 | | 10.77 |
| Ē | 10/2.2 | 1000 | 8 6.20 | - | | - | 250 | 9.40 | ы В | 13.60 | | |
| 25.4 | 19/3.3 | 1200 | Ì≩ | 7.44 | | - |] | - | Ì≩ | 11.28 | Ì≩ | 16.32 |
| | 27/2 | 1000 | | 7.19 | | - |] | - | | 10.90 | | 15.78 |
| | 3/12 | 1200 |] | 8.63 | | - |] | - |] | 13.08 |] | 18.93 |
| | 10/6 | 1200 | | - | | 13.76 | | 19.78 | | - | | - |
| | 19/6 | 1500 |] | - | | 17.28 |] | 24.84 |] | - | | - |
| Ē | 27/2.0 | 1200 |] | - | 350 | 16.96 |] 6 | 24.38 |] | - |] | - |
| 41 1 | 37/3.8 | 1500 |] | - | l≩ | 21.44 | Ì≩ | 30.82 | | - | | - |
| | (1/2 5 | 1200 | 1 | - | | 18.56 | 1 | 26.68 | 1 | - | 1 | - |
| | 61/2.5 | 1500 | 1 | - |] | 23.04 | 1 | 33.12 | 1 | - | 1 | - |
| | 10/9 | 1200 | | | | _ | | | | _ | | - |
| | 19/0 | 1500 |] | - | | - |] | - | | - | | - |
| | 61/4 | 1200 | | - | | - | | - | | - | | - |
| E | 61/4 | 1500 | 1 | - | 1 | - | 1 | - | 1 | - | 1 | - |
| 521 | 95/2.2 | 1200 | | - | | - | | - | | - | | - |
| | 05/3.3 | 1500 | | - | | - | | - | | - | | - |
| | 211/2 | 1200 | | - | | - | | - | | - | | - |
| | 211/2 | 1500 | | - | | - | | _ | | _ | | - |

| M82 | M114 |
|-----|------|
| | |

6

 $\sum_{i=1}^{n}$

15.05

18.06

22.80

27.36

26.35

31.74

_

_

_

_

-

_

-

-

-

-

_

_

_

10.82

12.99

16.40

19.68

19.02

22.83

_

_

_

_

_

_

_

_

_

_

-

_

_

NW 350

> Further membrane lengths (up to 1.5 m)

- > other types of modules and technical drawings on request
- > drawings of housings are not to scale and are for informational purposes only

SEALING



industrial design

Reliable in operation and cost-efficient membrane-O-ring sealing system. The O-rings are available in numerous material qualities, such as Viton, EPDM, FFKM or NBR and others. Proven for decades in a large number of industrial applications.



modules according to 3-A Sanitary-Standards Inc.

| , | | Ê | M1 LM | | | M3 LM | | M7 LM M8 LM | | M12 LM | | |
|-------------------|-----------------|---------------------|---------------------------------|--------|----------------|-------|--------|-------------|--------|--------|--------|-------|
| Membrane diameter | Membrane design | 1embrane length (mr | | | | | | | | | | |
| | | 2 | filter surface in m² per module | | | | | | | | | |
| | 7/6 | 1000 | | 0.13 | | 0.40 | NW 100 | 0.92 | | - | | - |
| 25.4 mm | | 1200 | | 0.16 | | 0.48 | | 1.11 | | - | | - |
| | 19/3.3 | 1000 | / 25 | 0.20 | / 80 | 0.60 | | 1.40 | | - | | - |
| | | 1200 | ₹ 0.24 0.23 0.28 | 0.24 | Z | 0.72 | | 1.68 | | - | | - |
| | 37/2 | 1000 | | 0.23 | | 0.70 | | 1.62 | | - | | - |
| | | 1200 | | | 0.84 | | 1.95 | | - | | - | |
| | 19/6 | 1200 | | 0.43 | | 1.29 | | 3.01 | - | - | NW 200 | 5.16 |
| | | 1500 |] | 0.54 | NW 125 | 1.62 | NW 150 | 3.76 | | - | | 6.45 |
| Ę | 37/3.8 | 1200 | NW 32 | 0.53 | | 1.59 | | 3.71 | | - | | 6.36 |
| 41 п | | 1500 | | 0.67 | | 2.01 | | 4.69 | | - | | 8.04 |
| | 61/2.5 | 1200 | | 0.58 | | 1.74 | | 4.06 | | - | | 6.96 |
| | | 1500 | | 0.72 | | 2.16 | | 5.04 | | - | | 8.64 |
| 52 mm | 19/8 | 1200 | NW 40 | 0.57 | W 125 / NW 150 | 1.71 | - | - | NW 200 | 4.56 | NW 250 | 6.84 |
| | | 1500 | | 0.72 | | 2.15 | | - | | 5.80 | | 8.70 |
| | 61/4 | 1200 | | 1.03 | | 3.09 | | - | | 8.24 | | 12.36 |
| | | 1500 | | 1.29 | | 3.87 | | - | | 10.32 | | 15.48 |
| | 85/3.3 | 1200 | | 1.06 | | 3.18 | | - | | 8.48 | | 12.72 |
| | | 1500 | | 1.32 | | 3.97 | | - | | 10.57 | | 15.86 |
| | 211/2 | 1200 | 1 | 1.59 Z | 4.77 | | - | | 12.72 | | 19.08 | |
| | | 1500 | | 1.99 | | 5.97 | | - | | 15.92 | | 23.88 |

| M19 LM | | M23 LM | | M26 LM | | M29 LM | | M39 LM | | M57 LM | | M92 LM | | |
|--------|---------------------------------|--------|------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--|
| | | | | | | 000 | | | | | | | | |
| | filter surface in m² per module | | | | | | | | | | | | | |
| | - | | 3.03 | | - | | - | | 5.14 | | 7.52 | | 12.13 | |
| | - | | 3.64 | | - | | - | NW 250 | 6.17 | NW 300 | 9.02 | NW 400 | 14.57 | |
| 200 | - | 200 | 4.60 | | - | | - | | 7.80 | | 11.40 | | 18.12 | |
| l≩ | - | NN | 5.52 | | - | | - | | 9.36 | | 13.47 | | 21.75 | |
| | - | | 5.35 | - | 1 | - | - | 9.07 | | 13.25 | | 21.39 | | |
| | - | | 6.42 | | - | | - | | 10.89 | | 15.90 | | 25.67 | |
| | 8.17 | | - | | 11.18 | | - | - | - | | - | | - | |
| | 10.21 | | - | | 14.04 | | - | | - | | - | | - | |
| 250 | 10.07 | | - | 300 | 13.78 | | - | | - | | - | | - | |
| ₹ | 12.73 | | - | ≩ | 17.42 | | - | | - | | - | | - | |
| | 11.02 | | - | | 15.08 | | - | | - | | - | | - | |
| | 13.68 | | - | | 18.72 | 1 | - | | - | 1 | - | | - | |
| | 10.83 | | - | | - | | 16.53 | | - | | - | | - | |
| | 13.68 | | - | | - | | 20.88 | | - | | - | | - | |
| | 19.57 | - | - | _ | - | | 29.87 | - | - | | - | | - | |
| NW 300 | 24.51 | | - | | - | | 37.41 | | - | | - | | - | |
| | 20.14 | | - | | - | | 30.74 | | - | | - | | - | |
| | 25.08 | | - | | - | | 38.28 | | - | | - | | - | |
| | 30.21 | | - | | - | | 46.11 | | - | | - | | - | |
| | 37.81 | | - | | - | | 57.71 | | - | | - | | - | |

> Further membrane lengths (up to 1.5 m)

- > other types of modules and technical drawings on request
- > drawings of housings are not to scale and are for informational purposes only

SEALING

o-ring

cone sealing (gasket)

ceramic membrane

sanitary design

atech LM-modules designed to 3-A-Sanitary- Standard cover all sanitary aspects for their application in micro- and ultrafiltration processes in Milk and Dairy Industry, Pharmaceutical, Chemical and Food Industry.



PLASTIC HOUSINGS WITH CERAMIC MEMBRANES technical data

| Type of Module | Technical Data | Membrane Design | Available Membranes filter surface (m²) | Illustration | |
|-------------------------|---|---|---|--------------|--|
| M1-PVC-C 19/3.3-1200 | Material: PVC-C Max. Pressure: PN 10 Max. Temperature: 80°C | $\begin{array}{c} 1 \\ 25.4 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ $ | 1/16 (0.06) 7/6 (0.16) 19/3.3 (0.24) 37/2 (0.28) | 200 | |
| M1-PVC-C 37/3.8-1200 | Material: PVC-C Max. Pressure: PN 10 Max. Temperature: 80°C | ↑ 0000 3.8 000000 ↓ 41.0 000000 ↓ 0000000 ↑ ↓ 0000 ↑ | 19/6 (0.43) 37/3.8 (0.53) 61/2.5 (0.58) | 500 | |
| M1-PVC-C 85/3.3-1200 | Material: PVC-C Max. Pressure: PN 10 Max. Temperature: 80°C | ↑ 00000 3.3 000000000000000000000000000000000000 | 19/8 (0.58) 85/3.3 (1.06) 211/2 (1.59) | 500 | |

membrane lengths avaiable up to 1.500 mm



OVERALL VIEW

Technical data of atech standard pressure vessels

| Material | Stainless steel of diverse ranges, 316 Ti/AISI (1.4571) and 316 L/AISI (1.4404) | | | | | |
|--|---|--|--|--|--|--|
| Filter surfaces | From 0.05 m ² to approx. 60 m ² per vessel | | | | | |
| Pressure rating | PN 10 @ 110°C | | | | | |
| Overall length | Up to 1500 mm | | | | | |
| Fittings | Dairy coupling /threaded fittings/flanges | | | | | |
| Sealings | Sanitary design (conical sealing), industrial design (o-ring) | | | | | |
| We will also manufacture customized vessels for your particular needs (like high pressure design). | | | | | | |

ASME BPVC, Section VIII

Boiler and Pressure Vessel Code according

to the American Society of Mechanical

Engineers concerning the principles for

German quality requirements for fusion

design, manufacture and the related

inspections of pressure vessels.

welding for metallic material

DIN EN ISO 3834-3



ENGINEERING

The scope of our activities includes planning, design, calculation and manufacturing according to different regulations and directives, such as:

AD 2000-HP 0

German regulations concerning the principles for design, manufacture and the related inspections of pressure vessels.

2014/68/EU

European Pressure Equipment Directive concerning the principles for design, manufacture and the related inspections of pressure vessels.

RETROFIT

Upgrading existing membranes for more competitiveness

Problem-free replacement/smooth substitution of competitors' membranes – irrespective of which manufacturer they are from. Due to a huge variety of adapters/gaskets we will enable you to continue with your existing pressure vessel equipped with new membranes.

A fundamental refurbishment with a low cost basis! We ensure that our membranes again deliver best possible filtration results.
SURVEY Technical data of atech Al₂O₃- membranes

| Support material | a-Al ₂ O ₃ | | |
|--|--|--|--|
| Membrane material | MF: a-Al ₂ O ₃ ; ZrO ₂ ; TiO ₂ | UF: TiO ₂ ; ZrO ₂ ; Al ₂ O ₃ | |
| Pore diameter / Molecular Weight Cut Off | 1.2; 0.8; 0.4; 0.2; 0.1 <i>µ</i> m | 0.05μm; 150kD; 100kD; 25kD; 15kD; 5kD; 1kD | |
| Overall length | up to 1500 mm | | |
| pH- stability | 0 to 14 | | |
| All membrane designs are suitable for steam sterilisation $> 121^{\circ}C$ / annroy 250° F | | | |

All me able for steam sterilisation $\geq 121^{\circ}C/approx 250^{\circ}F$.

| Туре | Design (mm) | Amount of channels | Length (mm) | Filter surface per element (m²) | Illustration |
|---|----------------|--|---------------|------------------------------------|--------------|
| $\frac{1/6}{10.0} \xrightarrow{\begin{array}{c} 6.0\\ 1}{1} \\ \hline \uparrow \end{array} \uparrow$ | _ ↓ 6.0 | 1 | 1000 | approx. 0.019 | |
| | | 1200 | approx. 0.023 | 0 | |
| 1/16 | 16.0 | 1 | 1000 | approx. 0.05 | |
| 1710 | | 1 | 1200 | approx. 0.06 | 0 |
| 7/6 | | 7 | 1000 | approx. 0.13 | |
| | | 7 | 1200 | approx. 0.16 | 8 |
| $19/3.3 \xrightarrow{\uparrow} \bigcirc \bigcirc \bigcirc \bigcirc & \downarrow \\ \downarrow \bigcirc \bigcirc \bigcirc & \downarrow \\ \downarrow \bigcirc \bigcirc \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \\ \downarrow \bigcirc & \bigcirc$ | 19 | 1000 | approx. 0.20 | | |
| | | 1200 | approx. 0.24 | | |
| 27/2 | | 27 | 1000 | approx. 0.23 | |
| | 37 | 1200 | approx. 0.28 | | |
| $19/4 \qquad \begin{array}{c} \uparrow & \bigcirc & \bigcirc & \downarrow \\ 31.0 & \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \downarrow \\ \downarrow & \bigcirc & \bigcirc & \bigcirc & \uparrow \end{array}$ | | | 1000 | approx. 0.24 | |
| | | | 1200 | approx. 0.29 | |
| 19/6 | | $\begin{array}{c c} \uparrow & & & 6.0 \\ \hline \bullet & & & \bullet \\ 41.0 & & & & \bullet \\ \bullet & & & & \bullet \\ \hline \end{array}$ | 1200 | approx. 0.43 | |
| | | | 1500 | approx. 0.54 | |

GENERAL INFORMATION

atech tubular ceramic membranes meet regulatory requirements for food contact according European Regulation no. 1935/2004 and FDA requirements 21 CFR, 170-199. atech crossflow membranes modules are authorized to bear the 3-A symbol for complying fully with the 3-A Sanitary Standard (certificate no. 3674)



| | Туре | Design (mm) | Amount of channels | Standard length (mm)* | Filter surface per element (m²) | Illustration |
|--------|---|--|-----------------------|--------------------------|------------------------------------|--------------|
| 37/3.8 | 41.0 ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ ↓ | 37 | 1200 | approx. 0.53 | | |
| | | | 1500 | approx. 0.67 | | |
| | 61/2 5 | | 61 | 1200 | approx. 0.58 | |
| | 0172.5 | | | 1500 | approx. 0.72 | |
| | 19/8 | | 19 | 1200 | approx. 0.57 | |
| | | | | 1500 | approx. 0.72 | |
| 61/4 | ↑ 000000000000000000000000000000000000 | 61 | 1200 | approx. 1.03 | | |
| | | | 1500 | approx. 1.29 | | |
| | | ↑ 00000 000000000 3.3 0000000000 ↓ | | 1200 | approx. 1.06 | |
| 85/3.3 | 52.0 00000000000000000 ↑ 00000000000000000 | 65 | 1500 | approx. 1.32 | | |
| | 211/2 | | 211 | 1200 | approx. 1.59 | |
| | | | | 1500 | approx. 1.99 | |

* other lengths on request



SERVICE

please contact us for further information

atech innovations gmbh Am Wiesenbusch 26 45966 Gladbeck · Germany

Telephone: +49(0)2043/9434-0 Fax: +49(0)2043/9434-34 email: info@atech-innovations.com www.atech-innovations.com



Product Data Sheet

FilmTec[™] Membranes

FilmTec™ NF270 Nanofiltration Elements for Commercial Systems

Description The FilmTec[™] NF270 Nanofiltration Elements are ideal for removing a high percentage of TOC and THM precursors with medium to high salt passage and medium hardness passage. The FilmTec[™] NF270 Membrane is an ideal choice for surface water and ground water where good organic removal is desired with partial softening.

Typical Properties

| Product | Part Number | Active Area ft ² (m ²) | Applied Pressure psig (bar) | Permeate Flow Rate gpd (m ³ /d) | Stabilized Salt Rejection (%) |
|------------|-------------|--|--------------------------------|---|----------------------------------|
| NF270-2540 | 149986 | 28 (2.6) | 70 (4.8) | 850 (3.2) | >97.0 |
| NF270-4040 | 149987 | 82 (7.6) | 70 (4.8) | 2,500 (9.5) | >97.0 |

1. Permeate flow and salt rejection based on the following test conditions: 2,000 ppm MgSO₄, 77°F (25°C) and 15% recovery at the pressure specified above.

 Permeate flows for individual NF270-2540 elements may vary by -20% / +30%. NF270-4040 individual elements may vary -15% / +50%.

3. Developmental products available for sale.

Element Dimensions



| Dimensions – Inches (mm) 1 inch = 2 | | | | 1 inch = 25.4 mm |
|-------------------------------------|--------------|-----------|-----------|------------------|
| Product | Α | В | C | D |
| NF270-2540 | 40.0 (1,016) | 1.19 (30) | 0.75 (19) | 2.4 (61) |
| NF270-4040 | 40.0 (1,016) | 1.05 (27) | 0.75 (19) | 3.9 (99) |

1. Refer to FilmTec[™] Design Guidelines for multiple-element systems of midsize elements

(Form No. 45-D01588-en).

2. NF270-2540 has a tape outer wrap. NF270-4040 has a fiberglass outer wrap.

| Operating and | Membrane Type | Polypiperazine Thin-Film Composite | | | |
|--------------------------|---|--|---|--|--|
| Cleaning Limits | Maximum Operating Temperature | 113°F (45°C) | | | |
| | Maximum Operating Pressure | 600 psi (41 bar) | | | |
| | Maximum Feed Flow Rate | | | | |
| | 4040 elements | 16 gpm (3.6 m ³ /hr) | | | |
| | 2540 elements | 6 gpm (1.4 m ³ /hr) | | | |
| | Maximum Pressure Drop | | | | |
| | tape wrapped | 13 psig (0.9 bar) | | | |
| | fiberglassed | 15 psig (1.0 bar) | | | |
| | pH Range | | | | |
| | Continuous Operation ^a | 3 - 10 | | | |
| | Short-Term Cleaning (30 min.) ^b | 1 - 12 | | | |
| | Maximum Feed Silt Density Index | SDI 5 | | | |
| | Free Chlorine Tolerance ^c | < 0.1 ppm | | | |
| | a. Maximum temperature for continue of the second s | nuous operation above pH 10 is 95°F (35°C idelines (Form No. 45-D01696-en) for NFS assence of free chlorine and other oxidizing ion damage is not covered under warranty free chlorine by pretreatment prior to mem n No. 45-D01569-en) for more information. | C). agents will cause premature , DuPontWater Solutions Ibrane exposure. Please refer to | | |
| Important Information | Proper start-up of reverse osmosis water treatment systems is essential to prepare the membranes for operating service and to prevent membrane damage due to overfeeding or hydraulic shock. Following the proper start-up sequence also helps ensure that system operating parameters conform to design specifications so that system water quality and productivity goals can be achieved. Before initiating system start-up procedures, membrane pretreatment, loading of the membrane elements, instrument calibration and other system checks should be | | | | |
| | Please refer to the applicatio (Form No. 45-D01609-en) for | n information literature entitled <u>S</u> r more information. | Start-Up Sequence | | |
| Operation Guidelines | Avoid any abrupt pressure or up, shutdown, cleaning or oth During start-up, a gradual cha as follows: • Feed pressure should • Cross-flow velocity at 20 seconds. | r cross-flow variations on the spiner sequences to prevent possib ange from a standstill to operation be increased gradually over a 3 set operating point should be ad | ral elements during start- ble membrane damage. ng state is recommended 30-60 second time frame. chieved gradually over 15- | | |
| General Information | Keep elements moist at all If operating limits and guid limited warranty will be nu To prevent biological grow recommended that memb The customer is fully resp lubricants on elements. Maximum pressure drop a bar). Avoid static permeate-side | Il times after initial wetting. delines given in this bulletin are r Il and void. vth during prolonged system shu orane elements be immersed in a onsible for the effects of incomp across an entire pressure vessel e backpressure at all times. | not strictly followed, the utdowns, it is a preservative solution. hatible chemicals and I (housing) is 30 psi (2.1 | | |

| Product Stewardship | DuPont has a fundamental concern for all who make, distribute, and use its products, and for the environment in which we live. This concern is the basis for our product stewardship philosophy by which we assess the safety, health, and environmental information on our products and then take appropriate steps to protect employee and public health and our environment. The success of our product stewardship program rests with each and every individual involved with DuPont products—from the initial concept and research, to manufacture, use, sale, disposal, and recycle of each product. |
|------------------------|--|
| Customer Notice | DuPont strongly encourages its customers to review both their manufacturing processes and their applications of DuPont products from the standpoint of human health and environmental quality to ensure that DuPont products are not used in ways for which they are not intended or tested. DuPont personnel are available to answer your questions and to provide reasonable technical support. DuPont product literature, including safety data sheets, should be consulted prior to use of DuPont products. Current safety data sheets are available from DuPont. |
| | Please be aware of the following:The use of this product in and of itself does not necessarily guarantee the removal of |

of the system.Permeate obtained from the first hour of operation should be discarded.

cysts and pathogens from water. Effective cyst and pathogen reduction is

dependent on the complete system design and on the operation and maintenance

Have a question? Contact us at:

www.dupont.com/water/contact-us

All information set forth herein is for informational purposes only. This information is general information and may differ from that based on actual conditions. Customer is responsible for determining whether products and the information in this document are appropriate for Customer's use and for ensuring that Customer's workplace and disposal practices are in compliance with applicable laws and other government enactments. The product shown in this literature may not be available for sale and/or available in all geographies where DuPont is represented. The claims made may not have been approved for use in all countries. Please note that physical properties may vary depending on certain conditions and while operating conditions stated in this document are intended to lengthen product lifespan and/or improve product performance, it will ultimately depend on actual circumstances and is in no event a guarantee of achieving any specific results. DuPont assumes no obligation or liability for the information in this document. References to "DuPont" or the "Company" mean the DuPont legal entity selling the products to Customer unless otherwise expressly noted. NO WARRANTIES ARE GIVEN; ALL IMPLIED WARRANTIES OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE ARE EXPRESSLY EXCLUDED. No freedom from infringement of any patent or trademark owned by DuPont or others is to be inferred.

© 2022 DuPont. DuPont[™], the DuPont Oval Logo, and all trademarks and service marks denoted with [™], SM or [®] are owned by affiliates of DuPont de Nemours Inc., unless otherwise noted.

