



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de un extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo.

Trabajo Fin de Grado

Grado en Ingeniería Química

AUTOR/A: Pérez García-Serrano, Ane

Tutor/a: Vincent Vela, Maria Cinta

Cotutor/a: Alvarez Blanco, Silvia

Cotutor/a: Sánchez Arévalo, Carmen María

CURSO ACADÉMICO: 2023/2024

AGRACECIMIENTOS

Muchas gracias a Cinta y Silvia por la confianza, el esfuerzo, el apoyo y la comprensión. He aprendido mucho de vosotras y espero seguir haciéndolo. Me alegro mucho de que confiaseis en mí y me dejarais entrar en el grupo tan bonito que tenéis. Agradezco mucho toda vuestra ayuda en estos años que tampoco han sido fáciles.

Gracias a Mamen, por ser la persona que me ha acompañado, enseñado, cuidado y la que me ha hecho los días más fáciles. Gracias por confiar en mí, por estar conmigo, por esperarme, por la paciencia y por entenderme. Espero delirar muchos años más sobre cualquier resultado y seguir aprendiendo mucho más de ti. Gracias por enseñarme no solo cosas del lab (que han sido muchas), sino también por hacerlo todo más llevadero, y que un abrazo siempre está bien. Me alegro mucho de que estés en mi vida y de haberte encontrado, gracias por haberme dejado conocerte porque eres una persona fantástica. Espero que me sigas llamando flor por mucho más tiempo y no pienso volver a perder ningún pote que me regales.

Muchas gracias a mis amigos por estar conmigo durante este tiempo y apoyarme siempre. Muchas gracias a Fran por ser un compi de lab fantástico. Gracias a mis Pistacho por estar todos los días en ese salón enano. Gracias a Lucía por seguirme, animarme y apoyarme en todo.

Gracias a mis tíos por apoyarme este año que ha sido tan difícil para todos, por abrazarnos y querernos tanto.

Gracias a Saioa por ayudarme y darme consejos de primi, eres un solecito.

Gracias a mi Aita por estar siempre para una llamada, que siempre que necesito algo estás para ayudarme.

Gracias a Ibaitxu por ser el oso amoroso que siempre necesito, aunque no lo sepa. Gracias por estar siempre, gracias por hacerme entender las cosas de una manera simple, agradezco un montón tener un hermano como tú que es capaz de venir a cuidarme a Valencia, aunque diga que no sabe poner la lavadora, gracias por seguirme allí donde vaya.

Por último, muchas gracias a mi Ama, por haberme enseñado casi la mayoría de las cosas que sé ahora y que me sigue enseñado, gracias a sus fantásticos post-its, (mi objeto favorito, esa caja con mariposas). Que, aunque ahora sea diferente, creo que siempre me vas a acompañar, ahora siempre te llevo conmigo. Ahora disfruto un poco más cada vez que estoy cerca del mar. Y como siempre le decía a mi Ama, gracias por ser mi madre, no sé si la mejor, pero sí la que me gusta tener.

RESUMEN

En la industria del aceite de oliva, en el método de dos fases, que es el mayoritario en España, se genera un residuo llamado alperujo. Este subproducto se caracteriza por ser una mezcla semisólida compuesta de restos de pulpa, piel, hueso de aceituna y agua de vegetación. Este residuo se genera en grandes cantidades durante la producción de aceite, y su manejo representa un problema ambiental significativo, debido a su alto contenido en materia orgánica y su potencial contaminante. Sin embargo, el alperujo contiene compuestos fenólicos, que son moléculas de alto valor añadido con propiedades antioxidantes, antiinflamatorias y antimicrobianas. La recuperación de estos compuestos no solo contribuye a reducir la carga contaminante del alperujo, sino que también permite la obtención de productos con aplicaciones en la industria alimentaria, cosmética y farmacéutica, promoviendo así la sostenibilidad y la economía circular en la industria olivarera.

Por ello, se propone un estudio del proceso de recuperación de los compuestos fenólicos (CF) presentes en el alperujo mediante tecnología de separación por membranas. Esto implica una extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos empleando como disolvente agua osmotizada, seguida de etapas consecutivas de ultrafiltración (UF) y nanofiltración (NF), para purificar y concentrar los polifenoles extraídos. En la etapa de UF se logra la purificación de dichos compuestos en la corriente de permeado, el cual se concentra en la siguiente etapa de NF.

Este proyecto abarca el diseño de una planta industrial de UF y NF, fundamentado en investigaciones previas y datos experimentales obtenidos durante la realización de este trabajo, con el objetivo de procesar diariamente 120 m³ de extracto. Se realizaron ensayos de UF con dos membranas diferentes (UP020 y UP005, de la casa comercial Microdyn Nadir), escogiendo la membrana UP005 debido a los elevados porcentajes de rechazo a la materia orgánica. Para la NF se seleccionó la membrana NF270 en base a estudios previos. Se realizaron ensayos a diferentes presiones, seleccionando finalmente una presión de 9 bares debido a la elevada densidad de flujo de permeado.

En el diseño de la instalación industrial de UF se ha optado por la membrana TRISEP® DS UP005 8338-46 (Microdyn Nadir), del mismo material que la utilizada en el laboratorio, pero con configuración espiral y 27,5 m² de superficie activa. Se ha considerado un factor de reducción de volumen (FRV) de 5 y, en base a los resultados experimentales, se ha asumido una densidad de flujo de permeado constante de 15 L·h⁻¹·m⁻², realizando un proceso de limpieza mediante *backpulsing*. En la etapa de NF se ha optado por la membrana Film Tec™ NF270-440 (DuPont), análoga a la ensayada en el laboratorio, pero también con configuración espiral y mayor superficie activa (41 m²). La densidad de flujo de permeado se estimó por medio del modelo de Spiegler-Kedem, obteniéndose un valor promedio de 44,46 L·h⁻¹·m⁻². Es necesaria un área total de membrana de 330 m² y 123 m² para las etapas de UF y NF, respectivamente. El sistema se configura con 3 módulos en serie dentro de un tubo de presión

para ambos casos, pero en el caso de la UF se disponen 4 tubos de presión en paralelo, teniendo así 12 módulos en total. Como resultado del proceso, se obtiene una corriente de rechazo de la NF enriquecida en CF, alcanzando una concentración de 795,14 mg/L, mientras que el permeado de la NF presenta una concentración de CF de 94,62 mg/L y una demanda química de oxígeno (DQO) de 1,78 g/L. Complementariamente, se ha llevado a cabo un análisis económico para evaluar la viabilidad del proyecto. Este estudio revela que la inversión inicial necesaria asciende a 206.536,95€. Los costes totales de explotación se estiman en 216.970,10 €. Considerando estos datos, se calcula un beneficio económico bruto anual de 455.753,14€. Basándose en estas cifras, se prevé que el período de recuperación de la inversión inicial será de 2,59 años.

Palabras clave: alperujo, compuestos fenólicos, tecnología de membranas, ultrafiltración, nanofiltración.

RESUM

En la indústria de l'oli d'oliva, en el mètode de dues fases, que és el majoritari a Espanya, es genera un residu anomenat alperuix. Aquest subproducte es caracteritza per ser una mescla semisòlida composta de restes de polpa, pell, os d'oliva i aigua de vegetació. Aquest residu es genera en grans quantitats durant la producció d'oli, i la seua gestió representa un problema ambiental significatiu, a causa del seu alt contingut en matèria orgànica i el seu potencial contaminant. No obstant això, l'alperuix conté compostos fenòlics, que són molècules d'alt valor afegit amb propietats antioxidants, antiinflamatòries i antimicrobianes. La recuperació d'aquests compostos no només contribueix a reduir la càrrega contaminant de l'alperuix, sinó que també permet l'obtenció de productes amb aplicacions en la indústria alimentària, cosmètica i farmacèutica, promovent així la sostenibilitat i l'economia circular en la indústria olivarera.

Per això, es proposa un estudi del procés de recuperació dels compostos fenòlics (CF) presents en l'alperuix mitjançant la tecnologia de separació per membranes. Això implica una extracció sòlid-líquid assistida per ultrasons emprant com a dissolvent aigua osmotitzada, seguida d'etapes consecutives d'ultrafiltració (UF) i nanofiltració (NF), per purificar i concentrar els polifenols extrets. En l'etapa de UF s'aconsegueix la purificació d'aquests compostos en el corrent de permeat, el qual es concentra en la següent etapa de NF.

Aquest projecte abasta el disseny d'una planta industrial de UF i NF, fonamentat en investigacions prèvies i dades experimentals obtingudes durant la realització d'aquest treball, amb l'objectiu de processar diàriament 120 m³ d'extracte. Es van realitzar assajos de UF amb dues membranes diferents (UP020 i UP005, del proveïdor Microdyn Nadir), triant la membrana UP005 a causa dels elevats percentatges de rebuig de matèria orgànica. Per a la NF es va seleccionar la membrana NF270 en base a estudis previs. Es van realitzar assajos a diferents pressions, triant com a condició òptima una pressió de 9 bars a causa de l'elevada densitat de flux de permeat.

En el disseny de la instal·lació industrial de UF s'ha optat per la membrana TRISEP® DS UP005 8338-46 (Microdyn Nadir), del mateix material que la utilitzada en el laboratori, però amb configuració espiral i 27,5 m² de superfície activa. S'ha considerat un factor de reducció de volum (FRV) de 5 i, en base als resultats experimentals, s'ha assumit una densitat de flux de permeat constant de 15 L·h⁻¹·m⁻², realitzant un procés de neteja mitjançant *backpulsing*. En l'etapa de NF s'ha optat per la membrana Film Tec™ NF270-440 (DuPont), anàloga a la assajada en el laboratori, però també amb configuració espiral i major superfície activa (41 m²). La densitat de flux de permeat es va estimar per mitjà del model de Spiegler-Kedem, obtenint-se un valor mitjà de 44,46 L·h⁻¹·m⁻². És necessària una àrea total de membrana de 330 m² i 123 m² per a les etapes de UF i NF, respectivament. El sistema es configura amb 3 mòduls en sèrie dins d'un tub de pressió per a ambdós casos, però en el cas de la UF es disposen 4 tubs de pressió en paral·lel, tenint així 12 mòduls en total. Com a resultat del

procés, s'obté un corrent de rebuig de la NF enriquit en compostos fenòlics (CF), arribant a una concentració de 795,14 mg/L, mentre que el permeat de la NF presenta una concentració de CF de 94,62 mg/L i una demanda química d'oxigen (DQO) de 1,78 g/L. Complementàriament, s'ha dut a terme una anàlisi econòmica per avaluar la viabilitat del projecte. Aquest estudi revela que la inversió inicial necessària ascendeix a 206.536,95€. Els costos totals d'explotació s'estimen en 216.970,10 €. Considerant aquestes dades, es calcula un benefici econòmic brut anual de 455.753,14 €. Basant-se en aquestes xifres, es preveu que el període de recuperació de la inversió inicial siga de 2,59 anys.

Paraules clau: alperuix, compostos fenòlics, tecnologia de membranes, ultrafiltració, nanofiltració.

ABSTRACT

In the olive oil industry, in the two-phase method, which is the most common in Spain, a waste product called *alperujo* (or wet olive pomace, in English) is generated. This by-product is characterised by being a semi-solid mixture composed of remains of pulp, skin, olive pits and vegetation water. This waste is generated in large quantities during olive oil production, and its management represents a significant environmental problem, due to its high organic matter content and its polluting potential. However, wet olive pomace contains phenolic compounds, which are high added-value molecules, with antioxidant, anti-inflammatory and antimicrobial properties. The recovery of these compounds not only contributes to reducing the pollutant load of wet olive pomace, but also allows obtaining products with applications in the food, cosmetic and pharmaceutical industries, thus promoting sustainability and the circular economy in the olive industry.

Therefore, a study of the recovery process of phenolic compounds (PC) present in wet olive pomace by means of membrane separation technology is proposed. This involves an ultrasound-assisted solid-liquid extraction, using osmosed water as solvent, followed by consecutive stages of ultrafiltration (UF) and nanofiltration (NF), to purify and concentrate the extracted polyphenols. In the UF stage, the purification of these compounds is achieved in the permeate stream, which is concentrated in the following NF stage.

This project covers the design of an industrial UF and NF plant, based on previous research and experimental data obtained during the course of this work, with the aim of daily processing 120 m³ of extract. UF tests were carried out with two different membranes (UP020 and UP005, from Microdyn Nadir), choosing the UP005 membrane due to the high percentage of organic matter rejection. For NF, the NF270 membrane was selected based on previous studies. Tests were carried out at different pressures, selecting a pressure of 9 bar a due to the high permeate flux.

In the design of the industrial UF installation, the TRISEP® DS UP005 8338-46 (Microdyn Nadir) membrane was chosen, made of the same material as the one used in the laboratory, but with a spiral wound configuration and 27.5 m² of active surface area. A volume reduction factor (VRF) of 5 has been considered and, based on the experimental results, a constant permeate flux of 15 L·h⁻¹·m⁻² has been assumed. A *backpulsing* cleaning process was considered. In the NF stage, the Film Tec™ NF270-440 (DuPont) membrane was chosen, similar to the one tested in the laboratory, but also with a spiral wound configuration and larger active surface area (41 m²). The permeate flux was estimated by means of the Spiegler-Kedem model, obtaining an average value of 44.46 L·h⁻¹·m⁻². A total membrane area of 330 m² and 123 m² is required for the UF and NF stages, respectively. The system is configured with 3 modules in series within one pressure vessel for both cases, but, in the case of UF, 4 pressure vessel are arranged in parallel, thus a having a total of 12 modules. As a result of the process, a PC enriched retentate stream is obtained, reaching an overall PC concentration of 795.14 mg/L,

while the NF permeate presents a PC concentration of 94.62 mg/L and a chemical oxygen demand (COD) of 1.78 g/L. In addition, an economic analysis has been carried out to assess the feasibility of the project. This study reveals that the initial investment required a total amount of 206,536.95 €. The total operating costs are estimated at 216,970.10 €. Considering these data, an annual gross profit of 455,753.14 € is estimated. Based on these figures, the payback period for the initial investment is expected to be 2.59 years.

Keywords: wet olive pomace, phenolic compounds, membrane technology, ultrafiltration, nanofiltration.

ÍNDICE

DOCUMENTOS CONTENIDOS EN EL TFG

- Memoria
- Presupuesto
- Planos

ÍNDICE DE LA MEMORIA

MEMORIA.....	1
CAPÍTULO 1. MOTIVACIÓN Y JUSTIFICACIÓN.....	1
1.1. Motivación.....	1
1.2. Justificación académica.....	2
1.3. Relación con los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS).....	2
CAPÍTULO 2. OBJETIVOS.....	4
CAPÍTULO 3. ANTECEDENTES.....	5
3.1. La industria del aceite de oliva.....	5
3.1.1. El sector de aceite de oliva en España.....	5
3.1.2. Materia prima.....	6
3.1.5. Compuestos fenólicos.....	7
3.2. Producción de aceite de oliva.....	8
3.2.1. Método Tradicional.....	10
3.2.2. Método de tres fases.....	12
3.2.3. Método de dos fases.....	12
3.3. Residuos.....	13
3.3.2. Residuos generados en las almazaras distintos del alperujo.....	13
3.3.2. Alperujo.....	13
3.4. Normativa.....	15
3.5. Extracción sólido-líquido.....	15
3.6. Tecnología de membranas.....	17
3.6.1. Conceptos teóricos.....	17
3.6.2. Parámetros característicos.....	18
3.6.3. Procesos de membrana gobernados por la presión.....	19
3.6.3.1. Ultrafiltración.....	19
3.6.3.2. Nanofiltración.....	19
3.6.4. Tipos de membranas y módulos.....	20
3.6.5. Fenómenos responsables de la disminución del flujo de permeado con el tiempo.....	20
3.6.6. Métodos de limpieza de membranas.....	21

3.6.6.1 Métodos Físicos.....	21
3.6.6.2. Métodos Químicos	22
3.6.6.3. Métodos alternativos	22
CAPÍTULO 4. METODOLOGÍA	24
4.1. Obtención de la alimentación empleada	24
4.1.1. Extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos.....	24
4.1.2. Centrifugación	25
4.1.3. Filtración a vacío.....	25
4.2. Proceso de ultrafiltración.....	26
4.2.1. Membranas	27
4.2.2. Procedimiento experimental	28
4.2.2.1. Acondicionamiento y compactación	28
4.2.2.2. Permeabilidad de la membrana	28
4.2.2.3. Ensayos de ultrafiltración.....	29
4.2.2.4. Limpieza de la membrana de ultrafiltración	29
4.3. Proceso de Nanofiltración	30
4.3.1. Membrana de nanofiltración	30
4.3.2. Procedimiento experimental	31
4.3.2.1. Acondicionamiento y compactación de la membrana de nanofiltración	31
4.3.2.2. Permeabilidad de la membrana de nanofiltración	31
4.3.2.3. Ensayos de nanofiltración	31
4.3.2.4 Limpieza de la membrana de nanofiltración.....	31
4.4. Caracterización de las muestras.....	32
4.4.1. Color	32
4.4.2. Sólidos totales	32
4.4.3. Fenoles totales: método de Folin-Ciocalteu	33
4.4.4. Demanda Química de Oxígeno (DQO).....	33
4.4.5. Determinación del pH y conductividad	33
4.4.6. Determinación de perfil fenólico	33
CAPÍTULO 5. RESULTADOS	35
5.1. Caracterización de la corriente de extracto acuoso de alperujo	35
5.2. Ultrafiltración	37

5.2.2. Permeabilidad inicial de las membranas.....	38
5.2.3. Ensayos con extracto acuoso de alperujo	39
5.2.3.1. Evolución de la densidad de flujo de permeado	39
5.2.3.2. Caracterización de las corrientes	42
5.2.4. Elección de la membrana	45
5.3. Nanofiltración.....	45
5.3.1. Compactación y permeabilidad.....	45
5.3.2. Ensayo con permeado de la ultrafiltración	47
5.3.3. Caracterización de las corrientes	48
CAPÍTULO 6. DISEÑO DE UNA PLANTA DE ULTRAFILTRACIÓN Y NANOFILTRACIÓN PARA LA CONCENTRACIÓN DE COMPUESTOS FENÓLICOS.....	50
6.1. Descripción de la planta industrial propuesta	50
6.2. Corriente de alimentación	52
6.3. Planta industrial de ultrafiltración	52
6.3.1. Condiciones para el diseño	52
6.3.2. Diseño de la planta de ultrafiltración.....	54
6.4. Planta industrial de nanofiltración.....	59
6.4.1. Condiciones para el diseño	59
6.4.2. Diseño de la planta de nanofiltración	59
6.5 Depósitos principales	64
6.6. Conducciones.	65
6.7. Proceso de limpieza	68
6.8 Diseño de las bombas.....	70
CAPITULO 7. ESTUDIO ECONOMICO	76
7.1. Costes de explotación	76
7.1.1. Costes variables.....	76
7.1.2. Costes fijos	79
7.1.3. Costes totales	79
7.2. Ingresos de explotación	80
7.3. Beneficios totales	80
CAPITULO 8. CONCLUSIONES	81
CAPITULO 9. BIBLIOGRAFIA.....	83

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO I. CÁLCULOS	90
1. Cálculo de las concentraciones finales del proceso de ultrafiltración.	90
2. Volúmenes de los depositos de la planta de ultrafiltración.....	91
3. Cálculo de la presión osmótica de la alimentación, permeado y rechazo de la nanofiltración	91
4. Volúmenes de los depositos de la planta de nanofiltración.	94
5. Calculo del volumen muerto de las conducciones.....	94
6. Calculo del volumen muerto de los modulos de membranas.	95
7. Cálculo de pérdidas de carga	95
7.1. Pérdidas de carga en las tuberías ($h_{f-tuberías}$)	95
7.2. Pérdidas de carga en los accesorios ($h_{f-accesorios}$)	97
7.2. Pérdidas de carga totales ($h_{f-total}$)	98
ANEXO II. CATALOGOS	99
ANEXO III. DIFUSIÓN DE LOS RESULTADOS.....	121

ÍNDICE DE FIGURAS DE LA MEMORIA

Figura 1. Diagrama de bloques del proceso integrado de purificación y concentración de compuestos fenólicos a partir del extracto acuoso del alperujo. Fuente: Elaboración propia	1
Figura 2. Estructura química de compuestos fenólicos representativos del fruto del olivo. Fuente: Elaboración propia.....	8
Figura 3. Diagrama de bloques del proceso de producción del aceite de oliva. Fuente: Elaboración propia.	11
Figura 4. Esquema de separación por membranas con flujo tangencial. Fuente: Elaboración propia.	17
Figura 5. Sistema de extracción sólido líquido asistido por ultrasonidos.	25
Figura 6. Planta de ultrafiltración.....	26
Figura 7. Diagrama de flujo de la planta de ultrafiltración.	27
Figura 8. Ejemplo de cromatograma de un extracto acuoso de alperujo.....	36
Figura 9. Evolución de la densidad de flujo de permeado con el tiempo durante la compactación de la membrana UP020 (2,7 bar y 1,5 m/s).....	37
Figura 10. Evolución de la densidad de flujo de permeado durante la compactación de la membrana UP005 (2,7 bar y 1,5 m/s).....	38
Figura 11. Permeabilidad inicial de la membrana UP020 al agua osmotizada.	39
Figura 12. Permeabilidad inicial de la membrana UP005 al agua osmotizada.	39
Figura 13. Evolución de la densidad de flujo de permeado con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo, utilizando la membrana UP020 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).	40
Figura 14. Evolución de la densidad de flujo de permeado con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo, utilizando la membrana UP005 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).	40
Figura 15. Evolución de los porcentajes de rechazo con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo utilizando la membrana UP020 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).	42
Figura 16. Evolución de los porcentajes de rechazo con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo utilizando la membrana UP005 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).	43
Figura 17. Rechazo a cada compuesto fenólico detectado en el extracto de alperujo, obtenido con la membrana UP005 a un FRV de 2. Las condiciones operativas fueron 1,5 m/s y 2,5 bar.	44
Figura 18. Compactación de los recortes 1 y 2 de la membrana NF270 a una presión transmembranal de 9,5 bar.....	46
Figura 19. Permeabilidad inicial para el recorte 2 de la membrana NF270 en agua osmotizada.	46
Figura 20. Densidad de flujo de permeado obtenida con la membrana NF270 tras el pretratamiento del extracto con la membrana UP005.....	47

Figura 21. Evolución de los porcentajes de rechazo a diferentes presiones transmembranales a un factor de reducción de volumen (FRV) de 2,5 durante el ensayo de nanofiltración con la membrana NF270, tras el pretratamiento del extracto con la membrana UP005.....	48
Figura 22. Diagrama de flujo de la planta industrial de ultrafiltración y nanofiltración.....	53
Figura 23. Esquema de membranas enrolladas en espiral. Fuente: Elaboración propia.....	56
Figura 24. Esquema de la disposición de los módulos de membrana de ultrafiltración.	58
Figura 25. Esquema de los módulos de membrana de nanofiltración.	63
Figura 26. Diagrama de flujo de la planta industrial con indicadores de conducciones y bombas.	65
Figura 27. Esquema de la distribución en planta industrial con vista superior.	67

ÍNDICE DE FIGURAS DE ANEXOS

Figura A1. Ábaco de Moody.....	96
--------------------------------	----

ÍNDICE DE TABLAS DE LA MEMORIA

Tabla 1. Clasificación de aceites de oliva según su acidez libre máxima. Adaptado de: (IOC, 2023)	10
Tabla 2. Composición del alperujo (Albuquerque et al., 2004).	14
Tabla 3. Características de los procesos de membrana gobernados por la presión.....	19
Tabla 4. Membranas utilizadas en el proceso de ultrafiltración.....	28
Tabla 5. Membrana utilizada en el proceso de nanofiltración.	30
Tabla 6. Características del extracto acuoso del alperujo.....	35
Tabla 7. Concentraciones de los compuestos fenólicos presentes en el extracto acuoso de alperujo.	36
Tabla 8. Índice de ensuciamiento durante los días del ensayo, así como antes y después de la limpieza con P3 Ultrasil 115 al 1%.....	41
Tabla 9. Concentraciones del permeado de la ultrafiltración obtenido con la membrana UP005 a 1,5 m/s y 2,5 bar que se introducirá en la planta de nanofiltración.	45
Tabla 10. Cálculo del tiempo de funcionamiento de la planta de ultrafiltración durante un día.	55
Tabla 11. Opciones de módulos de membranas y número de módulos requeridos para la etapa de ultrafiltración. Fuente: elaboración propia a partir del catálogo de Microdyn Nadir.	56
Tabla 12. Características de la etapa de ultrafiltración.....	58
Tabla 13. Concentraciones del rechazo y el permeado en la etapa de ultrafiltración, calculadas para un FRV de 5, a una TMP de 2,5 bar y una velocidad tangencial de 1,5 m/s.	59
Tabla 14. Cálculo de la presión osmótica y de la densidad de flujo de permeado a un FRV de 1 y de 5, y la densidad de flujo de permeado promedio.	60
Tabla 15. Opciones de módulos membranas y cálculo del número de módulos requeridos para la etapa de nanofiltración. Fuente: elaboración propia a partir del catálogo de DuPont.	61
Tabla 16. Parámetros necesarios para el cálculo de la superficie transversal de las membranas de la planta de nanofiltración, y su respectiva superficie transversal.	62
Tabla 17. Caudales de las corrientes de nanofiltración y velocidad tangencial a la entrada de cada módulo.....	63
Tabla 18. Características de la etapa de nanofiltración.	63
Tabla 19. Concentraciones del rechazo y permeado de la nanofiltración estimadas para un FRV de 5 y una presión transmembranal de 9 bares.	64
Tabla 20. Dimensionado de los depósitos principales de la instalación industrial.	64
Tabla 21. Condiciones para el diseño de las conducciones de la planta de ultrafiltración y nanofiltración.	66
Tabla 22. Dimensionado de las tuberías. Cálculo del diámetro interior.....	68
Tabla 23. Depósitos del sistema de limpieza	70
Tabla 24. Parámetros necesarios para el cálculo de la superficie transversal de la planta de ultrafiltración.....	72
Tabla 25. Especificaciones de las bombas seleccionadas para el diseño de la instalación.....	75
Tabla 26. Coste variable de agua.	77

Tabla 27. Coste variable de energía.	77
Tabla 28. Cálculo del importe total de la reposición de las membranas.	78
Tabla 29. Coste variable de mano de obra.....	79
Tabla 30. Cálculo de los costes fijos.	79
Tabla 31. Costes totales de operación de la planta industrial.	80

ÍNDICE DE TABLAS DE ANEXOS

Tabla A1. Concentración de azúcares en las corrientes de la planta de ultrafiltración.....	90
Tabla A2. Cálculo de la concentración de NaCl a partir de la conductividad en las corrientes de la planta de ultrafiltración.....	91
Tabla A3. Cálculo de la presión osmótica aportada por el NaCl y los compuestos fenólicos (tirosol) a las corrientes implicadas en la nanofiltración a un FRV de 1.	92
Tabla A4. Cálculo de la presión osmótica aportada por los azúcares (glucosa) a las corrientes implicadas en la nanofiltración a un FRV de 1	93
Tabla A5. Concentraciones de los compuestos en las corrientes de permeado y rechazo de la nanofiltración a un FRV de 5	93
Tabla A6. Aporte a la presión osmótica de los compuestos de interés en el permeado y rechazo de la nanofiltración a un FRV de 5.	93
Tabla A7. Cálculo del volumen muerto de las conducciones.....	94
Tabla A8. Cálculo del volumen muerto de los módulos de membranas.....	95
Tabla A9. Cálculo de las pérdidas de carga en las conducciones de la instalación.....	96
Tabla A10. Cálculo de la pérdida de carga de los accesorios.	97
Tabla A11. Cálculo de las pérdidas de carga totales en las conducciones.....	98

ÍNDICE DE PRESUPUESTO

1. INTRODUCCIÓN	1
2. PRESUPUESTO DE LABORATORIO	1
2.1. Cuadro de precios N°1: mano de obra.....	1
2.2. Cuadro de precios N°2: material fungible.....	1
2.3. Cuadro de precios N°3: Material amortizable	3
3. PRESUPUESTO DE LA IMPLEMENTACIÓN A ESCALA INDUSTRIAL.....	4
3.1. Cuadro de precios N°4: mano de obra industrial.....	4
3.2. Cuadro de precios N°4: equipos	4
3.3. Cuadro de precios N°4: materiales y accesorios.....	6
4. Presupuesto general	7

ÍNDICE DE TABLAS DEL PRESUPUESTO

Tabla P1. Costes de la mano de obra en los ensayos de laboratorio.....	1
Tabla P2. Costes del material fungible utilizado en el laboratorio.	2
Tabla P3. Costes del material amortizable utilizado en el laboratorio.	3
Tabla P4. Costes de la mano de obra de la implementación a escala industrial	4
Tabla P5. Coste de los equipos de la planta industrial.....	5
Tabla P6. Coste de los materiales y accesorios de la planta industrial.....	6
Tabla P7. Presupuesto de inversión general.	7

ÍNDICE DE PLANOS

1. Planta de ultrafiltración y nanofiltración	1
2. Planta de ultrafiltración y nanofiltración limpieza.....	2
3. Distribución de planta	3

MEMORIA

CAPÍTULO 1. MOTIVACIÓN Y JUSTIFICACIÓN

1.1. Motivación

En este Trabajo de Fin de Grado (TFG), se realiza un análisis sobre la valorización y recuperación de los compuestos fenólicos presentes en el residuo sólido denominado alperujo, generado en una de las fases de la producción industrial del aceite de oliva. En la Figura 1, se describe el proceso que se propone en el TFG, empezando con la obtención de una corriente de extracto acuoso de alperujo, continuando a través de etapas consecutivas de ultrafiltración (UF) y nanofiltración (NF). Este proceso forma parte de dos proyectos de investigación en los que la estudiante ha trabajado a lo largo de este TFG. El primer proyecto se titula “Recuperación y concentración de compuestos bioactivos de elevado valor a partir de residuos de la industria alimentaria mediante tecnologías emergentes de membrana” (Referencia CIAICO/2021/333), financiado por la Generalitat Valenciana en la convocatoria de subvenciones a grupos de investigación consolidados, convocatoria tipo A AICO/2022 (duración 01/01/2022 hasta 31/12/2024). El segundo proyecto se titula “implementación de tecnología de membranas para la valoración de los compuestos fenólicos presentes en las aguas residuales de la industria de producción de aceite de oliva (Referencia CTM2017-88645-R-AR), financiado por el Plan Nacional de I+D+i de la Agencia Estatal de Investigación en la convocatoria de Retos de Investigación 2017 (duración desde 01/01/2018 hasta 31/09/2022).

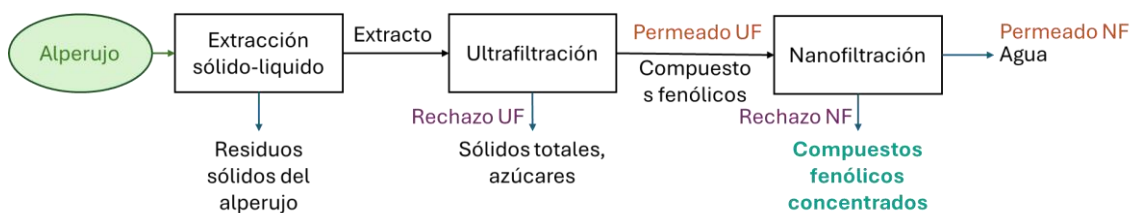


Figura 1. Diagrama de bloques del proceso integrado de purificación y concentración de compuestos fenólicos a partir del extracto acuoso del alperujo. Fuente: Elaboración propia

En la corriente de permeado de la etapa de ultrafiltración se purifican en gran proporción los compuestos fenólicos, la corriente de rechazo consiste principalmente en materia orgánica, como sólidos totales y azúcares. En la etapa de nanofiltración se concentran los compuestos fenólicos previamente purificados en la corriente de rechazo y la corriente de permeado contiene principalmente el disolvente utilizado, en este caso agua osmotizada.

El aprovechamiento de los residuos generados en la producción de aceite de oliva ha adquirido un interés significativo en la industria durante los últimos años. El alperujo es el principal residuo que se genera durante la centrifugación de dos fases en el proceso de producción de aceite de oliva virgen. El alperujo, que consiste en una mezcla de la fase sólida y el agua de vegetación de la aceituna, es un residuo semisólido con un alto contenido de compuestos fenólicos. Estos compuestos fenólicos dan carácter fitotóxico al alperujo, lo que conlleva que se tenga que tratar como un residuo, ya que implica un impacto negativo en el medioambiente.

Sin embargo, los compuestos fenólicos tienen muchas ventajas gracias a sus propiedades antioxidantes y antiinflamatorias. Por este motivo son compuestos de gran interés, con un alto valor añadido para las industrias farmacéutica, cosmética y alimentaria.

Para eliminar el carácter fitotóxico del alperujo y gestionar dicho residuo de manera que se siga una economía circular y se cumplan los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS) de la Agenda 2030, se ha intensificado la búsqueda de estrategias de valorización de dicho residuo.

Este proyecto se centra en el diseño de una planta que comprende las etapas de UF y NF consecutivas, utilizando para ello resultados experimentales y datos de estudios previos. De esta manera, utilizando tecnología de membranas, se consigue recuperar y purificar los polifenoles que contiene el alperujo. El uso de la tecnología de membranas permite la obtención de compuestos fenólicos de alta calidad, obteniendo un producto de elevado valor añadido que permitirá incrementar los beneficios de la industria. Este proceso no solo busca beneficiar económicamente a la cadena de producción del aceite de oliva, sino también contribuir a la gestión sostenible de los recursos y reducir el impacto ambiental mediante la minimización del volumen de residuos.

1.2. Justificación académica

El Trabajo Final de Grado (TFG) realizado tiene como objetivo obtener el título de Grado en Ingeniería Química en la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial (ETSII) de la Universidad Politécnica de Valencia (UPV). Durante la ejecución del TFG, se han realizado prácticas curriculares como estudiante de Grado dentro del grupo de investigación Prometeo en el Instituto Universitario de Seguridad Industrial, Radiofísica y Medioambiental (ISIRYM).

Este proyecto se centra en el tratamiento de residuos del proceso de obtención del aceite de oliva, abarcando conceptos estudiados en la asignatura de Procesos Industriales en Ingeniería Química. También, se implementan tecnologías de membranas y se realiza una extracción sólido-líquido, las cuales fueron estudiadas en las asignaturas Análisis y Simulación de Procesos y Operaciones de Separación. Durante el Grado se han llevado a cabo varias asignaturas con prácticas en el laboratorio, las cuales se han puesto en práctica en la realización del TFG, como pueden ser: Experimentación en Análisis Químico, Experimentación en Ingeniería Química (I, II y III), y Análisis y Determinación Estructural en Química Orgánica.

Durante la realización de estas prácticas, se han adquirido competencias técnicas y transversales, como son el compromiso social y medioambiental, la innovación y creatividad, el trabajo en equipo y liderazgo, la comunicación efectiva y la responsabilidad y la toma de decisiones. La participación en el proyecto también ha proporcionado formación profesional en el área de la investigación científica, especialmente en tecnologías de membrana, gracias a la participación dentro del grupo de investigación Prometeo en el ISIRYM.

1.3. Relación con los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS)

El aprovechamiento de residuos como materia prima para la obtención de nuevos compuestos de alto valor añadido contribuye en gran parte a cumplir los Objetivos de Desarrollo Sostenible de la Agenda 2030, especialmente los siguientes objetivos:

- **Objetivo 6. Agua limpia y saneamiento:**

El ODS 6 promueve la gestión sostenible del agua, por lo que, en este proyecto, se implementa una estrategia eficiente en la planta industrial, donde el permeado de la nanofiltración se reutiliza para la limpieza de las instalaciones. Esta práctica contribuye a la reducción de residuos y al cuidado del medio ambiente, reflejando los principios de sostenibilidad y responsabilidad en la gestión del agua.

- **ODS 8 - Trabajo decente y crecimiento económico:**

Este objetivo busca, entre otras cosas, mejorar de manera progresiva la eficiencia en el uso de los recursos del planeta, promoviendo un crecimiento económico que no perjudique el medioambiente. Por lo tanto, el aprovechamiento del alperujo, un residuo del proceso de producción del aceite de oliva, permite la obtención de productos de alto valor añadido, incrementando así los beneficios económicos y disminuyendo la cantidad de residuos generados el proceso de elaboración de aceite de oliva.

- **Objetivo 9. Industria, innovación e infraestructura:**

El TFG realizado se centra en el avance de la innovación tecnológica y el desarrollo de infraestructuras sostenibles en el sector agroalimentario. El empleo de sistemas de membranas para la recuperación de compuestos fenólicos del alperujo representa una innovación tecnológica significativa que puede mejorar la eficiencia de los procesos industriales y reducir su impacto ambiental.

- **ODS 12 – Producción y consumo responsables:**

El ODS 12 tiene como objetivo fomentar un consumo y producción sostenibles, mejorando la gestión de los recursos naturales y minimizando la generación de residuos. La valorización del alperujo y la recuperación de compuestos fenólicos representa una estrategia para transformar un subproducto contaminante en un recurso valioso, fomentando la producción y el consumo de aceite de oliva más responsable y reduciendo el volumen de residuos generado.

CAPÍTULO 2. OBJETIVOS

El principal objetivo de este Trabajo de Fin de Grado es seleccionar la membrana adecuada para llevar a cabo un proceso de ultrafiltración en el que se purifiquen los compuestos fenólicos presentes en el extracto acuoso del alperujo, así como también seleccionar las condiciones de operación más adecuadas para realizar, a continuación, un proceso de nanofiltración destinado a concentrar los compuestos fenólicos presentes en el permeado de la ultrafiltración. Finalmente, otro objetivo es el diseño de una planta industrial que combina ultrafiltración y nanofiltración, para el tratamiento de 120 toneladas diarias de extracto acuoso del alperujo.

Para conseguir estos objetivos, se han planteado los siguientes objetivos específicos:

- Extraer los compuestos fenólicos del alperujo mediante una extracción sólido-líquido con agua osmotizada, obteniendo un extracto acuoso rico en polifenoles.
- Realizar ensayos en una planta de ultrafiltración a escala de laboratorio utilizando diferentes membranas (UP005 y UP020) con el fin de seleccionar la más adecuada para purificar los compuestos fenólicos.
- Seleccionar las condiciones de operación para llevar a cabo el proceso de nanofiltración para concentrar los polifenoles purificados en la etapa de UF (corriente de permeado). Se empleará la membrana NF270, elegida a partir de trabajos previos (Sánchez-Arévalo et al., 2021). Se realizarán ensayos en una celda de nanofiltración a escala de laboratorio, utilizando diferentes condiciones de presión y alcanzando un factor de reducción de volumen (FRV) de 2,5.
- Caracterizar las corrientes de permeado y rechazo de cada etapa, con el fin de evaluar el proceso de separación de los compuestos fenólicos respecto al resto de sustancias presentes en la alimentación.
- Realizar un estudio económico del proceso diseñado, el cual corresponde a las etapas de ultrafiltración y nanofiltración consecutivas.

CAPÍTULO 3. ANTECEDENTES

En el capítulo presente se describen el entorno y los antecedentes de los diferentes puntos del trabajo, así como una explicación teórica de los conceptos que se van a tratar.

3.1. LA INDUSTRIA DEL ACEITE DE OLIVA

La industria del aceite de oliva es una de las más antiguas y significativas del mundo, con una historia que se remonta a miles de años en las civilizaciones mediterráneas (Aceites de Oliva de España, 2022). El aceite de oliva es conocido por sus propiedades saludables y su versatilidad en la cocina. Es valorado tanto en el mercado local como en el internacional, donde la demanda sigue creciendo gracias a una mayor conciencia sobre la alimentación saludable (Lucini. I., 2024). Según estudios recientes, su consumo a nivel mundial ha experimentado un crecimiento sostenido en los últimos años, superando los 2,7 millones de toneladas (International Olive Council 1, 2023).

En términos económicos, la producción de aceite de oliva abarca desde pequeñas explotaciones familiares hasta grandes corporaciones internacionales. Los principales productores incluyen España, Italia y Grecia, con España liderando el mercado mundial con una producción que representa aproximadamente el 45% del total global (International Olive Council 2, 2023). Las técnicas de producción han evolucionado considerablemente, incorporando tecnología avanzada para mejorar la eficiencia y la calidad del producto final, sin perder de vista las prácticas tradicionales que aseguran la autenticidad del aceite.

3.1.1. El sector de aceite de oliva en España

La industria del aceite de oliva en España es un pilar fundamental de su economía agroalimentaria. Liderando en superficie, producción y comercio exterior, a nivel global, España representa el 70% de la producción de la Unión Europea (UE) (International Olive Council 3, 2023).

España, además, es el primer exportador mundial de aceite de oliva, enviando aproximadamente el 65% de su producción al extranjero, y contribuyendo positivamente al saldo comercial del sector agroalimentario (MAPA, 2024).

Con una extensión de 2,75 millones de hectáreas distribuidas en 15 de las 17 comunidades autónomas, la industria del olivar cuenta con más de 350.000 agricultores dedicados a su cultivo. La superficie dedicada al cultivo del olivar en España abarca más del 80% de la superficie agrícola del país, con Andalucía como la región líder en producción, seguida de Castilla-La Mancha, Extremadura, Cataluña, Aragón y la Comunidad Valenciana. De esta manera, la Comunidad Valenciana se encuentra entre las seis comunidades autónomas con mayor producción en España (MAPA, 2024).

Respecto a la industria del aceite de oliva en la Comunidad Valenciana, la superficie de olivar destinado a almazaras alcanzó las 92.702 hectáreas, representando el 3,7% del total de

España. Castellón destaca como la provincia con mayor superficie dedicada al olivar, con 32.130 hectáreas. Las exportaciones de aceite de oliva valenciano también han crecido, alcanzando un 1,3% de las exportaciones nacionales. Además, la región ha incrementado su producción ecológica, con 7.198 hectáreas dedicadas a olivar ecológico y 67 almazaras certificadas (Comunitat Valenciana, 2023).

3.1.2. Materia prima

El fruto del olivo (*Olea europaea*), más conocido como oliva o aceituna, es de un tamaño generalmente pequeño y ovalado, y se pueden diferenciar tres partes: el endocarpio, que contiene el hueso y protege la semilla; el mesocarpio, correspondiente a la pulpa, que conforma la parte comestible del fruto, donde se acumula el aceite; y el exocarpo, que es la piel, sirve como protección externa del fruto (Campo & Rapoport, 2008).

La composición promedio en peso de la aceituna es la siguiente: 50% de agua, 22% de aceite, 19,1% de carbohidratos y el 8,9% restante corresponde a compuestos minoritarios como proteínas, componentes inorgánicos y compuestos fenólicos. Por lo tanto, los componentes de la aceituna se pueden dividir en dos grupos, los compuestos mayoritarios y los minoritarios. En cuanto a los componentes mayoritarios, estos son los que suponen una mayor proporción de la composición, encontrando los triglicéridos entre ellos (García, M. M., 2003). Por otro lado, están los componentes minoritarios, entre los que se encuentran los compuestos fenólicos (Gouvinhas et al., 2017).

La composición química de la aceituna está influida por una variedad de factores que incluyen la variedad de la planta, el sistema de cultivo, la maduración del fruto y las condiciones ambientales. Se estima que el contenido de aceite en una aceituna oscila entre el 15% y el 26%, siendo este componente uno de los más significativos en términos de calidad y rendimiento del producto final (ASOLIVA, 2016). La elección de la variedad de aceituna y el momento óptimo de recolección son aspectos críticos que influyen en la calidad.

En España, se encuentran registradas más de 200 especies de aceitunas (Aceites de Oliva de España, 2022), aunque solo unas pocas se cultivan en grandes extensiones para producir aceite de oliva. Las cinco especies más utilizadas son:

- **Picual:** Es la variedad más cultivada en España, con alrededor del 50% de la superficie total del olivar. Produce un aceite de color verde intenso, con un sabor amargo y picante. Es un aceite muy estable debido a su alto contenido en polifenoles y antioxidantes, lo que le da una larga vida útil (Herrera et al., 2012).
- **Hojiblanca:** Su nombre hace referencia al color blanquecino de las hojas. Produce un aceite de color amarillo verdoso, con un sabor afrutado y ligeramente dulce, con un amargor ligero y un picor final. Esta variedad tiene la particularidad de que se usa tanto para la obtención de aceite como para su uso como aceituna de mesa (Herrera et al., 2012).
- **Cornicabra:** Produce un aceite de color amarillo dorado, con un sabor frutado y ligeramente amargo. Tiene un alto contenido en ácido oleico y buena estabilidad. El

nombre de esta variedad proviene de la forma curvada característica del fruto, semejante a un cuerno (ASOLIVA, 2016).

- **Arbequina:** Produce un aceite de color verde intenso, con un sabor afrutado y suave. Tiene un contenido bajo de polifenoles, por lo que es menos estable (Gracia, M. S., 2009).

Estas cuatro variedades de aceituna son las que producen aceites de oliva de mayor calidad en España. Sin embargo, existen otras muchas variedades que también se utilizan para la elaboración de aceite de oliva, como la Blanqueta, la Lechín de Sevilla, la Verdial y la Gordal.

3.1.5. Compuestos fenólicos

Los compuestos fenólicos son metabolitos vegetales secundarios y se caracterizan por tener al menos una estructura de anillo fenólico. Se han identificado más de 8.000 compuestos fenólicos a partir de fuentes naturales (Shahidi & Yeo, 2018). En las plantas, los fenoles desempeñan diferentes funciones fisiológicas, como reguladores del crecimiento vegetal y como precursores químicos importantes para la biosíntesis de otras moléculas como la lignina y la suberina, que se producen como mecanismo de defensa frente a diferentes estreses bióticos y abióticos (Jacobo-Velázquez & Cisneros-Zevallos, 2020).

En el caso de la aceituna, los compuestos fenólicos se encuentran en las hojas y en las aceitunas verdes, siendo la oleuropeína uno de los compuestos fenólicos más conocidos. Esta oleuropeína, presente en las aceitunas, disminuye a medida que avanza la maduración, dando lugar a otros compuestos esenciales como el hidroxitirosol y el ácido elenólico (Ryan et al., 1999).

La composición de los compuestos fenólicos presentes en las aceitunas, el aceite de oliva y los subproductos, como el alperujo, depende de diversos factores, como el tipo de suelo, las condiciones climáticas, la variedad de la aceituna y el método de procesamiento.

Los compuestos fenólicos presentes en la aceituna y el aceite de oliva son de gran interés, debido a sus propiedades antioxidantes, antiinflamatorias y antimicrobianas. Estos compuestos han demostrado tener efectos beneficiosos para la salud humana, incluyendo la prevención de enfermedades cardiovasculares, diabetes, cáncer y neurodegenerativas (De Silva & Alcorn, 2019; Ross, 2013).

Dentro de los compuestos fenólicos presentes, en las aceitunas, se pueden encontrar los siguientes (Yildiz & Uylaşer, 2015): fenoles simples (o alcoholes fenólicos), ácidos fenólicos, secoiridoides y flavonoides. A continuación, se detallan sus principales características:

- **Fenoles simples (o alcoholes fenólicos):** estos compuestos están formados por un anillo aromático con uno o más grupos hidroxilos sustituyentes y una cadena lateral funcional. El hidroxitirosol y el tirosol son los alcoholes fenólicos más abundantes, derivados principalmente de la oleuropeína presente en la aceituna, comentada anteriormente.
- **Ácidos fenólicos:** estos compuestos tienen un anillo aromático que contiene uno o varios grupos carboxilo como sustituyentes. Compuestos como el ácido p-cumárico, el

ácido vanílico y el ácido ferúlico y sus subproductos son ejemplos de ácidos fenólicos presentes en la aceituna. Estos compuestos se pueden dividir en 2 clases principalmente: ácidos hidroxibenzoicos y ácidos hidroxicinámicos.

- **Secoiridoides:** son compuestos fenólicos complejos que contienen varios anillos bencénicos. En este grupo se encuentra el compuesto fenólico más conocido del olivo, la oleuropeína. También se encuentra en esta familia la desmetiloleuropeína y el ligustrósido.
- **Flavonoides:** son compuestos fenólicos con estructuras complejas. Están presentes en la aceituna y sus derivados. De los flavonoides presentes en el olivo se pueden destacar las moléculas de luteolina.
- **Lignanos:** estos compuestos fenólicos tienen estructuras complejas. De los lignanos presentes en la aceituna se pueden destacar el pinosresinol y el acetoxipinosresinol.

En la Figura 2 se muestran algunos de los compuestos fenólicos comentados anteriormente.

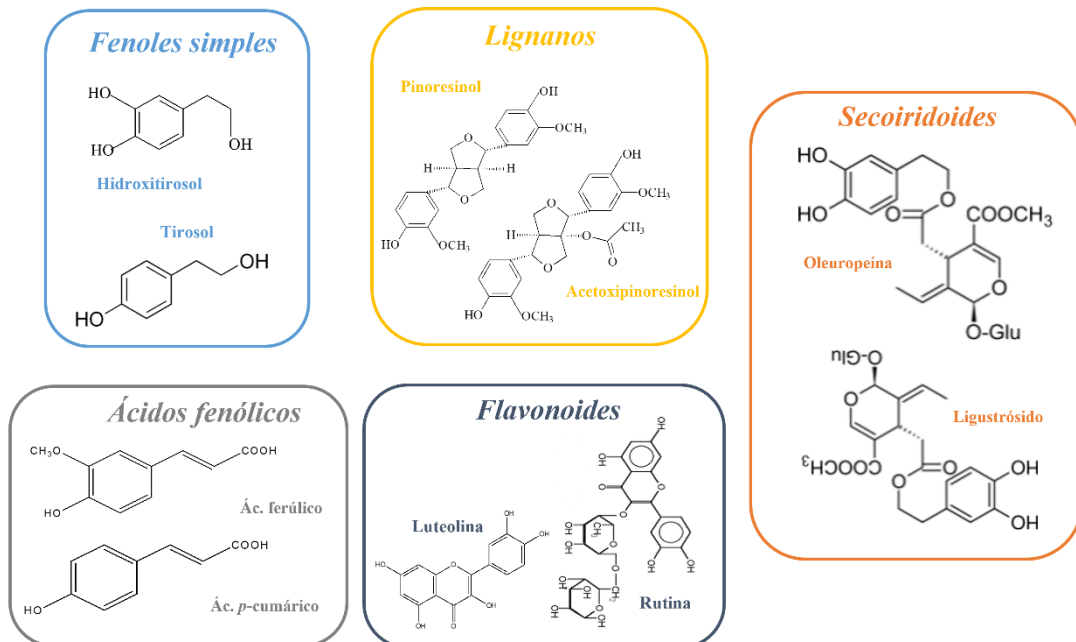


Figura 2. Estructura química de compuestos fenólicos representativos del fruto del olivo. Fuente: Elaboración propia.

La industria alimentaria, cosmética y farmacéutica se ha interesado en estos compuestos fenólicos debido a sus propiedades beneficiosas, comentadas anteriormente. En la industria alimentaria, se emplean como agentes de preservación de alimentos, mientras que en la cosmética y la farmacéutica se utilizan en formulaciones para obtener productos con propiedades antioxidantes, antiinflamatorias y antienvjecimiento (Kalasariya & Pereira, 2022; Lima Silva et al., n.d.).

3.2. PRODUCCIÓN DE ACEITE DE OLIVA

El proceso de producción de aceite de oliva abarca varias etapas, desde la recolección de las aceitunas hasta la obtención del aceite final. Este proceso se lleva a cabo en instalaciones conocidas como almazaras, durante la campaña olivarera, que típicamente transcurre entre

noviembre y febrero, dependiendo de la región y el tipo de olivo. El aceite de oliva se extrae de la pulpa de la aceituna, donde se almacena en gotas dentro de las vacuolas de las células vegetales.

La recolecta de aceitunas puede ser de dos tipos, de árbol o de suelo, diferenciándolas, de manera que las aceitunas de árbol son recolectadas directamente del olivo, con cuidado y antes de que el fruto se caiga al suelo, obteniendo un aceite de mayor calidad. Por otro lado, las aceitunas de suelo son las que son recolectadas una vez el fruto se ha caído al suelo. Por ello, dependiendo del tipo de recolecta, el proceso de limpieza posterior puede variar, siendo más rigurosos con la limpieza y el control de calidad en el caso de las aceitunas de suelo. El control de calidad es independiente del tipo de recogida que se realice, depositándose las aceitunas en una tolva subterránea.

A lo largo del tiempo, la producción de aceite de oliva ha evolucionado de un sistema tradicional discontinuo, a un sistema moderno y continuo que resulta más productivo y requiere menos mano de obra y espacio. Actualmente, el proceso de producción de aceite de oliva puede ser de dos tipos, con centrifugación de dos fases o de tres fases.

Todos los procesos de extracción de aceite tienen en común tres etapas: la limpieza, la molienda y el batido.

- La etapa de **limpieza** se realiza mediante un sistema de ventiladores, seguido de sistemas vibratorios y de cribado, con el fin de eliminar los restos sólidos más grandes, como hojas, piedras y ramas.
- La **molienda** es la etapa en la que se tritura la pulpa de la aceituna y se rompen las células vegetales para liberar las gotas de aceite. Además, se generan restos sólidos y se libera el agua contenida en la aceituna. Como resultado, se obtiene una pasta oleosa que es una mezcla del aceite extraído, el agua de vegetación de la aceituna y los restos sólidos.
- En la etapa de **batido** la pasta oleosa se agita lentamente para unir las gotas de aceite y romper la emulsión de aceite y agua. Se emplean batidoras de eje horizontal o vertical y se añaden coadyuvantes para mejorar la eficiencia del proceso (en los sistemas continuos). Es necesario mantener la temperatura del sistema alrededor de los 35°C para optimizar la separación del aceite. Esta etapa es fundamental para asegurar la máxima extracción y calidad del aceite.

Al finalizar cada método de producción (tradicional, de dos fases y tres fases) se realiza un control de calidad, el cual tiene gran importancia debido a que se mide la acidez del aceite de oliva. En caso de que, debido a la acidez, el aceite no sea apto para el consumo humano se realiza un proceso de refinado. En la Tabla 1 se observa el grado de ácido oleico que puede tener el aceite de oliva y sus distinciones.

Finalmente, se lleva a cabo la comercialización del producto final, con las etapas de almacenamiento y envasado.

En la Figura 3, se puede observar el diagrama de flujo de los métodos tradicionales, así como de los continuos de dos y tres fases.

Tabla 1. Clasificación de aceites de oliva según su acidez libre máxima. Adaptado de: (IOC, 2023)

Tipos de aceite de oliva	Clasificación	Acidez libre (g ácido oleico/100g aceite)
Vírgenes	Virgen extra	0,8
	Virgen	2
	Corriente	3,3
	Lampante	>3,3
Refinados	Suave	1,5
	Intenso	1,5
	Orujo de oliva	1,5

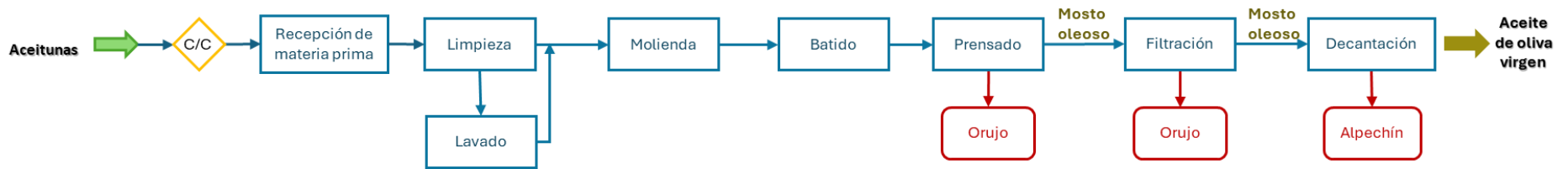
3.2.1. Método Tradicional

El método tradicional de extracción de aceite de oliva es un proceso discontinuo, y se caracteriza por tres etapas principales: prensado, filtrado y decantación. En este caso, las aceitunas se trituran en molinos de piedra para romper las vacuolas de las células. Posteriormente, la pasta oleosa se bate lentamente.

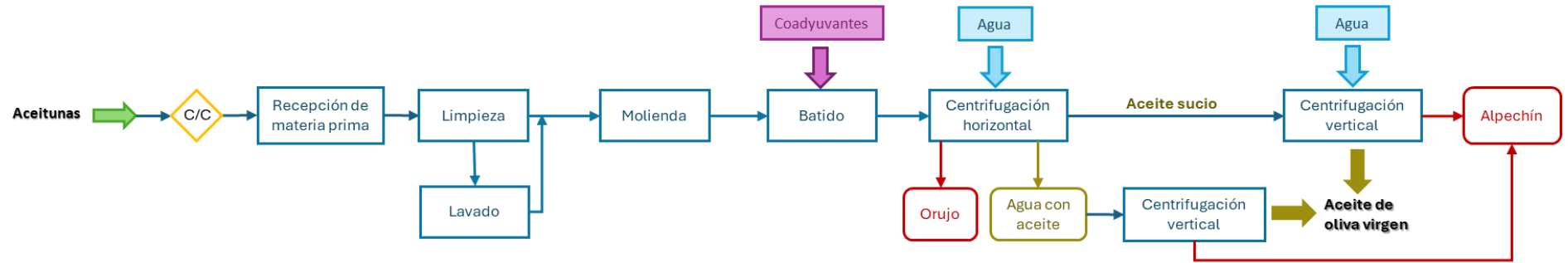
La primera etapa de la extracción es el prensado, en la que la pasta oleosa se coloca en capas sobre capachos, discos de fibra natural, y se somete a presión en una prensa hidráulica. Este proceso genera dos corrientes: una sólida, el orujo, y una líquida, el mosto oleoso. El mosto oleoso está compuesto aproximadamente por un 30% de aceite, un 60% de agua y un 10% de pequeñas partículas de pulpa. Posteriormente, el mosto oleoso se lleva a una etapa de filtración mediante filtros prensa o tamices vibratorios, separando las partículas del mosto.

Finalmente, la fase líquida pasa por un proceso de decantación en depósitos cónicos interconectados llamados decantadores o pozuelos, que aprovechan la diferencia de densidades entre el aceite y el alpechín para separar ambos componentes (Espinola Lozano, 1996.). Este método presenta inconvenientes, como la necesidad de numerosos pozuelos y el riesgo de disminuir la calidad del aceite debido al contacto prolongado con el alpechín.

MÉTODO TRADICIONAL



MÉTODO DE TRES FASES



MÉTODO DE DOS FASES

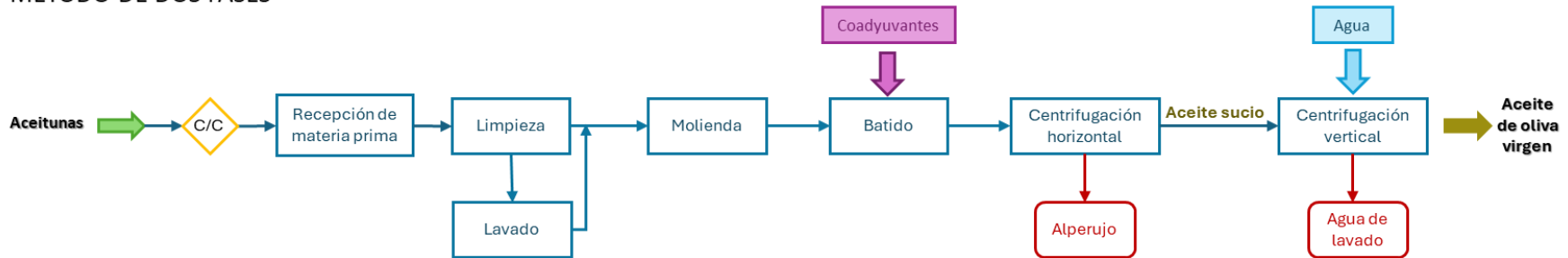


Figura 3. Diagrama de bloques del proceso de producción del aceite de oliva. Fuente: Elaboración propia.

3.2.2. Método de tres fases

El método de centrifugación de tres fases fue una innovación significativa en la producción de aceite de oliva. Este sistema implica el uso de centrifugas horizontales y verticales para separar los componentes de la pasta oleosa en tres fases distintas. En la primera etapa, la pasta se introduce en un centrifuga horizontal donde se añade agua a una temperatura específica. Durante la centrifugación a alta velocidad, se generan tres corrientes: la de aceite de oliva con una pequeña cantidad de agua, el alpechín y el orujo sólido.

Posteriormente, el aceite obtenido en esta primera centrifugación horizontal se somete a una segunda centrifugación en una centrífuga vertical para purificarlo aún más y eliminar el agua que contiene. Por otro lado, el alpechín se lleva a otra centrífuga vertical para extraer cualquier resto de aceite. Con este método se obtiene aceite de alta calidad, pero presenta algunas desventajas y dificultades, como el consumo adicional de agua y energía. También se generan grandes volúmenes de alpechín como residuo líquido, que requiere un tratamiento posterior debido a su impacto ambiental. A pesar de estos inconvenientes, el método de tres fases mejoró la automatización y la calidad del aceite de oliva, y con ello también la eficiencia de las almazaras.

3.2.3. Método de dos fases

En el método de centrifugación de dos fases la extracción del aceite de oliva se lleva a cabo sin la adición de agua, generándose dos corrientes principales: el aceite de oliva y el alperujo. En este proceso, la pasta oleosa se somete a una primera centrifugación horizontal, separando el aceite y el alperujo. El aceite obtenido, junto con una pequeña cantidad de agua que se añade, pasa luego por una centrifugación vertical para eliminar cualquier resto de agua y sólidos (Cano Marchal et al., 2011).

Este método es conocido también como "ecológico", ya que destaca por su eficiencia en la extracción de aceite, reduciendo el consumo de agua en un 80%, así como también el gasto energético en un 20%, en comparación con el método de tres fases. Al evitar la adición de agua en el proceso y minimizar la generación de efluentes líquidos, el método de dos fases contribuye a mitigar el impacto ambiental y optimiza los recursos utilizados en la producción (Azbar et al., 2004; Dermeche et al., 2013).

Además de sus beneficios ambientales y económicos, la centrifugación de dos fases también ofrece ventajas en términos de calidad del producto final. Se consigue producir un aceite de oliva con una mayor concentración de compuestos fenólicos, por lo que este método garantiza una mayor estabilidad durante el almacenamiento, lo que lo convierte en la elección preferida para la producción de aceite virgen extra, el cual tiene una alta demanda en el mercado internacional. Esta orientación hacia la calidad y la eficiencia ha llevado a una adopción generalizada del método de dos fases en la mayoría de las almazaras en España, consolidándose como el procedimiento dominante en la producción de aceite de oliva (MAPA, 2024).

3.3. RESIDUOS

Durante la producción de aceite de oliva se generan residuos que requieren un posterior tratamiento y gestión. Estos subproductos producen problemas tanto ambientales como logísticos a la hora de conseguir un tratamiento adecuado.

Uno de los residuos más destacados en la producción de aceite de oliva es el alperujo, una mezcla de agua, pulpa y huesos de aceitunas. Su elevado contenido de materia orgánica y la presencia de compuestos fitotóxicos hacen su gestión complicada. Además, las grandes cantidades generadas, que pueden alcanzar millones de toneladas al año, necesitan soluciones efectivas y sostenibles para su tratamiento.

Además del alperujo, las almazaras también se enfrentan a la gestión de otros subproductos, como las aguas residuales y los desechos vegetales.

3.3.2. Residuos generados en las almazaras distintos del alperujo

Las almazaras se enfrentan a la gestión subproductos con alta carga orgánica, contaminantes fitotóxicos y otros compuestos no deseados, que plantean desafíos adicionales para su tratamiento. La necesidad de procesos biológicos, físicos y fisicoquímicos para su depuración y gestión adecuada destaca la complejidad de dicha gestión.

- **Alpechín:** este residuo es un líquido oscuro, generado principalmente en los sistemas de producción de tres fases y en el método tradicional. Está compuesto por agua de vegetación de la oliva y del lavado durante la elaboración del aceite (83-94%), materia orgánica (4-16%), como polifenoles, ácidos grasos y proteínas, y sales (0,4-2,5%) (Cabrera Capitán & Álvarez Cobelas, 1995). Esta composición hace que sea un compuesto altamente contaminante. Su gestión suele implicar métodos biológicos y físico-químicos para degradar los compuestos contaminantes (Fleyfel et al., 2022).
- **Orujo:** se trata de una fracción sólida que se genera principalmente en el proceso de prensado y centrifugación de tres fases y en el método tradicional. Compuesto por huesos molidos, pulpa, piel y agua. El orujo contiene una alta concentración de lignina y un bajo contenido de proteínas. Su gestión implica un secado seguido de procesos fisicoquímicos para la extracción del aceite restante, el cual es refinado para su uso en la industria alimentaria; mientras que el sólido resultante suele destinarse a la producción de energía (Schmidt et al., 2023).
- **Ramas, hojas y piedras:** durante la recolección y limpieza de las aceitunas, se generan residuos vegetales como ramas, hojas y piedras. Aunque no son tan perjudiciales como otros residuos, también requieren una gestión adecuada, que puede incluir la eliminación o transformación por medio de compostaje (Contreras et al., 2020).

3.3.2. Alperujo

El alperujo, obtenido principalmente a través de la centrifugación en dos fases durante el proceso de extracción del aceite de oliva, es un residuo semisólido con una composición heterogénea. Consiste en una mezcla de pulpa, piel, huesos de aceituna y agua, presentando un contenido de humedad que oscila entre el 65% y el 75%, junto con un pH ligeramente ácido y una alta concentración de materia orgánica (Albuquerque et al., 2004).

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

Su composición química varía según diversos factores, como la variedad de la aceituna, las condiciones climáticas y el momento de la recolección. Además, el alperujo contiene potasio, calcio, sodio y compuestos fenólicos, que son los que hacen que el residuo tenga propiedades fitotóxicas y antimicrobianas (De La Casa et al., 2012). En la Tabla 2 se puede encontrar más detalladamente la composición y características del alperujo.

Tabla 2. Composición del alperujo (Albuquerque et al., 2004).

Parámetro	Concentración promedio
Humedad (% p/p)	64
pH	5,32
Conductividad (dS/m)	3,42
COT ¹ (g/kg)	519,8
Ratio C/N	47,8
Nitrógeno total (g/kg)	11,4
P (g/kg)	1,2
K (g/kg)	19,8
Ca (g/kg)	4,5
Mg (g/kg)	1,7
Na (g/kg)	0,8
Fe (mg/kg)	614
Cu (mg/kg)	17
Mn (mg/kg)	16
Zn (mg/kg)	21
Materia orgánica (g/kg)	932,6
Lignina (%) ^(*)	45,8
Hemicelulosa (%) ^(*)	37,7
Celulosa (%) ^(*)	20,8
Lípidos (%) ^(*)	13,0
Proteínas (%) ^(*)	7,7
Carbohidratos (%) ^(*)	10,1
Fenoles (%) ^(*)	1,5

¹Carbono orgánico total

(*) % p/p de materia orgánica total

La gestión adecuada del alperujo se ha convertido en un desafío crucial para la industria del aceite de oliva, debido a que, por cada litro de aceite de oliva producido en España, se generan aproximadamente 7 kg de alperujo (Polonio et al., 2024).

Se han propuesto diversas alternativas para la valorización del alperujo. Entre ellas, destacan técnicas como el compostaje, la digestión anaerobia, la producción de biocombustibles y la recuperación de compuestos fenólicos mediante tecnologías de membranas (Gil et al., 2024;

Hernández et al., 2014). Estas últimas han surgido como una prometedora alternativa para extraer y purificar los compuestos fenólicos presentes en el alperujo, contribuyendo así a su valorización y al fomento de la economía circular (Sánchez-Arévalo et al., 2023).

La gestión sostenible del alperujo no solo reduce su impacto ambiental, sino que también se consiguen productos con alto valor añadido y aplicaciones en industrias, como la alimentaria, cosmética y farmacéutica. Además, fomenta la innovación en tecnologías de tratamiento de residuos y promueve prácticas más responsables dentro del sector del aceite de oliva.

3.4. NORMATIVA

Como se ha comentado en los apartados anteriores, en las almazaras se generan varios residuos, el 97% de ellos son el orujo y el alperujo generados durante la producción en almazaras con sistemas de dos fases y tres fases (Hedo, E. B., 2022). La Ley 22/2011, de 28 de julio, clasifica tanto el orujo como el alperujo como residuos de producción derivados de esta actividad.

Para regular el manejo de estos residuos y optimizar su aprovechamiento, el Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente de España consideró la posibilidad de tratarlos como subproductos. Algunas comunidades autónomas ya han otorgado esta consideración al orujo y al alperujo, lo que llevó a la necesidad de una armonización regulatoria, lo que se recoge en la Orden TED/92/2022, de 8 del febrero. Esta orden establece que el alperujo y el orujo tienen que cumplir con ciertos requisitos, como ser utilizados posteriormente sin transformaciones adicionales y almacenarse adecuadamente, pueden ser considerados subproductos según la Ley 22/2011. Además, especifica las obligaciones de comunicación y control para las instalaciones generadoras de alperujo, y permite su traslado dentro de la Unión Europea bajo esta consideración (Hedo, E. B., 2022).

3.5. EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO

La extracción sólido-líquido es una técnica de separación ampliamente utilizada en diversos campos industriales. Es una técnica con la que se consiguen rendimientos elevados en la recuperación de compuestos fenólicos a partir de materiales y residuos vegetales.

Esta técnica se basa en la transferencia de materia entre un soluto y un líquido, utilizando disolventes adecuados que solubilizan los compuestos de interés que se encuentran en el sólido. La eficiencia de esta operación está influenciada por varios factores, como el tipo de disolvente, la temperatura, la naturaleza de la fase sólida y los compuestos a extraer.

Tradicionalmente, la extracción sólido-líquido se ha realizado mediante agitación mecánica. Este método implica mezclar la fase sólida con un disolvente mediante un agitador y aumentar la temperatura del sistema para favorecer la extracción. Posteriormente, se filtra la mezcla para separar el extracto obtenido. Sin embargo, este método presenta ciertas limitaciones, como largos tiempos de extracción, que pueden provocar la degradación de los compuestos de interés, baja selectividad y bajo rendimiento (M'hiri et al., 2014).

Los disolventes más utilizados en la extracción convencional de compuestos fenólicos son etanol, metanol y acetona, solos o mezclados con agua. Entre estos, el etanol se considera el más adecuado por su menor impacto ambiental y seguridad para el consumo humano, según la Autoridad Europea de Seguridad Alimentaria (EFSA).

Para superar las limitaciones de los métodos convencionales, se han desarrollado técnicas de extracción no convencionales. Una de las más utilizadas es la extracción asistida por ultrasonidos, que se basa en el fenómeno de cavitación acústica (Osorio-Tobón, 2020). La propagación de ondas ultrasónicas a través de la mezcla provoca la formación y colapso de burbujas, generando microturbulencias y altas presiones que rompen las paredes celulares del material vegetal, liberando así los compuestos fenólicos.

La extracción asistida por ultrasonidos presenta varias ventajas sobre los métodos tradicionales: menor consumo de energía, menores temperaturas de operación, tiempos de extracción más cortos, y menor volumen de disolvente añadido. Además, esta técnica tiene una alta reproducibilidad y potencial para ser escalada industrialmente (Osorio-Tobón, 2020).

La extracción asistida por ultrasonido se ha utilizado mucho para la recuperación de compuestos fenólicos presentes en diversas matrices vegetales. Entre sus aplicaciones, destaca la extracción de antioxidantes de residuos de granada, así como la obtención de fenoles de la piel de uva y cáscaras de cítricos (Papoutsis et al., 2018; Pereira et al., 2019; Sharayei et al., 2019). Además, se ha empleado en la extracción de compuestos fenólicos de las semillas amarillas de soja y de las hojas de olivo, demostrando su eficacia en la valorización de subproductos agroindustriales y la obtención de extractos ricos en compuestos bioactivos (Đurović et al., 2018; Irakli et al., 2018).

Existen otras técnicas no convencionales, como la extracción asistida por microondas (MAE), la extracción con líquidos a presión (PLE) y la extracción con fluidos supercríticos (SFE), las cuales también se han utilizado para la recuperación de compuestos fenólicos. La MAE emplea energía de microondas para calentar el disolvente y la matriz vegetal, acelerando el proceso de extracción. Un ejemplo de su aplicación es la extracción de fenoles de la madera de manzano, donde se ha demostrado una alta eficiencia y menores tiempos de extracción (Moreira et al., 2017). La PLE utiliza disolventes líquidos a alta presión y temperaturas elevadas para mejorar la solubilidad y la transferencia de masa. Este método ha sido aplicado exitosamente en la extracción de antioxidantes de la cáscara de granada, proporcionando altos rendimientos de compuestos bioactivos (Sumere et al., 2018). Finalmente, la SFE utiliza fluidos en estado supercrítico, como el dióxido de carbono, para extraer compuestos de matrices vegetales a temperaturas moderadas y presiones altas. Una aplicación de la SFE es la extracción de compuestos fenólicos a partir de residuos de la elaboración de horchata, lo que permite obtener extractos ricos en antioxidantes sin el uso de disolventes orgánicos tradicionales (Roselló-Soto et al., 2019).

3.6. TECNOLOGÍA DE MEMBRANAS

3.6.1. Conceptos teóricos

La tecnología de membranas representa una alternativa sostenible y económica para procesos de separación. Una membrana es una barrera semipermeable que permiten el paso selectivo de determinadas sustancias mientras impide el paso de otras. Este proceso de selección depende del tamaño molecular o de las diferencias en la carga eléctrica (Mulder, 1998).

Las membranas pueden ser inorgánicas, compuestas por metales u óxidos metálicos, u orgánicas, elaboradas con materiales poliméricos. Las membranas sintéticas, tanto orgánicas como inorgánicas, generalmente están formadas por varias capas: una capa activa, responsable de la separación, y una capa de soporte que proporciona resistencia mecánica sin influir en el transporte a través de la membrana.

El proceso de separación mediante membranas depende de una fuerza impulsora que puede ser un gradiente de presión, concentración o potencial eléctrico. En un sistema de membranas, se distinguen tres tipos de corrientes:

- Alimentación: es la corriente a tratar en el proceso.
- Permeado: consiste en la corriente que logra pasar a través de la membrana.
- Rechazo: contiene las sustancias que no atraviesan la membrana.

En la Figura 4, se puede observar un esquema de cómo funciona una membrana.

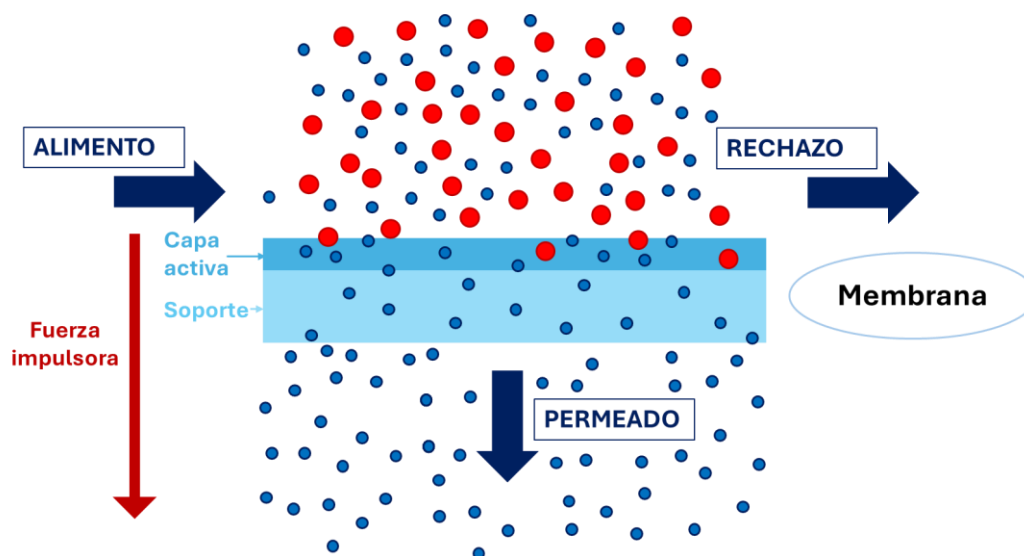


Figura 4. Esquema de separación por membranas con flujo tangencial. Fuente: Elaboración propia.

En cuanto a la comparación entre la filtración convencional y la filtración por membranas, se destaca que en la filtración convencional se tiene un flujo transversal de la alimentación con respecto a la superficie del medio filtrante, mientras que al utilizar membranas la alimentación, en la mayoría de los casos, circula con un flujo tangencial respecto a la superficie de la membrana. Esto permite que la formación de torta o la obstrucción de los poros sea menor en el caso de los procesos de membranas, lo que da lugar a una mayor velocidad en la filtración de la alimentación en un periodo de tiempo menor. La filtración por membranas

ofrece otras ventajas significativas, como menores costes energéticos, condiciones suaves de temperatura, la separación en continuo, bajo impacto ambiental y la practicidad de los equipos, al ser modulares y compactos. Sin embargo, estos procesos tienen desventajas, como puede ser el ensuciamiento de las membranas y la sensibilidad de algunas membranas al ataque químico, lo que puede reducir su permeabilidad y vida útil.

3.6.2. Parámetros característicos

Existen una serie de parámetros característicos que definen del funcionamiento de los procesos de separación por membranas, dando lugar a una caracterización de su selectividad y efectividad (Mulder, 1998):

- La **densidad de flujo de permeado (J_p)** representa el volumen de fluido que atraviesa la membrana por unidad de tiempo y área, reflejando la productividad del proceso. Este parámetro se puede relacionar con la Ley de Darcy:

$$J_P = -A \cdot \frac{dX}{dx} = \frac{Q_P}{\text{Área}} = L_p \cdot \Delta P \quad \text{Ecuación 1}$$

donde A es el coeficiente fenomenológico, X la fuerza impulsora, x el espesor de la membrana, Q_p el caudal de permeado, ΔP la presión transmembranal y L_p la permeabilidad hidráulica de la membrana.

- El **Rechazo (R)** expresa la capacidad de la membrana para retener compuestos específicos, definiéndose mediante la ecuación siguiente:

$$R(\%) = \left(1 - \frac{C_P}{C_A}\right) \cdot 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

donde C_p es la concentración del compuesto en el permeado y C_A su concentración de la alimentación.

- El **Umbral de corte molecular (MWCO)** de una membrana es el peso molecular del componente que es rechazado en un 90%. Se expresa en Dalton (g/mol).
- El **Factor de conversión (η)** se calcula como un rendimiento. Se determina con la siguiente ecuación:

$$\eta = \frac{Q_P}{Q_A} \quad \text{Ecuación 3}$$

donde Q_A es el caudal de la alimentación.

- El **Factor de reducción de volumen (FRV)** sirve como indicador del grado de concentración que se ha alcanzado en la alimentación y se define según la ecuación 4:

$$FRV = \frac{Q_A}{Q_R} \quad \text{Ecuación 4}$$

donde Q_R es el caudal de rechazo.

- El **Factor de concentración (FC)** se define para cada compuesto mediante la siguiente ecuación:

$$FC = \frac{C_R}{C_A} \quad \text{Ecuación 5}$$

donde C_R es la concentración del compuesto en el rechazo. Estos dos últimos parámetros representan el grado de concentración alcanzado en el proceso.

3.6.3. Procesos de membrana gobernados por la presión

Este trabajo se va a centrar en los procesos donde la fuerza impulsora es la presión transmembranal, concretamente en los procesos de ultrafiltración y nanofiltración. En la Tabla 3 se muestran las características de estos procesos, en los que la eficiencia del proceso depende, principalmente, del MWCO de la membrana y de la presión de operación.

Tabla 3. Características de los procesos de membrana gobernados por la presión.

Proceso de membrana	Tamaño de poro (μm)	Presión de trabajo (bar)	JP ($\text{L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$)
Microfiltración	0,1 – 10	0,5 – 2	> 200
Ultrafiltración	0,005 – 0,05	0.5 – 7	5 – 200
Nanofiltración	0,0005 – 0,005	5 – 20	5 – 80
Osmosis inversa	< 0.001	10 – 80	5 – 50

Este TFG se centra en los procesos de ultrafiltración y nanofiltración, pues son los más adecuados, teniendo en cuenta el objetivo de este proyecto y el peso molecular de los solutos que se desea separar. A continuación, se describen, de manera resumida, las características más destacadas de ambos procesos.

3.6.3.1. Ultrafiltración

La ultrafiltración es una técnica utilizada en variedad de aplicaciones industriales y medioambientales. En el tratamiento terciario de depuración de aguas residuales, la UF se emplea para eliminar proteínas, carbohidratos y agentes patógenos, como virus y bacterias, garantizando la calidad del agua tratada (Abdessemed et al., 2000). Además, en la industria láctea, la UF se utiliza para la concentración y fraccionamiento de proteínas, contribuyendo así a la mejora de los procesos de producción (Soodam & Guinee, 2018).

En el ámbito del estudio de recuperación de polifenoles, la UF desempeña un papel crucial al eliminar una gran cantidad de materia orgánica no deseada, lo que permite obtener una corriente de permeado enriquecida en los compuestos fenólicos de interés (Alonso-Vázquez et al., 2024; Pasquet et al., 2024).

3.6.3.2. Nanofiltración

Algunas de las aplicaciones de la nanofiltración en la industria son la separación de tintes en la industria textil, la recuperación de metales o el tratamiento de aguas residuales de almazaras. La NF también se utiliza en el tratamiento de aguas residuales de coque, pasta y papel, el

tratamiento de aguas residuales aceitosas de las industrias petrolíferas y la eliminación de sulfatos ácidos de las aguas mineras (Mulyanti & Susanto, 2018).

También hay muchas aplicaciones en el sector doméstico, como el tratamiento de aguas residuales municipales, lixiviados, aguas residuales de lavaderos de coches y efluentes de restaurantes. La NF también es una alternativa para la separación en el procesado de alimentos, por ejemplo, la separación de compuestos fenólicos del zumo de granada (Mulyanti & Susanto, 2018).

La selectividad y eficacia de la nanofiltración dependen en gran medida del material de la membrana, que puede ser hidrofílico o hidrofóbico. Las membranas hidrofílicas son comúnmente preferidas en la purificación de disoluciones acuosas, debido a su mayor atracción por el agua en comparación con las membranas hidrofóbicas (Mulyanti & Susanto, 2018).

3.6.4. Tipos de membranas y módulos

Entre los tipos de módulos más comunes se encuentran los planos, tubulares, de fibra hueca y en espiral, cada uno con características y aplicaciones particulares (Mulder, 1998).

Los módulos planos consisten en placas de soporte planas y rígidas entre las cuales se disponen las membranas individualmente. Aunque su uso es más común a nivel de laboratorio, debido a su elevado requerimiento de espacio, son valorados por su facilidad de desmontaje.

Los módulos tubulares se componen de carcasas cilíndricas que contienen membranas cilíndricas en su interior. Son capaces de llevar corrientes a gran velocidad por su interior y son muy adecuados para corrientes con gran cantidad de sólidos en suspensión. Sin embargo, presentan una compactación limitada.

Por otro lado, los módulos de fibra hueca están formados por un haz de filamentos muy finos, huecos por su interior, que pueden tener una configuración de flujo interior-exterior o exterior-interior. Estos módulos son muy compactos y adecuados para líquidos con pocos sólidos, aunque también requieren una limpieza periódica debido a su tendencia a ensuciarse.

Finalmente, los módulos en espiral destacan por su versatilidad y eficiencia en una variedad de aplicaciones de filtración. Estos módulos están conformados por un tubo al rededor del cual se enrollan varias capas de membranas planas separadas por espaciadores. A pesar de ser más difíciles de limpiar que los módulos tubulares, su diseño compacto y la alta relación entre la superficie y el volumen de la membrana los hace perfectos para aplicaciones que requieren una alta eficiencia de separación y un alto caudal de permeado sin requerir mucho espacio para su instalación.

3.6.5. Fenómenos responsables de la disminución del flujo de permeado con el tiempo

La polarización por concentración es un fenómeno común en los procesos de membrana, donde la acumulación de solutos cerca de la superficie de la membrana genera un gradiente de concentración opuesto al flujo convectivo. Este aumento de concentración puede conducir a la formación de una capa gel, aumentando la resistencia al paso del fluido y disminuyendo la

eficacia del proceso. Para reducir este efecto, se pueden aplicar diversas estrategias como trabajar con presiones bajas, aumentar la temperatura para favorecer la difusión de los solutos, o aumentar la velocidad tangencial del alimento para generar turbulencia y arrastrar los solutos. Además, la polarización por concentración puede estar relacionada con el ensuciamiento de las membranas, lo que resulta en una disminución continua de la densidad de flujo de permeado con el tiempo (Liu et al., 2014). Es importante considerar estos fenómenos durante el diseño de plantas de membranas, ya que afectan significativamente a la eficiencia y la vida útil de los sistemas de separación por membranas.

El ensuciamiento de las membranas es un problema en algunas aplicaciones, que provoca una reducción de la densidad de flujo de permeado y aumenta los costes de mantenimiento. Este fenómeno es causado por la acumulación de partículas, coloides, suspensiones o macromoléculas sobre la superficie o en el interior de los poros de las membranas, lo que resulta en una disminución progresiva del flujo a lo largo del tiempo (Li & Chen, 2010). Se puede evaluar mediante el índice de ensuciamiento, que compara la permeabilidad del agua antes y después de la filtración (Cassano et al., 2011).

$$FI = \left(1 - \frac{L_{P_1}}{L_{P_0}}\right) \cdot 100 \quad \text{Ecuación 6}$$

donde L_{P_0} y L_{P_1} son la permeabilidad del agua antes y después de la filtración por membranas, respectivamente.

Es esencial diferenciar entre la polarización por concentración y el ensuciamiento de las membranas: mientras que la polarización causa una disminución inicial del flujo que se estabiliza, el ensuciamiento produce una reducción continua con el tiempo. Para mitigar este problema, se requiere una limpieza periódica de las membranas, lo que garantiza un rendimiento óptimo del proceso.

3.6.6. Métodos de limpieza de membranas

La limpieza de membranas es esencial para mantener su eficiencia y prolongar su vida útil. Se clasifica generalmente en métodos físicos y químicos. Los métodos físicos destacan por su menor impacto ambiental y rapidez, aunque su eficacia puede ser inferior en comparación con los métodos químicos. Estos últimos, son más utilizados en la industria, debido a su capacidad para eliminar ensuciamientos más complejos, aunque pueden ser más agresivos para las membranas y el medio ambiente (Corbatón Báguena, M. J., 2015).

3.6.6.1 Métodos Físicos

Los métodos físicos de limpieza de membranas abarcan diversas técnicas que aplican esfuerzos mecánicos para eliminar las partículas adsorbidas en la superficie de la membrana. Los más comunes son (Corbatón Báguena, M. J., 2015):

- **Backpulsing:** se aplica presión desde el lado del permeado para que éste atraviese la membrana en sentido inverso. De este modo es posible desprender la torta

depositada sobre la superficie de la membrana. La eficacia depende de la naturaleza del ensuciamiento y la frecuencia con la que se aplica del flujo invertido.

- **Aireación:** es la introducción periódica de aire en el mismo sentido del flujo de la corriente de alimento, debilitando la capa de suciedad. Se usa en biorreactores de membrana y membranas de fibra hueca.
- **Promotores de turbulencias:** mejoran las condiciones hidrodinámicas en las proximidades de la superficie de la membrana, incrementando la transferencia de materia y reduciendo la polarización por concentración. Los espaciadores de las membranas de arrollamiento en espiral se diseñan específicamente para actuar a la vez como promotores de turbulencia. También se han propuesto en el caso de las membranas tubulares.

3.6.6.2. Métodos Químicos

Son más eficaces que los físicos, actuando sobre las partículas de suciedad tanto en la superficie como en la estructura interna de la membrana. Consisten en la utilización de productos químicos capaces de descomponer los compuestos responsables del ensuciamiento de la membrana, de modo que estos se desprenden de su superficie. Los productos más utilizados son los siguientes (Corbatón Báguena, M. J., 2015):

- **Álcalis:** son el grupo de agentes químicos más utilizado. Se presentan en forma de hidróxidos, silicatos y carbonatos. Son eficaces en la eliminación de materia orgánica, debido a la hidrólisis y solubilización.
- **Ácidos:** se utilizan para ensuciamientos inorgánicos. Algunos de los ejemplos más utilizados incluyen los ácidos nítrico, fosfórico y cítrico.
- **Surfactantes:** son compuestos con grupos hidrofóbicos e hidrofílicos que mejoran la solubilidad de especies poco solubles como las grasas. Se utilizan en membranas con limitaciones de pH.
- **Agentes complejantes:** rompen la estructura de la capa de suciedad enlazándose con cationes divalentes, como el ácido etilendiaminotetraacético (EDTA).
- **Enzimas:** son agentes biológicos que limpian con condiciones más suaves, de gran importancia para membranas con baja resistencia térmica, química o de pH. El inconveniente es que solo actúan sobre tipos muy específicos de suciedad.
- **Desinfectantes:** son utilizados para eliminar microorganismos en la membrana, como hipoclorito de sodio.

La eficacia de la limpieza química depende de factores como la temperatura, velocidad tangencial, presión transmembranal, concentración del agente de limpieza, pH y fuerza iónica del medio.

3.6.6.3. Métodos alternativos

A pesar de la eficacia de los métodos químicos convencionales, estos pueden dañar las membranas y tienen un impacto medioambiental negativo. Por ello, se han propuesto técnicas alternativas (Corbatón Báguena, M. J., 2015).

- **Ultrasonidos:** basado en la cavitación, donde burbujas de aire colapsan y liberan energía, limpiando la membrana. Su efectividad depende de la potencia y frecuencia de los ultrasonidos.
- **Campos eléctricos:** se utiliza la aplicación de un campo eléctrico entre electrodos para desplazar partículas cargadas desde la superficie de la membrana hacia el electrodo opuesto, mejorando así la eficacia de la limpieza especialmente en procesos de microfiltración y ultrafiltración.
- **Disoluciones salinas:** este método, aún en investigación, utiliza sales como NaCl para debilitar y romper la capa de ensuciamiento mediante cambios en la presión osmótica y reacciones de intercambio iónico. Se ha demostrado que las disoluciones de NaCl y el agua de mar son efectivas para limpiar membranas de ósmosis inversa ensuciadas con materia orgánica, así como también membranas de ultrafiltración ensuciadas con proteínas.

CAPÍTULO 4. METODOLOGÍA

4.1. OBTENCIÓN DE LA ALIMENTACIÓN EMPLEADA

La parte experimental de este Trabajo de Fin de Grado consiste en la realización de ensayos de laboratorio para abordar la separación y purificación de los compuestos fenólicos presentes en extractos acuosos de alperujo. Para ello, se emplearon muestras de alperujo provenientes de la campaña de recogida de aceituna 2022-2023, concretamente, de la almazara de la Cooperativa San Isidro de Segorbe (Castellón), la cual funciona en sistema continuo de centrifugación en dos fases.

Hasta su utilización, se mantuvo el alperujo herméticamente cerrado y refrigerado a una temperatura de a 4-5°C para prevenir su deterioro ocasionado por factores externos, como la oxidación debido al contacto con el aire o la proliferación de microorganismos.

El proceso de obtención de la alimentación empleada en el proyecto se basa en una extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos, la cual se optimizó previamente. Posteriormente, se realizaron procesos de centrifugación y filtración para eliminar posibles residuos vegetales del extracto (como restos de la pulpa de la aceituna, huesos, semillas, etc.) antes de iniciar los ensayos de separación con membranas. El extracto obtenido, fue la alimentación en el proceso de ultrafiltración. Éste se almacenó en garrafas a una temperatura de 4-5°C para su posterior uso.

4.1.1. Extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos

En primer lugar, se realizó una extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos para extraer los compuestos fenólicos del alperujo. La fase líquida es agua destilada y la fase sólida es alperujo. Anteriormente, en el marco del proyecto de investigación CTM2017-88645-R, se determinaron las condiciones óptimas para realizar la extracción (Sánchez-Arévalo et al., 2022). Por lo tanto, se fijó una temperatura de 40°C durante 45 minutos. La frecuencia empleada fue de 37 kHz y la potencia 220 W.

El equipo de ultrasonidos que se empleó es de la marca Elma, concretamente, el modelo Elmasonic P 70 H, mostrado en la Figura 5.

La proporción de alperujo:disolvente (agua) considerada para la extracción fue 1:10 (m/V), por lo que se añadieron 300 g de alperujo y 3 L de agua osmotizada. Primero, se añadieron los 3 L de agua osmotizada y se calentaron a 40°C. Para homogeneizar la temperatura y la mezcla se pusieron dos palas agitadoras, que giran a 200 rpm. Además, se introdujo un serpentín conectado a un sistema de refrigeración, formado por un baño termostático. Este serpentín se colocó en el centro del extractor para mantener la temperatura estable.

Una vez finalizado el tiempo de extracción, se retiraron los restos sólidos más grandes con un filtro de malla metálica.

En cada extracción se obtienen 3 L de extracto. Dado que para la planta de ultrafiltración es necesario un volumen más alto, se realizaron varias extracciones más hasta conseguir un volumen entre 6-9 L.



Figura 5. Sistema de extracción sólido líquido asistido por ultrasonidos.

4.1.2. Centrifugación

Realizando un proceso de centrifugación, se consiguió retirar las partículas que habían atravesado el filtro, las cuales quedan en la fase sedimentada tras la centrifugación. La fase líquida, o sobrenadante, consiste en el extracto de interés.

La centrífuga empleada es de la marca Sigma, concretamente el modelo Sigma 6-16KS.

Se colocó un volumen de 400 mL de extracto en cada tubo, pudiendo la centrífuga albergar hasta 6 tubos a la vez. Esto requiere realizar la centrifugación varias veces, para obtener el volumen necesario para el proceso de ultrafiltración, es decir, un mínimo de 6 litros. Durante este proceso, la centrífuga se activó a máxima velocidad durante 6 minutos, alcanzando 9600 rpm.

4.1.3. Filtración a vacío

Debido a los sólidos en suspensión que pueden permanecer después de la etapa de centrifugación, fue necesario realizar una filtración a vacío para minimizar el ensuciamiento de la membrana durante el proceso de ultrafiltración. Para ello, se utilizó una bomba del modelo

LABOPORT de KNF conectada a un Kitasato con un embudo Buchner, equipado con filtros de celulosa de 60 μm de la marca Filter-Lab.

4.2. PROCESO DE ULTRAFILTRACIÓN

Para realizar el proceso de ultrafiltración se utilizó una planta de flujo tangencial de Orelis Environment (Salindres, Francia), equipada con un módulo de metacrilato para membranas planas del modelo Rayflow (Orelis Environment, Francia). La regulación de la planta se efectúa mediante tres válvulas principales, visibles en la Figura 6: una para vaciar y limpiar el tanque, otra para purgar la planta y la tercera para recircular el rechazo al tanque y controlar la presión transmembranal. La presión y el caudal se ajustan con el caudalímetro y manómetros de la planta. También se puede observar estas características en el Diagrama de flujo de la Figura 7.



Figura 6. Planta de ultrafiltración.

El tanque de alimentación posee un encamisado conectado a un baño termostático con refrigeración para ajustar la temperatura de la alimentación. Una vez alcanzada la temperatura deseada, la alimentación se bombeó hacia el módulo de membranas con una bomba de desplazamiento positivo y velocidad variable, capaz de alcanzar hasta 4 bar de presión. En el tanque se pueden introducir hasta 8 L, siendo la alimentación la disolución conseguida en la extracción sólido-líquido.

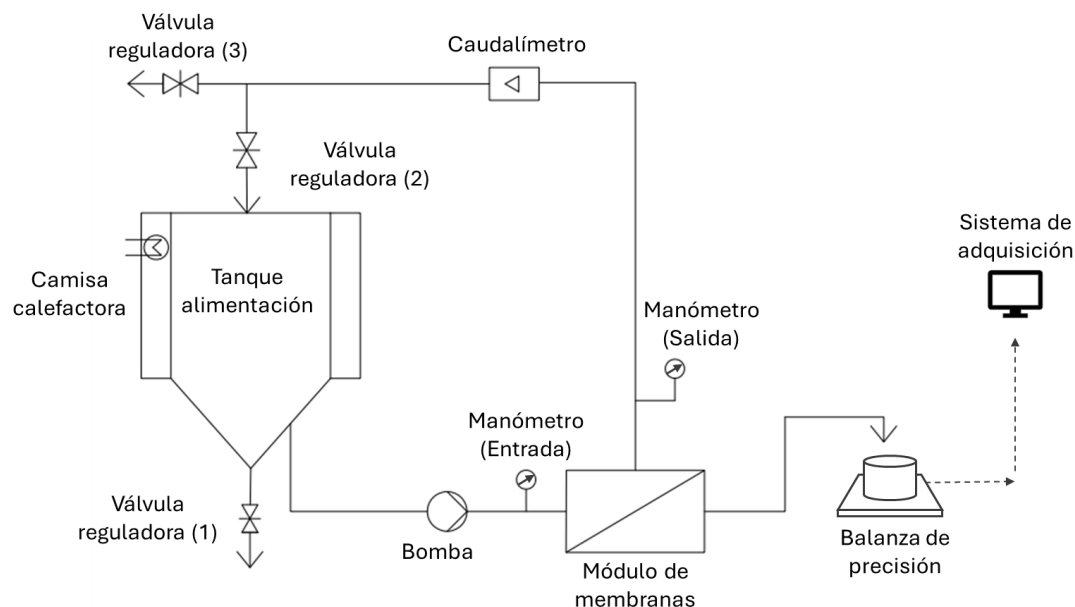


Figura 7. Diagrama de flujo de la planta de ultrafiltración.

El módulo, representado en la Figura 7, puede operar con dos membranas al mismo tiempo. Cada una de ellas presenta un área activa de 129,2 cm². Durante la realización de este trabajo experimental, estas membranas se dispusieron en serie, es decir, el rechazo de la primera membrana sirvió como alimentación para la segunda membrana. Finalmente, el rechazo de la segunda membrana se devuelve al tanque de alimentación de la planta. Esta configuración se escogió bajo la premisa de que el caudal de permeado de la primera membrana es despreciable en comparación con el caudal de rechazo, con lo que se considera equivalente la alimentación de ambas membranas.

El permeado de cada membrana se recogió en un solo vaso de precipitados, el cual se colocó sobre una balanza de precisión PKP (Kern, Alemania) y se conectó a un ordenador para registrar de forma periódica los datos del peso. De esta forma, se pudo obtener el flujo de permeado la membrana y el FRV, de acuerdo con las siguientes ecuaciones:

$$J_P \left(\frac{L}{m^2 \cdot h} \right) = \frac{\Delta m}{t \cdot \rho_{H_2O} \cdot A} = \frac{Q_w}{A} \quad \text{Ecuación 7}$$

Siendo, J_P la densidad de flujo de permeado, Δm la diferencia de masas, t el tiempo, ρ_{H_2O} la densidad del agua, A el área de la membrana y Q_w el caudal de permeado.

4.2.1. Membranas

Se estudiaron dos membranas distintas en el proceso de ultrafiltración, de manera que se compararon las ventajas y desventajas de cada una. Posteriormente, se escogió la más adecuada para el proceso. En la Tabla 4 se detallan las especificaciones de las membranas utilizadas en la planta de ultrafiltración:

Tabla 4. Membranas utilizadas en el proceso de ultrafiltración.

Membrana	UP005	UP020
Material	Polietersulfona	Polietersulfona
Proveedor	Mycrodin Nadir	Mycrodin Nadir
MWCO (kDa) ¹	5	20
Rango pH	0-14	0-14
Temperatura máxima (°C)	95	95

¹Umbral de corte molecular (Molecular-weight cut off)

Como indica la Tabla 4, ambas membranas son del mismo material. Su única diferencia reside en el umbral de corte molecular, lo que permitirá analizar la influencia del tamaño de poro en la purificación y concentración de los compuestos fenólicos procedentes del alperujo.

4.2.2. Procedimiento experimental

4.2.2.1. Acondicionamiento y compactación

Antes de realizar el ensayo se acondicionaron las membranas, introduciéndolas en agua osmotizada durante 24 horas, con el propósito de eliminar los aditivos utilizados durante su fabricación y, además, hidratar las membranas. Se utilizó agua destilada, debido a que es el medio en el que se encuentra la corriente de alimentación.

Después de hidratarlas, se colocaron las membranas dentro del módulo, orientando la cara activa hacia el lado por donde fluye la alimentación, y se cerró el módulo de manera firme para prevenir cualquier fuga.

A continuación, se llevó a cabo la compactación de las membranas, utilizando agua osmotizada como alimentación. El objetivo de la etapa de compactación fue someter la membrana a las condiciones de operación más extremas que se aplicaron durante el resto del diseño experimental. De esta forma, se asegura que el polímero no continuará compactándose en ensayos posteriores y, por tanto, solo afectarán al flujo de permeado las condiciones de operación que se establezcan en dichos ensayos. Por ello, en esta etapa se aplicó una presión de 2,7 bar, la cual es superior a las presiones de trabajo que se utilizaron en las etapas posteriores. La compactación finalizó cuando se observó que el flujo de permeado se estabilizó.

4.2.2.2. Permeabilidad de la membrana

Para caracterizar la membrana, se determinó su permeabilidad hidráulica, de acuerdo con la ecuación 8 (Ley de Darcy).

$$L_w = \frac{J_w}{TMP} \quad \text{Ecuación 8}$$

Siendo L_w el coeficiente de permeabilidad de la membrana.

Se evaluó el flujo de permeado (J_w) a distintas presiones transmembranales (TMP). Para ambas membranas se aplicó un rango de presiones de 1 a 2,5 bar.

4.2.2.3. Ensayos de ultrafiltración

A continuación, se llevó a cabo el tratamiento de los extractos acuosos de alperujo en la planta de ultrafiltración en las mejores condiciones conseguidas anteriormente (Sánchez-Arévalo et al., 2023). Dichas condiciones de operación corresponden a una presión de 2,5 bar, una velocidad tangencial de 1,5 m/s y una temperatura de 25°C.

Bajo estas condiciones, el objetivo de esta etapa es rechazar una cantidad de materia orgánica significativa y muy pocos los compuestos fenólicos, lo que permitirá obtener polifenoles purificados en la corriente de permeado. Desde el inicio del ensayo de la planta de ultrafiltración, se monitorizó la densidad de flujo de permeado en relación con el FRV. En cuanto la planta se puso en marcha, se realizó un control automático de la temperatura de la alimentación mediante una sonda, regulando la temperatura con la camisa calefactora, y se ajustó manualmente la válvula de rechazo utilizando manómetros para mantener una presión constante de 2,5 bares.

La planta operó de manera continua durante cada jornada laboral. Una vez detenido el proceso de ultrafiltración, se vació el tanque de alimentación y se introdujo agua de red para limpiar todo el sistema y eliminar los residuos acumulados, evitando la degradación de la alimentación durante la noche. La membrana siempre debe estar húmeda, por lo que se mantiene agua destilada en el tanque y en el sistema hasta la siguiente jornada laboral. Este proceso se realiza cada vez que se detiene la planta de ultrafiltración, siendo imprescindible realizar un aclarado con agua de la membrana. En el siguiente día laborable, se coloca de nuevo el extracto acuoso de alperujo en el tanque de alimentación y se retoma el proceso.

Finalmente, el proceso de ultrafiltración concluye en el momento en que se alcanza un FRV de 2,5. Para evaluar la eficacia de la ultrafiltración, se toman diferentes muestras (tanto de la corriente de permeado como de la corriente de rechazo) a lo largo de todo el ensayo, lo que permite calcular el coeficiente de rechazo.

4.2.2.4. Limpieza de la membrana de ultrafiltración

Durante el ensayo en la planta de ultrafiltración utilizando la membrana UP005, se optó por efectuar una limpieza intermedia de la membrana, es decir, antes de lograr un FRV de 2,5 se optó por limpiar la membrana para acelerar el proceso. El fin de dicha limpieza, fue eliminar cualquier residuo potencial que pudiera reducir notablemente el flujo de permeado, agilizando de esta manera el proceso. Al realizar la limpieza de la membrana, inicialmente se efectuó un enjuague con agua de red. Posteriormente, se empleó el detergente específico para membranas P3 Ultrasil 115 de la casa comercial Ecolab, diluido al 1% v/v, realizando la limpieza a una temperatura de 25°C. Se empleó una velocidad tangencial de 2,5 m/s, durante una hora, sin ejercer presión transmembranal.

A continuación, se volvió a realizar un enjuague con agua de red para eliminar los residuos de Ultrasil 115 que pudiesen quedar dentro de la planta y el módulo. Para verificar la ausencia del detergente, se midió el pH del agua de red a la salida del módulo. Cuando el pH del rechazo alcanzó el mismo valor que el pH del agua de red, se puede confirmar que no quedan residuos

presentes. El agua de red utilizada en este segundo enjuague se guardó en un tanque de 20 L para emplearla durante el primer enjuague de la planta al finalizar los ensayos con los extractos de alperujo.

4.3. PROCESO DE NANOFILTRACIÓN

A continuación, el permeado conseguido en el proceso de ultrafiltración se sometió a un proceso de nanofiltración, con el objetivo de concentrar los compuestos fenólicos previamente purificados. Para ello, se empleó una celda de nanofiltración, del modelo HP4750 (Sterlitech, EE.UU.). La celda tiene una capacidad de 300 mL, con un área de membrana de 14,6 cm². La disolución de alimentación introducida en la celda se mantuvo en agitación constante a 500 rpm, para minimizar la formación de una capa de torta sobre la superficie de la membrana.

La planta de nanofiltración estaba conectada a una bala de gas nitrógeno (Linde, España) con la cual se ejerce la presión transmembranal dentro de la celda de nanofiltración. Con dicha celda se pueden conseguir elevadas presiones, en este caso, la máxima presión alcanzada fue de 9,5 bares.

Lo que se pretende conseguir con la celda de nanofiltración es concentrar los compuestos fenólicos. De esta manera, la corriente de interés en este caso fue el rechazo del proceso. El permeado de cada membrana se recogió en un vaso de precipitados, se pesó con una balanza de precisión PKP (Kern, Alemania) y se monitorizó la diferencia de peso, de manera que se determinó la densidad de flujo de permeado para cada FRV alcanzado del modo que se ha explicado en el apartado 4.2.

4.3.1. Membrana de nanofiltración

Durante el proceso de nanofiltración, se empleó la membrana NF270. En la Tabla 5 se detallan las especificaciones de la membrana utilizada:

Tabla 5. Membrana utilizada en el proceso de nanofiltración.

Membrana NF270	
Material	Poliamida
Proveedor	DuPont
MWCO (kDa) ¹	0,3-0,4
Rango de pH	2-11
Temperatura máxima (°C)	45
Presión máxima (bar)	41

¹Umbral de corte molecular (Molecular-weight cut off)

Gracias a los conocimientos previos adquiridos en el equipo de investigación (Cifuentes-Cabezas et al., 2023), se escoge esta membrana, ya que rechaza los polifenoles de interés y se obtiene una densidad de flujo de permeado relativamente elevada, consiguiendo de esta manera el objetivo de esta etapa, concentrar los compuestos fenólicos.

4.3.2. Procedimiento experimental

4.3.2.1. Acondicionamiento y compactación de la membrana de nanofiltración

El procedimiento para el acondicionamiento de la membrana de nanofiltración es el mismo que el explicado previamente para la membrana de ultrafiltración. De esta manera, se acondiciona la membrana introduciéndola en agua osmotizada durante 24 horas.

Después de hidratarla, se colocó la membrana dentro de la celda, orientando la cara activa hacia arriba, es decir, hacia donde se introdujo la alimentación. Posteriormente, se cerró la celda de manera firme para prevenir fugas de presión.

Luego, se llevó a cabo la compactación de la membrana utilizando agua destilada con una presión transmembranal de 9,5 bar. En este paso se utilizaron presiones por encima de las de trabajo que se utilizaron en los posteriores ensayos, siendo esos ensayos a presiones entre 5-9 bares. La compactación finaliza cuando se observa que el flujo de permeado se estabiliza.

4.3.2.2. Permeabilidad de la membrana de nanofiltración

Para la caracterización de la membrana se calculó su permeabilidad, de acuerdo con la Ecuación 8. Se midió la densidad de flujo de permeado (J_w) a distintas presiones transmembranales (TMP), considerando un rango de presiones de 5 a 9 bar.

4.3.2.3. Ensayos de nanofiltración

A continuación, se llevó a cabo el tratamiento del permeado conseguido en el proceso de ultrafiltración, con el objetivo de concentrar los compuestos fenólicos, previamente purificados durante el proceso de ultrafiltración.

Se llevaron a cabo tres ensayos a presiones de 5, 7 y 9 bares, con el fin de determinar las condiciones óptimas que proporcionen los mejores resultados. Estas condiciones seleccionadas permitirán realizar el ensayo con mayor eficacia y obtener los mejores rendimientos.

Cada ensayo finalizó cuando se alcanzó un FRV de 2,5, considerando la presión como única variable crítica evaluada en la comparación de los tres experimentos. Desde el inicio del ensayo en la celda de nanofiltración, se monitoreó la densidad de flujo de permeado en relación con el FRV. Debido a que la celda está cerrada, se recogieron muestras del rechazo una vez a finalizado el ensayo. A su vez, se recogieron varias muestras de permeado en el rango de FRV de 1 a 2,5.

4.3.2.4 Limpieza de la membrana de nanofiltración

La planta opera de manera continua, por lo que, una vez finalizado el ensayo, es imprescindible realizar un enjuague o limpieza de la membrana para poder reutilizarla. Para ello, se vacía la celda del rechazo obtenido y se introduce agua de red para limpiar todo el sistema y eliminar los residuos acumulados. El agua de red se mantuvo en agitación dentro de la celda durante 20 minutos. Posteriormente, se realizó aclarado de 5 minutos con agua destilada para mejorar la limpieza de la membrana. En este caso la membrana quedaba

suficientemente limpia simplemente tras el aclarado con agua, por lo que no fue necesario realizar la limpieza con el detergente Ultrasil 115. La membrana siempre tiene que estar húmeda, por lo que se dejó en contacto con agua osmotizada en la celda hasta la realización del siguiente ensayo. 4.4. Caracterización de las muestras

Tanto en los ensayos de UF como en los de NF, se realizó la caracterización de diversas muestras, incluyendo la disolución de alimentación, el rechazo, el permeado global (representando el producto obtenido a lo largo de todo el proceso) y el permeado instantáneo (correspondiente al momento del proceso en el que se recoge la muestra). Todas las muestras se analizaron al menos por duplicado.

4.4. CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS

4.4.1. Color

La determinación de color se llevó a cabo siguiendo la norma ISO 7887:2011. Este procedimiento implica la evaluación de la absorbancia de la muestra en tres longitudes de onda distintas: 436 nm, 525 nm y 620 nm. La obtención del color se efectuó mediante la Ecuación 9:

$$Color = \frac{A_{436}^2 + A_{525}^2 + A_{620}^2}{A_{436} + A_{525} + A_{620}} \quad \text{Ecuación 9}$$

Para medir la absorbancia se empleó un espectrofotómetro Hach DR6000.

4.4.2. Sólidos totales

Para la determinación de sólidos totales se empleó un volumen específico de muestra, el cual se introdujo en un vaso de precipitados, luego se evaporó dentro de una estufa a una temperatura igual o mayor a 100°C durante 24 horas. A continuación, se colocó el vaso dentro de un desecador durante 10 minutos, para eliminar la humedad que pudiese haber al retirar la muestra de la estufa.

Se pesó la muestra antes ($W_{inicial}$) y después (W_{final}) de introducirla en la estufa con una balanza de precisión AEJ (Kern, Alemania), de manera que, por diferencia de pesos, se determinaron los sólidos totales (mg de sólido/mL de muestra), como se observa en la siguiente ecuación:

$$Sólidos\ totales\ \left(\frac{mg}{mL}\right) = \frac{W_{inicial} - W_{final}}{V_{muestra}} \quad \text{Ecuación 10}$$

Siendo $V_{muestra}$ el volumen de muestra que se introdujo en el vaso de precipitados antes de llevarlo a la estufa.

Cabe destacar que este procedimiento se lleva a cabo para las muestras de rechazo y permeado obtenidas durante el proceso de nanofiltración, con el propósito de calcular el porcentaje de sólidos totales rechazados en el proceso global.

4.4.3. Fenoles totales: método de Folin-Ciocalteu

El método de Folin-Ciocalteu, permite la determinación de los fenoles totales presentes en una muestra. Para llevar a cabo este análisis, se utiliza el reactivo de Folin-Ciocalteu (Sigma-Aldrich). Este reactivo, compuesto por una combinación de wolframato de sodio y molibdato de sodio en ácido fosfórico, reacciona con los polifenoles en un entorno básico, generando un complejo de color azul. La concentración de este complejo se puede medir mediante espectrofotometría a una longitud de onda de 765 nm. La reacción que tiene lugar es de tipo redox, implicando la oxidación de los polifenoles y la reducción del reactivo de Folin.

Para iniciar el ensayo, se mezclaron 6,8 mL de agua destilada con 0,2 mL de la muestra, ya sea sin diluir o previamente diluida. Luego, se agregaron 0,5 mL del reactivo de Folin a cada tubo de ensayo y se agitaron en un baño de ultrasonidos durante 3 minutos. La reacción se inició añadiendo 1 mL de una disolución de Na_2CO_3 al 20% m/v. Después, se dejó que la reacción transcurriera durante una hora en ausencia de luz, y, finalmente se midió la absorbancia a 765 nm.

Esta medida se cuantificó con una recta patrón elaborada a partir de disoluciones de tirosol (en el rango 15-500 mg/L) que permitió determinar la concentración de los compuestos fenólicos totales de la muestra en mg de tirosol/L. El espectrofotómetro utilizado para medir la absorbancia fue el mismo que se utilizó para medir el color.

4.4.4. Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La DQO representa la cantidad de oxígeno disuelto requerido para oxidar la materia orgánica presente en una muestra. Se puede interpretar como la cantidad de materia orgánica presente en el extracto. Para cuantificar este parámetro se empleó un kit UN3316 de la marca Merck Chemicals, determinando fotométricamente la DQO de cada muestra. El reactivo empleado para la determinación es dicromato de potasio y, como catalizador, sulfato de plata.

4.4.5. Determinación del pH y conductividad

La conductividad hace referencia a la concentración de iones presentes en la muestra. Se determinó con un conductímetro GLP 31+ de Crison (número de serie: 91310).

El pH evalúa la acidez de la muestra y se determina con un pH-metro GLP 21+ de Crison (número de serie: 91904).

4.4.6. Determinación de perfil fenólico

Se evaluó el perfil fenólico de las corrientes derivadas de la membrana UP005 mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas (LC-MS). Para ello, se aplicó una metodología previamente optimizada (Sánchez-Arévalo et al., 2022). Las muestras se filtraron utilizando filtros de 0,2 μm (ThermoFisher, EEUU) y los analitos se separaron empleando un equipo LC 1260 Infinity II (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, USA) equipado con una columna Zorbax Extend C18, de dimensiones 4,6 \times 100 mm, 1,8 μm (Agilent Technologies, EEUU). Para realizar el gradiente de las fases móviles se emplearon acetonitrilo y agua acidificados (que contenían un 0,5% (v/v) de ácido acético). Este instrumento se acopló a un

espectrómetro de masas 6546 (Agilent Technologies, EE.UU.) con un analizador de cuadrupolo-tiempo-de-vuelo (QToF), trabajando en polaridad negativa. Se empleó electrospray (ESI) como interfaz.

Las muestras se inyectaron al menos por duplicado. Los compuestos fueron cuantificados mediante calibración externa, empleando patrones de ácido cítrico, tirosol, ácido cafeico (VWR International, USA), hidroxitirosol, ácido *p*-cumárico, oleuropeína, decarboximetil oleuropeína aglicona y ácido hidroxioctadecanoico (Sigma Aldrich, USA), preparados en un rango entre 0,1 – 100 mg/L. De esta manera, una vez obtenido el perfil fenólico, se calculó el porcentaje de rechazo de cada compuesto fenólico.

CAPÍTULO 5. RESULTADOS

En este capítulo, se presentan los resultados derivados de los experimentos llevados a cabo con las membranas de ultrafiltración UP020 y UP005, y los ensayos de nanofiltración con la membrana NF270. En primer lugar, se detalla la caracterización de la corriente de alimentación. Luego, se examinan los resultados de los ensayos de compactación y se muestra la determinación de la permeabilidad hidráulica inicial. A continuación, se exponen los resultados experimentales de los ensayos realizados bajo concentración variable, incluyendo los gráficos de variación de la densidad de flujo de permeado con el tiempo y los coeficientes de rechazo de los parámetros estudiados (DQO, compuestos fenólicos y sólidos totales). Tras el análisis de estos resultados, se argumenta la selección de la mejor membrana en el proceso de ultrafiltración. Finalmente, se presentan los resultados de los diferentes ensayos de nanofiltración para escoger las mejores condiciones de operación.

5.1. CARACTERIZACIÓN DE LA CORRIENTE DE EXTRACTO ACUOSO DE ALPERUJO

El extracto de alperujo fue obtenido mediante una extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos en agua osmotizada, previamente descrito. El extracto, que se utilizó como alimentación en la planta de ultrafiltración, se caracterizó antes de realizar dichos ensayos. Los resultados se recogen en la Tabla 6.

Tabla 6. Características del extracto acuoso del alperujo.

Parámetro	Concentración
DQO ¹ (mg/L)	8290 ± 548
Sólidos totales (mg/mL)	9.05 ± 0.05
Contenido fenólico total (mg tirosol/kg alperujo)	3970 ± 80
pH	5.4 ± 0.1
Conductividad (µS/cm)	1642 ± 18

¹Demanda Química de Oxígeno

Como se puede observar, el contenido de DQO y sólidos totales es considerable, por lo que es necesario realizar un proceso de ultrafiltración para purificar el contenido fenólico extraído. También se observa una elevada concentración de compuestos fenólicos en el extracto de 397 ± 8 mg tirosol/L, lo que justifica la utilización de este residuo como fuente de moléculas de elevado valor añadido. En cuanto al ligero carácter ácido del extracto, concuerda con las propiedades del alperujo (Alburquerque et al., 2004). Además, su conductividad, 1642 ± 18 µS/cm, es elevada, si se tiene en cuenta que la conductividad del agua para consumo humano se encuentra entre 900 y 1200 µS/cm (EVHSA, 2024).

Se han identificado cuatro familias químicas de compuestos fenólicos: secoiridoides, fenoles simples, ácidos fenólicos y aldehídos, y flavonoides, mediante el análisis utilizando LC-MS. La Figura 8 refleja un ejemplo del cromatograma obtenido del análisis de un extracto acuoso de alperujo. Este extracto fue obtenido tras 45 minutos de agitación y aplicación de ultrasonidos,

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

a 40°C. Las señales en la Figura 8 representan cada uno de los compuestos fenólicos extraídos presentes en la muestra analizada.

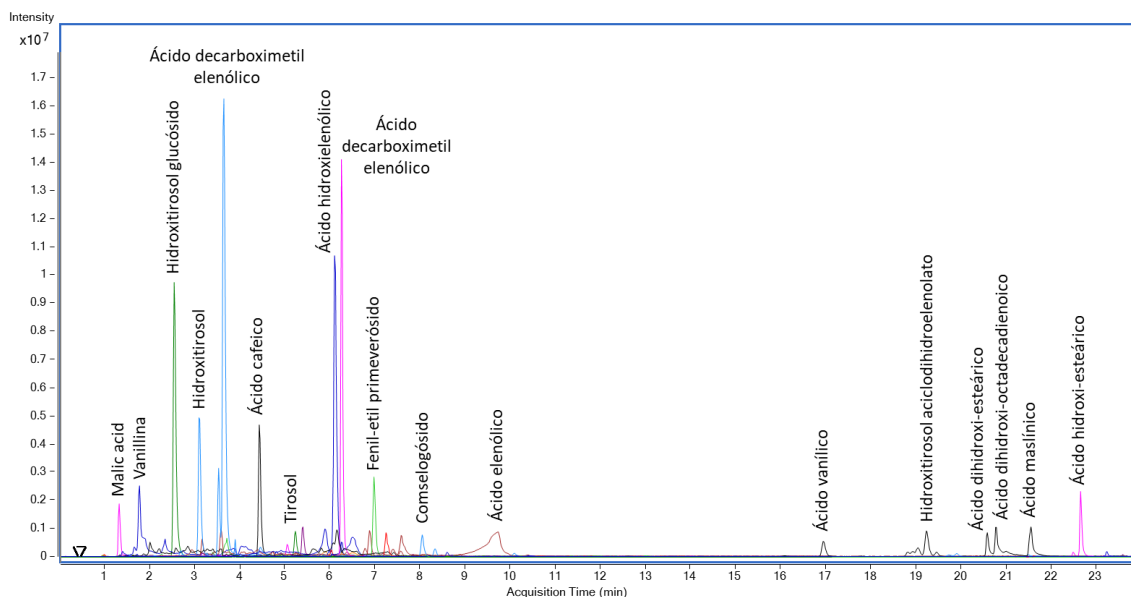


Figura 8. Ejemplo de cromatograma de un extracto acuoso de alperujo.

Tabla 7. Concentraciones de los compuestos fenólicos presentes en el extracto acuoso de alperujo.

Compuesto	Concentración (mg/L)	SD ¹
Hidroxitirosol glucósido	1,08	0,02
Hidroxitirosol	1,20	0,02
Tirosol	1,37	0,08
Vanillina	3,34	0,05
Ácido vanílico	3,91	0,02
Ácido cafeico	2,85	0,01
Ácido ferúlico	2,81	0,00
Ácido elenólico	18,74	0,02
Ácido hidroxí-elenólico	29,78	1,52
Ácido aciclodihidroelenólico hexósido	27,15	0,21
Ácido hidroxí-decarboximetil elenólico	117,92	8,76
Ácido elenólico glucósido	18,90	0,03
Ácido decarboximetil elenólico	75,46	5,50
Forma aldehídica del ácido decarboximetil elenólico	33,55	1,55
Hidroxitirosol aciclodihidroelenolato	18,52	0,00
Fenil-etil primeverosido	18,56	0,17
Comselogósido	19,41	1,37
Galocatequina	30,18	2,18
Luteolina	0,00	-
Apigenina	0,00	-
TOTAL	424,71	

¹ desviación estándar de las muestras caracterizadas

En este cromatograma, se ha retirado la m/z 185.0829 que se relaciona con un ácido orgánico, m/z 191.0555 que corresponde a ácido quínico y m/z 199.0607 que pertenece al ácido hidroxidecarboximetil elenólico. Estos son picos muy intensos y, por la escala del cromatograma, impiden ver otros picos que son menos intensos, de manera que se han sustraído dichos picos para poder ver de mejor manera el resto de los compuestos en el cromatograma. En la Tabla 7 se pueden observar las concentraciones de cada compuesto fenólico obtenidas a partir del cromatograma de la Figura 8. La familia predominante es la de los flavonoides, como se puede observar.

5.2. ULTRAFILTRACIÓN

Como se ha mencionado anteriormente, durante los ensayos de ultrafiltración se registró la variación de la densidad del flujo de permeado con el tiempo. Teniendo en cuenta que, durante los ensayos, no se recirculaba la corriente de permeado, el tiempo transcurrido está relacionado directamente con el FRV, lo que proporciona un resultado más interesante para analizar los procesos de separación mediante membranas. A continuación, se presentan los resultados obtenidos para las dos membranas estudiadas en la etapa de ultrafiltración.5.2.1. Compactación de las membranas La compactación de la membrana UP020 se realizó a una TMP de 2.7 bar y velocidad tangencial de 1.5 m/s, mostrándose los resultados en la Figura 9. Se observa que la densidad de flujo de permeado fue estable desde el inicio del proceso, alcanzando un valor promedio de $190,95 \pm 2,32 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ pasados 30 minutos de ensayo.

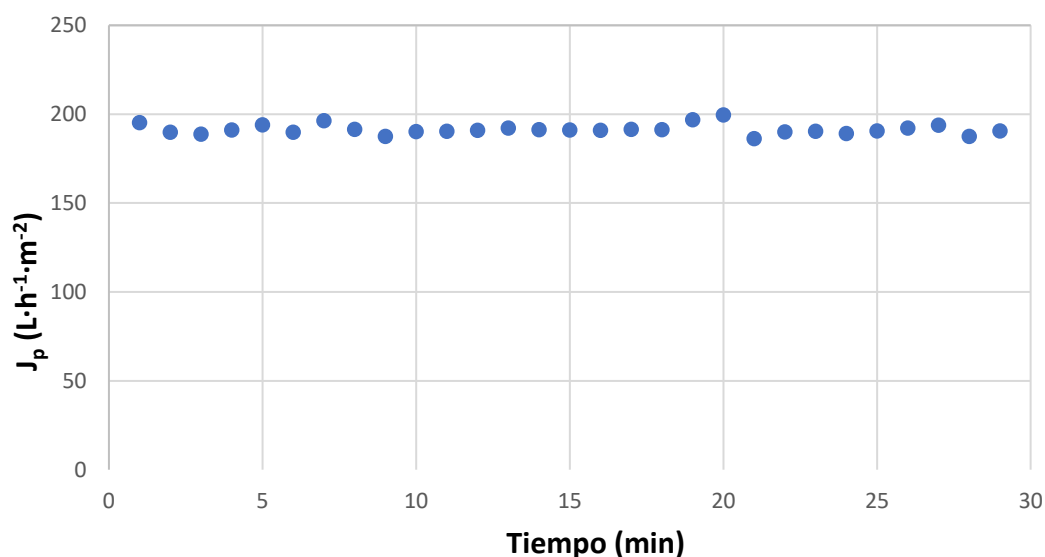


Figura 9. Evolución de la densidad de flujo de permeado con el tiempo durante la compactación de la membrana UP020 (2,7 bar y 1,5 m/s).

La Figura 10 muestra los resultados de la compactación de la membrana UP005 bajo una TMP de 2,7 bar y una velocidad tangencial de 1,5 m/s. Después de 74 minutos, la densidad de flujo de permeado se estabilizó alrededor de $40,99 \pm 0,19 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$. En comparación con la membrana UP020, se registra un flujo inferior, debido al tamaño inferior de los poros. Durante

el proceso de compactación se observa cómo el flujo disminuye aproximadamente en $10 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$. Esta disminución se debe a la compactación de la capa activa de la membrana por presión ejercida sobre ella.

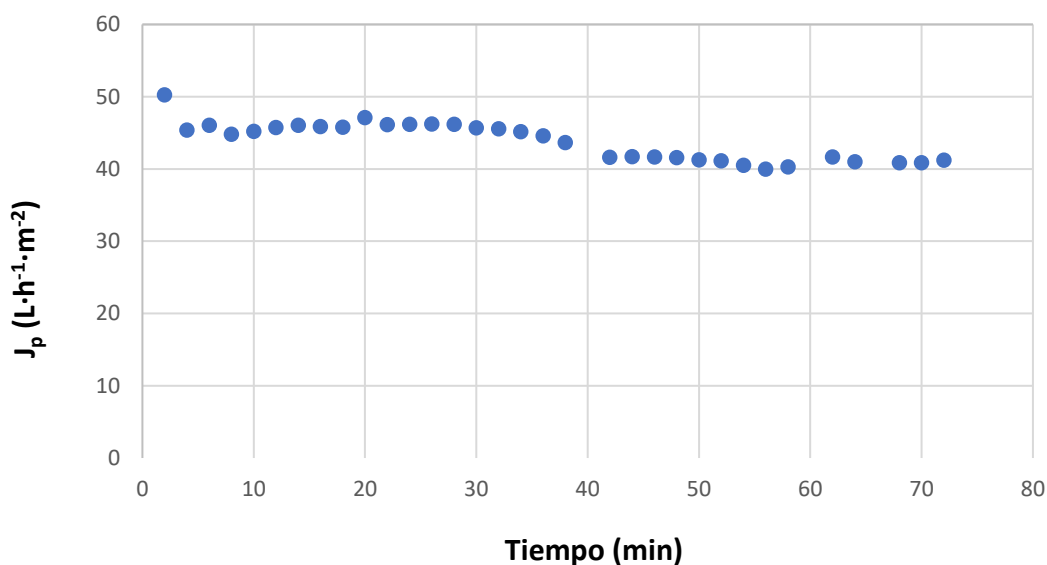


Figura 10. Evolución de la densidad de flujo de permeado durante la compactación de la membrana UP005 (2,7 bar y 1,5m/s).

5.2.2. Permeabilidad inicial de las membranas

La Figura 11 muestra la relación entre los valores de densidad de flujo de permeado y TMP para calcular la permeabilidad hidráulica de la membrana UP020. Al aplicar la Ecuación 8 y realizar un ajuste lineal de los 4 puntos conseguidos, se obtiene un valor de permeabilidad de $77,193 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$, con un coeficiente R^2 de 0,994. Comparando con las especificaciones del proveedor, la permeabilidad es correcta, ya que se especifica que la permeabilidad debe ser mayor a $70 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$, consiguiendo en el ensayo un valor superior.

Por otro lado, se obtiene la permeabilidad de la membrana UP005 a partir de los resultados mostrados en la Figura 12. Se utilizaron las mismas condiciones que para la membrana UP020, y, como era de esperar, la permeabilidad es inferior, debido al menor tamaño de poro, lo que conlleva un menor flujo de permeado. Finalmente, se obtiene un valor de permeabilidad de $15,39 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$, con un coeficiente R^2 de 0,9995. La permeabilidad está acorde con la hoja de especificaciones del fabricante, en la que se refleja una permeabilidad al agua osmotizada de $10 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$.

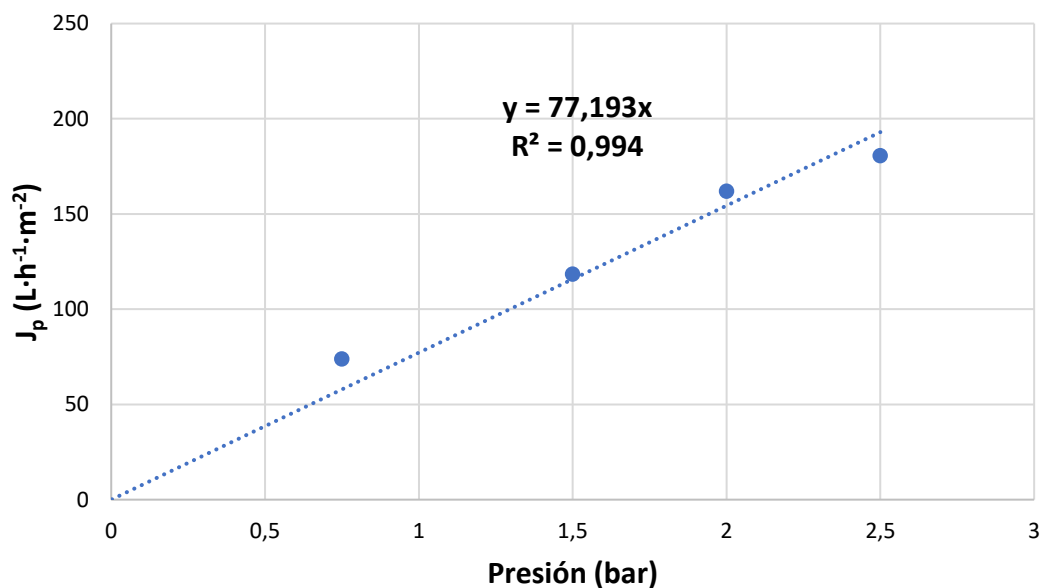


Figura 11. Permeabilidad inicial de la membrana UP020 al agua osmotizada.

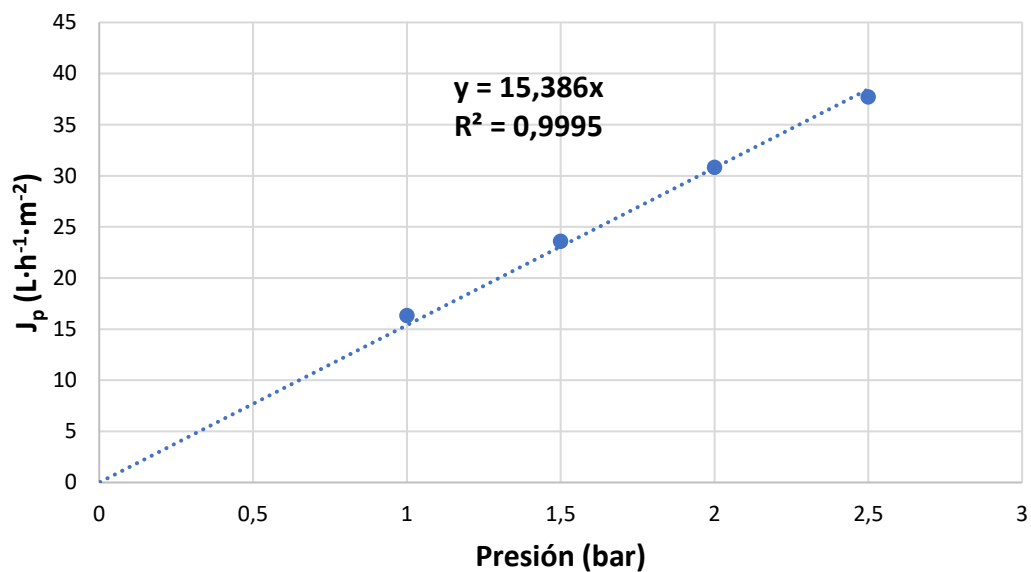


Figura 12. Permeabilidad inicial de la membrana UP005 al agua osmotizada.

5.2.3. Ensayos con extracto acuoso de alperujo

5.2.3.1. Evolución de la densidad de flujo de permeado

Una vez caracterizadas las membranas de UF, se realizaron ensayos con el extracto acuoso obtenido después de la extracción sólido-líquido. Los resultados de la evolución de la densidad de flujo de permeado con el FRV se muestran en las Figura 13 y 14, para una presión transmembranal de 2,5 bar y velocidad tangencial de 1,5 m/s a 25°C.

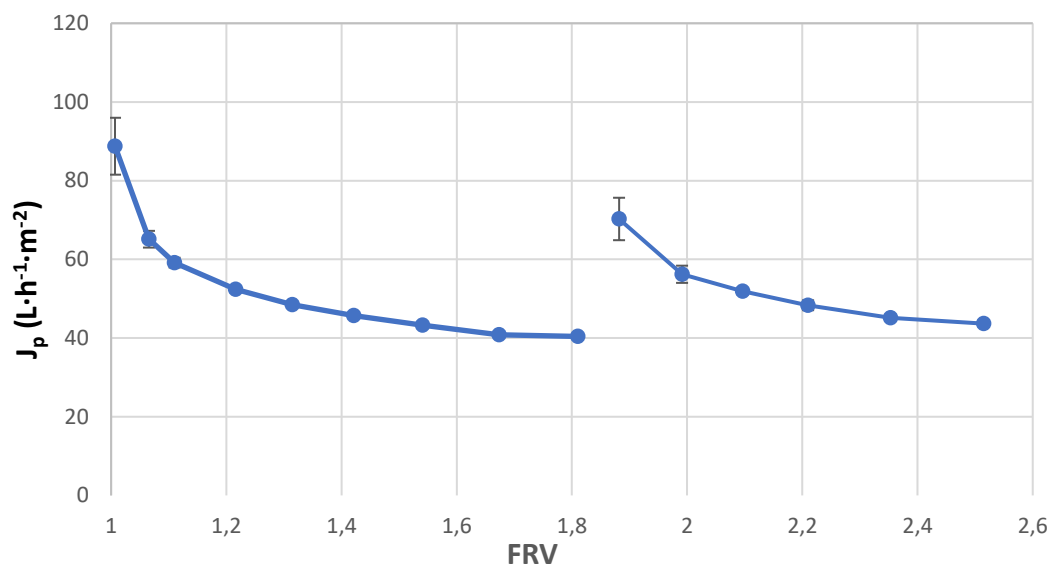


Figura 13. Evolución de la densidad de flujo de permeado con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo, utilizando la membrana UP020 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).

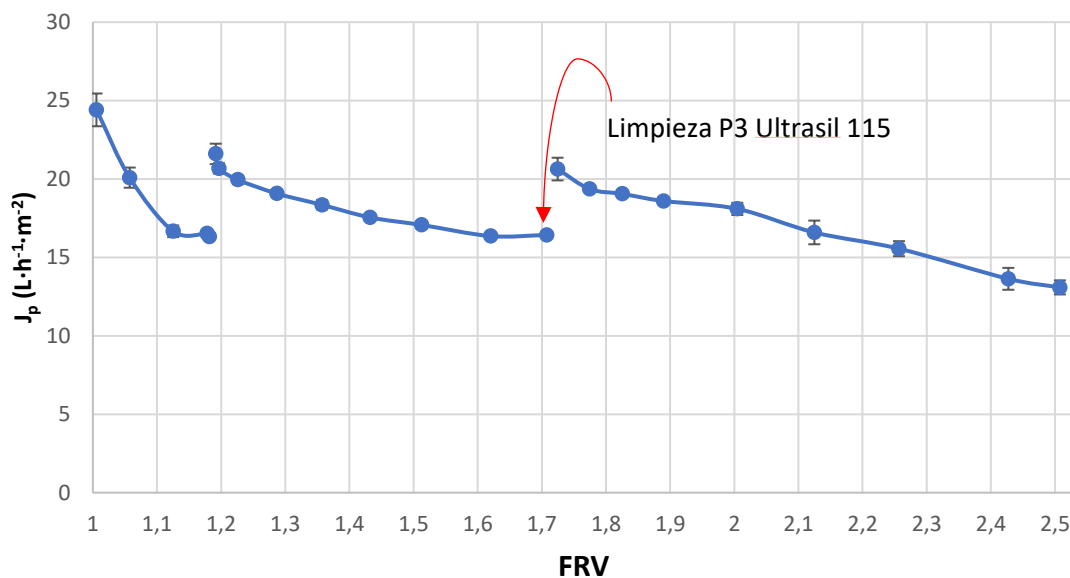


Figura 14. Evolución de la densidad de flujo de permeado con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo, utilizando la membrana UP005 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).

Se puede ver cómo disminuye la densidad de flujo de permeado conforme aumenta el FRV, observándose este efecto más pronunciado al inicio de los ensayos, principalmente debido al ensuciamiento inicial de las membranas y la formación de una capa con los sólidos rechazados sobre su superficie.

El estudio con la membrana UP020 se realizó en dos días, debido al elevado flujo de permeado. Tras el marcado descenso inicial de la densidad de flujo de permeado, esta tiende a estabilizarse con el paso del tiempo, llegando a alcanzar un FRV de 2,5 con un valor de densidad de flujo de permeado de $43,67 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$. No se requirió llevar a cabo una limpieza utilizando P3 Ultrasil 115 diluido al 1% v/v (proceso detallado previamente en la sección 4.2.2.4.), dado que no se advirtió una disminución en la permeabilidad hidráulica de la membrana después de realizar el ensayo. Esta observación podría atribuirse a que el tamaño de poro de la membrana es muy diferente al tamaño de los solutos presentes en la muestra, de modo que no se produce ensuciamiento por bloqueo de poros, lo que causaría un descenso muy significativo de la densidad de flujo de permeado y una mayor dificultad para realizar la limpieza. Únicamente se realizó un enjuague con agua osmotizada al final de la jornada de trabajo, lo que fue suficientemente eficaz para eliminar la capa de torta de la membrana UP020 y restablecer la permeabilidad inicial. Aunque la densidad de flujo de permeado disminuyó considerablemente desde el inicio hasta el final del ensayo, de $88,75 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ a $43,66 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$, esto no impidió conseguir finalmente un FRV de 2,5 en un tiempo de ensayo razonable y sin requerir limpieza una intermedia.

Por otro lado, debido al menor tamaño de poro de la membrana UP005, el ensayo requirió tres jornadas de trabajo diferentes para alcanzar el FRV de 2,5. Durante el segundo día de trabajo, se llevó a cabo una limpieza utilizando P3 Ultrasil 115 diluido al 1% v/v al finalizar el ensayo de dicho día, debido al descenso de la densidad de flujo de permeado. Además, se calculó el índice de ensuciamiento mediante la Ecuación 6, siendo este de un 19%. En la Tabla 8 se puede observar la evolución del índice de ensuciamiento con el FRV y el posterior a la limpieza del segundo día.

Tabla 8. Índice de ensuciamiento durante los días del ensayo, así como antes y después de la limpieza con P3 Ultrasil 115 al 1%.

Ensayo UP005	Índice de ensuciamiento (%)
1 día → FRV 1,2	2,12%
2 día → FRV 1,7	18,89%
2 día después de limpieza con Ultrasil 115	2,26%

Este aumento del índice de ensuciamiento con el FRV se debe a la obstrucción de los poros y a la formación de la torta en la superficie de la membrana. Los motivos de ensuciamiento pueden deberse a que los compuestos rechazados tengan tamaño similar a los poros de la membrana, de manera que se obstruyen, disminuyendo así la densidad de flujo de permeado.

Una vez alcanzado el FRV de 2 con la membrana UP005, la densidad de flujo de permeado disminuye drásticamente. Este suceso se puede deber a la progresiva concentración de la alimentación, lo que produce un mayor ensuciamiento en la membrana. En cambio, debido al menor tamaño de poro el flujo solo disminuye de $24,4 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ a $13,09 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$.

Con los resultados obtenidos en los ensayos de ultrafiltración se puede concluir que con la membrana UP020 se obtienen valores de densidad de flujo de permeado mayores y menor

ensuciamiento. Mientras que con la membrana UP005 se observa un ensuciamiento bastante más elevado y menor densidad de flujo de permeado.

5.2.3.2. Caracterización de las corrientes

La fase de ultrafiltración tiene como principal objetivo eliminar una gran cantidad de materia orgánica total y permitir que los compuestos fenólicos pasen al permeado para su purificación. En las Figuras 15 y 16, se muestra cómo varían los porcentajes de rechazo para la DQO y el contenido fenólico utilizando las membranas UP005 y UP020.

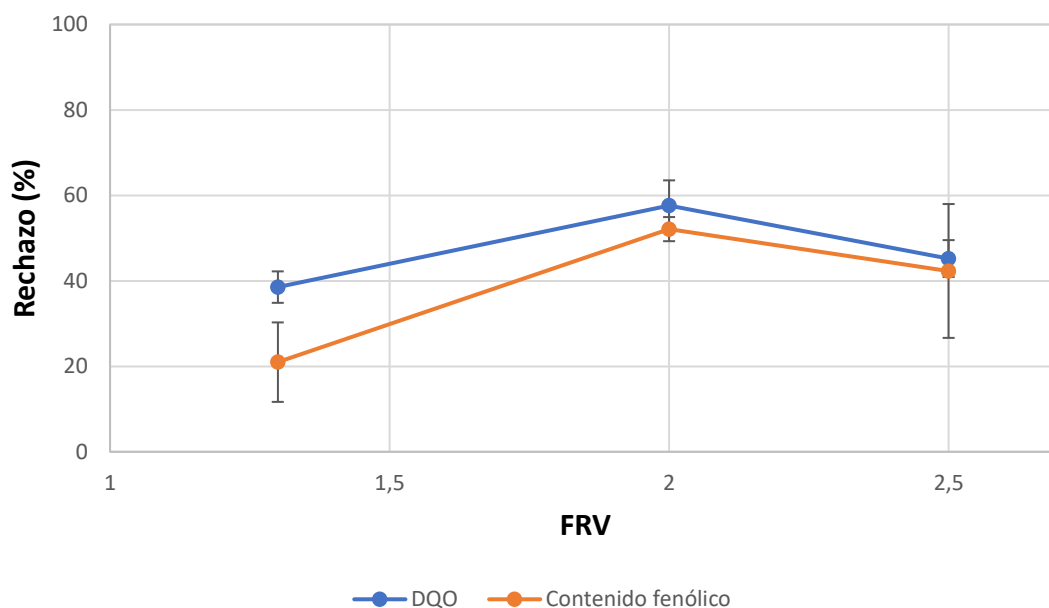


Figura 15. Evolución de los porcentajes de rechazo con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo utilizando la membrana UP020 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).

Observando los resultados, se ve un aumento significativo del rechazo para valores de FRV entre 1,3 y 2, lo que concuerda con los resultados obtenidos en el apartado anterior, ya que el rechazo aumenta debido al ensuciamiento de la membrana. Por otro lado, la disminución del porcentaje de rechazo entre los valores de FRV de 2 y 2,5 puede ser debido al aumento de la concentración en el lado de la alimentación debido al fenómeno de polarización por concentración. La diferencia entre el rechazo a la DQO y a los compuestos fenólicos no es muy significativa, teniendo en cuenta las barras de error, por lo que la separación no es muy buena.

Por esta razón, se opta por llevar a cabo los mismos ensayos utilizando la membrana UP005, que tiene un corte molecular menor y, por lo tanto, es más efectiva para rechazar una mayor cantidad de materia orgánica. Un rechazo máximo de DQO del 57,6% no es suficiente para considerar que con esta membrana se ha logrado el objetivo principal de esta etapa, es decir, separar la materia orgánica no deseada de los compuestos fenólicos en el permeado, si bien los compuestos fenólicos también son compuestos orgánicos que contribuyen a la DQO.

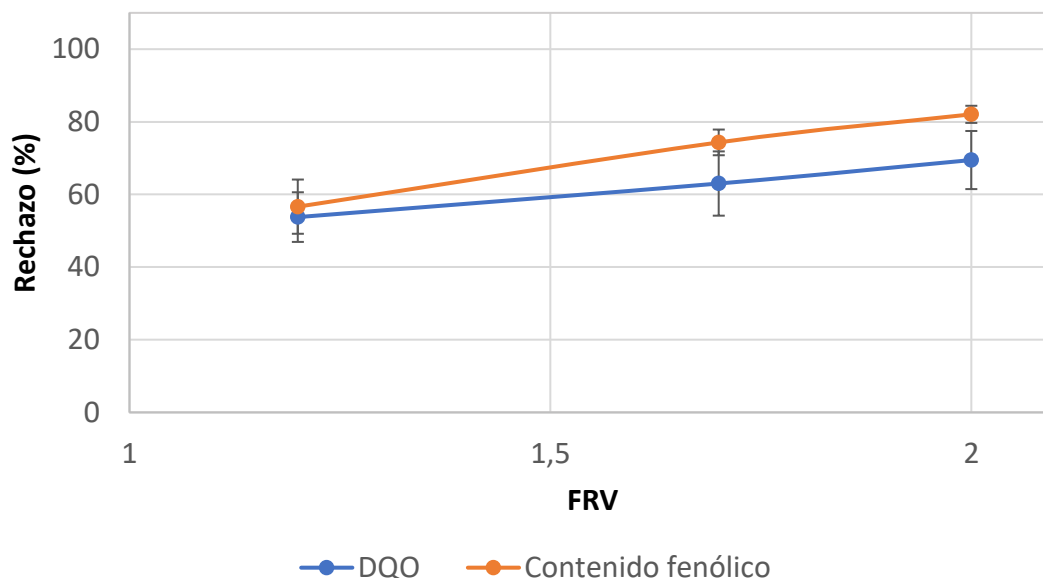


Figura 16. Evolución de los porcentajes de rechazo con el factor de reducción de volumen (FRV) durante el ensayo de ultrafiltración con el extracto de alperujo utilizando la membrana UP005 (2,5 bar, 1,5 m/s y 25°C).

En el caso de la membrana UP005, se evidencia un progresivo aumento en el porcentaje de rechazo a la DQO conforme aumenta el factor de reducción de volumen. Este incremento gradual se relaciona con el ensuciamiento de la membrana, el cual, de acuerdo con el apartado 5.2.3.1. se observa que ha sido mayor que en la membrana UP020, lo que condujo a un rechazo a la DQO del 70% al alcanzar un FRV igual a 2, un valor considerado como satisfactorio considerando el objetivo de este proceso. Además, se observó un rechazo inesperadamente alto de compuestos fenólicos utilizando la membrana UP005. Este hallazgo motivó la realización de un análisis más exhaustivo sobre el contenido fenólico presente en las corrientes derivadas de la membrana UP005. Los resultados detallados de este análisis se presentan en la Figura 17, proporcionando una perspectiva más completa sobre el comportamiento de la membrana en relación con los compuestos fenólicos.

Se procedió al análisis de la corriente de permeado obtenida mediante la membrana UP005 utilizando LC-ESI-qTOF-MS, con el fin de identificar los compuestos individuales presentes en la muestra y determinar el grado de rechazo de cada uno de ellos. Este enfoque de caracterización permitió obtener información más detallada en comparación con la metodología de Folin-Ciocalteu, la cual proporcionaba únicamente un valor de rechazo global. Durante el análisis, se identificaron cuatro categorías principales de compuestos fenólicos en las muestras. Estas incluyeron fenoles simples (tirosoles, hidroxitirosoles y glucósidos de hidroxitirosoles), ácidos fenólicos y aldehídos (vainillina, ácido vanílico, ácido cafeico y ácido ferúlico), secoiridoides (ácido elenólico, ácido hidroxil-eLENÓLICO, ácido aciclodihidroelenólico, ácido hidroxil-decarboximetil elenólico, glucósido de ácido elenólico, ácido decarboximetil elenólico, forma aldehídica del ácido decarboximetil elenólico, acyclodihydroelenolato de

hidroxitirosol, feniletíl primeverósido y comsellogósido), y flavonoides (galocatequina, luteolina, apigenina).

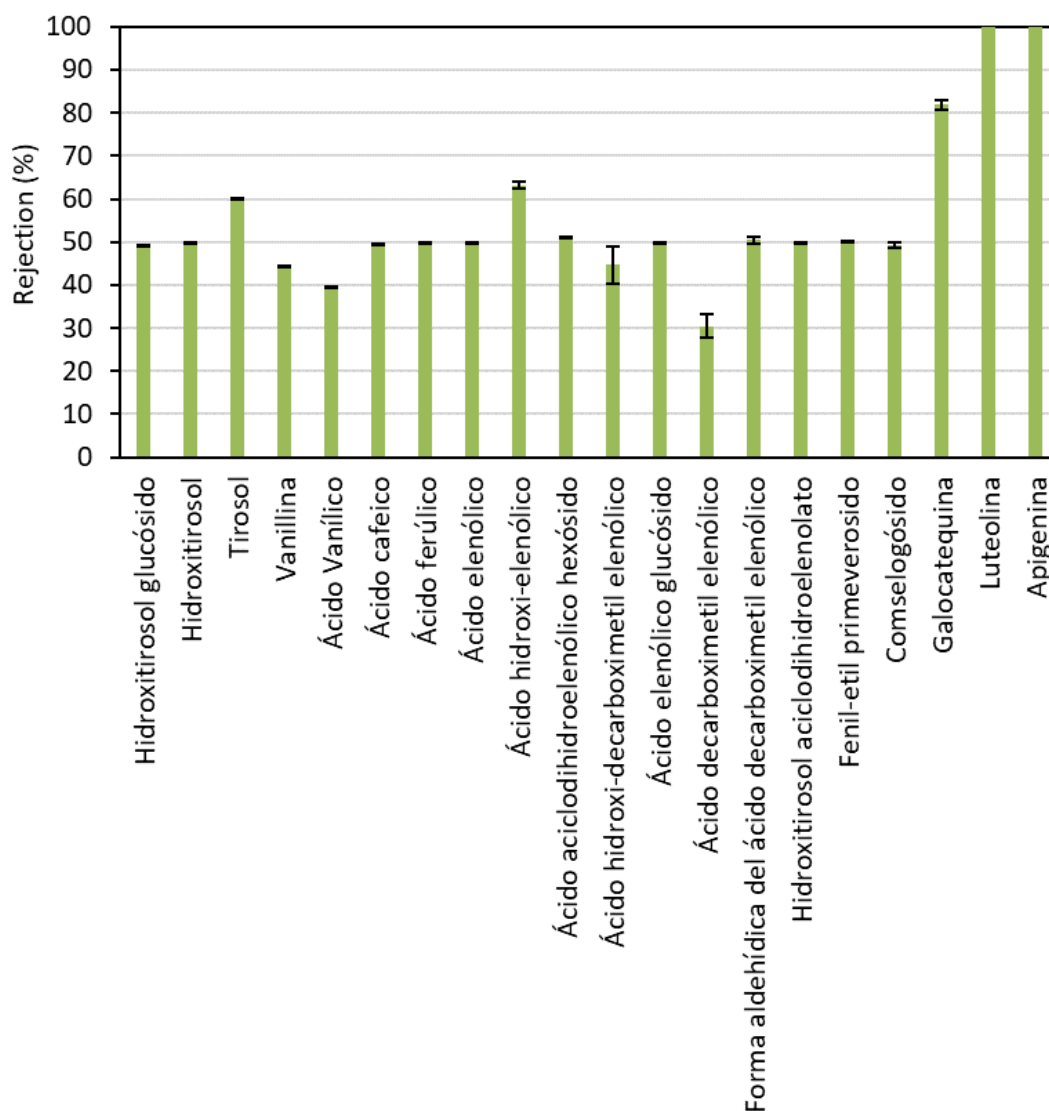


Figura 17. Rechazo a cada compuesto fenólico detectado en el extracto de alperujo, obtenido con la membrana UP005 a un FRV de 2. Las condiciones operativas fueron 1,5 m/s y 2,5 bar.

La Figura 17 muestra un rechazo notablemente alto de flavonoides con la membrana UP005, superando el 80%, en comparación con otros compuestos. Esto demuestra que la membrana UP005 logró el fraccionamiento de los polifenoles presentes en el alperujo. Mientras que los flavonoides, junto con una gran parte de la DQO del extracto inicial fueron retenidos, los fenoles simples, los ácidos fenólicos y aldehídos, y los secoiridoides se recuperaron en el permeado. Estas moléculas son de gran interés en la actualidad debido a sus diversas aplicaciones nutracéuticas, farmacéuticas y cosméticas. Es notable que el ácido vanílico y el ácido decarboximetil elenólico fueron los compuestos menos rechazados, como se ilustra en la

Figura 17. La obtención de un permeado enriquecido en estos dos compuestos es altamente relevante, debido a las propiedades bioactivas asociadas a estas moléculas.

5.2.4. Elección de la membrana

Para escoger la membrana más adecuada para realizar el proceso de ultrafiltración se han analizado en conjunto los valores de rechazo y densidad de flujo de permeado de cada membrana.

Por un lado, al obtener mayor flujo de permeado y realizar el ensayo en menor número de días sin ser necesaria la limpieza con P3 Ultrasil 115, se podría escoger la membrana UP020. Pero, como se ha comentado en el apartado 5.2.3.2., los rechazos obtenidos con dicha membrana no son lo suficientemente elevados para conseguir el objetivo de esta etapa, que es purificar los compuestos fenólicos.

A partir de los resultados derivados de LC-MS se confirma un rendimiento satisfactorio de la membrana UP005, ya que permitió la purificación de valiosos compuestos fenólicos, al retener la materia orgánica y permitir el paso de los compuestos fenólicos de mayor interés industrial. Por lo tanto, se seleccionó la UP005 como la membrana que mejor cumplió con el objetivo de este proceso, consiguiendo el mejor permeado para posteriormente realizar el proceso de nanofiltración.

En la Tabla X se recogen las concentraciones de la corriente de permeado de ultrafiltración que se introducirá en el proceso de nanofiltración.

Tabla 9. Concentraciones del permeado de la ultrafiltración obtenido con la membrana UP005 a 1,5 m/s y 2,5 bar que se introducirá en la planta de nanofiltración.

Parámetros	Concentración
DQO ¹ (mg/L)	3144 ± 203
Contenido fenólico (mg tirosol/L)	108 ± 2,36
pH	5,38
Conductividad (μS/cm)	1153

¹Demanda Química de Oxígeno

5.3. NANOFILTRACIÓN

En el ensayo de nanofiltración, se empleó el permeado de la membrana UP005 como alimentación en la celda, midiendo la variación de la densidad de flujo de permeado con respecto al FRV para la membrana NF270. El objetivo de este proceso, como se ha mencionado anteriormente, es concentrar los compuestos fenólicos.

5.3.1. Compactación y permeabilidad

La compactación de la membrana NF270 se realizó a una TMP de 9,5 bar, mostrando los resultados en la Figura 18, se compararon 2 recortes diferentes. Se observa que la densidad de flujo de permeado se estabiliza a un valor promedio de 54 L·h⁻¹·m⁻² para el primer recorte y 68,18 L·h⁻¹·m⁻² para el segundo recorte, pasados los 126 y 70 minutos de ensayo, respectivamente. Estos valores son distintos, pero esperables cuando se trabaja en el

laboratorio con recortes de membranas planas, debido al pequeño tamaño de dichos recortes. Es importante destacar que la distribución de los poros en las membranas sintéticas no es homogénea en cada recorte, lo que explica la variabilidad en los datos experimentales.

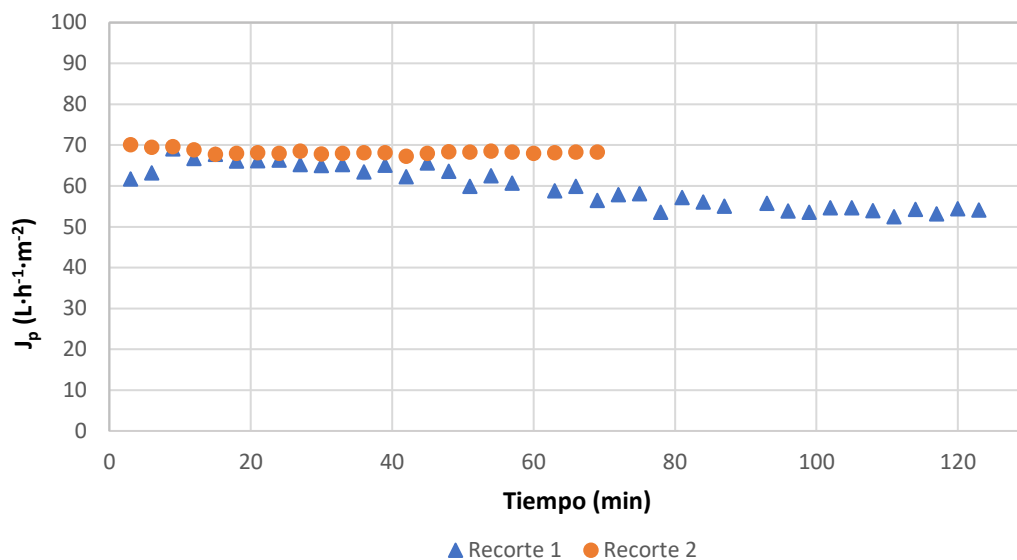


Figura 18. Compactación de los recortes 1 y 2 de la membrana NF270 a una presión transmembranal de 9,5 bar.

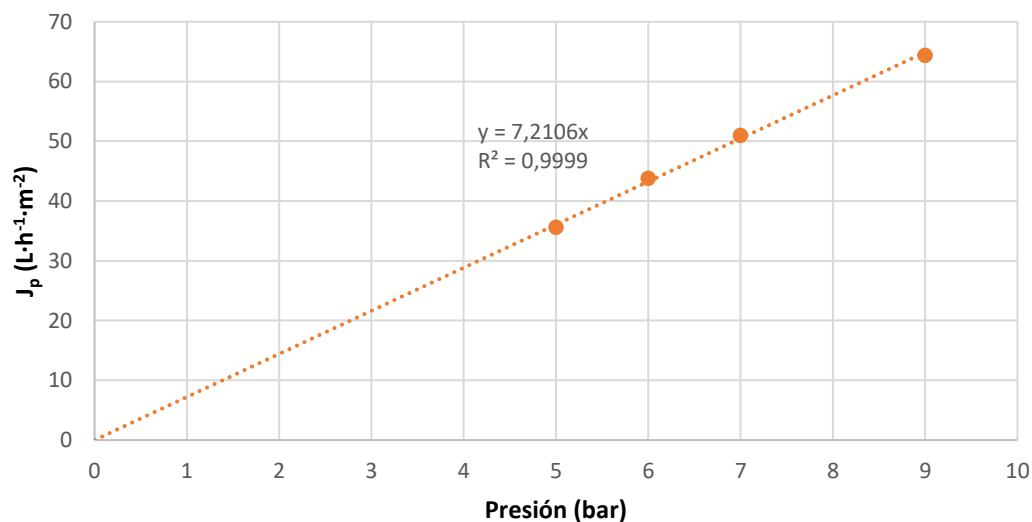


Figura 19. Permeabilidad inicial para el recorte 2 de la membrana NF270 en agua osmotizada.

Por otro lado, en la Figura 19 se representa la recta que permiten calcular la permeabilidad hidráulica para el segundo recorte de la membrana NF270, obteniendo un valor de $7,21 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$ con un coeficiente R^2 de 0,9999. Se puede observar que, para membranas más densas, de menor corte molecular, como es el caso de las membranas de NF en comparación

con las de UF, la permeabilidad inicial es menor, ya que el tamaño de los poros de la matriz polimérica es más pequeño, dificultando más el paso a través de la membrana.

5.3.2. Ensayo con permeado de la ultrafiltración

Tras la compactación y medida de la permeabilidad de la membrana, se realizaron ensayos con el permeado de la UF aplicando tres presiones transmembranales distintas: 5, 7 y 9 bares. Los resultados conseguidos en estos tres ensayos se representan en la Figura 20. Cada uno de los ensayos se prolongó hasta alcanzar un FRV de 2,5.

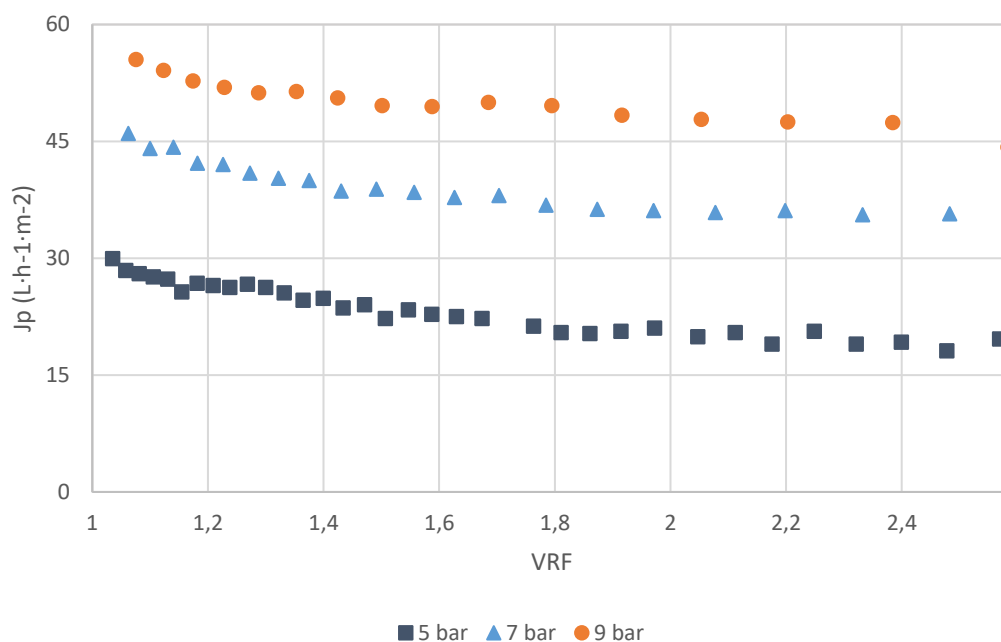


Figura 20. Densidad de flujo de permeado obtenida con la membrana NF270 tras el pretratamiento del extracto con la membrana UP005.

Al emplear la membrana NF270 para tratar el permeado obtenido en el proceso de ultrafiltración con la membrana UP005, se observó un aumento lineal en el flujo de permeado conforme aumentaba la fuerza impulsora, en este caso la presión transmembranal. La caída de la densidad de flujo de permeado es menos pronunciada que en el caso de ultrafiltración, lo que sugiere una menor acumulación de suciedad en la membrana. Se puede atribuir a la alta capacidad de retención de materia orgánica observada durante la etapa de ultrafiltración (Figura 16), lo que resultó en la obtención de un extracto purificado.

La limpieza de la membrana después de cada experimento se llevó a cabo de manera sencilla, mediante un enjuague con agua de red, logrando recuperar el 100% de la permeabilidad hidráulica inicial. Esto permitió emplear la misma membrana en los ensayos realizados a 7 y 9 bares de presión. Los resultados demostraron que se obtuvo un flujo de permeado satisfactorio a todas las presiones evaluadas, aunque se observó una mayor productividad de la membrana a 9 bares. A esta presión, se alcanzó un elevado flujo de permeado, de $44,24 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ a un FRV de 2,5. En términos de densidad de flujo de permeado, la presión más favorable

corresponde a 9 bares, pero se caracterizarán los rechazos obtenidos a cada presión para poder extraer una conclusión acerca de las condiciones de operación más adecuadas.

5.3.3. Caracterización de las corrientes

Para evaluar cuánto se concentraron los compuestos fenólicos después del proceso de nanofiltración, se estudiaron los valores de rechazo obtenidos para los sólidos totales, DQO y contenido fenólico. Estos valores se reflejan en la Figura 21.

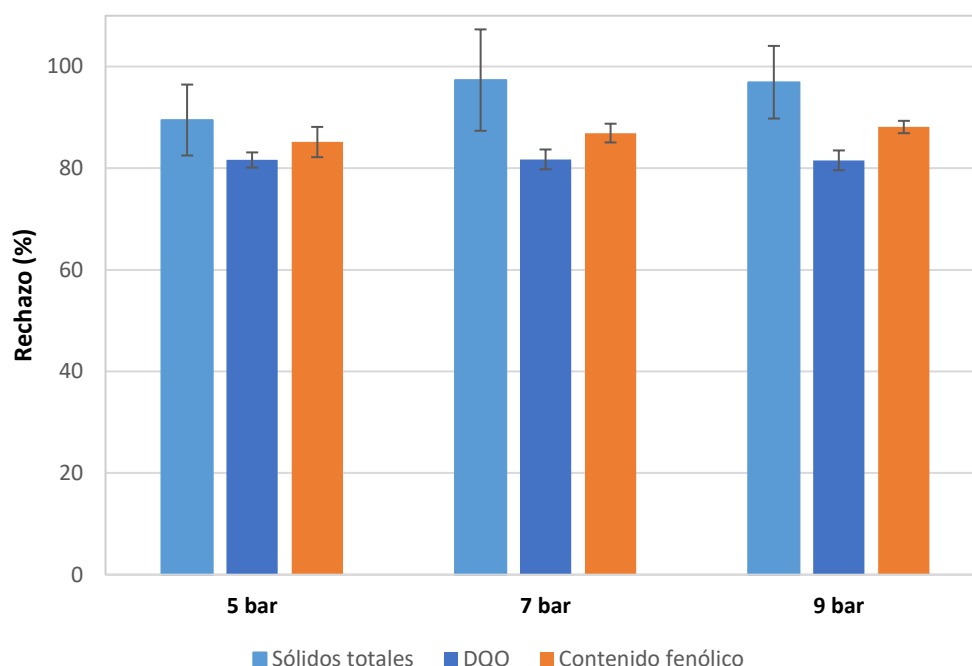


Figura 21. Evolución de los porcentajes de rechazo a diferentes presiones transmembranales a un factor de reducción de volumen (FRV) de 2,5 durante el ensayo de nanofiltración con la membrana NF270, tras el pretratamiento del extracto con la membrana UP005.

La membrana NF270 fue capaz de retener la mayor parte de los solutos presentes en el permeado de la ultrafiltración anterior. Como ya se ha comentado, los polifenoles presentes en la alimentación de la nanofiltración, es decir, el permeado de la ultrafiltración con la membrana UP005, ya estaban purificados. Esto significa que la mayoría de las moléculas orgánicas presentes en esta corriente corresponden a los compuestos fenólicos identificados anteriormente en el apartado 5.2.3. Por este motivo, el rechazo a los sólidos totales, la DQO y los compuestos fenólicos es muy similar, ya que la medición de los sólidos totales y la DQO incluye los polifenoles. También es cierto que se observa una ligera tendencia en aumento del porcentaje de rechazo con la presión, sobre todo en el caso de los sólidos totales y el contenido fenólico, lo que concuerda con lo esperado, debido al significativo incremento de la densidad de flujo de permeado con la presión.

Se obtuvieron rechazos elevados de DQO, sólidos totales y compuestos fenólicos a todas las presiones. Se alcanzaron valores de rechazo máximos y satisfactorios incluso aplicando la presión más baja. Entonces, se podría sugerir la selección de 5 bares para concentrar el

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

extracto purificado de alperujo. Sin embargo, también deben tenerse en cuenta los elevados valores de densidad de flujo de permeado obtenidos a 9 bar. Considerando que el proceso es más productivo a la presión más alta y que no se observó ensuciamiento significativo a dicha presión, se seleccionó la presión de 9 bares para la etapa de concentración.

CAPÍTULO 6. DISEÑO DE UNA PLANTA DE ULTRAFILTRACIÓN Y NANOFILTRACIÓN PARA LA CONCENTRACIÓN DE COMPUESTOS FENÓLICOS

En el siguiente capítulo se plantea el diseño de una planta que integra etapas consecutivas de ultrafiltración y nanofiltración para la obtención de una corriente enriquecida en compuestos fenólicos, a partir de un extracto acuoso de alperujo procedente de la almazara. La planta industrial cuenta con una etapa de purificación, que se consigue mediante el proceso de ultrafiltración, y otra de concentración, utilizando una membrana de nanofiltración, consiguiendo finalmente una corriente concentrada enriquecida en compuestos fenólicos. También se contemplan en el diseño los procesos de limpieza de las membranas.

La instalación está destinada a operar durante un período de tres meses, ya que este es el período principal de recogida y procesamiento de la aceituna para la producción de aceite de oliva. Durante estos meses, las instalaciones funcionarán a pleno rendimiento. La planta tratará un caudal volumétrico de 120 m³/día de extracto acuoso de alperujo. Además, se ha considerado que la planta operará 24 horas al día durante 5 días a la semana.

El proceso completo consta de una extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos, una centrifugación y una filtración a vacío (Moreno, 2020). No obstante, de acuerdo con los objetivos de este TFG, el diseño comienza una vez que se ha obtenido el extracto acuoso de alperujo, el cual se introduce en la planta de ultrafiltración. Finalmente, el permeado de la ultrafiltración se lleva a la planta de nanofiltración, obteniéndose en la corriente de rechazo los compuestos fenólicos concentrados, de acuerdo al diagrama de bloques mostrado en la figura 1. La corriente de permeado de la planta de nanofiltración se empleará para la limpieza de los equipos, ya que es agua con una pureza elevada, coincidiendo también con el disolvente utilizado para realizar la extracción.

6.1. DESCRIPCIÓN DE LA PLANTA INDUSTRIAL PROPUESTA

En la Figura 22 se muestra el diagrama de flujo del diseño que se propone para las etapas de ultrafiltración y nanofiltración de la planta industrial.

El proceso comienza con el extracto acuoso de alperujo como alimentación de la planta de UF, el cual se introduce en el depósito de alimentación (D1) y se dosifica mediante una válvula de compuerta. El extracto acuoso de alperujo se bombea hacia las membranas de UF (M1), donde se realiza la purificación. En este caso, el proceso de membranas se diseñó considerando un modo de operación en continuo con recirculación, llamado en inglés *feed and bleed*. Se realiza una recirculación del 80% del caudal de la corriente de rechazo directamente al módulo de membranas, mientras que el otro 20% se lleva al tanque de rechazo de la UF (D3). Por ello, son necesarias 2 bombas diferentes, una a la salida del depósito de alimentación y otra en la

entrada al módulo de membranas. Se ha introducido un depósito (D2) que recoge el permeado de la planta de UF. Entre el depósito de permeado (D2) y el módulo (M1) se encuentra una bomba para realizar el proceso de *backpulsing* y reestablecer la densidad de flujo de permeado en las membranas, como se ha comentado en el apartado 3.3.6.1.

El depósito de permeado de la planta de ultrafiltración (D2) contiene los polifenoles de interés purificados. El depósito (D2) contiene un sensor de nivel, de modo que, cuando se tenga el volumen de permeado necesario, empezará a operar la planta de nanofiltración. Para conseguir el caudal y la presión necesarias para alimentar el módulo de membranas de nanofiltración (M2) se ha introducido una bomba a la salida del tanque de permeado de la UF (D2). El módulo de membranas de nanofiltración opera en continuo de un solo paso. La selección de este modo de operación se debe a que, puesto que la cantidad de materia orgánica es menor, la polarización por concentración es mucho menos significativa que en el caso de UF, por lo que se opera con menores valores de velocidad tangencial y no es necesario realizar una recirculación. Se ha introducido un depósito para recoger el permeado de la nanofiltración (D4). A la salida de dicho depósito se ha introducido una bomba para poder impulsar el permeado al depósito de aclarado (D8), debido a que el permeado es agua con la pureza adecuada para realizar la limpieza de otros quipos de la planta, como pueden ser equipos de la extracción sólido-líquido, equipos de elaboración de aceite de oliva o para el lavado de aceitunas. El rechazo del módulo de nanofiltración (M2) se recoge en un depósito (D5), correspondiendo a los compuestos fenólicos concentrados, es decir, al producto final del proceso.

En ambos módulos de membranas (M1 y M2) se encuentra un manómetro a la entrada del módulo, otro en la corriente de rechazo y otro en la corriente de permeado. Por lo tanto, se puede controlar la presión transmembranal que hay dentro del módulo.

El proceso de limpieza contiene tres depósitos: el depósito agua residual (D6), el depósito de disolución de limpieza (D7) y el depósito de aclarado (D8). El depósito de disolución de limpieza (D7) tiene un intercambiador de calor para poder alcanzar una temperatura de 25°C, por lo que también tiene un medidor de temperatura. El proceso de limpieza consiste en dos aclarados de 15 minutos con agua, antes y después de utilizar disolución de limpieza. Entre ambos aclarados se realiza una limpieza durante 1 hora en circuito cerrado con la disolución de limpieza que se encuentra en el depósito (D7).

Como se ha comentado anteriormente, en el primer aclarado se utiliza el permeado de la planta de nanofiltración, de manera continua durante 15 minutos. El agua utilizada en el primer aclarado se recoge en el depósito de residuos (D6) y se desecha mediante una válvula de compuerta, debido a la suciedad que se ha extraído de la instalación. Por el contrario, el agua de aclarado posterior a la limpieza se puede reutilizar en el aclarado del siguiente ciclo de limpieza, recirculándolo al depósito de aclarado (D8). Dicho depósito tiene una válvula de compuerta para el caso en que sea necesario realizar su vaciado. La disolución de limpieza se recircula al depósito de limpieza (D7), debido a que dicha disolución se puede utilizar en varios procesos de limpieza. El depósito (D7) tiene un aporte externo y una válvula de compuerta

para poder cambiar la disolución de limpieza cuando esta se agote. Se ha introducido una bomba a la salida de los depósitos de aclarado (D8) y de disolución de limpieza (D7), para poder impulsar el caudal necesario al cabezal rotatorio en la entrada del depósito de la alimentación (D1). También se ha introducido un filtro en la salida, para retener las partículas que se hayan desprendido de los equipos.

Los depósitos de rechazo de la ultrafiltración y nanofiltración (D3 y D4) tienen una salida controlada con una válvula reguladora para poder extraer dichas corrientes. Se han introducido 10 válvulas de tres vías para poder controlar la dirección de las corrientes en caso de que el diseño se encuentre en el proceso limpieza o procesando el extracto acuoso de alperujo.

6.2. CORRIENTE DE ALIMENTACIÓN

La corriente de alimentación para el diseño proviene del proceso de extracción sólido-líquido, siendo dicha alimentación un extracto acuoso del alperujo. Para obtener el extracto se realiza una extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos a 40°C durante 45 minutos. Luego, se realiza un proceso de centrifugación y filtración a vacío para evitar el ensuciamiento de las membranas de ultrafiltración, eliminando la mayoría de sólidos en suspensión. Este proceso se ha descrito de manera más extensa en el apartado 4.1. y se ha diseñado por otros autores en un trabajo previo (Moreno, 2020).

La composición de la corriente de alimentación se ha obtenido a partir de los resultados experimentales de este Trabajo de Fin de Grado (Moreno, 2020) y se recoge en el apartado 5.1. y en la Tabla 6.

6.3. PLANTA INDUSTRIAL DE ULTRAFILTRACIÓN

6.3.1. Condiciones para el diseño

Antes de diseñar la planta, se llevó a cabo un estudio a escala de laboratorio para determinar las condiciones óptimas del proceso y optimizar su funcionamiento. Por lo tanto, como se especifica en el apartado 5.2. las condiciones de operación óptimas son: una **presión transmembranal de 2,5 bar, una velocidad tangencial de 1,5 m/s, una temperatura de 25°C**. Se ha escogido alcanzar un **FRV de 5** basándose en trabajos de otros autores (Russo, C., 2007).

En la planta industrial de ultrafiltración se utilizará la membrana UP005, seleccionada en el apartado 5.2.4, debido a la alta purificación que se consigue de los compuestos fenólicos de interés. Sus especificaciones se encuentran en la Figura 17. Los ensayos de laboratorio se realizaron a concentración variable, es decir, el rechazo se recirculaba a el tanque de alimentación y el permeado era el producto final sin recircularse.

En este caso, se ha escogido que la planta industrial de ultrafiltración trabaje en continuo con recirculación, llamado en inglés *feed and bleed*. Es el modo más utilizado en plantas grandes donde se requieren grandes áreas de membrana, pues tiene la ventaja de operar en modo estacionario y la recirculación proporciona la elevada velocidad tangencial necesaria.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

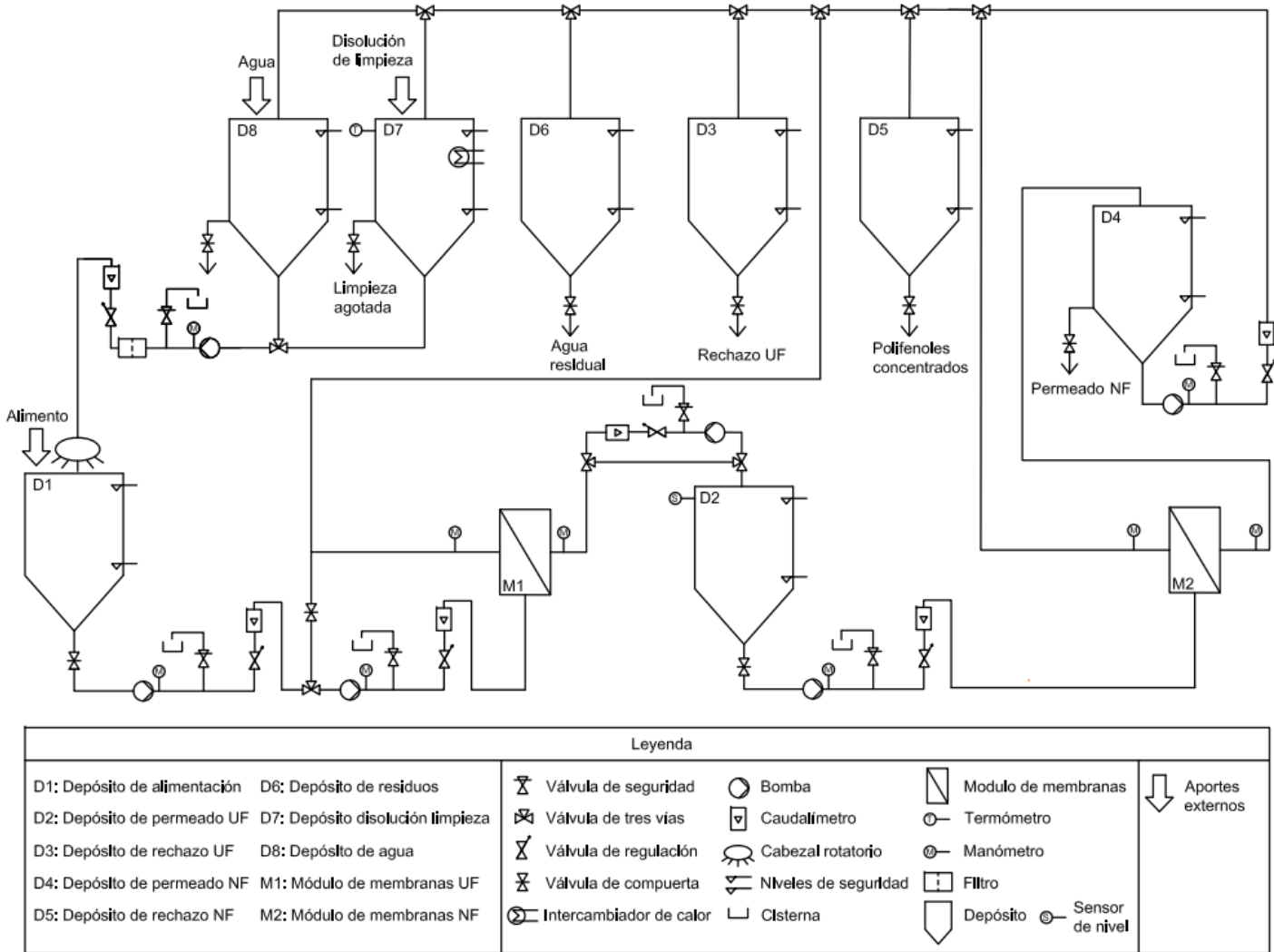


Figura 22. Diagrama de flujo de la planta industrial de ultrafiltración y nanofiltración.

6.3.2. Diseño de la planta de ultrafiltración

En el diseño de la planta de UF, el factor más importante es determinar el área de membrana requerida para lograr la purificación de los compuestos fenólicos. Para calcular el área, se requiere conocer las concentraciones en la corriente de alimentación, el caudal a tratar y el FRV que se quiere alcanzar. En este caso, los datos de la alimentación se basan en el estudio realizado a escala de laboratorio para este TFG, ya que a nivel industrial se utilizará la misma membrana que se empleó en el laboratorio (UP005 Microdyn Nadir), pero con configuración en arrollamiento en espiral.

Las concentraciones de la corriente de entrada a las membranas se encuentran en la Tabla 6, ya mencionada anteriormente. Los porcentajes de rechazo a cada compuesto se recogen en la Figura 16. Los valores de rechazo aumentaban según se alcanzaba un mayor FRV, pero tendían a estabilizarse, por lo que se han escogido los valores de porcentaje de rechazo a un FRV de 2 como valores finales alcanzables a un FRV de 5.

Teniendo en cuenta la Figura 14, en la que se encuentra el ensayo de ultrafiltración realizado con la membrana UP005 a escala de laboratorio, cuando la densidad de flujo de permeado se acerca al valor de $15 \text{ L h}^{-1} \text{ m}^{-2}$, la densidad de flujo se vuelve a recuperar realizando una limpieza. Para recuperar la permeabilidad de la membrana durante el proceso de UF se ha considerado el sistema de *backpulsing*. Este proceso consiste en bombear durante un pequeño periodo de tiempo el permeado en dirección contraria, es decir, pasar parte de la corriente de permeado a través de la membrana en dirección al alimento para que la torta creada sobre la superficie de la membrana se desprenda. De esta manera, el flujo se vuelve a regenerar. Este proceso se repetirá cada vez que el flujo alcance del valor de $15 \text{ L h}^{-1} \text{ m}^{-2}$. El proceso de *backpulsing* es utilizado habitualmente en la industria (Abadi et al., 2011a). Asimismo, se realiza un diseño conservador del área de membrana necesaria, debido a que, para realizar el diseño, se considerará una densidad de flujo de permeado constante igual a $15 \text{ L h}^{-1} \text{ m}^{-2}$.

A la hora de escoger el tiempo que estará en funcionamiento la planta de ultrafiltración, se ha realizado un promedio de cada cuanto tiempo se realizó una limpieza en los ensayos de laboratorio, teniendo en cuenta cuándo se llegaba a una densidad de flujo de permeado de $15 \text{ L h}^{-1} \text{ m}^{-2}$. Se ha concluido que cada 2,25 horas se debe realizar el proceso de *backpulsing* durante 15 segundos a una presión de 2 bares (Abadi et al., 2011a). El tiempo que estará la planta de ultrafiltración trabajando durante un día son 22,5 h, pues la limpieza de la planta de ultrafiltración dura 1,5 horas. Por tanto, el proceso de *backpulsing* se repetirá 10 veces a lo largo del día durante todo el tiempo que dura la etapa de UF.

Los ensayos realizados en el laboratorio se realizaron a una escala pequeña, utilizándose 2 membranas UP005 planas en serie de la marca Microdyn Nadir. Sin embargo, a nivel industrial, los módulos de membrana están enrollados en espiral, porque se requiere una superficie de membrana bastante elevada y son mucho más compactos. Los módulos planos, sin embargo, tienen una superficie específica muy pequeña, por lo que requieren más espacio. Por tanto, el

modelo a escala industrial debe ser el mismo que la UP005 de la marca Microdyn Nadir, pero enrollado en forma de espiral.

Tabla 10. Cálculo del tiempo de funcionamiento de la planta de ultrafiltración durante un día.

Parámetros ensayo laboratorio	Tiempo
Tiempo funcionamiento antes de <i>backpulsing</i> (h)	2,25
Duración de <i>backpulsing</i> (s)	15
Tiempo total de funcionamiento UF (h)	22,5
Tiempo de limpieza (h)	1,5

Como se ha comentado anteriormente, para el cálculo del área de membrana se ha considerado un proceso de *backpulsing*, de modo que se ha estimado que de este modo la densidad de flujo de permeado se mantiene constante en $15 \text{ L h}^{-1} \text{ m}^{-2}$, teniendo en cuenta los resultados obtenidos en los ensayos con la planta de ultrafiltración. Por lo tanto, el área de membrana (A_m) se calculará siguiendo la ecuación 11, teniendo en cuenta el caudal de permeado (Q_p) y la densidad de flujo de permeado (J_p):

$$J_p = \frac{Q_p}{A_m} \quad \text{Ecuación 11}$$

La densidad de flujo de permeado también se puede expresar como $0,339 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{día}^{-1}$. Por otro lado, primero se debe calcular el caudal de rechazo (Q_R), teniendo en cuenta el caudal de alimentación (Q_A) y el FRV. De este modo, posteriormente se calculará el caudal de permeado (Q_p), por medio de las siguientes ecuaciones:

$$FRV = \frac{Q_A}{Q_R} \rightarrow Q_R = 24 \frac{\text{m}^3}{\text{día}} \quad \text{Ecuación 12}$$

$$Q_A = Q_p + Q_R \rightarrow Q_p = 96 \frac{\text{m}^3}{\text{día}} \quad \text{Ecuación 13}$$

De esta manera, se puede calcular el área de membrana necesaria para la planta de ultrafiltración con la ecuación 11:

$$A_m = \frac{Q_p}{J_p} = \frac{96 \frac{\text{m}^3}{\text{día}}}{0,339 \frac{\text{m}^3}{\text{día} \cdot \text{m}^2}} = 283,2 \text{ m}^2$$

En la Figura 23 se muestra la estructura de las membranas arrolladas en espiral. El espacio entre las capas de membranas es por donde se introduce la alimentación, por lo que el grosor del canal de entrada de la alimentación depende directamente del espesor del espaciador.

Por lo general, en el diseño de membranas, la opción más adecuada suele ser elegir la membrana con una mayor área de membrana. Sin embargo, al examinar las fichas técnicas de las membranas UP005 arrolladas en espiral, que se detallan en el Anexo II, se puede destacar que, al aumentar el área de membrana, el espesor del espaciador entre ellas disminuye. Por lo

tanto, se debe de tener en cuenta a la hora de escoger la membrana el potencial de ensuciamiento debido a la alimentación y la capacidad de bloquear el canal de la alimentación.

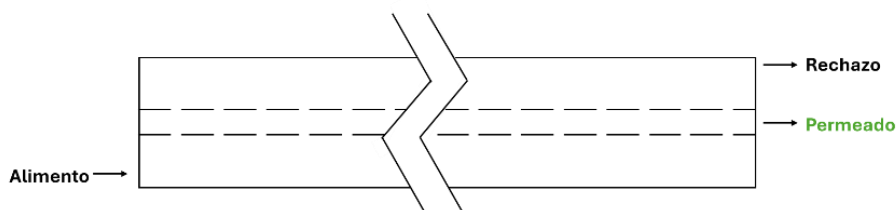


Figura 23. Esquema de membranas enrolladas en espiral. Fuente: Elaboración propia

La corriente del extracto acuoso de alperujo tiende a obstruir los canales de circulación internos de la membrana, a pesar de que se realiza una centrifugación y una filtración a vacío previa para eliminar gran parte de los sólidos en suspensión. Por ello, podría ser preferible optar por un espaciador más grueso, aunque implique una reducción del área de membrana por módulo. Las opciones seleccionadas del catálogo de Microdyn Nadir se detallan en la Tabla 11.

El cálculo de la cantidad de módulos requeridos se calcula mediante la Ecuación 14, donde $N_{\text{módulos}}$ es la cantidad de módulos necesarios, $A_{m_{\text{teórica}}}$ es el área de membrana calculado teóricamente y $A_{m_{\text{real}}}$ es el área de membrana que tiene cada módulo.

$$N_{\text{módulos}} = \frac{A_{m_{\text{teórica}}}}{A_{m_{\text{real}}}} \quad \text{Ecuación 14}$$

Tabla 11. Opciones de módulos de membranas y número de módulos requeridos para la etapa de ultrafiltración. Fuente: elaboración propia a partir del catálogo de Microdyn Nadir.

Modelo de membrana	Área de membrana (m ²)	Espesor del espaciador (mm)	Número de módulos requeridos
TRISEP® DS UP005 8338-31	34,0	0,787	8,329 ≈ 9
TRISEP® DS UP005 8338-46	27,5	1,168	10,298 ≈ 11
TRISEP® DS UP005 8338-65	23,5	1,651	12,050 ≈ 13

Estudiando el número de módulos que se necesitarían con cada una de las tres opciones, se ha decidido que el que mejor se ajusta es el modelo TRISEP® DS UP005 8338-46, cuya ficha técnica está incluida en el Anexo II. Escogiendo este modelo se tendrá que incluir dos módulos más que escogiendo el primer modelo, pero a largo plazo la vida útil de las membranas será mayor y el coste económico será menor, pues el espesor del espaciador no es tan pequeño, disminuyendo la posibilidad de bloqueo del canal de alimentación.

Finalmente, se ha decidido añadir un módulo más con la finalidad de facilitar los cálculos. Por lo tanto, se utilizarán 12 módulos en la planta de ultrafiltración. Una vez calculado el número de módulos se puede determinar el área de membrana final real, mediante la Ecuación 14:

$$A_{m_{\text{realF}}} = N_{\text{módulos}} \cdot A_{m_{\text{real}}} = 12 \cdot 27,5 = 330 \text{ m}^2$$

Se recalcula el tiempo de operación por medio de la ecuación 11, siendo de 19,4 h. Las características de esta membrana se han descrito anteriormente en el apartado 4.2.1. en la tabla 4.

El siguiente paso es estudiar la disposición de las membranas que pueden situarse en serie o en paralelo. Dado que en este caso se necesitan 12 módulos de membrana, sería interesante combinar ambas estructuras, ya que más de cuatro membranas en serie conllevaría una pérdida de carga demasiado elevada. Sin embargo, antes de escoger una disposición en serie para las membranas habrá que estudiar la presión que se ha de aplicar a la entrada y la presión de salida del rechazo para saber el número de membranas que se pueden poner en serie.

Las presiones de entrada y salida de las membranas se calculan utilizando la ecuación de presión transmembranal (TMP), considerando, además, la pérdida de carga en las membranas. Este dato, que es de 1 bar por módulo de membrana, se encuentra en la ficha técnica de las membranas en el Anexo II.

$$TMP = \frac{P_A + P_R}{2} + P_p \quad \text{Ecuación 15}$$

donde P_A es la presión de entrada del alimento, P_R es la presión de salida del rechazo y P_p es la presión de salida del permeado. Esta última suele ser considerada 0 en términos de presión manométrica.

El inconveniente de la configuración en serie es que la pérdida de carga se acumula entre una membrana y otra, lo que provoca que las membranas no operen a la misma presión. Para compensar la pérdida de carga, la presión aplicada en la entrada debe ajustarse en función de dicha pérdida. Por lo tanto, utilizando la Ecuación 15, se calcula la presión de entrada y salida para tres membranas en serie, sustituyendo la ecuación 16 en la 15, teniendo en cuenta que la presión de rechazo es igual a la presión de entrada menos la pérdida de carga (P_{drop}) en las membranas, y sabiendo que la TMP es de 2,5 bar. De este modo, se puede determinar la presión de entrada y salida de las membranas al colocar tres membranas en serie.

$$P_R = P_A - 3 \cdot P_{drop} \quad \text{Ecuación 16}$$
$$2,5bar = \frac{2 \cdot P_A - 3bar}{2} \rightarrow P_A = 4 bar \quad P_R = 1 bar$$

De esta manera, la disposición de los módulos de membrana que se ha seleccionado ha sido 3 membranas en serie por 4 conjuntos en paralelo, dado que de otro modo la pérdida de carga en el tubo de presión sería demasiado elevada. En la Figura 24 se muestra la disposición final que se encontrará en la planta de ultrafiltración.

Las tres membranas individuales colocadas en serie se encuentran dentro de lo que se conoce como tubo de presión (azul oscuro) y van conectadas entre ellas por el tubo de permeado, de manera que el permeado global que sale del tubo de presión es la mezcla de los tres permeados de las membranas en serie. Al principio de cada módulo de membranas hay un sello (rojo) para que no se mezcle la alimentación de cada membrana con su rechazo, ya que,

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

al ponerlas en serie, el rechazo de la primera membrana constituye el alimento de la siguiente. Como se puede observar, también se recoge el rechazo de los cuatro tubos de presión, el cual corresponde al rechazo de la última membrana de cada serie.

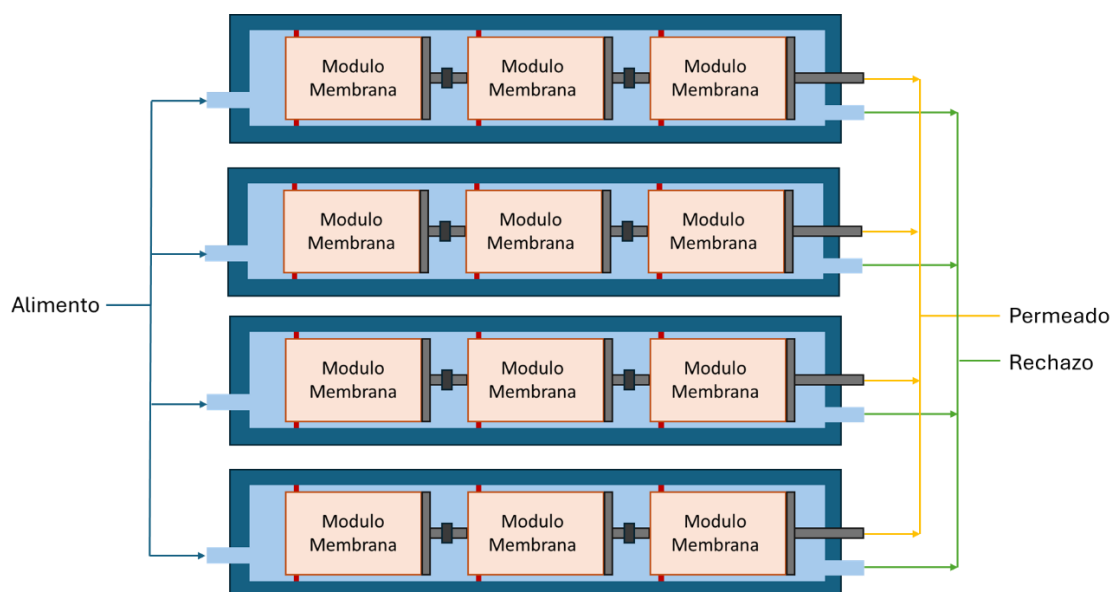


Figura 24. Esquema de la disposición de los módulos de membrana de ultrafiltración.

De este modo, en la Tabla 12 están resumidas las características principales de la etapa de ultrafiltración y los caudales obtenidos a partir de los 120m³/día de extracto acuoso de alperujo.

Tabla 12. Características de la etapa de ultrafiltración.

MEMBRANA TRISEP® DS UP005 8338-46	
Caudal de alimentación (m ³ /día)	120
Caudal de permeado (m ³ /día)	96
Caudal de rechazo (m ³ /día)	24
Número de módulos	12
Tiempo de operación (h)	19,4
Tiempo de limpieza (h)	1,5

Las concentraciones de compuestos fenólicos, sólidos totales, DQO, azúcares y NaCl en las corrientes de rechazo y permeado a un FRV de 5, calculadas en el apartado 1 del Anexo I, se muestran en la Tabla 13. Como se explica en el Anexo I, para calcular la concentración de NaCl se ha asumido que la conductividad de las corrientes se debe a la presencia de dicha sal.

Tabla 13. Concentraciones del rechazo y el permeado en la etapa de ultrafiltración, calculadas para un FRV de 5, a una TMP de 2,5 bar y una velocidad tangencial de 1,5 m/s.

Parámetro	Rechazo	Permeado
DQO ¹ (mg/L)	31.055	2.599
Compuestos fenólicos (mg tirosol/L)	1.214,6	192,6
Azúcares (mg/L)	4182,48	213,13
NaCl (mg/L)	2376,29	489,13

¹Demanda Química de Oxígeno

6.4. PLANTA INDUSTRIAL DE NANOFILTRACIÓN

6.4.1. Condiciones para el diseño

En este caso, la corriente de alimentación será la corriente de permeado de la planta de ultrafiltración, cuyas características se detallan en la Tabla 13. Se han considerado las condiciones óptimas establecidas en el apartado 5.3, que consisten en una **presión transmembranal de 9 bares** utilizando la membrana **NF270**. Se ha diseñado la planta de nanofiltración para alcanzar un **FRV de 5**.

Dado que la planta de ultrafiltración se ha decidido que trabaje de forma continua con recirculación (feed and bleed), se considera que el proceso de nanofiltración también opere de forma continua, pero en este caso no es necesaria la recirculación, porque se emplea una velocidad tangencial mucho menor.

6.4.2. Diseño de la planta de nanofiltración

En primer lugar, para poder determinar el área de la membrana necesaria para tratar el permeado de la ultrafiltración y conseguir un FRV de 5, es necesario estimar teóricamente la densidad de flujo de permeado promedio. Para ello, se realiza una media logarítmica entre la densidad de flujo de permeado para un FRV de 1 y un FRV de 5.

Para predecir teóricamente los valores de densidad de flujo de permeado (J_p) obtenidos para la membrana de nanofiltración, se aplica el modelo de Kedem-Spiegler (KSM):

$$J_p = L_p \cdot (TMP - \sigma \cdot \Delta\pi) \quad \text{Ecuación 17}$$

Donde, $\Delta\pi$ es el gradiente de presión osmótica, L_p es la permeabilidad de la membrana NF270 y σ es el coeficiente de reflexión, que corresponde al rechazo máximo que se produce en la membrana.

Puesto que para una presión transmembranal de 9 bares se han obtenido rechazos muy elevados a la materia orgánica, se asume un valor de 1 para el coeficiente de reflexión (Sánchez-Arévalo et al., 2021). En consecuencia, de acuerdo con el modelo de KSM, la densidad de flujo de permeado (J_p) puede definirse de la siguiente manera:

$$J_p = L_w \cdot (TMP - \Delta\pi) \quad \text{Ecuación 18}$$

Se calcula el gradiente de presión osmótica como la diferencia entre la presión osmótica del rechazo (π_R) y la del permeado (π_P), tal y como se muestra en la Ecuación 19.

$$\Delta\pi = \pi_R - \pi_P \quad \text{Ecuación 19}$$

Para calcular la presión osmótica, es necesario considerar la contribución de cada soluto. Ya que la presión osmótica es inversamente proporcional al peso molecular, solo las moléculas de menor peso molecular influirán significativamente en este valor. Los solutos principales en la corriente de alimentación y en la de permeado serán los azúcares (principalmente glucosa), las sales (se ha considerado que estas corresponden a NaCl) y compuestos fenólicos (los cuales se ha considerado que corresponden a tirosol). Las concentraciones de estos solutos en la corriente de permeado de la ultrafiltración se encuentran en la Tabla 13.

Los cálculos de las presiones osmóticas se desarrollan con detalle en el apartado 3 del Anexo I y los resultados se muestran en la Tabla 14.

Tabla 14. Cálculo de la presión osmótica y de la densidad de flujo de permeado a un FRV de 1 y de 5, y la densidad de flujo de permeado promedio.

	Inicial → FRV 1		Final → FRV 5	
	Alimento	Permeado	Rechazo	Permeado
Presión osmótica NaCl (bar)	0,409	0,058	1,627	0,231
Presión osmótica compuestos fenólicos (bar)	0,034	0,004	0,141	0,017
Presión osmótica azúcares (bar)	0,294	0,009	1,410	0,043
Presión osmótica corriente (bar)	0,737	0,071	3,177	0,291
Gradiente de presión osmótica (bar)	0,666		2,886	
J_p (L h ⁻¹ m ⁻²)	51,70		37,92	
J_p promedio (L h ⁻¹ m ⁻²)	44,46			

Una vez obtenida la densidad de flujo de permeado promedio de 44,46 L/h·m², se puede estimar el área de membrana necesaria, teniendo en cuenta que la planta de nanofiltración estará en funcionamiento 19,4 horas diarias y que el caudal de alimentación corresponde al caudal de permeado de la planta de UF. Siguiendo el mismo procedimiento que en la planta de UF (apartado 6.3.2.), se determina que el caudal de permeado de la NF corresponde a 76,8 m³/día, que equivalen a 3,96 m³/h.

Finalmente, siguiendo la Ecuación 11, se obtiene el área de membrana teórica necesaria:

$$A_m = \frac{Q_P}{J_p} = \frac{3,96 \frac{m^3}{h}}{0,045 \frac{m^3}{h \cdot m^2}} = 89,05 m^2$$

En este caso, como para la planta de ultrafiltración, se utilizarán las condiciones óptimas escogidas en el laboratorio, pero en vez de utilizar un módulo plano, se considerará un modelo de NF270 con enrollamiento en espiral, debido a la elevada área de membrana estimada. Para

calcular la cantidad de módulos que se necesitan, se sigue la Ecuación 14. Se han considerado 2 modelos de membrana diferentes de la marca DuPont, con diferente espesor de espaciador y área de membrana, representados en la Tabla 15.

Tabla 15. Opciones de módulos membranas y cálculo del número de módulos requeridos para la etapa de nanofiltración. Fuente: elaboración propia a partir del catálogo de DuPont.

	Área de membrana (m ²)	Espesor del espaciador (mm)	Número de módulos requeridos
Film Tec™ NF270-400/34i	37	0,8636	2,407 ≈ 3
Film Tec™ NF270-440	41	0,7112	2,172 ≈ 3

Teniendo en cuenta lo descrito en el apartado 6.3.2, es mejor tener el área de membrana más grande, pero teniendo en cuenta el espesor del espaciador. En este caso se puede escoger el espesor del espaciador menor, porque el permeado de la ultrafiltración está lo suficiente purificado y la cantidad de sólidos en suspensión es despreciable. Por ello, se ha escogido la membrana Film Tec™ NF270-440.

De este modo, se utilizarán 3 módulos en la planta de nanofiltración. Una vez calculados los módulos, se puede calcular el área de membrana final real con la Ecuación 14:

$$A_{m_{realF}} = N_{módulos} \cdot A_{m_{real}} = 3 \cdot 41 = 123 \text{ m}^2$$

Las especificaciones de esta membrana NF270 se pueden encontrar en el apartado 4.3.1. en la Tabla 5.

A continuación, se estudia la disposición de las membranas, que pueden colocarse en serie o en paralelo. Dado que en este caso se requieren 3 módulos de membrana, es interesante conectar todos los módulos de membrana en serie, por lo que es necesario estudiar las presiones que se necesitan a la entrada y a la salida, para conseguir la TMP necesaria. En la disposición en serie se conseguirá un rechazo más concentrado que en paralelo.

Siguiendo las ecuaciones 15 y 16, se determina la presión de entrada y salida para tres membranas en serie. La presión en el permeado se considera como una atmósfera, ya que se trabaja con presiones manométricas, y la presión en el rechazo se establece igual a la presión de entrada menos la pérdida de carga en las membranas que se puede encontrar en el Anexo II en el catálogo de la membrana Film Tec™ NF270-440 (1 bar por cada membrana en serie). De esta manera, es posible calcular la presión de entrada y salida cuando se utilizan tres membranas en serie, teniendo en cuenta que la TMP es de 9 bares:

$$9\text{bar} = \frac{2 \cdot P_A - 3\text{bar}}{2} \rightarrow P_A = 10,5 \text{ bar} \quad P_R = 7,5 \text{ bar}$$

Se debe comprobar la velocidad tangencial que hay en cada módulo para dar por válida la disposición de los módulos de membrana. Para ello, se calcula el caudal que circula por cada módulo de NF y su sección transversal.

$$Q_A = v \cdot S_{trans} \quad \text{Ecuación 20}$$

donde, v es la velocidad tangencial y S_{trans} la superficie de la sección transversal del módulo.

La superficie transversal se calcula con la ecuación 21:

$$S_{trans} = b \cdot h \cdot \varepsilon \quad \text{Ecuación 21}$$

donde, h es el espesor del espaciador del módulo, ε la porosidad, y b la anchura de la membrana. Los dos primeros son datos se han tomado a partir de las especificaciones de la membrana, que se pueden encontrar en su respectivo catálogo en el Anexo II.

La anchura de la membrana se obtiene a partir del área activa (A_{activa}) y la longitud de la membrana (L), como se observa en la ecuación 23.

$$b = \frac{A_{activa}}{2 \cdot L} \quad \text{Ecuación 22}$$

En la tabla 16 se recogen los valores del cálculo de la superficie transversal para las membranas de la planta de nanofiltración.

Tabla 16. Parámetros necesarios para el cálculo de la superficie transversal de las membranas de la planta de nanofiltración, y su respectiva superficie transversal.

Parámetros	Membrana de nanofiltración
Área activa (m ²)	41
L (mm)	1016
b (m)	20,18
ε	0,89
h (mm)	0,7112
Superficie transversal (m ²)	0,013

Radu et al., 2014, recomiendan velocidades tangenciales entre 0,06 y 0,20 m/s para los módulos espirales. Mientras que Halim Fuqaha & Friedl, 2014, recomiendan que, en módulos espirales de nanofiltración, la velocidad tangencial sea superior a 0,03 m/s. Por lo que, se debe comprobar que se cumplen dichas condiciones.

En la Tabla 17 se recogen los caudales de las corrientes que intervienen en cada módulo, y la velocidad tangencial que hay en cada uno de ellos. Para realizar el cálculo de los caudales de cada corriente se tienen en cuenta las ecuaciones 11 y 13. Por otro lado, para calcular la velocidad tangencial se tiene en cuenta la ecuación 20 y la sección transversal calculada en la Tabla 16 para la membrana de nanofiltración.

Por tanto, con la disposición de las tres membranas en serie, los caudales de alimentación a cada membrana son correctos, ya que la velocidad tangencial entra dentro de los valores establecidos para módulos en espiral y procesos de nanofiltración. Por ello, se concluyó que la disposición de las membranas debe ser de tres membranas en serie. Se puede encontrar la disposición de dichas membranas en la Figura 25.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

Tabla 17. Caudales de las corrientes de nanofiltración y velocidad tangencial a la entrada de cada módulo.

Parámetros	1º Modulo	2º Modulo	3º Modulo
Q_A (m ³ /s)	$1,90 \cdot 10^{-3}$	$1,39 \cdot 10^{-3}$	$8,86 \cdot 10^{-4}$
Q_R (m ³ /s)	$5,06 \cdot 10^{-4}$	$5,06 \cdot 10^{-4}$	$5,06 \cdot 10^{-4}$
Q_P (m ³ /s)	$1,39 \cdot 10^{-3}$	$8,86 \cdot 10^{-4}$	$3,80 \cdot 10^{-4}$
$v_{\text{tangencial}}$ (m/s)	0,146	0,109	0,069

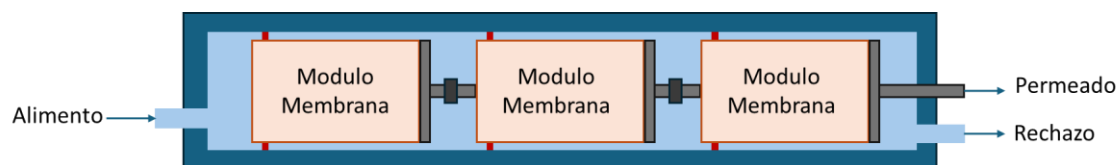


Figura 25. Esquema de los módulos de membrana de nanofiltración.

De esta forma, en la Tabla 18 se resumen las principales características de la etapa de nanofiltración y los caudales obtenidos a partir del permeado de la planta de ultrafiltración. También se recalcula el tiempo de operación.

Tabla 18. Características de la etapa de nanofiltración.

Membrana Film Tec™ NF270-440	
Caudal de alimentación (m ³ /día)	96
Caudal de permeado (m ³ /día)	76,8
Caudal de rechazo (m ³ /día)	19,2
Número de módulos	3
Tiempo de operación (h)	14,04
Tiempo de limpieza (h)	1,5

De esta manera, como se puede observar, la planta de nanofiltración necesita menos tiempo para tratar el permeado de la planta de ultrafiltración (5 horas menos de operación que la planta industrial de ultrafiltración). De este modo, se instalará un sensor de nivel en el tanque de permeado para poder dar comienzo al proceso de nanofiltración cuando se encuentre el volumen necesario en el depósito de alimentación de la NF (depósito de permeado de UF (D2)).

Finalmente, se recogen en la Tabla 19 los valores de composición de las corrientes del proceso de nanofiltración a un FRV de 5, calculados en el Anexo I.

En el proceso de la planta industrial de nanofiltración se obtienen concentraciones de los compuestos fenólicos en la corriente de rechazo elevadas, por lo que se ha conseguido el objetivo de esta etapa que era concentrar los compuestos fenólicos. En contraste, se produce una corriente de permeado con una concentración de materia orgánica muy baja. La

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

obtención de una corriente de permeado con niveles tan bajos de materia orgánica permite su reutilización para la limpieza del sistema.

Tabla 19. Concentraciones del rechazo y permeado de la nanofiltración estimadas para un FRV de 5 y una presión transmembranal de 9 bares.

Concentración	Rechazo	Permeado
DQO ¹ (mg/L)	9654	1782
Compuestos fenólicos (mg tirosol/L)	1945	277
Azúcares (mg/L)	795	95
NaCl (mg/L)	1.014	31

¹Demanda Química de Oxígeno

6.5 DEPÓSITOS PRINCIPALES

Para realizar el diseño de los depósitos de alimentación, permeado y rechazo de la planta industrial de ultrafiltración y nanofiltración, se opta por incluir un margen de seguridad del 20%. De este modo, se calcula el volumen real (V_{D_real}) del depósito con la ecuación 23, a partir del volumen teórico de los depósitos ($V_{D_teórico}$).

$$V_{D_real} = V_{D_teórico} \cdot 1.2 \quad \text{Ecuación 23}$$

Los diámetros se obtienen del catálogo correspondiente a los depósitos de Poliéster Reforzado con Fibra de Vidrio (PRFV), de la marca comercial Dimasa Grupo. Las dimensiones de los depósitos se calculan mediante la ecuación 24:

$$V_{D_real} = \pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2 \cdot h \quad \text{Ecuación 24}$$

Donde, D es el diámetro del depósito y h es la altura. Finalmente, en la Tabla 18 se recogen las dimensiones de los depósitos principales de la instalación. Los volúmenes teóricos de los tanques se han calculado en los apartados 2 y 4 del Anexo I.

Tabla 20. Dimensionado de los depósitos principales de la instalación industrial.

Depósitos	V teórico (m ³)	V real (m ³)	D (m)	Altura (m)
D1→Alimentación	120	144	4	11,5
D2→Permeado UF	96	115,2	4	9,2
D3→Recazo UF	24	28,8	2,5	5,9
D4→Permeado NF	76,8	92,16	4	7,3
D5→Rechazo UF	19,2	23,04	2	7,3

Los depósitos del sistema de limpieza se diseñarán en el apartado 6.7. cuando se hayan diseñado las conducciones.

6.6. CONDUCCIONES.

Para el diseño de las conducciones de la planta industrial, es necesario conocer el caudal que circula en cada una de las tuberías y la velocidad de circulación del fluido, la cual se establecerá como 1,5 m/s (McCabe W. L., 1991).

Para estimar el caudal de la recirculación del rechazo de la ultrafiltración se ha considerado un criterio de diseño habitual, que corresponde a recircular el 80% del caudal de la corriente de rechazo nuevamente a la entrada de las membranas de UF, de modo que el 20% restante de la corriente se lleva al tanque del rechazo de la UF (Cheryan, 1998).

Las condiciones del *backpulsing*, para determinar el caudal a utilizar, son una presión transmembranal de 1,25 bar y una velocidad tangencial de 2,25 m/s, de acuerdo con las recomendaciones de la bibliografía (Abadi et al., 2011).

En la Figura 16 se detallan los identificadores para las conducciones y las bombas en la planta industrial.

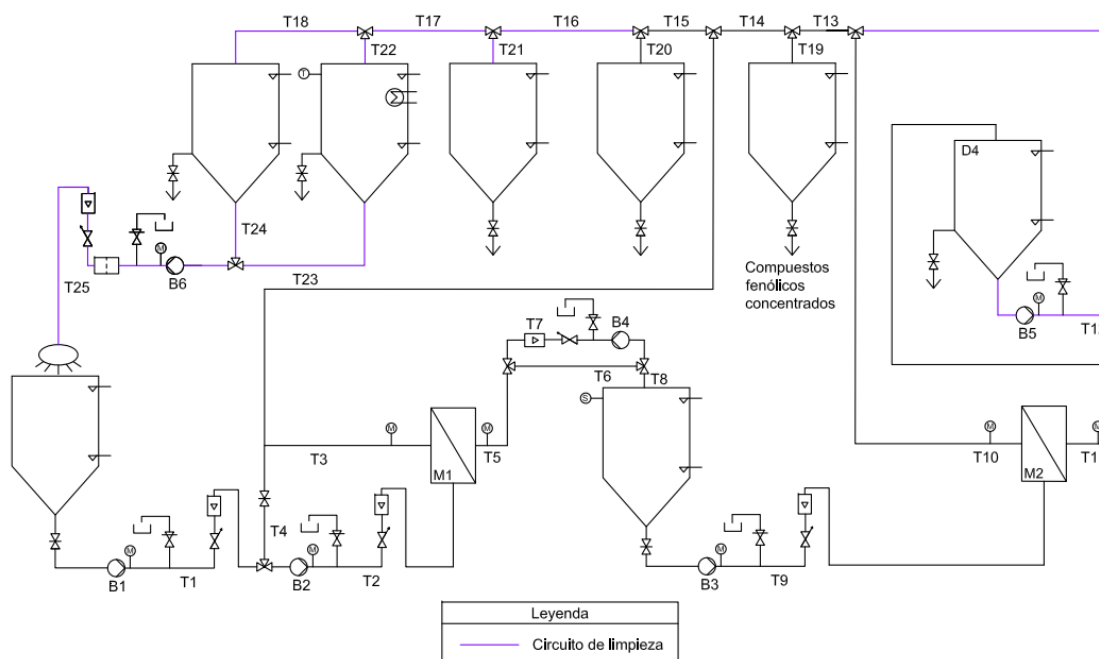


Figura 26. Diagrama de flujo de la planta industrial con indicadores de conducciones y bombas.

Los diámetros teóricos se calculan a partir de la ecuación 25, donde Q es el caudal de la tubería y v la velocidad del fluido.

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot v}} \quad \text{Ecuación 25}$$

En la tabla 21 se especifican los caudales, diámetros y longitudes de las tuberías de la planta industrial. Los caudales se obtienen a partir de balances de materia y los criterios establecidos para la circulación en la limpieza del circuito (McCabe W. L., 1991), escogiendo el mismo caudal de rechazo de UF en las tuberías de limpieza.

Tabla 21. Condiciones para el diseño de las conducciones de la planta de ultrafiltración y nanofiltración.

Tubería	Velocidad (m/s)	Caudal Q (m ³ /s)	D teórico (mm)	L (m)
T1	1,50	0,0189	126,59	2
T2	1,50	0,0889	274,70	1,5
T3	1,50	0,0875	272,57	25,2
T4	1,50	0,0700	243,79	2,25
T5	1,50	0,1334	336,44	10,45
T6	1,50	0,0014	34,16	2,75
T7	1,50	0,1334	336,44	3,55
T8	1,50	0,1334	336,44	9,7
T9	1,50	0,0019	40,15	1,5
T10	1,50	0,0004	17,95	17
T11	1,50	0,0015	35,91	14,10
T12	1,50	0,0015	35,91	9,45
T13	1,50	0,0004	17,95	2
T14	1,50	0,0004	17,95	1,75
T15	1,50	0,0875	272,57	1,9
T16	1,50	0,0875	272,57	4,6
T17	1,50	0,0875	272,57	5,5
T18	1,50	0,0875	272,57	5,7
T19	1,50	0,0004	17,95	0,4
T20	1,50	0,0875	272,57	1,8
T21	1,50	0,0875	272,57	0,2
T22	1,50	0,0875	272,57	0,75
T23	1,50	0,0875	272,57	2,75
T24	1,50	0,0875	272,57	2,75
T25	1,50	0,0875	272,57	17,5

Para estimar la longitud de las tuberías, se ha realizado un esquema de la distribución en planta con vista superior de la planta, también se ha tenido en cuenta las dimensiones de los tanques. Este esquema se muestra en la Figura 27.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

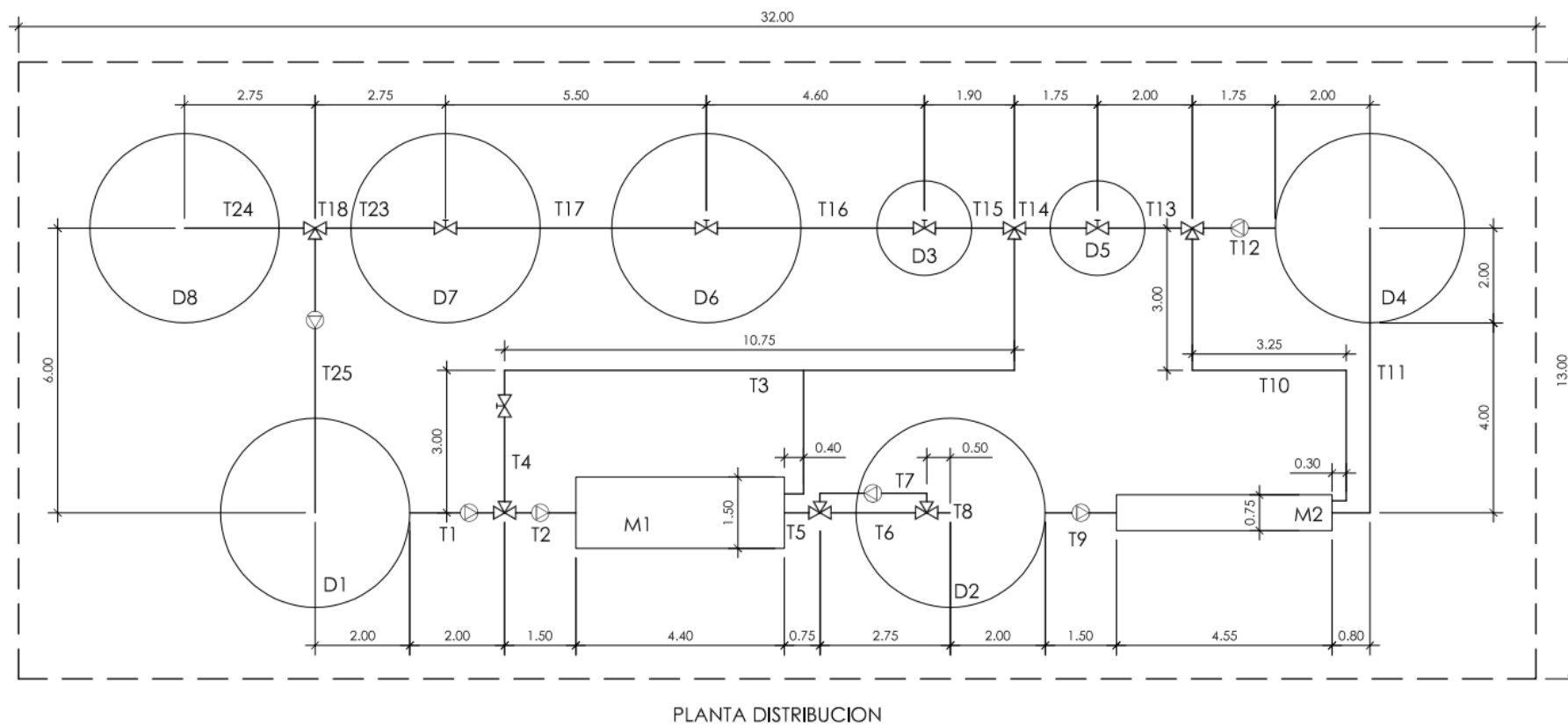


Figura 27. Esquema de la distribución en planta industrial con vista superior.

En la Tabla 22 se muestra el diámetro teórico, el diámetro nominal, el diámetro exterior, el espesor y el diámetro interior de las tuberías, teniendo en cuenta que se ha escogido el catálogo de las tuberías de Gama ISO de acero inoxidable de la casa Hatnik.

Tabla 22. Dimensionado de las tuberías. Cálculo del diámetro interior.

Tubería	D teórico (mm)	D Nominal (mm)	D exterior (mm)	Espesor (mm)	D interior (mm)
T1	126,59	125	139,7	4,0	131,7
T2	274,70	300	323,9	4,0	315,9
T3	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T4	243,79	250	273,0	4,0	265,0
T5	336,44	350	355,6	4,0	347,6
T6	34,16	40	48,3	3,6	41,1
T7	336,44	350	355,6	4,0	347,6
T8	336,44	350	355,6	4,0	347,6
T9	40,15	40	48,3	3,6	41,1
T10	17,95	20	26,9	3,6	19,7
T11	35,91	40	48,3	3,6	41,1
T12	35,91	40	48,3	3,6	41,1
T13	17,95	20	26,9	3,6	19,7
T14	17,95	20	26,9	3,6	19,7
T15	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T16	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T17	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T18	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T19	17,95	20	26,9	3,6	19,7
T20	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T21	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T22	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T23	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T24	272,57	300	323,9	4,0	315,9
T25	272,57	300	323,9	4,0	315,9

6.7. PROCESO DE LIMPIEZA

Para eliminar el ensuciamiento de las membranas de ultrafiltración y nanofiltración, es necesario realizar una limpieza periódica de las membranas al finalizar cada ciclo de operación.

Al igual que los datos experimentales utilizados para el diseño del módulo de membranas de ultrafiltración y nanofiltración, las condiciones de limpieza serán las seleccionadas en el proceso experimental realizado en este TFG. La limpieza se realiza utilizando una disolución de

P3-Ultrasil 115 en agua osmotizada al 1%, a 25°C durante una hora, con la planta operando a una velocidad de 1.5 m/s y una presión transmembranal de 0,75 bar. Se realizará un enjuague con agua antes y después de la limpieza, cada uno con una duración de 15 minutos.

El proceso de limpieza, como se muestra en el diagrama de flujo de la Figura 26, comienza en el tanque de la alimentación (D1) y consta de tres depósitos (D6, D7 y D8). Por lo tanto, es necesario dimensionar los tres depósitos, el de agua de enjuague (D8), el que contiene la disolución de limpieza (D7) y el del agua residual (D6), así como también las conducciones adicionales incluidas en este circuito y la bomba que impulsa tanto el agua como el producto de limpieza. Además, debe tenerse en cuenta que la disolución de limpieza se reutiliza durante los cinco días laborables de operación semanal de la planta. Una vez finalizado este período, la disolución de limpieza se considera agotada y se renueva.

Para realizar el diseño del depósito de disolución de limpieza se debe calcular el volumen muerto de las tuberías del circuito de limpieza y el de las membranas. También se debe tener en cuenta que el depósito de alimentación solo se rocía, no se llena completamente, por lo que el volumen de disolución empleado en la limpieza de dicho depósito se puede estimar como un 2,5% de su volumen total, con un valor de 3,6 m³.

A partir de la ecuación 26, se calculan los volúmenes muertos de las tuberías del circuito, donde D es el diámetro de la tubería y L la longitud.

$$V_{m_tub} = \pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2 \cdot L \quad \text{Ecuación 26}$$

El volumen muerto total de las conducciones por las que circularán los agentes de limpieza es de 15,86 m³. En el Anexo I se muestran los cálculos de manera más extensa.

En cuanto al volumen muerto correspondiente al sistema de membranas de ultrafiltración y nanofiltración, se calcula mediante la ecuación 27, a partir de la superficie transversal y la longitud de la membrana. En el Anexo I se encuentran los cálculos realizados, donde se obtiene el volumen muerto total de los módulos de membrana, que es de 0,725 m³.

$$V_{m_membrna} = S_{trans} \cdot L \cdot N_{módulos} \quad \text{Ecuación 27}$$

El volumen muerto de las bombas y válvulas se considera despreciable para estos cálculos. En conclusión, mediante la ecuación 28, se obtiene el volumen muerto total del circuito como la suma de los volúmenes anteriores:

$$V_{m_total} = V_{m_tub} + V_{m_membrna} + V_{m_{D1}} = 20,19 \text{ m}^3 \quad \text{Ecuación 28}$$

Por lo tanto, tomando como criterio de diseño que se necesita el doble de disolución de limpieza que el volumen muerto del circuito, el volumen total teórico del depósito de disolución de limpieza es de 40,38 m³. Para los depósitos de aclarado (D8) y aguas residuales (D6), se considera la duración de la etapa de enjuague y el caudal de alimentación. De manera que, utilizando la ecuación 29, se obtienen los volúmenes teóricos de los depósitos D6 y D8.

$$V_{D6/D8} = Q_A \cdot t_{aclarado} \quad \text{Ecuación 29}$$

donde Q_A es el caudal volumétrico y t_{aclarado} es el tiempo de enjuague, establecido en 15 minutos, siendo finalmente el volumen de ambos depósitos de 78,8 m³.

En la tabla 23 se muestran los volúmenes y las dimensiones los depósitos de limpieza de la planta industrial, empleando el catálogo correspondiente a los depósitos de Poliéster Reforzado con Fibra de Vidrio (PRFV), de la marca comercial Dimasa Grupo, teniendo en cuenta las ecuaciones 23 y 24 y considerando un sobredimensionado del 20%, como margen de seguridad.

Tabla 23. Depósitos del sistema de limpieza

Depósito	V teórico (m ³)	V real (m ³)	D (m)	Altura (m)
D6 → Residuos	78,8	94,53	4	7,5
D7 → Disolución de limpieza	40,38	48,45	3	7
D8 → Agua de aclarado	78,8	94,53	4	7,5

6.8 DISEÑO DE LAS BOMBAS.

Después de calcular los caudales de las conducciones y las presiones necesaria en la entrada de los tubos de membranas, se pueden diseñar las bombas instaladas en la planta industrial. Para ello, es necesario calcular las pérdidas de carga en las conducciones ($h_{f_tuberías}$) y en los accesorios ($h_{f_accesorios}$), debido a válvulas y codos. Además, se debe considerar la pérdida de carga en los módulos de membranas, la cual es de 1 bar por módulo en serie, de acuerdo con las especificaciones del proveedor que se encuentran en el Anexo II, tanto para UF como para NF.

La pérdida de carga en las tuberías se calcula mediante la ecuación de Darcy-Weisbach:

$$h_{f_tubería} = \frac{8 \cdot f \cdot L \cdot Q^2}{g \cdot D^5 \cdot \pi^2} \quad \text{Ecuación 30}$$

Donde, f es el coeficiente de fricción, L la longitud de la tubería, Q el caudal volumétrico, g la constante gravitacional y D el diámetro interior de la tubería.

El coeficiente de fricción se obtiene a partir del cálculo del número de Reynolds:

$$Re = \frac{4 \cdot \rho \cdot Q}{\mu \cdot D \cdot \pi} \quad \text{Ecuación 31}$$

Donde, ρ es la densidad del fluido, Q el caudal volumétrico, D el diámetro de la tubería y μ la viscosidad dinámica del fluido.

En este caso, se puede concluir que el fluido que se transporta tiene la viscosidad y densidad del agua, ya que, en el caso de la alimentación, el disolvente utilizado en la extracción sólido-líquido fue agua osmotizada. En el caso de la limpieza, la disolución de limpieza también fue realizada con agua osmotizada y se encuentra muy diluida. Por lo tanto, la densidad del agua a 25°C es de 997,05 kg·m⁻³ y la viscosidad dinámica es de 0,000891 kg·m⁻¹·s⁻¹. El cálculo del número de Reynolds y las pérdidas de carga en las tuberías se encuentra en el Anexo I.

Con respecto a las pérdidas de carga generadas por los accesorios, se deben principalmente a las válvulas y los codos de 90° presentes en la instalación y se calculan mediante la ecuación 32:

$$h_{f_accesorios} = k \cdot \frac{v^2}{2 \cdot g} \quad \text{Ecuación 32}$$

donde k es el coeficiente adimensional que depende de parámetros adicionales, como el elemento hidráulico, la rugosidad relativa, el número de Reynolds y las relaciones geométricas.

Para los codos de 90° de radio corto, se toma un valor de k igual a 0,9, mientras que para una válvula de compuerta abierta el valor de k equivale a 0,2. En el caso de las válvulas de tres vías, el paso perpendicular del fluido se asemeja al comportamiento de los codos, mientras que el paso recto no supone una pérdida de carga. Los cálculos de las pérdidas de carga por accesorios se detallan en el Anexo I. Sumando ambos tipos de pérdidas de carga en cada tubería se obtiene la pérdida de carga total, también calcula en el Anexo I.

De este modo, se pueden calcular las alturas que deben aportar las bombas al sistema, planteando para cada una el teorema de Bernoulli, como se describe en la ecuación 32 de forma general:

$$z_0 + \frac{p_0}{\gamma} + \frac{v_0^2}{2 \cdot g} + H_B = z_1 + \frac{p_1}{\gamma} + \frac{v_1^2}{2 \cdot g} + h_{f_tubería} + h_{f_local} \quad \text{Ecuación 33}$$

Donde H_B es la altura aportada por la bomba, mientras que los subíndices 0 y 1 representan la entrada y salida de la sección estudiada, respectivamente. El término z es la cota, p es la presión, v es la velocidad del flujo, y γ es el peso específico, siendo este último equivalente a la densidad por la constante gravitacional. A continuación, se aplicará esta ecuación para cada bomba de la instalación. En la figura 26 se pueden observar las 6 bombas de la instalación.

Bomba B1:

La primera bomba está ubicada a la salida del depósito de almacenamiento del extracto (D1), siendo responsable de proporcionar el aumento de presión necesario para alcanzar condiciones de operación de la ultrafiltración. La altura que debe proporcionar la bomba se determina utilizando la ecuación de Bernoulli entre el depósito del extracto y la entrada a bomba B2. La entrada a bomba B2 y la salida del depósito de extracto se encuentran a la misma cota y la velocidad es la misma, por lo que la ecuación se podría expresar de la siguiente manera:

$$H_{B1} = \frac{p_1 - p_0}{\gamma} + h_{f_total_T1_T2} \quad \text{Ecuación 34}$$

Se considera una presión de aspiración igual a cero. La bomba debe aportar la presión a la entrada de las membranas (4 bar), descontando de ella la pérdida de carga en los módulos (3 bar), que es aportada por la bomba B2. De este modo, la presión de impulsión de la bomba B1 es de 1 bar. Por lo tanto, la altura requerida para la bomba es de 10,37 m.c.a., para un caudal de 0,019 m³/s (ver Tabla 19), como se muestra a continuación.

$$H_{B1} = \frac{1 \cdot 10^5 Pa}{1000 \frac{kg}{m^3} \cdot 9,81 \frac{m}{s^2}} + 0,1709 m = 10,37 mca$$

$$Q_{B1} = 0,019 \frac{m^3}{s}$$

Bomba B2:

Es necesario incluir una segunda bomba en la misma línea entre el depósito de extracto y el sistema de membranas debido a la recirculación del rechazo. La recirculación del rechazo sufre pérdida de carga a su paso por las membranas y, por tanto, esta bomba debe aportar una presión igual a la caída de presión que existe en el interior de los módulos de membranas (3 bar en total). Además, debe aportar el caudal que corresponda a alcanzar una velocidad tangencial de 1,5 m/s en el interior de los módulos de membrana.

Para calcular el caudal de entrada a los módulos de UF se deben utilizar las ecuaciones 20 y 21. A la hora de calcular la superficie transversal se debe tener en cuenta la cantidad de módulos de membrana que hay en paralelo. En el caso de la planta de ultrafiltración son 4 módulos, por lo que S_{trans} de un módulo individual se debe multiplicar por cuatro. En la tabla 21 se recogen los valores del cálculo de la superficie transversal para la planta de ultrafiltración.

Tabla 24. Parámetros necesarios para el cálculo de la superficie transversal de la planta de ultrafiltración.

Parámetros	Ultrafiltración
Área activa (m ²)	27,5
L (mm)	965
b (m)	14,249
ε	0,89
h (mm)	1,1684
Superficie transversal (m ²)	0,0593

Una vez se obtiene la superficie transversal, teniendo en cuenta la velocidad transversal de 1,5 m/s, se calcula el caudal de entrada con la ecuación 21, siendo 0,089 m³/s.

Se aplicará el teorema de Bernoulli entre la entrada y la salida de esta bomba. Por lo tanto, si los dos puntos se encuentran a la misma cota y las velocidades son las mismas, los cálculos corresponden a la Ecuación 35:

$$H_{B2} = \frac{p_1 - p_0}{\gamma} + h_{f_total_T3_T4} \quad \text{Ecuación 35}$$

El diferencial de presión debe ser igual a la pérdida de carga producida en las membranas, que, como ya se ha mencionado en el apartado 6.3.2 y se puede encontrar en la ficha de especificaciones (ver Anexo II), y es de 1 bar en cada módulo. Al haber tres módulos en serie la pérdida de carga total corresponde a 3 bar. Por lo tanto, la altura de la bomba será:

$$H_{B2} = \frac{3 \cdot 10^5 Pa}{1000 \frac{kg}{m^3} \cdot 9,81 \frac{m}{s^2}} + 0,7676m = 31,35 \text{ mca}$$

$$Q_{B2} = 0,089 \frac{m^3}{s}$$

Bomba B3:

Esta bomba se encuentra a la salida del tanque de permeado de ultrafiltración e impulsa el fluido hasta el tubo de presión de las membranas de NF. Se requiere una presión transmembranal (TMP) de 9 bar en el proceso de nanofiltración, lo que corresponde a una presión a la entrada del tubo de presión de 10.5 bar, como se comentó en el apartado 6.4.2. La altura que debe aportar la bomba se obtiene a partir de la ecuación de Bernoulli. Se pueden simplificar los términos cinéticos y las cotas de aspiración e impulsión, que se asumen iguales, hasta obtener la ecuación 36:

$$H_{B3} = \frac{p_1 - p_0}{\gamma} + h_{f-T9} + h_{f-T9-accesorios} \quad \text{Ecuación 36}$$

Se considera una presión de aspiración igual a cero y la presión de impulsión de 10,5 bar, la cual corresponde a la presión a la entrada de los módulos. Por lo tanto, la altura requerida para la bomba es de 107,13 m.c.a, para un caudal de 0,006 m³/s (ver Tabla 19).

$$H_{B3} = \frac{10,5 \cdot 10^5 Pa}{1000 \frac{kg}{m^3} \cdot 9,81 \frac{m}{s^2}} + 0,0458m = 107,13 \text{ mca}$$

$$Q_{B3} = 0,006 \frac{m^3}{s}$$

Bomba B4:

La bomba B4 es la que se utiliza para realizar el *backpulsing* de los módulos de membranas de ultrafiltración. Para estimar la carga, se debe tener en cuenta la diferencia de cotas, la presión de entrada a la membrana desde la corriente de permeado y las pérdidas totales, debido a que las velocidades de circulación son las mismas. Desde que se recoge el permeado hasta la entrada a los módulos de membranas, la corriente pasará a través de las tuberías 5, 7 y 8. La ecuación de Bernoulli quedará de la siguiente manera:

$$H_{B4} = \frac{\Delta p}{\gamma} + \Delta z + h_{f_total_T5_T7_T8} \quad \text{Ecuación 37}$$

Se considera una presión de aspiración igual a cero, dado que es la opción más desfavorable. La presión de impulsión es de 2 bares. La diferencia de cotas es la que hay entre la tubería 5 y la 8, que son 0,5 metros. Por lo tanto, la altura requerida para la bomba 4 es de 21,54 m.c.a, para un caudal de 0,133 m³/s (ver Tabla 19).

$$H_{B4} = \frac{2 \cdot 10^5 Pa}{1000 \frac{kg}{m^3} \cdot 9,81 \frac{m}{s^2}} + 0,5 m + 0,6533m = 21,54 \text{ mca}$$

$$Q_{B4} = 0,133 \frac{m^3}{s}$$

Bomba B5:

La bomba B5 sirve para llevar el permeado de la planta de nanofiltración, el cual corresponde a una corriente que es principalmente agua, hasta el depósito de aclarado. Dicha corriente debe pasar por las tuberías T12, T13, T14, T15, T16. Asumiendo las presiones y velocidades iguales, solo se tienen en cuenta la diferencia de cotas y las pérdidas de carga totales, dando como resultado una altura de bomba de 8,84 m.c.a. con un caudal de $1,519 \cdot 10^{-3} m^3/s$ (ver Tabla 19):

$$H_{B5} = \Delta z + h_{f_total-T12_T13_T14_T15_T16_T17_T18} \quad \text{Ecuación 38}$$

$$H_{B5} = 7,5 m + 1,1231 m = 8,84 mca$$

$$Q_{B5} = 1,519 \cdot 10^{-3} \frac{m^3}{s}$$

Bomba B6:

La bomba B6 permite impulsar el agua de aclarado y la disolución de limpieza hacia el tanque de alimentación, donde luego el fluido es trasladado a toda la planta durante el ciclo de limpieza. Para calcular la altura que debe aportar esta bomba se utiliza el teorema de Bernoulli entre el depósito de aclarado (D8) y el depósito de alimentación (D1), dado que la tubería y el caudal del depósito de disolución de limpieza es el mismo en ambos casos.

Para la limpieza de la membrana, no se utiliza presión adicional en el tubo con el fin de minimizar los costes energéticos de las bombas, pero se debe tener en cuenta la pérdida de carga en los módulos de membranas (6 bares en total). Dado que las presiones y velocidades son iguales entre la salida del tanque de aclarado y la entrada al tanque de alimentación, solo se consideran la diferencia de alturas y la pérdida de carga total entre las tuberías T24 y T25. La altura necesaria de la bomba es 73,21 m.c.a. para un caudal de $0,088 m^3/s$ (ver Tabla 19).

$$H_{B6} = \frac{\Delta p}{\gamma} + \Delta z + h_{total-T24_T25} \quad \text{Ecuación 39}$$

$$H_{B6} = \frac{6 \cdot 10^5 Pa}{1000 \frac{kg}{m^3} \cdot 9,81 \frac{m}{s^2}} + 11,5 m + 0,5013 m = 73,21 mca$$

$$Q_{B6} = 0,088 \frac{m^3}{s}$$

Empleando el catálogo comercial de la casa Grundfos, en la tabla 25, se resumen las características principales de las bombas seleccionadas.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

Tabla 25. Especificaciones de las bombas seleccionadas para el diseño de la instalación.

BOMBAS	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Modelo	NBGE 80-65-160/158 VAAF2CVS B QQVLYB	NBE 50-200/181 AASF2AES BQQENW B	NBE 32-250/262 AASF2AES BQQEOW B	MTR 45-2/1 A-F-A-HUUUV	CM 15-1 A-R-A-E- AVBE F-A- A-N	NB 100-250/242 BAF2AESB QQEWW1
Velocidad (rpm)	2534	2693	3108	2917	2900	2980
Caudal (m ³ /h)	67,97	315	4,95	496	17	315,1
Altura (m)	10,37	31,35	107,13	22,96	11,94	73,21
Presión máxima de trabajo (bar)	16	16	16	25	10	16
Potencia nominal (kW)	5,5	11	15	4	1,1	90

CAPITULO 7. ESTUDIO ECONOMICO

En este capítulo, se procede a la realización del estudio económico de la planta de ultrafiltración y nanofiltración que se ha diseñado para la concentración de los compuestos fenólicos. El estudio económico permite analizar los gastos de inversión, los costes de explotación y los ingresos que se espera alcanzar con la implementación del proyecto, dando así una idea de los potenciales beneficios y la viabilidad económica.

Dada la estacionalidad de la producción de alperujo por la operatividad de las almazaras, se ha mencionado que el período anual en el cual la planta está activa es de 3 meses, que, considerando los meses laborales como constituidos por 20 días (5 días por semana), equivalen a 60 días al año. La corriente de alimentación a la planta de ultrafiltración y nanofiltración, que consiste en el extracto acuoso de alperujo, es de 120 m³ diarios, por lo cual se tratarán un total de 7200 m³ anuales.

7.1. COSTES DE EXPLOTACIÓN

Primero, se calculan los costes de explotación, abarcando tanto los variables como los fijos. Los costes variables incluyen el consumo de agua y energía, la sustitución de membranas, la extracción sólido-líquido, el material de limpieza y los gastos de personal. Por otro lado, los costes fijos se centran en la amortización de la infraestructura industrial.

7.1.1. Costes variables

Consumo de agua:

El consumo de agua de la planta depende de la cantidad de agua necesaria en la extracción, del agua necesaria en el proceso de aclarado y el agua utilizada en la disolución de limpieza.

En el caso del agua que se requiere para hacer la extracción, el volumen empleado son 120m³ al día por almazara. Como la almazara opera durante 60 días al año, el consumo anual de agua para la extracción será de 7.200m³.

En el caso del agua que se utiliza en el proceso de aclarado (una etapa de la limpieza explicada en el apartado 6.5.) para realizar el primer aclarado se necesita agua nueva, la cual posteriormente se dirige al tanque de residuos para ser desechada debido a la gran suciedad que transporta. En cambio, al realizar el segundo aclarado esa agua no tiene tanta suciedad porque ya se ha realizado la limpieza durante 1 hora con Ultrasil 115. Por lo que, el agua del segundo aclarado se guardará en el tanque del agua de aclarado para utilizarlo al día siguiente en primer aclarado. Al inicio de semana se utilizará agua nueva. Teniendo en cuenta que la planta opera 5 días a la semana durante 3 meses el agua necesaria para realizar el aclarado es de 5673,6 m³.

La disolución de limpieza se reutiliza durante los cinco días laborables. Inicialmente, se requiere un volumen de 40,38 m³ calculado en el apartado 6.7. Sin embargo, para compensar posibles pérdidas durante el proceso de limpieza, se establece un volumen inicial de 41 m³.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

Considerando este ajuste y el periodo total de operación, el consumo de agua para la disolución de limpieza es de 492 m³.

Conociendo la cuota de consumo de agua para uso industrial con consumos entre 91-50.000m³ al trimestre, la cual es de 0,6519€/m³, el coste variable total debido al consumo de agua es de 5709,08€ al año. El cálculo se puede ver en la Tabla 26.

Tabla 26. Coste variable de agua.

Agua	
Consumo en el aclarado (m ³)	5673,60
Consumo en la limpieza (m ³)	492,00
Consumo en la extracción (m ³)	7200,00
Consumo total (m ³)	8757,60
Importe TOTAL (€)	8713,03

Teniendo en cuenta que el vertido al alcantarillado tiene un precio de 0,6519 €/m³, en la planta industrial se vierte al alcantarillado el agua del primer aclarado y la disolución de limpieza, por lo que se gastan un total de 4019,35 € en esta partida.

Por lo tanto, el coste total anual de este apartado de consumo de agua asciende a 12732,39 €.

Consumo de energía:

El consumo energético depende directamente de la potencia necesaria para las bombas que conforman la instalación y de la energía consumida por el intercambiador de calor encargado de calentar la disolución de limpieza.

El precio de tarifas de consumo a nivel industrial para una tarifa 6.1TD, con una potencia contratada inferior a 450 kW, es de 0,1149 €/kW·h.

En la Tabla 2 se muestra la potencia nominal de cada elemento y el coste total de energía.

Tabla 27. Coste variable de energía.

Equipo	Potencia Nominal (kW)	Tiempo de operación (h/día)	Coste (€/día)	Coste total (€/año)
B1	5,5	19,40	12,26	735,58
B2	11,0	19,40	24,52	1471,18
B3	15,0	14,05	24,22	1452,91
B4	4,0	0,04	0,02	1,15
B5	1,1	0,25	0,03	1,90
B6	90,0	1,50	2,59	930,69
Intercambiador de calor	2,1	1,00	0,24	14,48
Importe TOTAL				4607,89

Productos de limpieza:

Para la limpieza de las membranas se emplea una disolución de P3-Ultrasil 115 en agua osmotizada al 1% (v/v). La limpieza se realiza en circuito cerrado, por lo que la disolución inicial vuelve al tanque tras haber recorrido el circuito de membranas. Se necesita preparar un volumen de 41m³ de disolución de limpieza al 1% v/v, por lo que cantidad de detergente necesaria es la siguiente:

$$V_{Ultrasil1} = 41m^3 \cdot \frac{1mL}{100mL} * 12 \frac{semanas}{año} = 4,92m^3 \quad \text{Ecuación 40}$$

Además, cada día hay que regenerar la disolución, debido al volumen que se queda en las tuberías (15.86 m³, que corresponde al volumen muerto de las tuberías). La cantidad que se debe añadir diariamente es la siguiente:

$$V_{Ultrasil2} = 15,86m^3 \cdot \frac{1mL}{100mL} * 48 \frac{días}{año} = 7,61 m^3 \quad \text{Ecuación 41}$$

Por lo tanto, el volumen total necesario de Ultrasil es de 12,53 m³. Como el producto se compra por peso, y se conoce que la densidad relativa del producto de limpieza es de 1,35, se puede calcular su densidad y, posteriormente, la masa necesaria.

$$1,35 = \frac{\rho_{Ultrasil}}{1000 \frac{kg}{m^3}} \rightarrow \rho_{Ultrasil} = 1350 \frac{kg}{m^3} \quad \text{Ecuación 42}$$

$$\rho_{Ultrasil} = \frac{m_{Ultrasil}}{V_{Ultrasil}} \rightarrow m_{Ultrasil} = 1350 \frac{kg}{m^3} \cdot 6,82 m^3 = 16919,28 kg/año \quad \text{Ecuación 43}$$

El precio del producto de limpieza es de 4,53 €/kg, por lo que el coste total es de 76644,34€.

Reposición de las membranas:

Con el paso del tiempo, las membranas de UF y NF sufren un deterioro debido a su empleo, contando con una vida útil media de aproximadamente 3 y 5 años, respectivamente. No obstante, puesto que la planta opera durante 3 meses, la duración será de 12 y 20 años, respectivamente. No obstante, se toma una medida más conservadora, considerando una duración de 10 y 15 años para las membranas de UF y NF, respectivamente.

Para operar la planta se necesitan 12 módulos de membrana de UF y 3 de NF, de modo que el coste anual de reposición de las membranas es de 6474,96€ en total, como se muestra en la Tabla 28.

Tabla 28. Cálculo del importe total de la reposición de las membranas.

Membranas	Unidad	Cantidad	Amortización (año)	Precio unitario (€)	Coste (€/año)
UF	ud	12	10	1229,29	1475,15
NF	ud	3	15	628,79	125,76
Importe TOTAL (€/año)					1600,91

Mano de obra:

La planta industrial de purificación y concentración de polifenoles opera durante 20,9 horas diarias, incluyendo 19,4 horas de producción y 1,5 horas de limpieza. Por ello, para asegurar su óptimo funcionamiento, se contratará a tres operarios encargados de seguir el desarrollo del proceso, a un ingeniero químico encargado de la planificación y supervisión del trabajo, a un operario de mantenimiento responsable del control, reparación, mantenimiento y puesta a punto de todos los equipos de la planta y a un empleado para desarrollar tareas administrativas. Todo el personal trabajará durante un periodo de tres meses al año.

Tabla 29. Coste variable de mano de obra.

Concepto	Unidad	Cantidad (meses)	Precio unitario (€/mes)	Importe (€)
Ingeniero químico	1	3	2354	7062
Operario de planta	3	3	1629	14661
Operario de mantenimiento	1	3	1618	4854
Administrativo	1	3	1501	4503
Importe TOTAL				31080

Extracción sólido-líquido:

Se deben tener en cuenta los costes variables del proceso de extracción sólido-líquido, teniendo en cuenta los datos de estudios realizados por otros autores (Moreno, 2020). Por lo que, se añaden 14632,06 € de costes variables de la extracción sólido-líquido.

7.1.2. Costes fijos

Los costes fijos incluyen la amortización de los equipos de la planta industrial. Este valor se calcula a partir del presupuesto total de ejecución por contrata (PEC), considerando un plazo de amortización de 15 años. También se deben tener en cuenta los costes fijos que aporta la instalación de extracción, para lo que se ha tenido en cuenta el presupuesto de la bibliografía (Moreno, 2020). Como resultado, el coste anual de amortización es de 62539,26 €, como se refleja en la Tabla 30.

Tabla 30. Cálculo de los costes fijos.

Etapa del proceso	Costes
Extracción sólido-líquido (€)	553496,83
Concentración y purificación (€)	384592,11
Presupuesto inversión (€)	938088,94
Costes fijos (€/año)	62539,26

7.1.3. Costes totales

En la Tabla 31 se resumen los costes de explotación de la planta, separados en costes variables y costes fijos.

Tabla 31. Costes totales de operación de la planta industrial.

Tipo de coste	Concepto	Coste total (€/año)
Costes variables	Consumo agua	12732,39
	Consumo energía	4607,89
	Productos limpieza	76644,34
	Membranas	1600,91
	Mano de obra	31080,00
	Extracción sólido-líquido	14632,06
Costes fijos	Amortización	75672,51
Importe TOTAL		216970,10

7.2. INGRESOS DE EXPLOTACIÓN

Se decide seleccionar como producto de venta el suplemento hidroxitirosol de la marca Granatum Plus. Cada caja contiene 180 cápsulas y cada capsula contiene 25mg de compuestos fenólicos. El precio es de 78€ la caja, por lo que el precio de la cápsula es de 0,48€ y, por lo tanto, el precio por gramo es de 17,3 €/g. Pero este precio es el de los polifenoles sobre el precio de venta al público directamente. La venta de los compuestos fenólicos al fabricante se estima en un 5% del precio de venta al público, es decir, 0,87€/g.

Tras el proceso de extracción, purificación y concentración, la cantidad de polifenoles extraídos es de 916 kg al año. Los ingresos totales serán de 793.872,80€.

7.3. BENEFICIOS TOTALES

El beneficio bruto anual se puede calcular a partir de la diferencia entre los ingresos y los costes totales.

$$\text{Beneficio bruto} = 793872,80 - 216970,10 = 576902,71 \frac{\text{€}}{\text{año}} \quad \text{Ecuación 44}$$

Y el beneficio neto anual se consigue al restar los impuestos al beneficio bruto anual, siendo los impuestos de un 21%.

$$\text{Beneficio neto} = \text{Beneficio bruto} - \text{Beneficio bruto} \cdot 0,21 = 455753,14 \frac{\text{€}}{\text{año}} \quad \text{Ecuación 45}$$

Por último, se puede calcular el periodo de recuperación de la inversión inicial, teniendo en cuenta el proceso de extracción y el de purificación y concentración.

$$\text{Periodo de recuperación} = \frac{\text{Inversión inicial}}{\text{Beneficio neto}} = 2,59 \text{ años} \quad \text{Ecuación 46}$$

CAPITULO 8. CONCLUSIONES

En el presente TFG se ha demostrado la viabilidad de implementar un proceso integrado de membranas para la recuperación de compuestos fenólicos a partir del extracto acuoso de alperujo. Las conclusiones más relevantes de dicho trabajo se presentan a continuación:

- La caracterización del extracto reveló un elevado contenido de compuestos fenólicos (3970 ± 80 mg tirosol/kg alperujo), así como una significativa cantidad de sólidos totales y una alta DQO, recalcando la necesidad de un proceso de purificación eficiente.
- En la primera etapa del tratamiento, los ensayos de ultrafiltración han permitido identificar la membrana UP005 como la opción más adecuada, debido a su densidad de flujo de permeado estable y a la eficiente separación de los compuestos fenólicos de mayor interés. Esta membrana ha demostrado ser muy efectiva en la retención de los compuestos no deseados, con porcentajes de rechazos muy elevados de materia orgánica (70% a un FRV de 2). Sin embargo, el rechazo a compuestos fenólicos como el ácido decarboximetil elenólico, el ácido vanílico, o el hidroxitirosol fue muy reducido (del 30%, 40%, 50%, respectivamente). De este modo, se consigue la recuperación de los compuestos fenólicos de interés en la corriente de permeado, consiguiendo así su purificación y, con ello, el objetivo de esta etapa.
- La nanofiltración con la membrana NF 270, a su vez, demostró ser altamente eficaz para concentrar los compuestos fenólicos presentes en el permeado de la ultrafiltración, en dicha corriente la concentración de dichos compuestos era de 108 mg/L. Los ensayos realizados han permitido seleccionar una presión transmembranal de 9 bares, para la que la densidad de flujo de permeado se estabilizó en $44,24 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1} \text{ m}^{-2}$ y el rechazo a los compuestos fenólicos fue de 88,1%. Se consiguió aumentar significativamente la concentración de fenoles en el rechazo, alcanzando valores de 121 mg/L para un FRV 2,5.
- En el diseño de la instalación industrial, para la etapa de ultrafiltración se ha seleccionado la membrana TRISEP® DS UP005 8338-46 de Mycrodin Nadir, con una configuración espiral y una superficie activa de $27,5 \text{ m}^2$. El proceso se diseña para alcanzar un FRV de 5, manteniendo una densidad de flujo de permeado constante de $15 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$, con un proceso de limpieza por *backpulsing* para asegurar su eficiencia. La disposición del sistema incluye 12 módulos distribuidos en 4 tubos de presión en paralelo, con 3 módulos en serie dentro de cada tubo, lo cual optimiza el área de membrana total requerida, que es de 330 m^2 . Esta configuración permite una eficiente separación y preparación de la corriente de permeado para la siguiente etapa de nanofiltración.
- Para la etapa de nanofiltración se ha optado por la membrana Film Tec™ NF270-440 de DuPont, similar a la utilizada en pruebas de laboratorio, pero con una configuración espiral y una mayor superficie activa de 41 m^2 . Utilizando el modelo de Spiegler-Kedem, se ha estimado una densidad de flujo de permeado promedio de $44,46 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$, lo que permitió estimar un área total de membrana necesaria de 123 m^2 . La configuración que se propone incluye 3 módulos en serie dentro de un tubo de

presión. Como resultado, se obtiene una corriente de rechazo enriquecida en compuestos fenólicos, con una concentración de 795,14 mg/L, mientras que el permeado presenta una concentración de dichos compuestos 94,62 mg/L y una demanda química de oxígeno (DQO) de 1,78 g/L, cumpliendo con el objetivo del proceso.

- Este proyecto no solo presenta una solución técnica viable para el tratamiento de residuos de la industria olivarera, sino que también contribuye de manera significativa a la sostenibilidad y la economía circular. La recuperación de compuestos fenólicos a partir del alperujo no solo añade valor a un residuo, sino que también reduce la carga ambiental asociada con su manejo inadecuado, alineándose con los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS).
- Se ha comprobado, a través del estudio económico, que el proyecto es totalmente viable, ya que se recupera la inversión inicial realizada (1.180.491 €) en 2,67 años. Llevando a cabo este proyecto se conseguiría un beneficio neto de 455.753,14 € al año por la venta de la corriente de compuestos fenólicos concentrados y purificados que se producen.

En conclusión, el trabajo realizado evidencia claramente la viabilidad y los beneficios de implementar un proceso integrado de membranas para la recuperación de compuestos fenólicos del alperujo, ofreciendo una solución innovadora y sostenible para la industria del aceite de oliva.

CAPITULO 9. BIBLIOGRAFIA

- Abadi, S. R. H., Sebzari, M. R., Hemati, M., Rekabdar, F., & Mohammadi, T. (2011a). Ceramic membrane performance in microfiltration of oily wastewater. *Desalination*, 265(1–3), 222–228. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2010.07.055>
- Abdessemed, D., Nezzal, G., & Aim, R. Ben. (2000). *Coagulation-adsorption-ultrafiltration for wastewater treatment and reuse*.
- Aceites de Oliva de España. (2022). Variedades de aceituna. Obtenido de <https://www.aceitesdeolivadeespana.com/la-importancia-de-las-variedades/>
- Albuquerque, J. A., González, J., García, D., & Cegarra, J. (2004). Agrochemical characterisation of ‘alperujo’, a solid by-product of the two-phase centrifugation method for olive oil extraction. *Bioresource Technology*, 91(2), 195–200. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(03\)00177-9](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(03)00177-9)
- Alonso-Vázquez, P., Valle, C., Sánchez-Arévalo, C., Cuartas-Urbe, B. E., Vincent-Vela, M. C., Bes-Piá, A., & Álvarez-Blanco, S. (2024). Separation of phenolic compounds from canned mandarin production wastewater by ultrafiltration and nanofiltration. *Journal of Water Process Engineering*, 59. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2024.105041>
- ASOLIVA. (2016). (Asociación Española de la Industria y Comercio Exportador de Aceites de Oliva y Aceites de Orujo) Obtenido de <http://www.asoliva.com/elaboracion#>
- Azbar, N., Bayram, A., Filibeli, A., Muezzinoglu, A., Sengul, F., & Ozer, A. (2004). A review of waste management options in olive oil production. In *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* (Vol. 34, Issue 3, pp. 209–247). <https://doi.org/10.1080/10643380490279932>
- Cabrera Capitán, F., & Álvarez Cobelas, M. (1995). La calidad de las aguas continentales españolas : estado actual e investigación. *Geoforma*.
- Campo, M. G., & Rapoport, H. (2008). De la yema de olivo al desarrollo inicial de la aceituna. Descripción de la iniciación floral, floración, cuajado, caída de frutos y endurecimiento del hueso. *Olint*, 400-406.
- Cano Marchal, P., Gómez Ortega, J., Aguilera Puerto, D., & Gámez García, J. (2011). Situación actual y perspectivas futuras del control del proceso de elaboración del aceite de oliva virgín. In *RIAI - Revista Iberoamericana de Automatica e Informatica Industrial* (Vol. 8, Issue 3, pp. 258–269). Elsevier Doyma. <https://doi.org/10.1016/j.riai.2011.06.013>
- Cassano, A., Conidi, C., & Drioli, E. (2011). Comparison of the performance of UF membranes in olive mill wastewaters treatment. *Water Research*, 45(10), 3197–3204. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.03.041>

- Cheryan, M. (1998). *Ultrafiltration and Microfiltration Handbook*, 2nd Edition. En CRC Press. Boca Ratón, EEUU
- Cifuentes-Cabezas, M., Galinha, C. F., Crespo, J. G., Cinta Vincent-Vela, M., Antonio Mendoza-Roca, J., & Álvarez-Blanco, S. (2023). Nanofiltration of wastewaters from olive oil production: Study of operating conditions and analysis of fouling by 2D fluorescence and FTIR spectroscopy. *Chemical Engineering Journal*, 454. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.140025>
- Comunitat Valenciana. (2023). Informe sobre el sector oleícola. Octubre 2023.
- Contreras, M. del M., Lama-Muñoz, A., Espínola, F., Moya, M., Romero, I., & Castro, E. (2020). Valorization of olive mill leaves through ultrasound-assisted extraction. *Food Chemistry*, 314. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126218>
- Conversor de conductividad. (n.d.). Retrieved November 28, 2022, from <https://www.lenntech.es/calculadoras/conductividad/conductividad.htm>
- Corbatón Báguena, M. J. (2015). Limpieza de membranas de ultrafiltración aplicadas en la industria alimentaria por medio de técnicas no convencionales y caracterización del ensuciamiento de las membranas (Doctoral dissertation, Universitat Politècnica de València).
- De La Casa, J. A., Romero, I., Jiménez, J., & Castro, E. (2012). Fired clay masonry units production incorporating two-phase olive mill waste (alperujo). *Ceramics International*, 38(6), 5027–5037. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.03.003>
- De Silva, S. F., & Alcorn, J. (2019). Flaxseed lignans as important dietary polyphenols for cancer prevention and treatment: Chemistry, pharmacokinetics, and molecular targets. *Pharmaceuticals*, 12(2). <https://doi.org/10.3390/ph12020068>
- Dermeche, S., Nadour, M., Larroche, C., Moulti-Mati, F., & Michaud, P. (2013). Olive mill wastes: Biochemical characterizations and valorization strategies. In *Process Biochemistry* (Vol. 48, Issue 10, pp. 1532–1552). <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2013.07.010>
- Espinola Lozano, F. (1996). Cambios tecnológicos en la extracción del aceite de oliva virgen. EVHSA, Entidad Valenciana de Agua y Saneamiento. (2024). <https://www.aguasdevalencia.es/>
- Fleyfel, L. M., Leitner, N. K. V., Deborde, M., Matta, J., & El Najjar, N. H. (2022). Olive oil liquid wastes—Characteristics and treatments: A literature review. In *Process Safety and Environmental Protection* (Vol. 168, pp. 1031–1048). Institution of Chemical Engineers. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2022.10.035>
- García, M. M. (2003). Estudio del contenido en triglicéridos de aceites monovarietales elaborados a partir de aceitunas producidas en la región extremeña.
- Gil, R. M., Groff, M. C., Kuchen, B., Gil, D. G., Fernández, M. C., & Vazquez, F. (2024). Analysis of energy return on investment of dry anaerobic digestion for low water alperujo with

- oxidative, thermal and alkaline pretreatments. *Water and Environment Journal*, 38(2), 247–258. <https://doi.org/10.1111/wej.12914>
- Gouvinhas, I., Machado, N., Sobreira, C., Domínguez-Perles, R., Gomes, S., Rosa, E., & Barros, A. I. R. N. A. (2017). Critical review on the significance of Olive phytochemicals in plant physiology and human health. In *Molecules* (Vol. 22, Issue 11). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/molecules22111986>
- Gracia, M. S., Royo, A., & Guillén, M. (2009). Composición química de aceites de las variedades Arbequina y Empeltre cultivadas en regadío
- Hedo, E. B. (2022). Legislación al día. Subproducto. Aceite de oliva. *Actualidad Jurídica Ambiental* | AJA. <https://www.actualidadjuridicaambiental.com/legislacion-al-dia-subproducto-aceite-de-oliva/>
- Hernández, D., Astudillo, L., Gutiérrez, M., Tenreiro, C., Retamal, C., & Rojas, C. (2014). Biodiesel production from an industrial residue: Alperujo. *Industrial Crops and Products*, 52, 495–498. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.10.051>
- Herrera, B. J., Velasco, A. R., Sánchez-Ortiz, A., Tovar, M. L. L., Muñoz, M. Ú., Callejón, R. M., & De Quirós, E. O. B. (2012). Influencia del proceso de maduración del fruto en la calidad sensorial de aceites de oliva virgen de las variedades Picual, Hojiblanca y Picudo. *Grasas y Aceites*, 63(4), 403–410. <https://doi.org/10.3989/gya.058212>
- International Olive Council,1. (2023). <https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2023/12/HO-W901-13-12-2023-C.pdf>
- International Olive Council 2. (2023). <https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2023/12/HO-W901-13-12-2023-P.pdf>
- International Olive Council 3. (2023). <https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2023/12/HO-CE901-13-12-2023-P.pdf>
- IOC. (2023). Denominaciones y definiciones de los aceites de oliva. Obtenido de <https://www.internationaloliveoil.org/el-mundo-del-olivo/aceite-de-oliva/?lang=es>
- Jacobo-Velázquez, D. A., & Cisneros-Zevallos, L. (2020). Bioactive phenolics and polyphenols: Current advances and future trends. In *International Journal of Molecular Sciences* (Vol. 21, Issue 17, pp. 1–4). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/ijms21176142>
- Kalasariya, H. S., & Pereira, L. (2022). Dermo-Cosmetic Benefits of Marine Macroalgae-Derived Phenolic Compounds. In *Applied Sciences (Switzerland)* (Vol. 12, Issue 23). MDPI. <https://doi.org/10.3390/app122311954>
- Li, H., & Chen, V. (2010). Membrane Fouling and Cleaning in Food and Bioprocessing. In *Membrane Technology: A Practical Guide to Membrane Technology and Applications in Food and Bioprocessing* (pp. 213–254). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-1-85617-632-3.00010-0>

- Lima Silva, F., Roberto Hrihorowitsch Moreno, P., Christine Helena Frankland Sawaya, A., Cássia de Freitas Lemeszenki, G., Hewitson, P., & Ignatova, S. (n.d.). Dereplication of Phenolics from *Cardiospermum corindum* by Countercurrent Chromatography Combined with Liquid Chromatography-Electrospray Mass Spectrometry. <https://doi.org/10.1007/s43450-022-00241-1/Published>
- Liu, C., Morse, A., Rainwater, K., & Song, L. (2014). Modeling of Concentration Polarization in a Reverse Osmosis Channel with Parabolic Crossflow. *Water Environment Research*, 86(1), 56–62. <https://doi.org/10.2175/106143013x13778144233972>
- M'hiri, N., Ioannou, I., Ghoul, M., & Boudhrioua, N. M. (2014). Extraction Methods of Citrus Peel Phenolic Compounds. In *Food Reviews International* (Vol. 30, Issue 4, pp. 265–290). Taylor and Francis Inc. <https://doi.org/10.1080/87559129.2014.924139>
- MAPA (2024). Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación. Obtenido de <https://www.mapa.gob.es/es/agricultura/temas/producciones-agricolas/aceite-oliva-y-aceituna-mesa/aceite.aspx>
- McCabe, W. L., Smith, J. C., & Harriott, P. (1991). *Operaciones unitarias en Ingeniería Química* (7ª Edición ed.). McGraw-Hill Interamericana de España, S.A.U.
- Mulder Marcel (1998). *Basic principles of membrane technology*
- Moreira, M. M., Barroso, M. F., Boeykens, A., Withouck, H., Morais, S., & Delerue-Matos, C. (2017). Valorization of apple tree wood residues by polyphenols extraction: Comparison between conventional and microwave-assisted extraction. *Industrial Crops and Products*, 104, 210–220. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.04.038>
- Moody, L. F. (1944). Friction factors for pipe flow. *Trans. ASME*, 66.
- Moreno, P. (2020). *Diseño, análisis y mejora de un proceso de extracción sólido-líquido para recuperar polifenoles del alperujo*. Trabajo Fin de Grado. Valencia.
- Mulyanti, R., & Susanto, H. (2018). Wastewater treatment by nanofiltration membranes. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 142(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/142/1/012017>
- Osorio-Tobón, J. F. (2020). Recent advances and comparisons of conventional and alternative extraction techniques of phenolic compounds. In *Journal of Food Science and Technology* (Vol. 57, Issue 12, pp. 4299–4315). Springer. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04433-2>
- Papoutsis, K., Pristijono, P., Golding, J. B., Stathopoulos, C. E., Bowyer, M. C., Scarlett, C. J., & Vuong, Q. V. (2018). Screening the effect of four ultrasound-assisted extraction parameters on hesperidin and phenolic acid content of aqueous citrus pomace extracts. *Food Bioscience*, 21, 20–26. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2017.11.001>
- Pasquet, P. L., Bertagnolli, C., Villain-Gambier, M., & Trébouet, D. (2024). Investigation of phenolic compounds recovery from brewery wastewater with coupled membrane and

- adsorption process. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 12(2).
<https://doi.org/10.1016/j.jece.2024.112478>
- Pereira, D. T. V., Tarone, A. G., Cazarin, C. B. B., Barbero, G. F., & Martínez, J. (2019). Pressurized liquid extraction of bioactive compounds from grape marc. *Journal of Food Engineering*, 240, 105–113. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.07.019>
- Polonio, D., Villanueva, A. J., & Gómez-Limón, J. A. (2024). Rentabilidad del compostaje del alperujo como una alternativa bioeconómica. *Informacion Tecnica Economica Agraria*. <https://doi.org/10.12706/itea.2024.004>
- Roselló-Soto, E., Barba, F. J., Lorenzo, J. M., Munekata, P. E. S., Gómez, B., & Moltó, J. C. (2019). Phenolic profile of oils obtained from “horchata” by-products assisted by supercritical-CO₂ and its relationship with antioxidant and lipid oxidation parameters: Triple TOF-LC-MS-MS characterization. *Food Chemistry*, 274, 865–871. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.09.055>
- Ross, S. M. (2013). Effects of extra virgin olive oil phenolic compounds and the mediterranean diet on cardiovascular health. *Holistic Nursing Practice*, 27(5), 303–307. <https://doi.org/10.1097/HNP.0b013e3182a0c668>
- Russo, C. (2007). A new membrane process for the selective fractionation and total recovery of polyphenols, water and organic substances from vegetation waters (VW). *Journal of Membrane Science*, 288(1-2), 239-246.
- Ryan, D., Robards, K., & Lavee, S. (1999). Changes in phenolic content of olive during maturation. *International Journal of Food Science and Technology*, 34(3), 265–274. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2621.1999.00261.x>
- Sánchez-Arévalo, C. M., Iborra-Clar, A., Vincent-Vela, M. C., & Álvarez-Blanco, S. (2022). Exploring the extraction of the bioactive content from the two-phase olive mill waste and further purification by ultrafiltration. *LWT*, 165. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2022.113742>
- 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>
- Sánchez-Arévalo, C. M., Vincent-Vela, M. C., & Álvarez-Blanco, S. (2023). Green management of wet olive pomace by means of ultrafiltration of an aqueous extract of phenolic compounds. *Environmental Technology and Innovation*, 32. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2023.103385>
- Schmidt, L., Prestes, O. D., Augusti, P. R., & Fonseca Moreira, J. C. (2023). Phenolic compounds and contaminants in olive oil and pomace – A narrative review of their biological and

- toxic effects. In *Food Bioscience* (Vol. 53). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2023.102626>
- Shahidi, F., & Yeo, J. D. (2018). Bioactivities of phenolics by focusing on suppression of chronic diseases: A review. In *International Journal of Molecular Sciences* (Vol. 19, Issue 6). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/ijms19061573>
- Sharayei, P., Azarpazhooh, E., Zomorodi, S., & Ramaswamy, H. S. (2019). Ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from pomegranate (*Punica granatum L.*) peel. *LWT*, 101, 342–350. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.11.031>
- Soodam, K., & Guinee, T. P. (2018). The case for milk protein standardisation using membrane filtration for improving cheese consistency and quality. In *International Journal of Dairy Technology* (Vol. 71, Issue 2, pp. 277–291). Blackwell Publishing Ltd. <https://doi.org/10.1111/1471-0307.12502>
- Sumere, B. R., de Souza, M. C., dos Santos, M. P., Bezerra, R. M. N., da Cunha, D. T., Martinez, J., & Rostagno, M. A. (2018). Combining pressurized liquids with ultrasound to improve the extraction of phenolic compounds from pomegranate peel (*Punica granatum L.*). *Ultrasonics Sonochemistry*, 48, 151–162. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.05.028>
- Tsuru, T., Nakao, S., & Kimura, S. (1991). Calculation of Ion Rejection by Extended Nernst–Planck Equation with Charged Reverse Osmosis Membranes for Single and Mixed Electrolyte Solutions. *JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN*, 24(4), 511–517. <https://doi.org/10.1252/jcej.24.511>
- Yildiz, G., & Uylaşer, V. (2015). Profile and total content of phenolics and antioxidant activity of commercial table olives from Turkey. *Quality Assurance and Safety of Crops and Foods*, 7(5), 635–642. <https://doi.org/10.3920/QAS2014.0430>

ANEXOS

ANEXO I. CÁLCULOS

1. CÁLCULO DE LAS CONCENTRACIONES FINALES DEL PROCESO DE ULTRAFILTRACIÓN.

Para el cálculo de las concentraciones finales de DQO y compuestos fenólicos (F) en el rechazo se emplea la Ecuación 1 (Cheryan, M., 1998), conociendo el FRV y las concentraciones iniciales.

$$C_R = C_0 \cdot FRV^R \quad \text{Ecuación 1}$$

Siendo R el porcentaje de rechazo, cuyos valores se encuentran en la Figura 15 de la memoria descriptiva, C_R la concentración en el rechazo y C_0 la concentración de la corriente de alimentación para los dos parámetros estudiados, DQO y compuestos fenólicos. De este modo, se calculan las concentraciones en la corriente de rechazo:

$$C_{DQOR} = C_{DQO0} \cdot FRV^{RDQO} \rightarrow C_{DQOR} = 31054,84 \frac{mg}{L}$$

$$C_{FR} = C_{DQO0} \cdot FRV^{RF} \rightarrow C_{DQOR} = 1214,6 \frac{mg}{L}$$

A partir de estas concentraciones y del balance de materia a las membranas, se pueden obtener las concentraciones en la corriente de permeado (P):

$$V_0 \cdot C_0 = V_R \cdot C_R + V_P \cdot C_P \quad \text{Ecuación 2}$$

$$V_{DQO0} \cdot C_{DQO0} = V_{DQOR} \cdot C_{DQOR} + V_{DQOP} \cdot C_{DQOP} \rightarrow C_{DQOP} = 2598,79 \frac{mg}{L}$$

$$V_{DQO0} \cdot C_{DQO0} = V_{DQOR} \cdot C_{DQOR} + V_{DQOP} \cdot C_{DQOP} \rightarrow C_{DQOP} = 192,60 \frac{mg}{L}$$

También se calcularán las concentraciones en las corrientes de permeado y rechazo para las sales (considerando que se trata de NaCl) y los azúcares, para poder realizar los cálculos para la planta de nanofiltración posteriormente.

La concentración de azúcares en las corrientes de la planta de ultrafiltración se muestran en la tabla A1.

Tabla A1. Concentración de azúcares en las corrientes de la planta de ultrafiltración.

Corriente	[Azúcares] (mg/L)
Alimento	1007
Rechazo a un FRV de 2	1900
Permeado a un FRV de 2	213

Para conocer la concentración de sales, mediante la Ecuación 3 se transforma, la conductividad en concentración de NaCl (Conversor de Conductividad, 2024):

$$TDS \left(\frac{mg}{L} \right) = \Lambda \left(\frac{mS}{cm} \right) \cdot 640 \quad \text{Ecuación 3}$$

Tabla A2. Cálculo de la concentración de NaCl a partir de la conductividad en las corrientes de la planta de ultrafiltración

Corrientes	Conductividad ($\mu\text{S/cm}$)	[NaCl](mg/L)
Alimentación	1354	866,56
Rechazo a un FRV de 2	1755	1123,2
Permeado a un FRV de 2	655	419,2

También se calcula la concentración de azúcares y NaCl a un FRV de 5. Para ello se obtiene primero el porcentaje de rechazo con la ecuación 2 que se encuentra en el apartado 3.6.2 de la memoria.

$$\%Rechazo_{Azúcares} = \left(1 - \frac{C_{AzúcaresP}}{C_{AzúcaresR}}\right) \cdot 100 = \left(1 - \frac{219 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{1900 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}\right) \cdot 100 = 88,47\%$$

$$\%Rechazo_{NaCl} = \left(1 - \frac{C_{NaClP}}{C_{NaClR}}\right) \cdot 100 = \left(1 - \frac{419,2 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{1123,2 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}\right) \cdot 100 = 62,68\%$$

Finalmente, se obtiene el valor de concentración a un FRV 5 por medio de las ecuaciones 1 y 2.

$$C_{AzúcaresR} = C_{Azúcares0} \cdot FRV^{RAzúcares} \rightarrow C_{DQOR} = 4182,48 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$V_{Azúcares0} \cdot C_{Azúcares0} = V_{AzúcaresR} \cdot C_{AzúcaresR} + V_{AzúcaresP} \cdot C_{AzúcaresP} \rightarrow C_{AzúcaresP} = 213,13 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$C_{NaClR} = C_{NaCl0} \cdot FRV^{RNaCl} \rightarrow C_{NaClR} = 2376,29 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$V_{NaCl0} \cdot C_{NaCl0} = V_{NaClR} \cdot C_{NaClR} + V_{NaClP} \cdot C_{NaClP} \rightarrow C_{NaClP} = 489,13 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

2. VOLÚMENES DE LOS DEPOSITOS DE LA PLANTA DE ULTRAFILTRACIÓN

Se calculan los volúmenes de permeado (V_P) y rechazo (V_R) que se obtienen diariamente, teniendo en cuenta que el volumen de alimentación tratado (V_A) es de 120 m^3 :

$$FRV = \frac{V_A}{V_R} \rightarrow V_R = 24 \text{ m}^3 \quad \text{Ecuación 4}$$

$$V_A = V_P + V_R \rightarrow V_P = 96 \text{ m}^3 \quad \text{Ecuación 5}$$

3. CÁLCULO DE LA PRESIÓN OSMÓTICA DE LA ALIMENTACIÓN, PERMEADO Y RECHAZO DE LA NANOFILTRACIÓN

Para obtener la aportación de las sales y los compuestos fenólicos a la presión osmótica, se emplea la Ecuación 6 (ecuación de Van't Hoff):

$$\pi = \frac{i \cdot R \cdot T \cdot [\text{Solute}]}{PM} \quad \text{Ecuación 6}$$

donde, i es el coeficiente de disociación iónica, R la constante de los gases ideales, T temperatura de trabajo en K, $[\text{Solute}]$ la concentración del soluto en la corriente (en masa/volumen) y PM el peso molecular.

Para obtener la concentración en el permeado de la nanofiltración a un FRV de 1 se utilizará la siguiente ecuación:

$$C_P = C_A \cdot (1 - \%Rechazo) \quad \text{Ecuación 7}$$

donde, C_P es la concentración de permeado, C_A la concentración de alimentación y $\%Rechazo$ son los porcentajes de rechazo conseguidos en la planta de nanofiltración, los cuales se pueden encontrar en la Figura 21 del apartado 5.3.3.

De este modo, la presión osmótica aportada por las sales (NaCl) y los compuestos fenólicos son las que se muestran en la tabla A3, considerando que los compuestos fenólicos corresponden a tirosol.

Tabla A3. Cálculo de la presión osmótica aportada por el NaCl y los compuestos fenólicos (tirosol) a las corrientes implicadas en la nanofiltración a un FRV de 1.

Parámetros	NaCl	Tirosol
[Rechazo] (g/L)	0,489	0,193
[Permeado] (g/L)	0,070	0,023
i	2	1
R	0,082	0,082
T (K)	298	298
PM (g/mol)	58,443	138,16
π_R (bar)	0,409	0,034
π_P (bar)	0,058	0,004

En cambio, para los azúcares se utiliza la ecuación 8, para estimar su aportación a la presión osmótica, considerando que la concentración de azúcares corresponde a glucosa (Tsuru et al., 1991):

$$\pi_g = -\frac{R \cdot T}{V_w} \cdot \ln \left(\frac{\frac{1000 - C_g}{M_w} - \frac{2 \cdot C_g}{M_g}}{\frac{1000 - C_g}{M_w} - \frac{C_g}{M_g}} \right) \quad \text{Ecuación 8}$$

Siendo, V_w el volumen molar del agua pura, M_w el peso molecular del agua, M_g el peso molecular de la glucosa y C_g es la concentración de glucosa. Además, se asume que el porcentaje de rechazo a los azúcares es análogo al de los sólidos totales. Aplicando la ecuación 7, se obtiene la concentración de glucosa en el permeado.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

En la Tabla A4 se recogen los valores de presión osmótica y valores de los parámetros para la glucosa:

Tabla A4. Cálculo de la presión osmótica aportada por los azúcares (glucosa) a las corrientes implicadas en la nanofiltración a un FRV de 1.

Glucosa	
[Rechazo] (g/L)	0,213
[Permeado] (g/L)	$6,59 \cdot 10^{-3}$
V_w (m ³ /kmol)	18,03
M_w (g/mol)	18,02
M_g (g/mol)	180,16
π_R (bar)	0,294
π_P (bar)	0,009

Para estimar la presión osmótica de las corrientes a un FRV de 5 es necesario conocer las concentraciones de los compuestos en el permeado y rechazo de la NF a dicho FRV. Para ello se emplean las ecuaciones 1 y 7. En la Tabla A5 se encuentran los valores de concentración de los compuestos de interés:

Tabla A5. Concentraciones de los compuestos en las corrientes de permeado y rechazo de la nanofiltración a un FRV de 5.

Concentración (g/L)	Rechazo	Permeado
NaCl	1,945	0,277
Tirosol	0,795	0,095
Glucosa	1,014	0,031

De la misma manera que para un FRV 1, se utiliza la ecuación 6 para estimar el aporte a la presión osmótica de los compuestos fenólicos y sales, mientras que para los azúcares se utiliza la ecuación 8. De este modo, en tabla 6 se muestran los valores de presión osmótica a un FRV de 5.

Tabla A6. Aporte a la presión osmótica de los compuestos de interés en el permeado y rechazo de la nanofiltración a un FRV de 5.

Presión osmótica a un FRV 5		
Soluto	Rechazo	Permeado
NaCl	1,627	0,231
Compuestos fenólicos	1,141	0,017
Azúcares	1,410	0,043

4. VOLÚMENES DE LOS DEPOSITOS DE LA PLANTA DE NANOFILTRACIÓN.

Se calculan los volúmenes de permeado (V_P) y rechazo (V_R) que se obtienen diariamente en la planta de NF, teniendo en cuenta que el volumen de alimentación (V_A) es de 96 m^3 siguiendo las ecuaciones 4 y 5.

$$FRV = \frac{V_A}{V_R} \rightarrow V_R = 19,2 \text{ m}^3$$

$$V_A = V_P + V_R \rightarrow V_P = 76,8 \text{ m}^3$$

5. CALCULO DEL VOLUMEN MUERTO DE LAS CONDUCCIONES.

Siguiendo la ecuación 26 que se encuentra en la memoria, se calcula el volumen muerto de las conducciones necesario para calcular el volumen de depósito que contiene la disolución de limpieza. En la Tabla A7 se puede observar el volumen muerto de cada tubería y el total.

Tabla A7. Cálculo del volumen muerto de las conducciones.

Tubería	Longitud (m)	D interior (mm)	Volumen (L)
T1	2,00	131,7	27,25
T2	1,50	315,9	235,13
T3	25,20	315,9	3950,21
T4	2,25	265,0	248,20
T5	10,45	347,6	1983,33
T6	2,75	41,1	7,30
T7	3,55	347,6	673,76
T8	9,70	347,6	1840,99
T9	1,50	41,1	3,98
T10	17,00	19,7	10,36
T11	14,10	41,1	37,41
T12	9,45	41,1	25,07
T13	2,00	19,7	1,22
T14	1,75	19,7	1,07
T15	1,90	315,9	297,83
T16	4,60	315,9	721,07
T17	5,50	315,9	862,15
T18	5,70	315,9	893,50
T19	0,40	19,7	0,24
T20	1,80	315,9	282,16
T21	0,20	315,9	31,35
T22	0,75	315,9	125,40
T23	2,75	315,9	431,07
T24	2,75	315,9	431,07
T25	17,50	315,9	2743,20
Volumen muerto tuberías			15.864,33

6. CALCULO DEL VOLUMEN MUERTO DE LOS MODULOS DE MEMBRANAS.

Para calcular el volumen del depósito de la disolución de limpieza, se debe determinar también el volumen muerto de los módulos de membrana utilizando la ecuación 27 que se encuentra en la memoria. En la Tabla A8 se pueden observar los parámetros necesarios para el cálculo y el valor del volumen muerto de los módulos de membrana.

Tabla A8. Cálculo del volumen muerto de los módulos de membranas.

Parámetros	Ultrafiltración	Nanofiltración
Sección transversal (m ²)	0,059	0,013
Longitud (m)	0,965	1,016
Número de módulos	12	3
Volumen muerto (L)	686,32	38,93
Volumen muerto total de los módulos de membranas (m³)		0,725

7. CÁLCULO DE PÉRDIDAS DE CARGA

7.1. Pérdidas de carga en las tuberías ($h_{f-tuberías}$)

Para realizar la selección de las bombas de la planta industrial es necesario conocer las pérdidas de carga por las conducciones, para lo que se utiliza la ecuación 30 de la memoria. Para determinar el factor de fricción (f), se debe calcular previamente el número de Reynolds (Re). Si dicho número es menor a 2000, se considera que el flujo es laminar y, por tanto, el coeficiente de fricción se calcula mediante la ecuación 55:

$$f = \frac{64}{Re} \quad \text{Ecuación 947}$$

Sin embargo, si Re es superior a 4000, entonces el flujo es considerado turbulento y se utiliza el ábaco de Moody (Figura 1). Un parámetro necesario para calcular el factor de fricción es la rugosidad o aspereza relativa (Rug_{rel}), definida como la rugosidad absoluta (ϵ) dividida entre el diámetro de la tubería (D), de acuerdo con la ecuación 10. La rugosidad absoluta para el material de las tuberías seleccionadas (AISI 316L) es 0,002 mm.

$$Rug_{rel} = \frac{\epsilon}{D} \quad \text{Ecuación 1048}$$

En la tabla A9 se muestran los valores de pérdida de carga para cada tramo de tubería de la planta diseñada. Se observa que, para todas las tuberías, el flujo es turbulento, por lo cual es necesario realizar el cálculo de la rugosidad relativa.

En todas las tuberías el flujo es turbulento, dado que $Re > 4000$, por lo que se calcula la rugosidad relativa para cada tubería y se obtiene el factor de fricción del ábaco de Moody para calcular las pérdidas de carga en las conducciones, como se observa en la Tabla 9.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

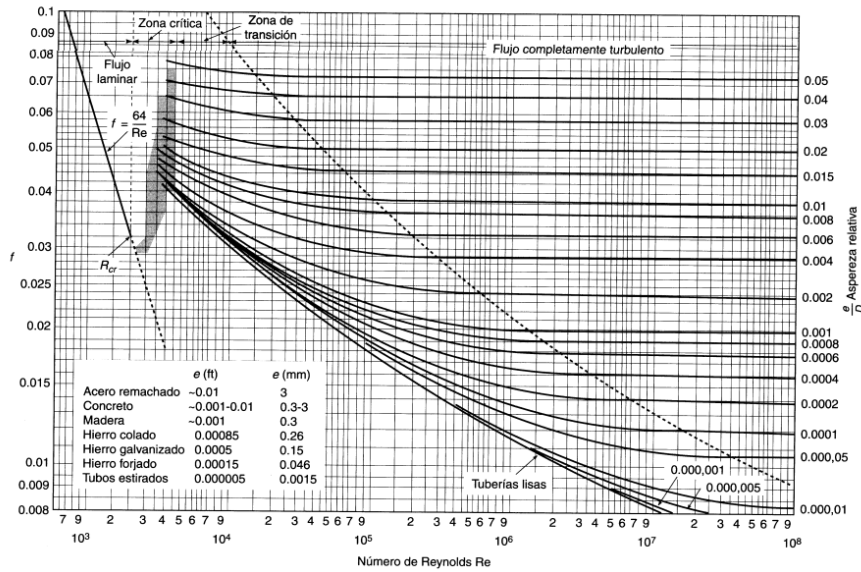


Figura A1. Ábaco de Moody..

Tabla A9. Cálculo de las pérdidas de carga en las conducciones de la instalación.

Tubería	Nº Reynolds	Rugosidad relativa	f ¹	L ² (m)	h ³ (m)
T1	2,04·10 ⁵	1,52·10 ⁻⁵	0,026	2,00	0,038
T2	4,01·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	1,50	0,007
T3	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	25,20	0,110
T4	3,76·10 ⁵	7,55·10 ⁻⁶	0,022	2,25	0,015
T5	5,47·10 ⁵	5,75·10 ⁻⁶	0,020	10,45	0,061
T6	4,77·10 ⁴	4,87·10 ⁻⁵	0,014	2,75	0,051
T7	5,47·10 ⁵	5,75·10 ⁻⁶	0,020	3,55	0,021
T8	5,47·10 ⁵	5,75·10 ⁻⁶	0,020	9,70	0,056
T9	6,58·10 ⁴	4,87·10 ⁻⁵	0,021	1,50	0,063
T10	2,75·10 ⁴	1,02·10 ⁻⁴	0,024	17,00	1,980
T11	5,27·10 ⁴	4,87·10 ⁻⁵	0,039	14,10	0,894
T12	5,27·10 ⁴	4,87·10 ⁻⁵	0,039	9,45	0,599
T13	2,75·10 ⁴	1,02·10 ⁻⁴	0,024	2,00	0,233
T14	2,75·10 ⁴	1,02·10 ⁻⁴	0,024	1,75	0,204
T15	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	1,90	0,008
T16	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	4,60	0,020
T17	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	5,50	0,024
T18	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	5,70	0,025
T19	2,75·10 ⁴	1,02E-04	0,029	0,40	0,047
T20	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	1,80	0,008
T21	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	0,20	0,001
T22	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	0,80	0,003
T23	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	2,75	0,012
T24	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	2,75	0,012
T25	3,95·10 ⁵	6,33·10 ⁻⁶	0,022	17,50	0,076

¹factor de fricción; ²longitud; ³perdida de carga de las conducciones

7.2. Pérdidas de carga en los accesorios ($h_{f\text{-accesorios}}$)

Al igual que ocurre con las pérdidas de carga en las tuberías, las pérdidas de carga locales o secundarias son necesarias para el diseño de las bombas en la instalación propuesta. Para ello, por medio de la ecuación 32 de la memoria y siguiendo el procedimiento descrito en el apartado 6.8, se determinan dichas pérdidas de carga, que se añaden a las de las tuberías para estimar la pérdida de carga global. En la tabla A10 se recogen las pérdidas de carga locales para cada tubería del sistema.

Tabla A10. Cálculo de la pérdida de carga de los accesorios.

Tubería	Accesorios	k	h_{acc} (m)
T1	1 válvula de compuerta	0,2	0,023
T2	1 válvula de 3 vías en perpendicular	0,9	0,103
T3	5 codos y 1 válvula de 3 vías en perpendicular	5,4	0,619
T4	1 válvula de compuerta	0,2	0,023
T5	1 codo	0,9	0,103
T6	1 válvula de 3 vías en perpendicular	0,9	0,103
T7	2 codos	1,8	0,206
T8	1 codo y 1 válvula de 3 vías en perpendicular	1,8	0,206
T9	1 válvula de compuerta	0,2	0,023
T10	4 codos y 1 válvula de 3 vías	4,5	0,516
T11	2 codos	1,8	0,206
T12	3 codos	2,7	0,310
T13	-	-	
T14	-		
T15	-		
T16	-	-	
T17	-	-	
T18	-	-	
T19	1 válvula de 3 vías	0,9	0,103
T20	1 válvula de 3 vías	0,9	0,103
T21	1 válvula de 3 vías	0,9	0,103
T22	1 válvula de 3 vías	0,9	0,103
T23	1 codo	0,9	0,103
T24	1 codo	0,9	0,103
T25	2 codos y 1 válvula de 3 vías	2,7	0,310

¹coeficiente adimensional

²pérdida de carga de los accesorios

7.2. Pérdidas de carga totales ($h_{f-total}$)

Las pérdidas de carga totales corresponden a la suma de las pérdidas de carga de las conducciones y los accesorios, las cuales se muestran en la tabla A11.

Tabla A11. Cálculo de las pérdidas de carga totales en las conducciones.

Tubería	h_f^1 (m)	h_{acc}^2 (m)	h_{total}^3 (m)
T1	0,038	0,023	0,061
T2	0,007	0,103	0,110
T3	0,110	0,619	0,729
T4	0,015	0,023	0,038
T5	0,061	0,103	0,164
T6	0,051	0,103	0,154
T7	0,021	0,206	0,227
T8	0,056	0,206	0,263
T9	0,063	0,023	0,101
T10	1,980	0,516	2,154
T11	0,894	0,206	1,100
T12	0,599	0,310	0,909
T13	0,233		0,193
T14	0,204		0,169
T15	0,008		0,008
T16	0,020		0,020
T17	0,024		0,024
T18	0,025		0,025
T19	0,047	0,103	0,142
T20	0,008	0,103	0,111
T21	0,001	0,103	0,104
T22	0,003	0,103	0,107
T23	0,012	0,103	0,115
T24	0,012	0,103	0,115
T25	0,076	0,310	0,386

¹Pérdidas de carga de las conducciones

²Pérdidas de carga de los accesorios

³Pérdidas de carga totales

ANEXO II. CATALOGOS



TRISEP® DS Food & Dairy

UP005 Series

TRISEP® sanitary membrane elements for food & dairy applications have a long history of outstanding, stable field performance. NADIR® UP005 polyethersulfone (PES) membrane with a nominal 5,000 Da molecular weight cut-off offers the highest protein rejection in the industry for membranes with this cut-off. In field studies UP005 membrane had as much as 75% less protein passage than competitive membranes. TRISEP elements are available with a number of different feed spacers and in all sizes common in the industry. TRISEP DS elements are built with FDA compliant materials, are compliant with European food regulations (EU 10/2011 and EC 1935/2004) and comply with USDA standards.

MEMBRANE CHARACTERISTICS

Membrane	NADIR® UP005
Membrane Type	Polyethersulfone (PES)
Nominal M.W.C.O. (Da)	5,000

DESIGN INFORMATION

Model	Membrane Area m ² (ft ²)	Feed Spacer Thickness (mil) ^a
TRISEP® DS UP005 3838-31	7.0 (75)	31
TRISEP® DS UP005 3838-46	5.7 (61)	46
TRISEP® DS UP005 3838-65	4.5 (48)	65
TRISEP® DS UP005 3838-80	4.0 (43)	80
TRISEP® DS UP005 6338-31	20.5 (221)	31
TRISEP® DS UP005 6338-46	17.1 (184)	46
TRISEP® DS UP005 6338-65	12.9 (139)	65
TRISEP® DS UP005 6338-80	11.5 (124)	80
TRISEP® DS UP005 8038-31	32.0 (344)	31
TRISEP® DS UP005 8038-46	25.0 (269)	46
TRISEP® DS UP005 8038-65	21.0 (226)	65
TRISEP® DS UP005 8038-80	18.0 (194)	80
TRISEP® DS UP005 8338-31	34.0 (366)	31
TRISEP® DS UP005 8338-46	27.5 (296)	46
TRISEP® DS UP005 8338-65	23.5 (253)	65
TRISEP® DS UP005 8338-80	21.2 (228)	80

^a All models on this sheet have a netting outer wrap and diamond shaped feed spacers.

OPERATING PARAMETERS

Maximum Operating Pressure	10 bar (145 psi)
Maximum Operating Temperature	50°C (122°F)
Cleaning pH/Temperature Range¹	1.5 - 11.5 at 50°C (122°F)
Cleaning Chlorine Tolerance	200 ppm for sanitization at pH ≥ 10.5
Maximum Pressure Drop	1 bar (15 psi) per element; 4 bar (60 psi) per housing

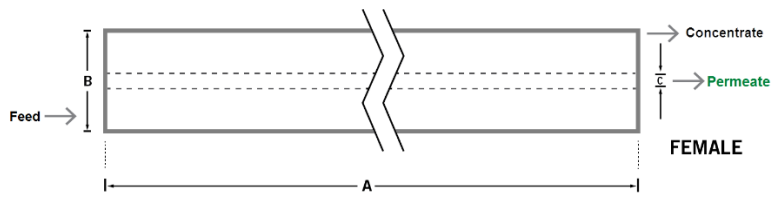
¹ Refer to temperature and pH limits in Membrane Cleaning Guide - Food & Dairy: UF & MF Elements (TSG-C-004).

PHYSICAL DIMENSIONS

Model	Element Weight kg (lb) ^b	Dim. A mm (inches)	Dim. B mm (inches)	Dim. C ^c mm (inches)	Permeate Tube
TRISEP® DS UP005 3838-31	4 (9)	965 (38.0)	96 (3.8)	21.1 (0.83)	Female
TRISEP® DS UP005 3838-46	4 (9)	965 (38.0)	96 (3.8)	21.1 (0.83)	Female
TRISEP® DS UP005 3838-65	4 (9)	965 (38.0)	96 (3.8)	21.1 (0.83)	Female
TRISEP® DS UP005 3838-80	4 (9)	965 (38.0)	96 (3.8)	21.1 (0.83)	Female
TRISEP® DS UP005 6338-31	11 (24)	965 (38.0)	162 (6.3)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 6338-46	11 (24)	965 (38.0)	162 (6.3)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 6338-65	11 (24)	965 (38.0)	162 (6.3)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 6338-80	11 (24)	965 (38.0)	162 (6.3)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8038-31	16 (36)	965 (38.0)	201 (7.9)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8038-46	16 (36)	965 (38.0)	201 (7.9)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8038-65	16 (36)	965 (38.0)	201 (7.9)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8038-80	16 (36)	965 (38.0)	201 (7.9)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8338-31	18 (40)	965 (38.0)	211 (8.3)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8338-46	18 (40)	965 (38.0)	211 (8.3)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8338-65	18 (40)	965 (38.0)	211 (8.3)	28.9 (1.138)	Female
TRISEP® DS UP005 8338-80	18 (40)	965 (38.0)	211 (8.3)	28.9 (1.138)	Female

^b Shipping weight is dependent on packaging material and quantity shipped.

^c Dimension "C" is the Inner Diameter.



IMPORTANT INFORMATION

- Start-up:** MANN+HUMMEL Water & Fluid Solutions recommends flushing elements for 30 minutes at low pressure and discarding permeate during the flush prior to operation. For a more detailed start-up procedure, please see Element Start-Up Guide – System Start-Up (TSG-O-005).
- Cleaning:** TRISEP® membrane elements must be cleaned periodically to ensure proper operation and to prevent membrane damage. Please see Membrane Cleaning Guide – Food & Dairy: UF & MF Elements (TSG-C-004).
- Storage:** TRISEP membrane elements must be stored appropriately to ensure proper operation and to prevent membrane damage. Please see Element Storage Guides (TSG-O-009 & TSG-O-010).
- Regulatory:** All models on this sheet conform to USDA 3A sanitary standard 45-03, use FDA (CFR Title 21) compliant materials, comply with EU regulation (EC) No. 1935/2004 and No. 10/2011, and have Halal and Kosher certifications.

CUSTOMIZABLE SPECIALTY ELEMENTS

MANN+HUMMEL Water & Fluid Solutions offers a full range of membranes and element designs for challenging water and process applications. Technologies include low-fouling RO, submerged UF, continuous high temperature, ultra-high pressure, unique sanitary designs and more. Contact us to customize a product that satisfies your specific requirements.

Contact

Europe
 Germany: +49 611 962 6001
 Italy: +39 0721 1796201
 info@microdyn-nadir.com

Americas
 USA: +1 805 964 8003
 sales.mnus@microdyn-nadir.com

Asia
 Singapore: +65 6457 7533
 China: +86 10 8413 9860
 waterchina@mann-hummel.com



Product Data Sheet

FilmTec™ NF270-440 Element

Description

Ideal for utility managers and operators dealing with surface and groundwater and seeking a technology that removes a high percentage of total organic carbon (TOC) and trihalomethane (THM) precursors while having a medium to high salt passage and medium hardness passage.



The FilmTec™ NF270-440 Element:

- Provides organic removal with partial softening in order to maintain a minimum level of hardness for organoleptic properties and preservation of distribution networks.
- Increases active area by 10%, which simplifies the system by reducing the number of elements and auxiliaries needed.
- Delivers high productivity, cleanability, and low energy consumption due to its high active area and wide cleaning pH range (1-12) tolerance.
- Targets improved runnability in plants with high biofouling potential. Elements are equipped with advanced fouling-resistant and cleanability features, helping plants reduce the number of chemical cleanings, while maintaining water quality. Benefits of the FilmTec™ NF270-440 Element include:
 - A reduction in feed-side pressure drop by up to 50%, improving system energy efficiency and hydraulic balance.‡
 - Fouling-resistant design, reducing the number of chemical cleanings by more than 20%.‡

‡ Relative to a leading fouling-resistant product currently available in the market.

Product Type

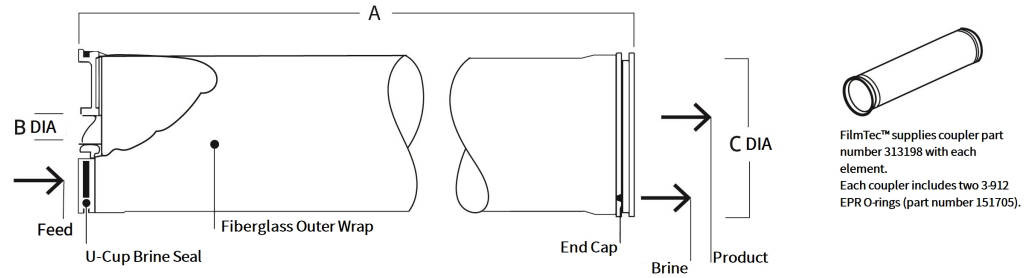
Spiral-wound element with poly(piperazine thin-film composite membrane

Typical Properties

FilmTec™ Element	Active Area		Feed Spacer	Permeate Flow Rate		Typical Stabilized	Minimum Salt
	(ft ²)	(m ²)	Thickness (mil)	(GPD)	(m ³ /d)	Salt Rejection (%)	Rejection (%)
NF270-440	440	41	28-LDP	13,750	52	>97.0	97.0

1. Permeate flow and salt passage based on the following test conditions: 2,000 mg/l MgSO₄, 70 psi (4.8 bar), 77°F (25°C) and 15% recovery.
2. Flow rates for individual elements may vary but will be no more than ± 15%.
3. Stabilized salt rejection is generally achieved within 24-48 hours of continuous use; depending upon feedwater characteristics and operating conditions.
4. Sales specifications may vary as design revisions take place.
5. Active area guaranteed ± 3%. Active area as stated by DuPont Water Solutions is not comparable to nominal membrane area often stated by some manufacturers.

Element Dimensions



FilmTec™ Element	Dimensions – inches (mm)				1 inch = 25.4 mm	
	A		B		C	
	(in.)	(mm)	(in.)	(mm)	(in.)	(mm)
NF270-440	40.0	1,016	1.125 ID	29 ID	7.9	201

1. Refer to [FilmTec™ Design Guidelines for multiple-element systems of 8-inch elements](#) (Form No. 45-D01695-en).
2. Element to fit nominal 8-inch (203-mm) I.D. pressure vessel.

Operating and Cleaning Limits

Maximum Operating Temperature ^a	113°F (45°C)
Maximum Operating Pressure	600 psig (41 bar)
Maximum Element Pressure Drop	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)	SDI 5
Free Chlorine Tolerance ^c	< 0.1 ppm

- a. Maximum temperature for continuous operation above pH 10 is 95°F (35°C).
- b. Refer to [FilmTec™ Cleaning Guidelines](#) (Form No. 45-D01696-en).
- c. Under certain conditions, the presence of free chlorine and other oxidizing agents will cause premature membrane failure. Since oxidation damage is not covered under warranty, DuPont Water Solutions recommends removing residual free chlorine by pretreatment prior to membrane exposure. Please refer to [Dechlorinating Feedwater](#) (Form No. 45-D01569-en) for more information.

Additional Important Information

Before use or storage, review these additional resources for important information:

- [Usage Guidelines for FilmTec™ 8" Elements](#) (Form No. 45-D01706-en)
- [Start-Up Sequence](#) (Form No. 45-D01609-en)

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 cysts and pathogens from water. Effective cyst and pathogen reduction is dependent on the complete system design and on the operation and maintenance of the system.

Regulatory Note

This product may be subject to drinking water application restrictions in some countries; please check the application status before use and sale.

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.

© 2023 DuPont. DuPont™, the DuPont Oval Logo, and all trademarks and service marks denoted with ™, ℠ or ® are owned by affiliates of DuPont de Nemours Inc., unless otherwise noted.



Depósitos para el almacenamiento

Depósitos de Poliéster Reforzado con Fibra de Vidrio (PRFV)

- **Gran resistencia química, mecánica y a los agentes de corrosión externos.**
- Su diseño y las materias primas utilizadas en el proceso de fabricación ofrecen a los depósitos **una fácil limpieza, una alta durabilidad, un nulo mantenimiento y una fácil reparación** ante una rotura.
- El Poliéster Reforzado con Fibra de Vidrio es un buen aislante térmico y eléctrico, al mismo tiempo que hace que los depósitos sean **ligeros y fácilmente transportables.**
- Dependiendo del producto a contener, la concentración y la temperatura, **utilizamos las materias primas más adecuadas** para cada fabricación.
- **Dimasa Grupo** fabrica todos sus depósitos según **las normas de fabricación: UNE EN 13121-3:2010 y RTP1-2011.**
- Para realizar **el cálculo de espesores del tanque**, tenemos en cuenta: **volumen, densidad del producto, sismo, viento, nieve, causas vivas, causas externas y temperatura del producto.**

Con cada proyecto entregamos memoria de cálculo de tanque

Tanques de almacenamiento vertical

Fondo plano de pared simple



Fondo inferior plano y superior tori esférico plano o abierto.

Este tipo de depósito es de bajo coste económico.

Fondo verticales con patas



Depósitos verticales de superficie con fondo inferior tori esférico y superior tori esférico, plano o abierto.

Puede ser presentado con base de pies en acero al carbono, o con faldón de PRFV.

Depósitos horizontales

Para enterrar



Depósitos horizontales para enterrar, fabricados en PRFV con los dos fondos toriesféricos y aros de refuerzo en PRFV.

Estos equipos, pueden estar compartimentados y pueden diseñarse para ser una depuradora compacta con todos sus elementos internos.

De superficie



Dos fondos toriesféricos, aros de refuerzo en PRFV y cunas en PRFV o en acero al carbono.

Estos equipos, pueden estar compartimentados y pueden diseñarse para ser una depuradora compacta con todos sus elementos internos.

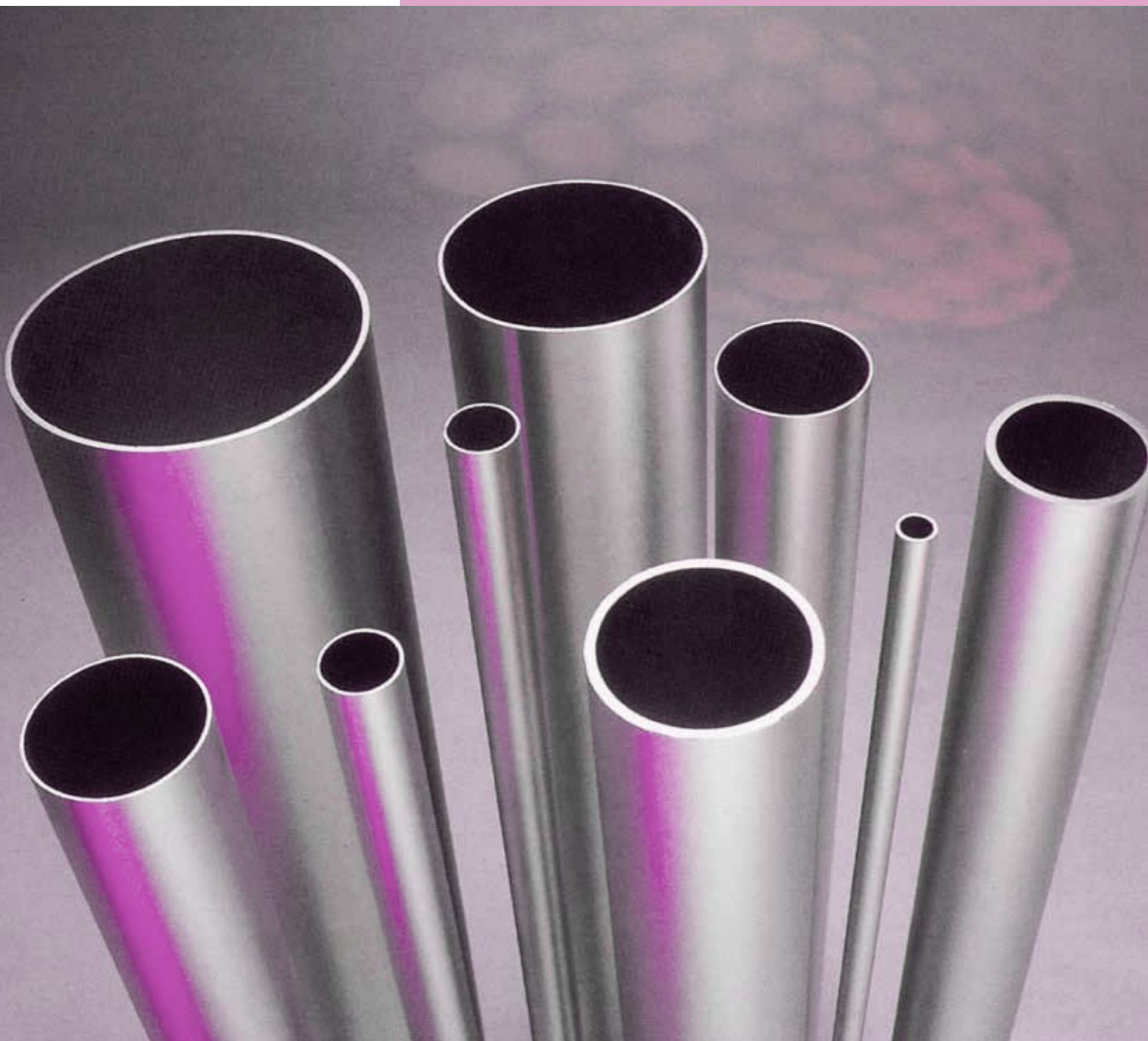
Características Técnicas:

- Capacidad entre 1.000 y 250.000 litros en una sola pieza.
- Diámetros 500, 800, 900, 1000, 1200, 1500, 1800, 2000, 2500, 3000, 3500 y 4000 mm.
- Los diferentes tipos de resina que podemos utilizar son: Ortoftálica, Isoftálica, Bisfenólicas y Vinilester.

Los depósitos de Dimasa grupo pueden ser personalizados con el color que elija el cliente y los accesorios siguientes:

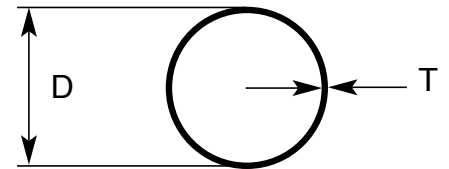
- Boca de hombre inferior / superior Dn-500 PN 0'2, 2'5, 6, 10, atornillada.
- Boca de hombre elíptica con puente, volante y tapadera en Inox. o en PRFV.
- Tubuladuras PRFV Din 2576.
- Anclajes de fijación al suelo.
- Orejas de elevación.
- Sistema de nivel visual en PVC transparente.
- Sistema de nivel visual mediante poleas.
- Detectores de nivel; de mínimo, de máximo y de fuga.
- Cuadro eléctrico con señal luminosa y acústica de fuga o nivel máximo.
- Venteo.
- Soporte de agitador.
- Rompeolas.
- Sistema de trazado eléctrico para mantener la temperatura.
- Serpentes en Inox.
- Soportes para tubería.
- Calorifugado mediante placas de poliuretanos recubierto de PRFV.
- Cunas en PRFV o en acero al carbono.
- Posibilidad de compartimentar en diferentes compartimentos.
- Posibilidad de montaje de diferentes elementos de depuración; difusores, eyectores, bombas, etc...

Gama ISO de acero inoxidable





Tubos soldados según ISO-1127



Diámetro nominal		Diámetro ext. mm	Espesor mm												
DN	Pulg.		0,80	1	1,2	1,6	2	2,5	2,6	3	3,2	3,6	4	5	6
		Peso en kg/m													
10	3/8"	17,2	0,329	0,406	0,481	0,625	0,761	0,920	0,951	1,067					
15	1/2"	21,3	0,411	0,508	0,604	0,789	0,967	1,177	1,217	1,375					
20	3/4"	26,9	0,523	0,649	0,772	1,014	1,247	1,527	1,582	1,795					
25	1"	33,7	0,659	0,819	0,977	1,286	1,588	1,953	2,025	2,306	2,444				
32	1 1/4"	42,4		1,037	1,238	1,536	2,023	2,498	2,591	2,960	3,141	3,498	3,846		
40	1 1/2"	48,3		1,184	1,415	1,758	2,319	2,867	2,975	3,403	3,614	4,029	4,437		
50	2"	60,3		1,485	1,776	2,209	2,920	3,618	3,757	4,304	4,575	5,111	5,639	6,924	
65	2 1/2"	76,1		1,881	2,251	2,802	3,711	4,607	4,785	5,491	5,841	6,535	7,222	8,902	
80	3"	88,9			2,635	3,283	3,498	5,409	5,618	6,453	6,867	7,689	8,504	10,504	
90	3 1/2"	101,6				3,760	4,006	4,988	6,445	7,407	7,885	8,834	9,776	12,094	
100	4"	114,3				4,237	4,515	5,624	7,272	8,361	8,902	9,979	11,048	13,684	16,271
125	5"	139,7				5,533	6,896	8,589	8,926	10,269	10,937	12,269	13,592	16,864	20,087
150	6"	168,3				6,679	8,328	10,379	10,788	12,417	13,229	14,847	16,456	20,445	24,384
200	8"	219,1					10,872	13,559	14,095	16,233	17,300	19,426	21,544	26,805	32,016
250	10"	273					13,572	16,933	17,604	20,282	21,619	24,285	26,943	33,554	40,114
300	12"	323,9					16,121	20,120	20,918	24,106	25,697	28,873	32,041	39,926	47,761
350	14"	355,6					17,708	22,104	22,982	26,487	28,237	31,731	35,216	43,895	52,524
400	16"	406,4					20,252	25,284	26,289	30,303	32,308	36,310	40,304	50,255	60,156
450	18"	457,2					22,759	28,462	29,594	34,000	36,320	40,82	45,320	56,612	67,784
500	20"	508					25,338	31,642	32,901	37,933	40,446	45,465	50,477	62,971	75,416
600	24"	609,6								45,565	48,586	54,623	60,635	75,691	90,679
700	28"	711,2											70,828	88,411	105,942
800	32"	812,8											81,004	101,136	121,206
900	36"	914,4											91,180	113,850	136,470
1000	40"	1016											101,335	126,597	151,733

Composición química: Ver página 8

Características mecánicas: Ver página 9

Calidad del material: AISI 304/304L, 316/316L, duplex

Acabados: Ver página 13

Tolerancias: Ver página 33

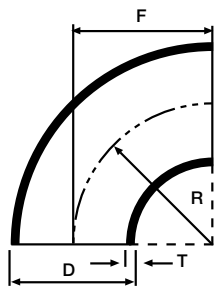
Normas de fabricación: EN 10217-7

EN 10296-2

Longitud de suministro: 6.000 mm.

Otros largos, espesores, calidades o características especiales bajo pedido especial (consultar).





Codos 90° soldados

Accesorios de acero inoxidable para soldar

Diámetro nominal		Diámetro D mm	Radio R=F mm	Espesor T mm	Peso Kg
DN	Pulg.				
15	1/2"	21,3	27	1,6/2	0,03/0,04
20	3/4"	26,9	28	1,6/2	0,05/0,06
25	1"	33,7	38	1,6/2	0,08/0,09
32	1 1/4"	42,4	47	1,6/2	0,12/0,15
40	1 1/2"	48,3	57	1,6/2	0,17/0,21
50	2"	60,3	76	1,6/2	0,29/0,35
65	2 1/2"	76,1	95	1,6/2	0,44/0,55
80	3"	88,9	114	2/3	0,78/1,10
100	4"	114,3	152	2/3	1,35/1,9
125	5"	139,7	190	2/3	2,07/3,1
150	6"	168,3	229	2/3	3,0/4,6
200	8"	219,1	305	2/3	5,2/8,7
250	10"	273	381	2/3	8,2/12,2
300	12"	323,9	457	2/3	11,6/17,4
350	14"	355,6	533,5	3/4	22/24
400	16"	406,4	610	3/4	29/39
450	18"	457,2	686	4	49
500	20"	508	762	4	60,4
600	24"	610	914	4	87,1
700	28"	711,2	1067	4/5	119/148
800	32"	812,8	1219	4/5	156/195
900	36"	914,4	1372	4/5	206/246
1000	40"	1016	1524	4/5	243/304

Radio: Aproximadamente 1,5 veces el diámetro nominal.

Calidad del material: AISI-304 / 304 L / 316 / 316 L, duplex.

Composición química: Ver página 8.

Características mecánicas: Ver página 9.

Bajo consulta se pueden fabricar en otros espesores.

Tolerancias: Ver página 34.

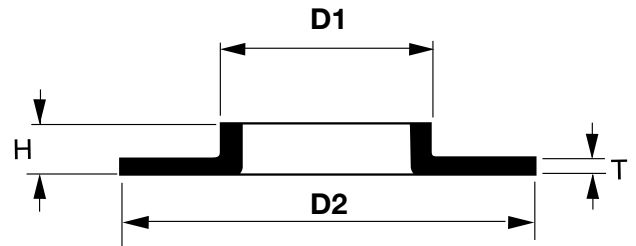
Normas de fabricación: EN 10253-3/EN 10253-4.





Collarines

Accesorios de acero inoxidable para soldar



Diámetro nominal		D1 mm	D2 mm	H mm	Peso T=2 Kg	Peso T=3 Kg	Peso T=4 Kg	Peso T=5 Kg
DN	Pulg.							
15	1/2"	21,3	43	6	0,021	0,032		
20	3/4"	26,9	58	8	0,039	0,058	0,077	
25	1"	33,7	68	9	0,051	0,077	0,103	
32	1 1/4"	42,4	78	10	0,067	0,101	0,135	
40	1 1/2"	48,3	88	10	0,082	0,123	0,164	
50	2"	60,3	102	12	0,107	0,161	0,215	
65	2 1/2"	76,1	122	12	0,145	0,217	0,289	
80	3"	88,9	139	12	0,185	0,277	0,369	
100	4"	114,3	158	16	0,214	0,321	0,428	
125	5"	139,7	188	16	0,278	0,417	0,556	
150	6"	168,3	212	17	0,318	0,477	0,637	
200	8"	219,1	270	18	0,472	0,708	0,943	
250	10"	273,0	323	18	0,556	0,835	1,113	
300	12"	323,9	370	19	0,641	0,962	1,282	
350	14"	355,6	430	21	1,012	1,518	2,024	
400	16"	406,4	482	21		1,770	2,360	
450	18"	457,2	532	25		2,087	2,783	
500	20"	508,0	587	27		2,286	3,048	
600	24"	609,6	685	26		2,719	3,625	
700	28"	711,2	800	53		5,04	6,72	8,40
800	32"	812,8	905	63		6,24	8,32	10,40
900	36"	914,4	1005	63		7,20	9,60	12,00
1000	40"	1016,0	1110	63		8,16	10,88	13,60

Calidad del material: AISI-304 / 304 L, 316 / 316 L, duplex.

Composición química: Ver página 8.

Características mecánicas: Ver página 9.

Bajo consulta se pueden fabricar en otros espesores.

Tolerancias: Ver página 34.

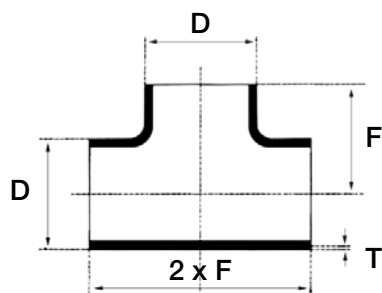
Norma de fabricación: EN 1092-1 Tipo 33.





Tes iguales

Accesorios de acero inoxidable para soldar



Diámetro nominal		D mm	F mm	Peso T=2 Kg	Peso T=3 Kg	Peso T=4 Kg
DN	Pulg.					
15	1/2"	21,3	25,5	0,055		
20	3/4"	26,9	28,5	0,079		
25	1"	33,7	38	0,137	0,215	
32	1 1/4"	42,4	47,5	0,233	0,344	
40	1 1/2"	48,3	57	0,307	0,463	
50	2"	60,3	63,5	0,408	0,612	
65	2 1/2"	76,1	76	0,603	0,941	
80	3"	88,9	85,5	0,860	1,263	
100	4"	114,3	105	1,268	1,981	
125	5"	139,7	124	1,856	2,783	
150	6"	168,3	143	2,984	3,808	
200	8"	219,1	178	4,337	6,505	
250	10"	273,0	216	5,23	7,85	10,47
300	12"	223,9	254	12,35	18,53	24,68
350	14"	355,6	279	14,77	22,16	29,52
400	16"	406,4	305		27,92	37,20
450	18"	457,2	343		35,35	47,10
500	20"	508,0	381		43,64	58,16
600	24"	609,6	432		62,84	83,78
700	28"	711,2	1042		127,35	169,80
800	32"	812,8	1194		167,46	223,28
900	36"	914,4	1346		212,00	282,66
1000	40"	1016,0	1498		261,77	349,03

Calidad del material: AISI-304 / 304 L, 316 / 316 L, duplex.

Composición química: Ver página 8.

Características mecánicas: Ver página 9.

Bajo consulta se pueden fabricar en otros espesores.

Tolerancias: Ver página 34.

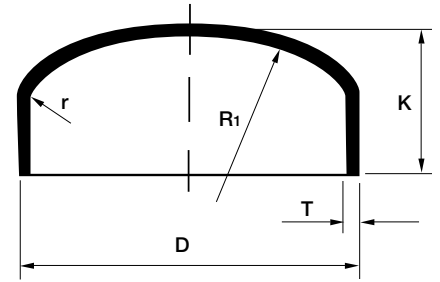
Norma de fabricación: EN 10253-3/EN 10253-4.





Caps

Accesorios de acero inoxidable para soldar



Diámetro nominal		D mm	K mm	Peso T=2 Kg	K mm	Peso T=3 Kg
DN	Pulg.					
15	1/2"	21,3	14,5	0,015	15,5	0,023
20	3/4"	26,9	10,5	0,015	12	0,023
25	1"	33,7	12,5	0,023	14,5	0,035
32	1 1/4"	42,4	17	0,042	18	0,063
40	1 1/2"	48,3	17	0,050	23	0,087
50	2"	60,3	20	0,076	22	0,115
65	2 1/2"	76,1	27	0,131	29	0,196
80	3"	88,9	29	0,166	30	0,249
90	3 1/2"	101,6	26	0,187	27	0,280
100	4"	114,3	32	0,246	32	0,369
125	5"	139,7	35	0,372	36	0,532
150	6"	168,3	40	0,518	43	0,776
200	8"	219,1	50	0,849	51	1,274
250	10"	273	63	1,310	62	1,966
300	12"	323,9	72	1,814	72	2,720
350	14"	355,6			89	3,516
400	16"	406,4			98	4,523
450	18"	457,2			107	5,494
500	20"	508			120	6,558
600	24"	609,6			140	9,232
700	28"	711,2			152	12,900

Radio mayor (R1)= Aproximadamente 0,8 D
Radio pequeño (r)= Aproximadamente 0,15 D

Calidad del material:

AISI-304 / 304 L, 316 / 316 L, duplex.

Composición química: Ver página 8.

Características mecánicas: Ver página 9.

Tolerancias: Ver página 34.

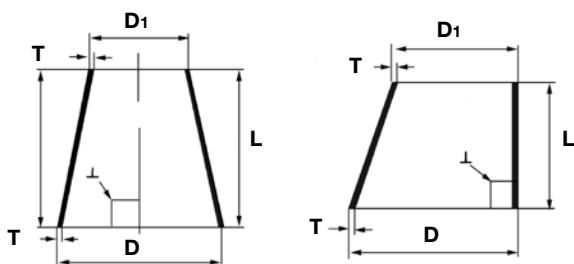
Norma de fabricación: EN 10253-3/EN 10253-4.





Reducciones concéntricas y excéntricas

Accesorios de acero inoxidable para soldar

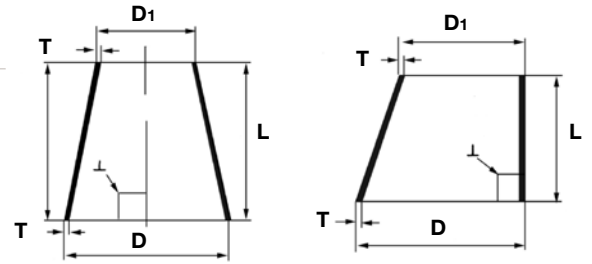


Diámetro nominal		D mm	D ₁ mm	L mm	Peso T=2 Kg	Peso T=3 Kg	Peso T=4 Kg
DN	Pulg.						
20 x 15	3/4" x 1/2"	26,9	21,3	38	0,046		
25 x 15	1" x 1/2"	33,7	21,3	51	0,070	0,106	
25 x 20	1" x 3/4"	33,7	26,9	51	0,078	0,116	
32 x 15	1 1/4" x 1/2"	42,4	21,3	51	0,082	0,122	
32 x 20	1 1/4" x 3/4"	42,4	26,9	51	0,089	0,133	
32 x 25	1 1/4" x 1"	42,4	33,7	51	0,097	0,146	
40 x 15	1 1/2" x 1/2"	48,3	21,3	64	0,112	0,168	
40 x 20	1 1/2" x 3/4"	48,3	26,9	64	0,121	0,181	
40 x 25	1 1/2" x 1"	48,3	33,7	64	0,132	0,198	
40 x 32	1 1/2" x 1 1/4"	48,3	42,4	64	0,146	0,219	
50 x 15	2" x 1/2"	60,3	21,3	76	0,156	0,234	
50 x 20	2" x 3/4"	60,3	26,9	76	0,166	0,250	
50 x 25	2" x 1"	60,3	33,7	76	0,179	0,269	
50 x 32	2" x 1 1/4"	60,3	42,4	76	0,196	0,294	
50 x 40	2" x 1 1/2"	60,3	48,3	76	0,207	0,311	
65 x 20	2 1/2" x 3/4"	76,1	26,9	89	0,230	0,345	
65 x 25	2 1/2" x 1"	76,1	33,7	89	0,245	0,368	
65 x 32	2 1/2" x 1 1/4"	76,1	42,4	89	0,265	0,397	
65 x 40	2 1/2" x 1 1/2"	76,1	48,3	89	0,278	0,417	
65 x 50	2 1/2" x 2"	76,1	60,3	89	0,305	0,457	
80 x 25	3" x 1"	88,9	33,7	89	0,274	0,411	
80 x 32	3" x 1 1/4"	88,9	42,4	89	0,294	0,440	
80 x 40	3" x 1 1/2"	88,9	48,3	89	0,307	0,460	
80 x 50	3" x 2"	88,9	60,3	89	0,334	0,500	
80 x 65	3" x 2 1/2"	88,9	76,1	89	0,369	0,553	
100 x 25	4" x 1"	114,3	33,7	102	0,379	0,569	
100 x 32	4" x 1 1/4"	114,3	42,4	102	0,402	0,602	
100 x 40	4" x 1 1/2"	114,3	48,3	102	0,417	0,625	
100 x 50	4" x 2"	114,3	60,3	102	0,447	0,671	
100 x 65	4" x 2 1/2"	114,3	76,1	102	0,448	0,732	
100 x 80	4" x 3"	114,3	88,9	102	0,521	0,781	
125 x 40	5" x 1 1/2"	139,7	48,3	127	0,600	0,900	
125 x 50	5" x 2"	139,7	60,3	127	0,638	0,957	
125 x 65	5" x 2 1/2"	139,7	76,1	127	0,688	1,033	
125 x 80	5" x 3"	139,7	88,9	127	0,729	1,094	
125 x 100	5" x 4"	139,7	114,3	127	0,810	1,215	
150 x 50	6" x 2"	168,3	60,3	140	0,804	1,206	
150 x 65	6" x 2 1/2"	168,3	76,1	140	0,860	1,289	
150 x 80	6" x 3"	168,3	88,9	140	0,905	1,357	
150 x 100	6" x 4"	168,3	114,3	140	0,994	1,491	
150 x 125	6" x 5"	168,3	139,7	140	1,083	1,625	
200 x 65	8" x 2 1/2"	219,1	76,1	152	1,127	1,691	
200 x 80	8" x 3"	219,1	88,9	152	1,176	1,764	2,352
200 x 100	8" x 4"	219,1	114,3	152	1,273	1,910	2,546
200 x 125	8" x 5"	219,1	139,7	152	1,370	2,055	2,740
200 x 150	8" x 6"	219,1	168,3	152	1,479	2,219	2,958
250 x 80	10" x 3"	273,0	88,9	178	1,618	2,427	3,236
250 x 100	10" x 4"	273,0	114,3	178	1,732	2,598	3,464
250 x 125	10" x 5"	273,0	139,7	178	1,845	2,768	3,691



Reducciones concéntricas y excéntricas

Accesorios de acero inoxidable para soldar



Diámetro nominal		D mm	D ₁ mm	L mm	Peso T=2 Kg	Peso T=3 Kg	Peso T=4 Kg
DN	Pulg.						
250 x 150	10" x 6"	273,0	168,3	178	1,973	2,960	3,946
250 x 200	10" x 8"	273,0	219,1	178	2,200	3,301	4,401
300 x 100	12" x 4"	323,9	114,3	203	2,235	3,352	4,469
300 x 125	12" x 5"	323,9	139,7	203	2,364	3,546	4,728
300 x 150	12" x 6"	323,9	168,3	203	2,510	3,765	5,020
300 x 200	12" x 8"	323,9	219,1	203	2,769	4,153	5,538
300 x 250	12" x 10"	323,9	273,0	203	3,044	4,566	6,088
350 x 125	14" x 5"	355,6	139,7	330	4,106	6,159	8,212
350 x 150	14" x 6"	355,6	168,3	330	4,343	6,514	8,686
350 x 200	14" x 8"	355,6	219,1	330	4,764	7,146	9,528
350 x 250	14" x 10"	355,6	273,0	330	5,211	7,816	10,422
350 x 300	14" x 12"	355,6	323,9	330	5,633	8,449	11,266
400 x 150	16" x 6"	406,4	168,3	356	5,139	7,709	10,279
400 x 200	16" x 8"	406,4	219,1	356	5,594	8,391	11,187
400 x 250	16" x 10"	406,4	273,0	356	6,076	9,114	12,151
400 x 300	16" x 12"	406,4	323,9	356	6,531	9,796	13,062
400 x 350	16" x 14"	406,4	355,6	356	6,814	10,222	13,629
450 x 200	18" x 8"	457,2	219,1	381		9,709	12,945
450 x 250	18" x 10"	457,2	273,0	381		10,483	13,977
450 x 300	18" x 12"	457,2	323,9	381		11,214	14,951
450 x 350	18" x 14"	457,2	355,6	381		11,669	15,558
450 x 400	18" x 16"	457,2	406,4	381		12,398	16,531
500 x 250	20" x 10"	508,0	273,0	508		14,947	19,933
500 x 300	20" x 12"	508,0	323,9	508		15,924	21,232
500 x 350	20" x 14"	508,0	355,6	508		16,531	22,041
500 x 400	20" x 16"	508,0	406,4	508		17,503	23,337
500 x 450	20" x 18"	508,0	457,2	508		18,475	24,634
600 x 300	24" x 12"	609,6	323,9	508		17,869	23,825
600 x 350	24" x 14"	609,6	355,6	508		18,475	24,634
600 x 400	24" x 16"	609,6	406,4	508		19,448	25,930
600 x 450	24" x 18"	609,6	457,2	508		20,420	27,227
600 x 500	24" x 20"	609,6	508,0	508		21,392	28,523
700 x 350	28" x 14"	711,2	355,6	610		24,520	32,694
700 x 400	28" x 16"	711,2	406,4	610		25,688	34,250
700 x 450	28" x 18"	711,2	457,2	610		26,855	35,807
700 x 500	28" x 20"	711,2	508,0	610		28,023	37,364
700 x 600	28" x 24"	711,2	609,6	610		30,358	40,478

Calidad del material: AISI-304 / 304 L, 316 / 316 L, duplex.

Composición química: Ver página 8.

Características mecánicas: Ver página 9.

Bajo consulta se pueden fabricar en otros diámetros y espesores.

Tolerancias: Ver página 34.

Norma de fabricación: EN 10253-3/EN 10253-4.



Tolerancias para tubos soldados ISO y milimétricos

Diámetro y espesor

Norma	Diámetro exterior	TOLERANCIA		
		Diámetro exterior	Espesor	
(OPCIONAL) {	EN-10217-7 EN-10296-2	≤ 168,3 mm > 168,3 mm	± 0,75% (D3) mínimo ± 0,3 mm ± 1% (D2)	± 10% (T3) mínimo ± 0,2 mm
	EN-10217-7	≤ 168,3 mm	± 0,5% (D4) ± 0,1 mm (el mayor)	
	EN-10296-2	≤ 114,3 mm	± 0,5% (D4) ± 0,15 mm (el mayor)	

Longitudes estandar

EN-10217-7 Aleatoria - Si se requiere exacta $L \leq 6000\text{mm} \left\{ \begin{matrix} +5 \\ 0 \end{matrix} \right.$

EN-10296-2 $L = 6000\text{mm} \left\{ \begin{matrix} +100 \\ 0 \end{matrix} \right.$

Otras longitudes bajo pedido especial

Flecha

EN-10217-7 < 3 mm/m ó 0,0015 L

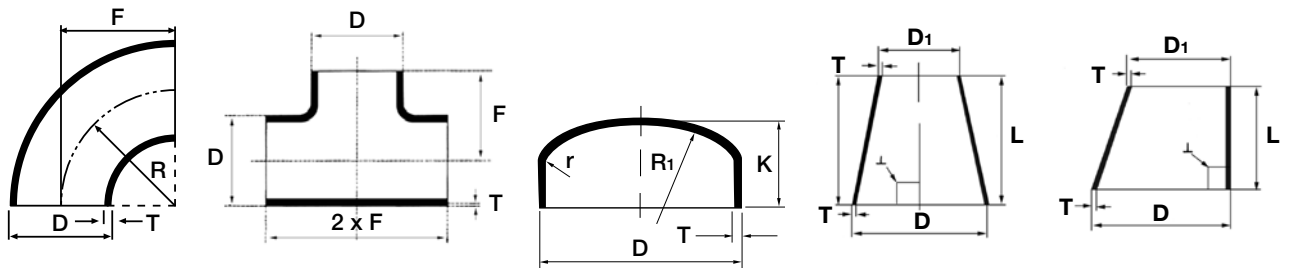
EN-10296-2 Diámetro < 33,7 mm - acuerdo
Diámetro > 33,7 mm - 0,002 L
Opcional: < 0,0015 L

Altura del cordón de soldadura

Norma	Proceso de fabricación	Tolerancia de la soldadura externa (mm)
EN-10217-7 En función del proceso de fabricación	<ul style="list-style-type: none"> • Según sale de soldadura → 0,10T + 0,5 • Rectificado Ø < 114,3 mm → 0,06T + 0,3 • Rectificado Ø > 114,3 mm → 0,05T + 0,5 • Soldadura laminada → 0,15 mm 	$\left. \begin{matrix} 0,10T + 0,5 \\ 0,06T + 0,3 \\ 0,05T + 0,5 \end{matrix} \right\} T \leq 8 \text{ mm}$
	Opcional: el tratamiento de la soldadura interna	
EN-10296-2 En función de los acabados (A), (B) o (C)	(A) Sin eliminar soldaduras interna y externa →	$T \leq 8 \text{ mm}: 0,20T + 0,5 \text{ mm}$ $T > 8 \text{ mm}: T / 3 \text{ mm}$
	(B) Eliminando la externa y sin eliminar la interna →	$\left. \begin{matrix} \text{Ø} \leq 114,3 \text{ mm}: 0,06T + 0,3 \\ \text{Ø} > 114,3 \text{ mm}: 0,05T + 0,5 \end{matrix} \right\} T \leq 8 \text{ mm}$ $\text{Ø} > 114,3 \text{ mm}: T / 6 \text{ } \left. \right\} T > 8 \text{ mm}$
	(C) Laminada interna y externa →	0,15 mm (T ≤ 8 mm)



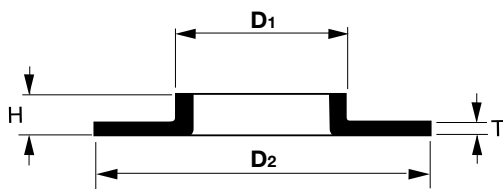
Tolerancias para accesorios de acero inoxidable gama ISO y milimétricos



S/EN 10253-3/4

Diámetro D	Espesor T	Desviación permisible	
		Menos	Más
$D \leq 610$	Todos	-12,5%	+15%
$D > 610$	≤ 10 mm	- 0,35 mm	+15%
	> 10 mm	- 0,50 mm	+15%

D	F-H-L	B	K
$\leq 114,3$	± 2	± 7	± 4
$114,3 \leq D \leq 219,1$	± 2	± 7	± 7
$219,1 \leq D \leq 406,4$	± 5	± 7	± 7
$406,4 \leq D \leq 762$	± 5	± 10	± 7
$762 \leq D \leq 1219$	± 10	± 10	± 10



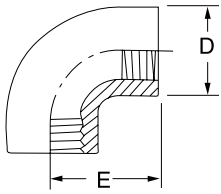
S/EN 1092-1 Tipo 33

Dimensiones (mm)	Tolerancias
Espesor T en el cuello:	
$DN \leq 600$	-12,5% / +15%
$DN > 600$	-0,5 mm / +15%
Espesor en la brida:	
$T \leq 5$ mm	+/- 0,2 mm
Altura H:	
Desde $DN \leq 80$	$\pm 1,5$ mm
Desde $DN > 80$ hasta $DN \leq 250$	± 2 mm
Desde $DN > 250$	± 3 mm
Diámetro en el cuello D1:	
$DN \leq 150$	$\pm 0,75\%$ mín. $\pm 0,3$ mm
$DN > 150$	$\pm 1\%$ máx. $\pm 3,0$ mm
Diámetro en la brida D:	
$DN \leq 250$	-1 / +2 mm
$DN > 250$	-1 / +3 mm

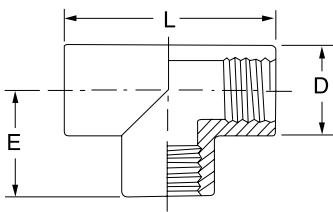


Accesorio roscado de acero inoxidable

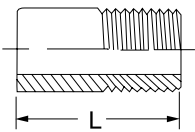
Medidas de fabricación



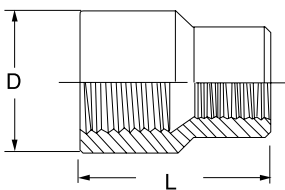
Codo roscado figura 90												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
D	-	19	23	27	33	41	50	56	69	84	98	-
E	-	21	25	28	33	38	45	50	58	70	80	-



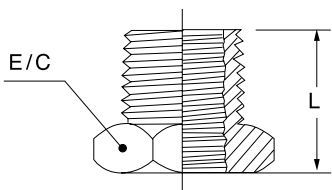
Te roscada figura 130												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	42	50	56	66	76	90	100	116	140	160	-
D	-	19	23	27	33	41	50	56	69	84	98	-
E	-	21	25	28	33	38	45	50	58	70	80	-



Entronque figura 149												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	20	24	25	26	29	32	35	38	42	46	50	55



Reduccion hembra - hembra figura 240												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	24	26	28	30	34	42	45	55	60	70	-
D	-	20	22	28	32	40	50	60	70	85	100	-



Reduccion macho - hembra figura 241												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	15	15	18	20	23	25	30	32	35	38	-
E/C	-	14	17	22	27	36	44	50	65	80	93	-

TOLERANCIAS:

Roscas según ISO 7/1 (EN 10226-1)

Calidad del material: AISI 316 L

Composición química: Ver página 8.

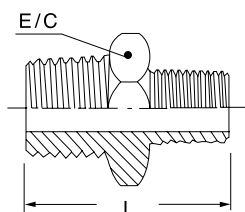
Características mecánicas: Ver página 9.

Bajo consulta se pueden fabricar otras figuras o calidades.

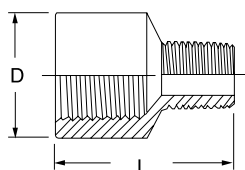


Accesorio roscado de acero inoxidable

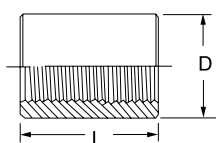
Medidas de fabricación



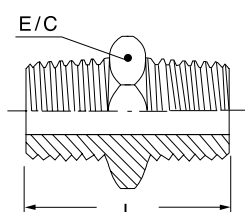
Reduccion macho - macho figura 245												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	25	26	29	33	38	40	45	50	60	62	-
E/C	-	14	17	22	27	36	44	50	65	80	95	-



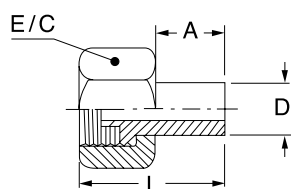
Reduccion hembra - macho figura 246												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	24	26	28	34	35	41	45	55	60	60	-
D	-	20	22	28	32	40	50	60	70	85	100	-



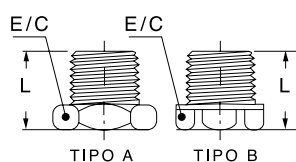
Manguito rosca interior figura 270												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	20	23	24	27	29	32	35	38	42	45	50	55
D	14	18	22	28	35	40	50	55	70	85	100	125



Machon figura 280												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	20	26	28	30	33	38	40	45	50	60	62	72
E/C	11	14	17	22	27	36	44	50	65	80	95	121



Medio enlace figura 287												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	23	26	36	36	41	47	49	55	57	70	-
D	-	8	12	15	20	25	35	41	52	65	77	-
A	-	11	12	20	20	21	25	27	32	33	45	-
E/C	-	17	22	27	32	41	46	55	68	90	100	-



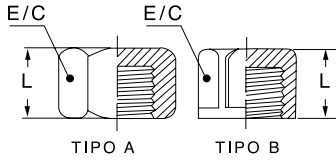
Tapon figura 290												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
	TIPO A										TIPO B	
L	12	15	17	18	21	26	28	30	32	34	38	40
E/C	11	14	17	22	27	36	46	50	65	80	94	116

Roscas según ISO 7/1 (EN 10226-1)

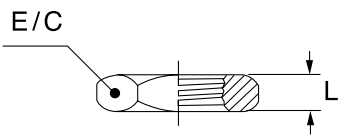


Accesorio roscado de acero inoxidable

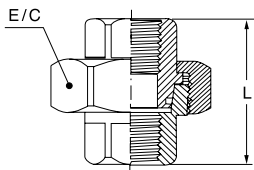
Medidas de fabricación



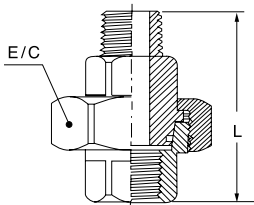
Tapa figura 300												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
	TIPO A								TIPO B			
L	12	12	13	14	16	20	21	22	24	24	25	30
E/C	14	17	22	27	32	41	50	55	68	90	100	127



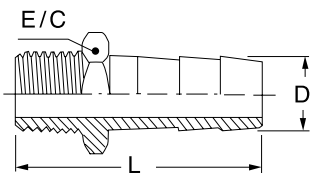
Tuerca figura 312												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	5	6	7	8	8	10	10	10	13	13	-
E/C	-	17	22	27	32	41	50	65	73	90	100	-



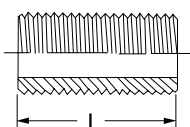
Enlace rosca hembra - hembra figura 340												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	33	37	41	44	49	56	57	62	62	66	-
E/C	-	32	36	41	46	54	67	73	90	106	120	-



Enlace rosca macho - hembra figura 341												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	45	49	53	58	62	73	76	83	87	87	-
E/C	-	32	36	41	46	54	66	73	90	106	120	-



Entronque manguera figura 399												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	38,5	42	47	50	56	65	72	85	97	107	-
D	-	12	15	19	25	30	40	50	60	76	86	-
E/C	-	14	17	22	27	36	46	54	65	85	99	-
399 R		10	12	15	20	25						



Manguito rosca exterior figura 531												
	1/8"	1/4"	3/8"	1/2"	3/4"	1"	1 1/4"	1 1/2"	2"	2 1/2"	3"	4"
L	-	24	25	26	29	32	35	38	42	46	50	55



ANEXO III. DIFUSIÓN DE LOS RESULTADOS

Los resultados de la investigación llevada a cabo en este Trabajo de Fin de Grado han derivado en la publicación de un artículo científico en la revista Membranes. El factor de impacto es 3.3, y el índice CiteScore es 6.1. El artículo ha recibido 6 citas hasta el momento. El artículo es el siguiente: Sánchez-Arévalo, C. M., Pérez García-Serrano, A., Vincent-Vela, M. C., & Álvarez-Blanco, S. (2023). Combining ultrafiltration and nanofiltration to obtain a concentrated extract of purified polyphenols from wet olive pomace. *Membranes*, 13(2), 119. DOI: 10.3390/membranes13020119.

Article

Combining Ultrafiltration and Nanofiltration to Obtain a Concentrated Extract of Purified Polyphenols from Wet Olive Pomace

Carmen M. Sánchez-Arévalo ¹, Ane Pérez García-Serrano ¹, María Cinta Vincent-Vela ^{1,2}
and Silvia Álvarez-Blanco ^{1,2,*}

¹ Research Institute for Industrial, Radiophysical and Environmental Safety (ISIRYM), Universitat Politècnica de València, Camino de Vera, s/n, 46022 Valencia, Spain
² Department of Chemical and Nuclear Engineering, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia, Spain
* Correspondence: sialvare@iqn.upv.es

Abstract: Despite the environmental concerns raised every year by the generation of high volumes of wet olive pomace, it contains valuable phenolic compounds that are essential for the valorization of this by-product. In this work, an integrated process to recover phenolic compounds from wet olive pomace is proposed. It consists of ultrasound-assisted solid-liquid extraction, followed by ultrafiltration and nanofiltration. Several commercial membranes were studied at different operational conditions. The ultrafiltration stage allowed the purification of biophenols, which were obtained in the permeate stream. Regarding organic matter, satisfactory rejection values were obtained with both commercial UH030 and UP005 membranes (Microdyn Nadir), but the latter provided more efficient purification and higher values of permeate flux, above $18 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ at 2.5 bar and $1.5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Later, this permeate stream was concentrated by means of a nanofiltration process, obtaining polyphenol rejection values that surpassed 85% with the commercial NF270 membrane (DuPont), then achieving the concentration of the previously purified polyphenols.

Keywords: ultrafiltration; nanofiltration; phenolic compounds; wet olive pomace; integrated process; rejection



Citation: Sánchez-Arévalo, C.M.; Pérez García-Serrano, A.; Vincent-Vela, M.C.; Álvarez-Blanco, S. Combining Ultrafiltration and Nanofiltration to Obtain a Concentrated Extract of Purified Polyphenols from Wet Olive Pomace. *Membranes* **2023**, *13*, 119. <https://doi.org/10.3390/membranes13020119>

Academic Editors: Liliana C. Tomé, Luisa A. Neves and Isabel Coelho

Received: 23 December 2022

Revised: 9 January 2023

Accepted: 12 January 2023

Published: 17 January 2023



Copyright: © 2023 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Annual production of virgin olive oil ends with the generation of this valuable product and, inevitably, tons of residues derived from the processing of olives [1]. As a result of the application of the two-phase methodology in an olive mill, wet olive pomace is produced. It is a semi-solid by-product, containing the remains of olive pulp, stone, skin and vegetation water. It comprises a concerning residue due to its phytotoxic character and high organic load [2]. Therefore, its treatment and detoxification preceding its disposal is of high importance.

Additionally, the principles of circular economy that have gained relevance in recent years motivate the valorization of this by-product in order to incorporate it back into the consumption chain [3]. In the context of the olive mill, wet olive pomace can be employed as a source of high-added-value compounds due to its high content of phenolic compounds. These molecules are able to reduce oxidant chemical species (reactive oxygen species, for instance), then preventing the oxidation of other compounds, such as essential biomolecules. Apart from their powerful antioxidant capacity, several authors have described their antiproliferative, anti-inflammatory and antibiotic effects, among others [4–6]. This repertoire of significant properties determines the application of polyphenols in the pharmaceutical, cosmetic and nutraceutical fields [7].

The content of phenolic compounds can be retrieved from wet olive pomace by means of solid–liquid extraction. Several techniques have been investigated with this objective,

such as agitation, maceration, pressurized liquid extraction and ultrasound-assisted extraction [8–11]. In most cases, the extraction is efficient, but the obtained polyphenols are either not highly pure or very diluted. The combination of both scenarios is possible too. For these reasons, the implementation of membrane technology is an excellent strategy. It allows the possibility of working in mild operating conditions, with low energy consumption, excellent separation efficiency and control over this separation efficiency [12,13]. Furthermore, this technology permits working continuously and at smaller facilities, being environment-friendly and based on nonharmful materials [14]. The efficiency of membrane processes to treat and valorize agri-food residues has already been demonstrated. Ultrafiltration has been effectively applied to recover phenolic compounds from Eucalyptus bark [15], olive oil washing wastewater [16] or grape pomace [17]. Furthermore, a sequential process can be designed, combining ultrafiltration and nanofiltration [18], or microfiltration and nanofiltration [19]. These integrated processes logically require operating in concentration mode. Despite what it may seem, this is not trivial, because the constant increment of feed concentration greatly affects membrane fouling and, consequently, the permeate flux. Studies in recirculation mode are enormously useful during the membrane selection stage, as the concentration in the feed tank is kept constant, but assessing membrane performance in concentration mode during extended periods is mandatory if the industrial application is to be considered. Some scientific contributions applying membrane technology and working in concentration mode to recover polyphenols from wet olive pomace are summarized in Table 1.

Table 1. Description of scientific contributions about the application of membrane technology to recover polyphenols from wet olive pomace.

Process	Working Mode	Permeate Flux (L·h ⁻¹ ·m ⁻²)	Polyphenols Concentration	Reference
UF ¹ -NF ² -RO ³	Concentration	n.d. ⁴	200 mg GAE ⁵ /L	[20]
UF-NF-RO	Concentration	n.d.	32.9 mg/L flavonoids	[21]
NF	Concentration	15 (20 bar)	1234.3 ± 54.0 mg GAE/L	[22]
UF-NF	Concentration	UF: 18 (2.5 bar); NF: 47 (9 bar)	882 mg TY ⁶ /L	This work

¹ Ultrafiltration. ² Nanofiltration. ³ Reverse osmosis. ⁴ Not detailed. ⁵ Gallic acid equivalents. ⁶ Tyrosol equivalents.

This premise regarding the concentration mode was considered in this work. In this study, an integrated process consisting of ultrafiltration and subsequent nanofiltration of an aqueous extract of wet olive pomace was investigated. A double aim was pursued. On one side, the reduction of the environmental impact of a major residue from an extended industry, as it is the olive oil sector; and, on the other side, the recovery of valuable compounds such as olive-derived polyphenols.

To that end, polymeric commercial membranes were employed to treat aqueous extracts of wet olive pomace through ultrafiltration and subsequent nanofiltration. The extracts of wet olive pomace are brown liquids, rich in sugars, phenolic compounds, triterpenes, organic acids and free fatty acids [8,23]. Considering this composition, an ultrafiltration process can be implemented to remove the undesired compounds and purify the polyphenols of interest. The obtained stream can be later concentrated by means of a nanofiltration process, obtaining a profitable product out of a challenging residue.

2. Materials and Methods

2.1. Reagents and Raw Material

Wet olive pomace was obtained from the two-phase olive mill San Isidro Cooperative (Segorbe, Castellón, Spain) during the olive campaign of 2021/2022. After their collection, samples were refrigerated at 5 °C to preserve them. The Folin–Ciocalteu reagent was provided by MP Biomedicals (Ilkirch, France). To prepare the mobile phases for chromatography, acetonitrile was purchased from Honeywell (Charlotte, NC, USA), and osmotized water was obtained from a Direct-Q[®], 3UV system (Burlington, MA, Merck Millipore, USA).

Pure standards of tyrosol, hydroxytyrosol and oleuropein were purchased from Bionova Científica (Madrid, Spain). Sigma-Aldrich (Saint Louis, MI, USA) provided the standards for caffeic acid, luteolin and *p*-coumaric acid.

2.2. Extraction of Polyphenols

The phenolic content from the wet olive pomace was extracted according to a previously optimized methodology [8]. Briefly, 600 g of wet olive pomace were subjected to ultrasound-assisted extraction (UAE), employing osmotized water as the extractant. The UAE was performed at 40 °C for 45 min. Afterwards, the sample was centrifuged at 17,200 × *g* RCF for 6 min, and the resulting extract was vacuum filtered with a 60 µm filter (Fanoia, Barcelona, Spain) and subsequently treated by membrane technology.

2.3. Membrane Processes

A simplified scheme of the proposed procedure to purify phenolic compounds from wet olive pomace can be found in Figure 1.

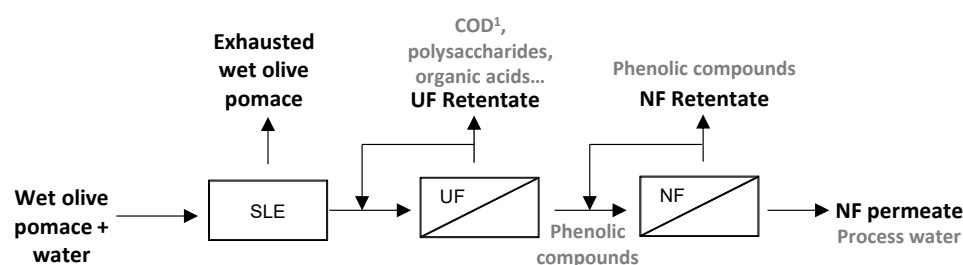


Figure 1. Schematic diagram of the recovery of phenolic compounds from wet olive pomace by the proposed integrated process consisting of solid–liquid extraction (SLE), ultrafiltration (UF) and nanofiltration (NF). ¹ COD: chemical oxygen demand.

2.3.1. Ultrafiltration Process

The aqueous extract of wet olive pomace was ultrafiltered in an ultrafiltration cross-flow plant (Orelis Environnement, Salindres, France). A Rayflow membrane module (Orelis Environnement, Salindres, France) contained two ultrafiltration membranes (Microdyn-Nadir, Wiesbaden, Germany) working in series. Each membrane was tested in a different run, in order to control the variation of the permeate flux with the volume reduction factor (VRF). The information about the tested membranes is given in Table 2. Microscopic characterization of the considered ultrafiltration membranes can be found in [24–26].

Table 2. Characteristics of the employed membranes.

Parameter	UH030	UP005	NF270
MWCO (kDa) ¹	30	5	0.3–0.4
Material	HPES ²	PES ³	Polyamide
Contact angle	56 ± 3° [27]	54.27 ± 3.48° [28]	15.9 ± 1.3° [29]
Manufacturer	Mycrodin Nadir	Mycrodin Nadir	DuPont
Process	UF	UF	NF

¹ Molecular weight cut off. ² Hydrophilic polyethersulfone. ³ Polyethersulfone.

Prior to their utilization, the membranes were immersed in osmotized water overnight in order to hydrate them and remove any conservative remnants. Then, they were compacted with osmotized water at cross-flow velocity of 1.5 m·s^{−1} and transmembrane pressure (*TMP*) of 3 bar until stable permeate flux was observed. The hydraulic permeability (*L_w*) of the membranes was also determined in the range of 1–2.5 bar at 1 m·s^{−1} according to the following equation:

$$L_w = \frac{J_w}{TMP} \quad (1)$$

where J_w represents water permeate flux.

Afterwards, the extract was processed at 2.5 bar and $1.5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. These conditions were selected according to previous experience from our research group [16,30,31] and preliminary experiments (manuscript in preparation). Each membrane had an area of 129 cm^2 . This process was carried out in concentration mode in order to collect the ultrafiltration permeate to be treated in a subsequent nanofiltration stage. The permeate was collected until a VRF of at least 2 was achieved. In consequence, these experiments were continued for several weeks. At the end of each working day, the feed solution was removed from the ultrafiltration plant, and the membrane was rinsed for 15 min with water to reduce the accumulation of residues in the plant and avoid the development of organic fouling during the night. The next working day, the procedure was resumed. When necessary, chemical cleaning had to be done during the ultrafiltration process, as detailed in Section 2.3.3.

2.3.2. Nanofiltration Process

The ultrafiltration permeate was then treated by nanofiltration in an HP4750 bench-top cell (Sterlitech, Auburn, Washington, DC, USA), with a membrane area of 14.6 cm^2 . The NF270 membrane (DuPont-Filmtec, Wilmington, DE, USA) was employed. It was previously immersed in osmotized water (for at least 12 h) and compacted at 9.5 bar. The hydraulic permeability of the membrane was tested in the range of 5–9 bar. Afterwards, several TMPs (5, 7 and 9 bar) were tested to treat the ultrafiltration permeate, until a VRF of 2.5 was achieved. The feed solution was constantly stirred at 500 rpm.

2.3.3. Membrane Cleaning

To clean the ultrafiltration membranes, the first rinsing with tap water was followed by cleaning with a solution of P3 Ultrasil (Ecolab, Saint Paul, MN, USA) at 1% (v/v) and $35 \text{ }^\circ\text{C}$. The chemical cleaning was maintained for 1 h at 1.5 bar and $1.5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Afterwards, the membranes were again rinsed with tap water until the detergent was totally withdrawn from the module. This was monitored by measuring the pH of the permeate and comparing it with the pH of tap water. The membranes were cleaned after each filtration experiment with the wet olive pomace. Additionally, a cleaning step had to be introduced during the long-term ultrafiltration operation with the UH030 membrane.

The cleaning for the nanofiltration step was dependent on the feed that was treated. Thus, the membrane was cleaned by a simple rinse with tap water, without the application of any temperature or pressure, after the treatment of the permeate from the UP005 membrane. When the permeate from the UH030 membrane was treated by nanofiltration, a solution of P3 Ultrasil at 1% (v/v) and $35 \text{ }^\circ\text{C}$ was employed to clean the membrane. This cleaning consisted of filtration of 200 mL of the chemical solution at 2.5 bar, followed by rinsing with tap water.

2.4. Characterization of the Streams

Samples from the feed solution, retentate, global permeate (corresponding to the global product obtained during the whole process) and instantaneous permeate (corresponding to the permeate obtained during the final minutes of the process) were characterized. All samples were analyzed at least in duplicates. Rejection of the solutes (R) was calculated according to the following equation:

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_r}\right) \cdot 100 \quad (2)$$

where C_p is the concentration in the instantaneous permeate and C_r is the concentration in the retentate stream.

The chemical oxygen demand (COD) of the samples was analyzed by means of the commercial Spectroquant[®] COD Test Cells (Merck, Darmstadt, Germany). The total solids content was assessed through evaporation of a determined volume and consecutive weighing of the dry sample. pH (Crison, Barcelona, Spain) of the samples was also monitored.

The Folin–Ciocalteu methodology was employed to determine the total phenolic content of the analyzed streams [32]. A pure standard of tyrosol was used to perform the external calibration of the analysis, then expressing the results as mg tyrosol/L. Additionally, the phenolic profile of the streams derived from the UP005 membrane was assessed through liquid chromatography coupled to mass spectrometry (LC-MS). To that end, a previously optimized methodology was applied [8]. Shortly, the samples were filtrated using 0.2 μm filters (ThermoFisher, Waltham, MA, USA), and the analytes were separated employing a 1260 Infinity II LC system equipped with a Zorbax Extend C18 column ($4.6 \times 100 \text{ mm}$, $1.8 \mu\text{m}$) (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, USA). Acidified acetonitrile and acidified water (containing 0.5% (v/v) of acetic acid) were employed to perform the gradient of the mobile phases. This instrument was coupled to a 6546 quadrupole-time-of-flight (qToF) mass analyzer (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, USA), working in negative polarity. Electrospray (ESI) was employed as the interface. Samples were injected at least in duplicates and quantified by external calibration.

3. Results and Discussion

3.1. Aqueous Extract of Wet Olive Pomace

The characterization of the aqueous extract of wet olive pomace, employed as a feed solution for the process, is shown in Table 3. The study and optimization of the extraction stage were previously published [8]. As reflected, the COD and total solids content of the extract are considerable, making necessary the application of an ultrafiltration process to purify the extracted phenolic content. A relevant concentration of phenolic compounds is present in the wet olive pomace, enabling this residue as a source of high-added-value molecules.

Table 3. Characteristics of the aqueous extract of wet olive pomace.

Parameter	Concentration
COD ¹ (mg/L)	8290 \pm 548
Total solids (g/L)	9.05 \pm 0.05
Total phenolic content (mg tyrosol/kg)	3970 \pm 80
pH	5.4 \pm 0.1
Conductivity ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	1642 \pm 18

¹ Chemical oxygen demand.

3.2. Performance of Ultrafiltration

3.2.1. Permeate Flux

After the compaction, the hydraulic permeability of each membrane was investigated, obtaining $85.7 \pm 0.9 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$ for the UH030 membrane and $15 \pm 1 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$ for the UP005 membrane. The permeate flux obtained with the UH030 and UP005 membranes when the extract was treated can be found in Figure 2.

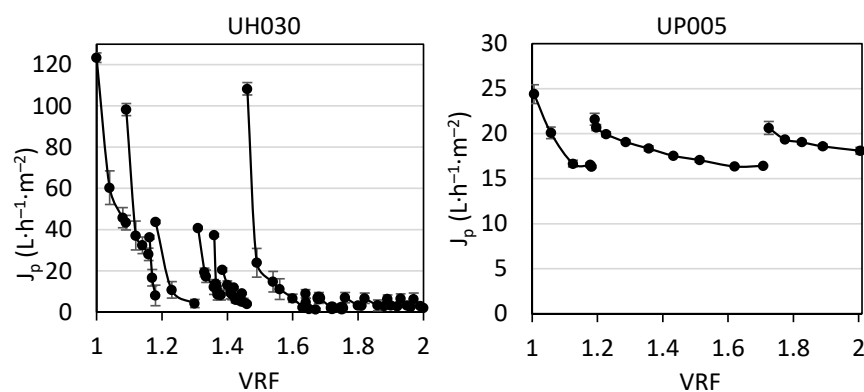


Figure 2. Evolution of permeate flux with the volume reduction factor (VRF) for the UH030 membrane (left) and the UP005 membrane (right) when the extract was treated.

As can be seen in Figure 2, seventeen ultrafiltration stages were needed to achieve a VRF of 2 with the UH030 membrane. In the first stage, a sharp decline of the permeate flux occurred due to severe membrane fouling [33,34]. At the beginning of the next stage, the permeate flux started at higher values with respect to the end of the first stage, and a sharp flux decline was again exhibited. This was observed because the membrane rinsing (performed at the end of each working day, as detailed in Section 2.3.1) was able to remove the incipient cake layer that was formed from the beginning of the process. The restoring of the permeate flux contributed to maintaining the efficiency of the procedure as the VRF increased, whereby the aqueous rinsing was considered adequate and it was implemented at the end of every working day. From the third stage, the initial value of the permeate flux decreased. Even though a similar curve for the flux decline was obtained every working day, the high initial values observed during the first and second stages were not obtained anymore. This was an indication of the thickening and tightening of the cake layer, which occurred from the VRF 1.15 until the VRF 1.5. The higher concentration of the feed solution (at higher VRF values) prompted a more severe concentration polarization that maximized the effect of the cake layer and membrane fouling [35,36]. As can be seen in Figure 2, the initial flux of the ninth ultrafiltration stage was more than four times lower than the initial permeate flux at VRF 1. In consequence, a chemical cleaning with P3 Ultrasil 115 1% (*v/v*) at 35 °C was performed (Section 2.3.3). Two cleaning cycles were needed to recover the hydraulic permeability of the UH030 membrane due to the severe fouling, accumulated during the extended operation time of the ultrafiltration. The permeability of the cleaned UH030 membrane was $85.2 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^2\cdot\text{bar}^{-1}$. At the beginning of the tenth stage, the high initial permeate flux was restored; however, the flux decrease was again fast, as in the first and second working cycles, when the membrane was not fouled yet. In this case, membrane rinsing did not lead to satisfactory values of permeate flux, even at the beginning of the next stages, because a strong cake layer was formed from the VRF of 1.6 henceforth.

The right panel of Figure 2 shows the permeate flux obtained with the UP005 membrane, which was less affected by fouling. If the flux of both membranes is compared, at the beginning of the process (VRF near 1), the permeate flux was much higher for the UH030 membrane. Therefore, during the first working stage, the UH030 membrane was considered to be more productive. This was expected because at this low concentration level, the concentration polarization and fouling were still low. Then, the membrane with the highest MWCO (see Table 2) exhibited the highest permeate flux. However, as the ultrafiltration progressed, severe fouling was suffered by the UH030 membrane, in contrast with the UP005 membrane. This discrepancy can be attributed to several different characteristics of the membranes. First, the UH030 membrane has a larger pore size, more likely to suffer from pore blocking. This phenomenon was quite plausible here, considering the complexity of agri-food samples, such as the aqueous extract of wet olive pomace, which contains numerous organic molecules from different chemical families and a wide range of molecular weights. Other authors have also described the pore blocking of membranes with higher MWCO in comparison with tighter ultrafiltration membranes. Lujan-Facundo et al. found that bovine serum albumin blocked the pores of the UH030 membrane, leading to significant fouling [30]. Similarly, Corbatón-Báguena et al. [37] and Qu et al. [38] described that solutes with a similar size to the membrane pores can penetrate inside them and reduce the flux, obtaining better results with membranes of smaller pore size, whose pores cannot be blocked by larger molecules. Furthermore, it has been described that membranes with higher permeability (such as the UH030 membrane in this case) are more likely to suffer from gel layer formation [16], which determines a reduction in the permeate flux and greatly hinders membrane cleaning, as was commented before. Another parameter that influenced the behavior of these membranes regarding the permeate flux is the polarity of the membrane surface. In this regard, the contact angle of the UH030 and UP005 membranes is reported in Table 2. Both membranes are made of polyethersulfone. The contact angle of both membranes is similar and lower than 90°, which indicates a hydrophilic character. According to the manufacturer, the UH030 membrane

has been modified to increase its hydrophilicity. Therefore, lower values of contact angle for this membrane could be expected. However, the roughness of the UH030 membrane is 12.12 ± 3.16 nm, whereas the UP005 membrane presents a roughness of 1.59 ± 0.20 nm [28]. According to several authors [28,39,40], rougher membranes can display higher contact angles than more hydrophobic membranes with lower roughness. Furthermore, several authors have demonstrated that membranes with higher roughness suffer from more severe fouling [41,42], as was the case for the UH030 membrane in this work. The difference in hydrophilicity between the UP005 and UH030 membranes can be essential when the feed solution includes foulants such as phenolic compounds. Phenolic compounds have been demonstrated to contribute highly to irreversible fouling of ultrafiltration membranes due to an adsorption process [43]. The affinity between those compounds and the membrane surface can determine to a great extent their adsorption [44] and, consequently, membrane fouling. Cifuentes-Cabezas et al. determined that the adsorption of phenolic compounds on the surface of the UP005 membranes was 0.349 ± 0.014 mg·m⁻². These authors found higher adsorption of phenolic compounds (0.465 ± 0.037 mg·m⁻²) on the active layer of the UH050 membrane, whose material is the same as that of the UH030 membrane [16]. As described by Cassano et al. [45] the higher polarity of the hydrophilic polyethersulfone (as in the UH030 membrane) determines a stronger interaction with the polyphenols from wet olive pomace, leading to stronger fouling.

The less hydrophilic active layer and the lower MWCO of the UP005 membrane led to reduced fouling and therefore, flux decline was much lower for this membrane. In consequence, fewer working stages were needed to achieve a VRF of 2. This is in agreement with the work of Cifuentes-Cabezas et al., who also observed that the UP005 did not suffer from severe fouling during ultrafiltration of olive oil washing wastewater [16]. As can be seen in Figure 2, a simple rinsing with osmotized water at the end of every working day was effective enough to remove the fouling layer from the UP005 membrane and restore a high permeate flux, which was maintained until the end of the ultrafiltration procedure, despite the progressive concentration of the feed solution.

From the third stage until the end of the global process (Figure 2), very similar values of permeate flux were exhibited by the UH030 membrane at the end of every stage. Each decline curve ended in low values of permeate flux, in the range of 1.3–5.4 L·h⁻¹·m², irrespective of the VRF. The concentration factor and applied rinsing or cleaning only influenced the capacity of removing the existent cake layer (in order to address the following stage), but the final value of the permeate flux was inevitably low. This, along with the results presented in Figure 3, motivated the selection of the UP005 membrane for the integrated process.

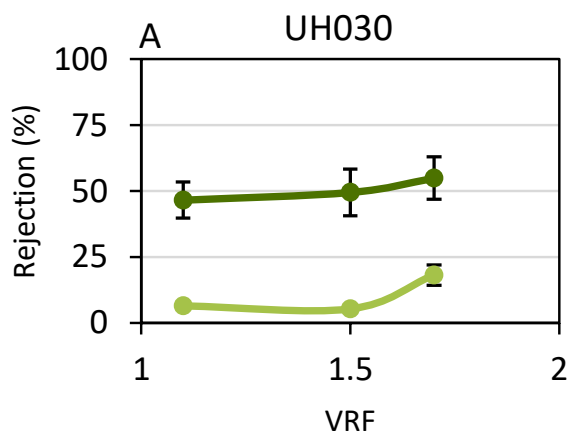


Figure 3. Cont.

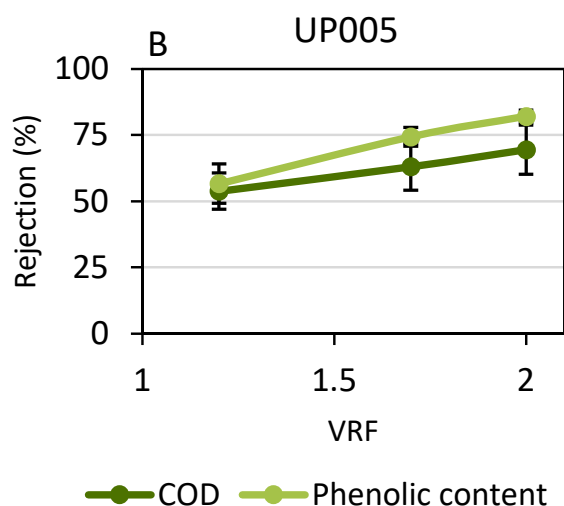


Figure 3. Rejection values obtained at the different volume reduction factors (VRFs) for the UH030 membrane (A) and the UP005 membrane (B).

3.2.2. Rejection Values

The rejection values obtained with both ultrafiltration membranes are presented in Figure 3.

The effect of the size exclusion phenomenon can be observed in the graphs presented in Figure 3. The UH030 membrane (Figure 3A) barely retained the phenolic content from the wet olive pomace because of its larger pore size. On the contrary, the obtained values for the rejection of the COD were higher, reaching $55 \pm 8\%$. The increment in the rejection of the COD with the VRF occurred due to the strong fouling of the membrane that was previously commented on during the discussion of Figure 2. The high concentration of solutes near the membrane surface prompted the formation of an additional layer which contributed to the retention of large solids, such as proteins or polysaccharides.

In the case of the UP005 membrane, a gradual increment could also be observed for COD rejection as an effect of membrane fouling. For this membrane, COD rejection reached $70 \pm 2\%$, which was considered to be sufficient. The rejection of phenolic compounds obtained with the UP005 membrane was unexpectedly high, considering the results reported in the literature dealing with olive-derived wastewater [16,33]. Therefore, a more detailed analysis of the phenolic content of the streams derived from the UP005 was performed. These results are shown in Figure 4.

The permeate stream obtained with the UP005 membrane was analyzed by LC-ESI-qTOF-MS in order to identify the individual compounds present in the sample and the assessed rejection for each of them. This characterization provided more detailed information than the Folin–Ciocalteu methodology, which only rendered a global rejection value. Four chemical families of phenolic compounds were found in the samples. These were simple phenols (including tyrosol, hydroxytyrosol and hydroxytyrosol glucoside), phenolic acids and aldehydes (including vanillin, vanillic acid, caffeic acid and ferulic acid), secoiridoids (elenolic acid, hydroxy-elenolic acid, acyclodihydroelenolic acid, hydroxy-decarboxymethyl elenolic acid, elenolic acid glucoside, decarboxymethyl elenolic acid, aldehydic form of decarboxymethyl elenolic acid, hydroxytyrosol acyclodihydroelenolate, phenylethyl primeveroside and comselpogoside) and flavonoids (gallic acid, luteolin and apigenin). As can be seen in Figure 3, the rejection of flavonoids by the UP005 membrane was considerably high, above 80%, in comparison with that of the rest of the compounds. Therefore, the UP005 membrane achieved fractionation of polyphenols from wet olive pomace. Flavonoids were kept in the retentate (along with a high proportion of COD from the initial extract), whereas simple phenols, phenolic acids and secoiridoids were recovered in the permeate. These molecules attract great interest nowadays because of their applications in nutraceuticals, pharmacy and cosmetics [46,47]. Vanillic acid and

decarboxymethyl elenolic acid were the less-rejected compounds, as shown in Figure 3. The obtention of a permeate enriched in these two compounds is of high interest due to the bioactive properties attributed to these molecules. Vanillic acid is a hydroxybenzoic acid that has shown interesting pharmacological effects, such as antiviral effects against the Epstein–Barr virus [48]. Furthermore, it has been effectively used to enhance the growth of microalgae, which can be later applied as a source of nutrients [49]. In the case of decarboxymethyl elenolic acid, this molecule has demonstrated antimicrobial effects [50,51], which suggests potential applications related to these antibiotic properties.

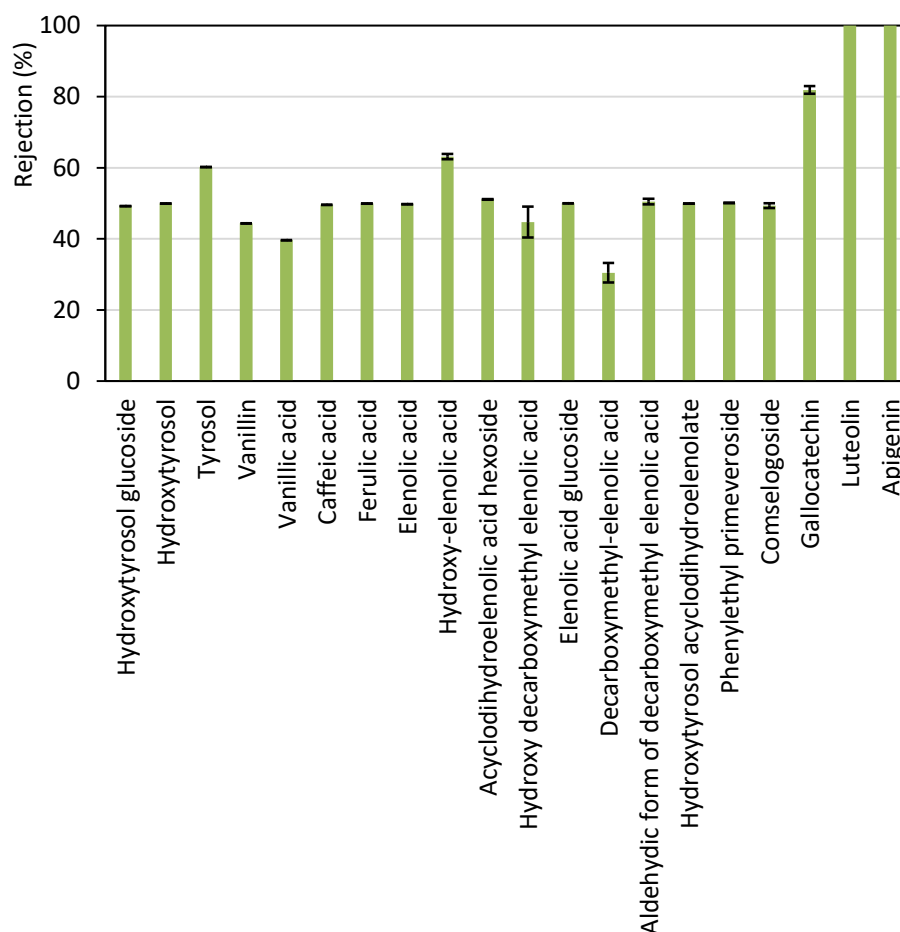


Figure 4. Rejection of each phenolic compound detected in the aqueous extract of wet olive pomace, obtained with the UP005 membrane at a volume reduction factor of 2. The operational conditions were $1.5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ and 2.5 bar.

Then, the results derived from the LC-MS confirmed the satisfying performance of the UP005 membrane, because it allowed the purification of valuable phenolic compounds by retaining the concomitant organic matter.

3.3. Concentration of Phenolic Compounds by Means of Nanofiltration

3.3.1. Permeate Flux in the Nanofiltration Step

The permeate streams obtained with the UH030 and UP005 membranes were enriched in polyphenols with a potential application in industry. Therefore, the concentration of this extract was pursued by means of a nanofiltration process, employing the commercially available NF270 membrane. After its compaction, this membrane was characterized by testing its hydraulic permeability, obtaining $9 \pm 1 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$. Subsequently, the ultrafiltration permeates were submitted to nanofiltration. Figure 5 shows the obtained permeate flux at each transmembrane pressure applied after the treatment of both streams.

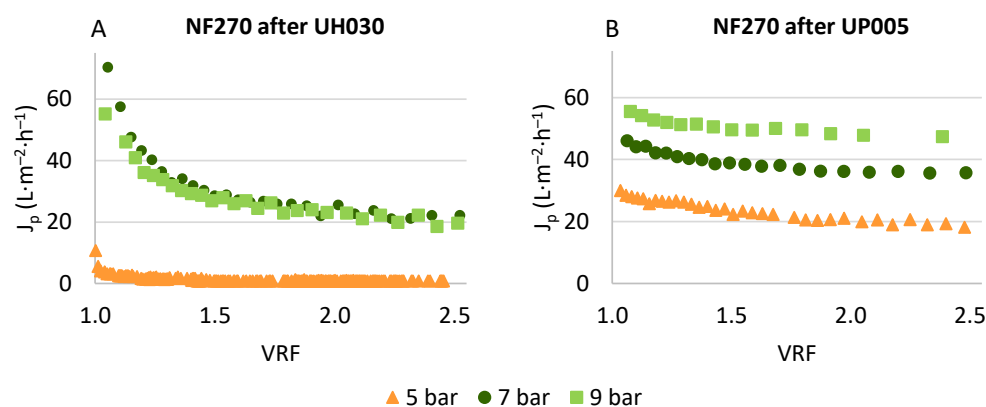


Figure 5. Permeate flux obtained with the NF270 membrane after the ultrafiltration of the extract with the UH030 membrane (A) and the UP005 membrane (B).

Even though the results presented in both graphs of Figure 5 correspond to the same membrane (NF270), the evolution of permeate flux was very different in each case. This is explained by the different compositions of the feed solutions, which corresponded to the ultrafiltration permeate obtained with each ultrafiltration membrane. The objective of the ultrafiltration process was to purify the phenolic compounds (recovered in the permeate of the ultrafiltration) and reject as much organic matter as possible. As reflected in Figure 3, the rejection of COD achieved by the UH030 membrane was lower than the rejection obtained with the UP005 membrane. In consequence, the NF270 membrane suffered from higher fouling during the nanofiltration of the UH030 permeate (Figure 5A). An increment of the permeate flux can be observed in Figure 5A when the transmembrane pressure was increased from 5 to 7 bar. However, no increase in the permeate flux was observed with pressures higher than 7 bar. At 9 bar, a slight increment of the flux is shown in Figure 5A, but the evolution of the permeate flux was very similar to the one obtained at 7 bar, especially at high values of the VRF. For both pressures, stable values of permeate flux of $20 \pm 0.2 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$ were obtained at a VRF of 2.5. As reported previously [19,29], higher pressures lead to higher deposition of solutes on the membrane surface, contributing to concentration polarization and fouling. The constant behavior of the permeate flux with the variation of transmembrane pressure is an indicator of the formation of a fouling layer on the membrane surface [52,53], which hindered solute diffusion throughout the membrane and reduced water transport too. When the pressure was increased up to 9 bar, this layer was compacted, contributing to flux reduction. This finding was also confirmed during the cleaning stage. The cleaning of the NF270 membrane after the processing of the UH030 permeate was more difficult than after treating the UP005 permeate. The detergent P3 Ultrasil (Ecolab, Spain) at 1% (*v/v*) had to be employed at 35 °C in order to recover the initial permeability of the NF270 membrane when the UH030 permeate was treated.

When the NF270 membrane was employed to treat the UP005 permeate, the permeate flux obtained increased linearly with transmembrane pressure, which indicated low fouling. This reduced fouling was in accordance with the high rejection of the organic matter that was observed during the ultrafiltration stage (Figure 3B), which led to a purified extract. In fact, the cleaning of the membrane after each experiment was performed simply by rinsing with tap water, and 100% of hydraulic permeability was recovered. This allowed the recycling of the membrane, which was reused during the whole process. The permeate flux obtained at all pressures was satisfactory. However, the membrane was more productive at 9 bar. At this pressure, a high permeate flux of $44.24 \pm 0.08 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$ was achieved at a VRF of 2.5. Therefore, this pressure was selected at the most convenient for the concentration of the previously purified extract of wet olive pomace.

3.3.2. Rejection Values in Nanofiltration

In order to evaluate the concentration of the aimed compounds, the rejection values obtained for total solids, COD and phenolic content were studied. These values are reflected in Figure 6.

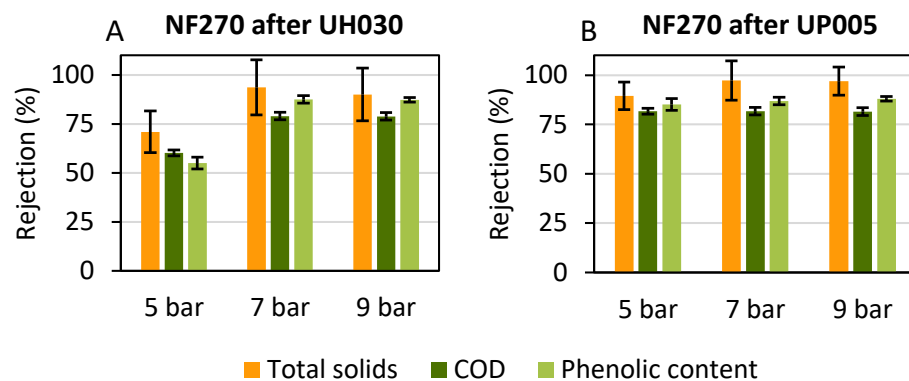


Figure 6. Rejection values obtained with the NF270 membrane at a volume reduction factor of 2.5 after the treatment of the permeate obtained with the UH030 membrane (A) and the UP005 membrane (B).

The NF270 membrane was able to retain most of the solutes present in the permeate of the previous ultrafiltration. As already commented, the polyphenols present in the nanofiltration feed (that is the ultrafiltration permeate) were already highly purified. This means that the majority of the organic molecules present in this stream were phenolic compounds, especially in the stream corresponding to the permeate obtained with the UP005 membrane. For this reason, the rejection of total solids, COD and phenolic compounds was very similar, because the measurement of total solids and COD included the polyphenols.

At all studied pressures, the rejection values were high, in line with those from previous works [54,55]. During the treatment of the UH030 permeate, an increment in the rejection of total solids, COD and phenolic compounds could be observed when the pressure was increased from 5 bar to 7 bar (Figure 6A). In this case, this effect cannot be attributed to the compaction of the membrane with the pressure increment, because it was initially submitted to high pressure (see Section 2.3.2) to avoid further inconsistencies during the study. Instead, the increment in the rejection can be explained by an increase in the flux of water, which was not coupled to an increment in the flux of solutes. In an NF process, the diffusion of solutes plays an essential role in solutes transport [56]. However, this diffusion is not affected by TMP [57,58], whereas the flux of the solvent (water in this case) is highly dependent on the applied pressure. Then, increasing the pressure resulted in a high increment of the flux of water, whereas the flux of solutes did not suffer such a high rise. Figure 5A supports this reasoning, as a high increment in the permeate flux was observed when the pressure increased from 5 bar to 7 bar. In consequence, at 7 bar, the rejection of total solids, COD and phenolic compounds was higher than the values observed for 5 bar. At 9 bar, the rejection values were very similar to those at 7 bar. For instance, the rejection of total phenols was $87 \pm 2\%$ at 7 bar and $87 \pm 1\%$ at 9 bar. According to Figure 5, permeate flux did not increase either. As can be inferred from Figure 6A, this last increment in pressure did not derive any improvement for the membrane performance due to membrane fouling. On the contrary, the pressure increment from 5 bar to 7 bar enhanced the permeate flux and the rejection values, leading to a more efficient process, with a higher concentration of the desired compounds.

When the UP005 permeate was nanofiltered with the NF270 membrane, high rejections of COD, total solids and phenolic compounds were obtained at all pressures. High, satisfactory rejection values were achieved even when applying the lowest pressure. A slight increment in the rejection of the polyphenols of interest, COD and total solids can be observed in Figure 6B as TMP increased. Even though the selection of 5 bar to concentrate the purified extract of wet olive pomace could be suggested, high values of permeate flux

and higher rejection of biophenols obtained at 9 bar should be taken into account too. Considering that the process was more productive at the highest pressure and that no fouling was observed, the application of 9 bar was selected for the concentration stage.

4. Conclusions

Ultrafiltration is a suitable membrane process to perform the purification of phenolic compounds from wet olive pomace. The UH030 membrane suffered from severe fouling that led to low values of permeate flux, whereas this fouling was not observed for the UP005 membrane. The UP005 membrane led to satisfactory results of permeate flux. Regarding rejections, this membrane rejected 70% of COD, allowing the passage of molecules of interest, such as several families of phenolic compounds of high added value. These could be later concentrated by a nanofiltration process by employing the NF270 membrane, which rejected more than 80% of the phenolic content at 9 bar and provided a high permeate flux. Then, the combination of ultrasound-assisted solid-liquid extraction with water (at 40 °C, for 45 min), ultrafiltration with the UP005 membrane (2.5 bar, 1.5 m·s⁻¹) and nanofiltration with the NF270 membrane (9 bar) allowed the obtention of concentrated phenolic compounds at high purity.

Author Contributions: Conceptualization, C.M.S.-A., M.C.V.-V. and S.Á.-B.; methodology, C.M.S.-A. and A.P.G.-S.; software, C.M.S.-A.; validation, C.M.S.-A.; formal analysis, C.M.S.-A., M.C.V.-V. and S.Á.-B.; investigation, C.M.S.-A., M.C.V.-V. and S.Á.-B.; resources, M.C.V.-V. and S.Á.-B.; data curation, C.M.S.-A.; writing—original draft preparation, C.M.S.-A.; writing—review and editing, M.C.V.-V. and S.Á.-B.; visualization, C.M.S.-A., M.C.V.-V. and S.Á.-B.; supervision, M.C.V.-V. and S.Á.-B.; project administration, M.C.V.-V. and S.Á.-B.; funding acquisition, M.C.V.-V. and S.Á.-B. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research was funded by MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 and by ERDF A way of making Europe, grant number CTM2017-88645-R. Additionally, a predoctoral grant PRE2018-08524 was funded by MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 and by ESF Investing in your future.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Data Availability Statement: The raw data of this study are available on request.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest. The funders had no role in the design of the study; in the collection, analyses, or interpretation of data; in the writing of the manuscript; or in the decision to publish the results.

References

1. Sciubba, F.; Chronopoulou, L.; Pizzichini, D.; Lionetti, V.; Fontana, C.; Aromolo, R.; Socciarelli, S.; Gambelli, L.; Bartolacci, B.; Finotti, E.; et al. Olive Mill Wastes: A Source of Bioactive Molecules for Plant Growth and Protection against Pathogens. *Biology* **2020**, *9*, 450. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
2. Dermeche, S.; Nadour, M.; Larroche, C.; Moulti-Mati, F.; Michaud, P. Olive mill wastes: Biochemical characterizations and valorization strategies. *Process. Biochem.* **2013**, *48*, 1532–1552. [[CrossRef](#)]
3. Donner, M.; Erraach, Y.; López-I-Gelats, F.; Manuel-I-Martin, J.; Yatribi, T.; Radić, I.; El Hadad-Gauthier, F. Circular bioeconomy for olive oil waste and by-product valorisation: Actors' strategies and conditions in the Mediterranean area. *J. Environ. Manag.* **2022**, *321*, 115836. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
4. Quero, J.; Ballesteros, L.F.; Ferreira-Santos, P.; Velderrain-Rodriguez, G.R.; Rocha, C.M.R.; Pereira, R.N.; Teixeira, J.A.; Martin-Belloso, O.; Osada, J.; Rodríguez-Yoldi, M.J. Unveiling the Antioxidant Therapeutic Functionality of Sustainable Olive Pomace Active Ingredients. *Antioxidants* **2022**, *11*, 828. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
5. Robles-Almazan, M.; Pulido-Moran, M.; Moreno-Fernandez, J.; Ramirez-Tortosa, C.; Rodriguez-Garcia, C.; Quiles, J.L.; Ramirez-Tortosa, M. Hydroxytyrosol: Bioavailability, toxicity, and clinical applications. *Food Res. Int.* **2018**, *105*, 654–667. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
6. Park, J.; Min, J.-S.; Chae, U.; Lee, J.Y.; Song, K.-S.; Lee, H.-S.; Lee, H.J.; Lee, S.-R.; Lee, D.-S. Anti-inflammatory effect of oleuropein on microglia through regulation of Drp1-dependent mitochondrial fission. *J. Neuroimmunol.* **2017**, *306*, 46–52. [[CrossRef](#)]
7. Malekjani, N.; Jafari, S.M. Valorization of olive processing by-products via drying technologies: A case study on the recovery of bioactive phenolic compounds from olive leaves, pomace, and wastewater. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* **2022**, 1–19. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]

8. Sánchez-Arévalo, C.M.; Iborra-Clar, A.; Vincent-Vela, M.C.; Álvarez-Blanco, S. Exploring the extraction of the bioactive content from the two-phase olive mill waste and further purification by ultrafiltration. *LWT* **2022**, *165*, 113742. [[CrossRef](#)]
9. Zannou, O.; Pashazadeh, H.; Ibrahim, S.A.; Koca, I.; Galanakis, C.M. Green and highly extraction of phenolic compounds and antioxidant capacity from kinkeliba (*Combretum micranthum* G. Don) by natural deep eutectic solvents (NADESs) using maceration, ultrasound-assisted extraction and homogenate-assisted extraction. *Arab. J. Chem.* **2022**, *15*, 103752. [[CrossRef](#)]
10. Pavez, I.C.; Lozano-Sánchez, J.; Borrás-Linares, I.; Nuñez, H.; Robert, P.; Segura-Carretero, A. Obtaining an Extract Rich in Phenolic Compounds from Olive Pomace by Pressurized Liquid Extraction. *Molecules* **2019**, *24*, 3108. [[CrossRef](#)]
11. Díaz-Reinoso, B.; Moure, A.; Domínguez, H.; Parajó, J.C. Ultra- and nanofiltration of aqueous extracts from distilled fermented grape pomace. *J. Food Eng.* **2009**, *91*, 587–593. [[CrossRef](#)]
12. Bera, S.P.; Godhaniya, M.; Kothari, C. Emerging and advanced membrane technology for wastewater treatment: A review. *J. Basic Microbiol.* **2022**, *62*, 245–259. [[CrossRef](#)]
13. Sikdar, S.K.; Criscuoli, A. Sustainability and How Membrane Technologies in Water Treatment Can Be a Contributor. In *Sustainable Membrane Technology for Water and Wastewater Treatment*; Springer: Singapore, 2017; pp. 1–21. [[CrossRef](#)]
14. Pekgenc, E.; Gul, B.Y.; Vatanpour, V.; Koyuncu, I. Biocatalytic membranes in anti-fouling and emerging pollutant degradation applications: Current state and perspectives. *Sep. Purif. Technol.* **2022**, *282*, 120098. [[CrossRef](#)]
15. Pinto, P.R.; Mota, I.F.; Pereira, C.M.; Ribeiro, A.M.; Loureiro, J.M.; Rodrigues, A.E. Separation and recovery of polyphenols and carbohydrates from Eucalyptus bark extract by ultrafiltration/diafiltration and adsorption processes. *Sep. Purif. Technol.* **2017**, *183*, 96–105. [[CrossRef](#)]
16. Cifuentes-Cabezas, M.; Carbonell-Alcaina, C.; Vincent-Vela, M.C.; Mendoza-Roca, J.A.; Álvarez-Blanco, S. Comparison of different ultrafiltration membranes as first step for the recovery of phenolic compounds from olive-oil washing wastewater. *Process. Saf. Environ. Prot.* **2021**, *149*, 724–734. [[CrossRef](#)]
17. Yamine, S.; Rabagliato, R.; Vitrac, X.; Peuchot, M.M.; Ghidossi, R. Selecting ultrafiltration membranes for fractionation of high added value compounds from grape pomace extracts. *OENO One* **2019**, *53*, 487–497. [[CrossRef](#)]
18. Alfano, A.; Corsuto, L.; Finamore, R.; Savarese, M.; Ferrara, F.; Falco, S.; Santabarbara, G.; De Rosa, M.; Schiraldi, C. Valorization of Olive Mill Wastewater by Membrane Processes to Recover Natural Antioxidant Compounds for Cosmeceutical and Nutraceutical Applications or Functional Foods. *Antioxidants* **2018**, *7*, 72. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
19. Pereira, D.T.V.; Marson, G.V.; Barbero, G.F.; Tarone, A.G.; Cazarin, C.B.B.; Hubinger, M.D.; Martínez, J. Concentration of bioactive compounds from grape marc using pressurized liquid extraction followed by integrated membrane processes. *Sep. Purif. Technol.* **2020**, *250*, 117206. [[CrossRef](#)]
20. Sygouni, V.; Pantziaros, A.G.; Iakovides, I.C.; Sfetsa, E.; Bogdou, P.I.; Christoforou, E.A.; Paraskeva, C.A. Treatment of Two-Phase Olive Mill Wastewater and Recovery of Phenolic Compounds Using Membrane Technology. *Membranes* **2019**, *9*, 27. [[CrossRef](#)]
21. Tapia-Quirós, P.; Montenegro-Landívar, M.; Reig, M.; Vecino, X.; Saurina, J.; Granados, M.; Cortina, J. Integration of membrane processes for the recovery and separation of polyphenols from winery and olive mill wastes using green solvent-based processing. *J. Environ. Manag.* **2022**, *307*, 114555. [[CrossRef](#)]
22. Nunes, M.A.; Pawlowski, S.; Costa, A.S.; Alves, R.C.; Oliveira, M.B.P.; Velizarov, S. Valorization of olive pomace by a green integrated approach applying sustainable extraction and membrane-assisted concentration. *Sci. Total. Environ.* **2019**, *652*, 40–47. [[CrossRef](#)]
23. Criado-Navarro, I.; Ledesma-Escobar, C.A.; Parrado-Martínez, M.J.; Marchal-López, R.M.; Olmo-Peinado, J.M.; Espejo-Calvo, J.A.; Priego-Capote, F. Monitoring the partition of bioactive compounds in the extraction of extra virgin olive oil. *LWT* **2022**, *162*, 113433. [[CrossRef](#)]
24. Xia, L.; Vemuri, B.; Gadhamshetty, V.; Kilduff, J. Poly (ether sulfone) membrane surface modification using norepinephrine to mitigate fouling. *J. Membr. Sci.* **2020**, *598*, 117657. [[CrossRef](#)]
25. Xia, L.; Hao, Z.; Vemuri, B.; Zhao, S.; Gadhamshetty, V.; Kilduff, J.E. Improving antifouling properties of poly (ether sulfone) UF membranes with hydrophilic coatings of dopamine and poly(2-dimethylamino) ethyl methacrylate salt to enable water reuse. *Sep. Purif. Technol.* **2022**, *285*, 120300. [[CrossRef](#)]
26. Mosikatsi, B.E.; Mabuba, N.; Malinga, S.P. Thin film composite membranes consisting of hyperbranched polyethylenimine (HPEI)-cysteamine layer for cadmium removal in water. *J. Water Process. Eng.* **2019**, *30*, 100686. [[CrossRef](#)]
27. Metsämuuronen, S.; Nyström, M. Enrichment of α -lactalbumin from diluted whey with polymeric ultrafiltration membranes. *J. Membr. Sci.* **2009**, *337*, 248–256. [[CrossRef](#)]
28. Luján-Facundo, M.J.; Mendoza-Roca, J.A.; Cuartas-Uribe, B.; Álvarez-Blanco, S. Evaluation of cleaning efficiency of ultrafiltration membranes fouled by BSA using FTIR-ATR as a tool. *J. Food Eng.* **2015**, *163*, 1–8. [[CrossRef](#)]
29. Vieira, G.S.; Moreira, F.K.; Matsumoto, R.L.; Michelon, M.; Filho, F.M.; Hubinger, M.D. Influence of nanofiltration membrane features on enrichment of jussara ethanolic extract (*Euterpe edulis*) in anthocyanins. *J. Food Eng.* **2018**, *226*, 31–41. [[CrossRef](#)]
30. Luján-Facundo, M.; Mendoza-Roca, J.-A.; Cuartas-Uribe, B.; Alvarez-Blanco, S. Ultrasonic cleaning of ultrafiltration membranes fouled with BSA solution. *Sep. Purif. Technol.* **2013**, *120*, 275–281. [[CrossRef](#)]

31. Carbonell-Alcaina, C.; Soler-Cabezas, J.L.; Bes-Piá, A.; Vincent-Vela, M.C.; Mendoza-Roca, J.A.; Pastor-Alcañiz, L.; Álvarez-Blanco, S. Integrated Membrane Process for the Treatment and Reuse of Residual Table Olive Fermentation Brine and Anaerobically Digested Sludge Centrate. *Membranes* **2020**, *10*, 253. [[CrossRef](#)]
32. Singleton, V.L.; Rossi, J.A. Colorimetry of Total Phenolics Acids with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *Am. J. Enol. Vitic.* **1965**, *16*, 144–158.
33. Carbonell-Alcaina, C.; Álvarez-Blanco, S.; Bes-Piá, M.A.; Mendoza-Roca, J.A.; Pastor-Alcañiz, L. Ultrafiltration of residual fermentation brines from the production of table olives at different operating conditions. *J. Clean. Prod.* **2018**, *189*, 662–672. [[CrossRef](#)]
34. Baptista, E.A.; Pinto, P.C.; Mota, I.F.; Loureiro, J.M.; Rodrigues, A.E. Ultrafiltration of ethanol/water extract of Eucalyptus globulus bark: Resistance and cake build up analysis. *Sep. Purif. Technol.* **2015**, *144*, 256–266. [[CrossRef](#)]
35. Contreras-Jáquez, V.; Valenzuela-Vázquez, U.; Grajales-Hernández, D.A.; Mateos-Díaz, J.C.; Arrellano-Plaza, M.; Jara-Marini, M.E.; Asaff-Torres, A. Pilot-Scale Integrated Membrane System for the Separation and Concentration of Compounds of Industrial Interest from Tortilla Industry Wastewater (Nejayote). *Waste Biomass Valorization* **2022**, *13*, 345–360. [[CrossRef](#)]
36. Cassano, A.; Donato, L.; Conidi, C.; Drioli, E. Recovery of bioactive compounds in kiwifruit juice by ultrafiltration. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* **2008**, *9*, 556–562. [[CrossRef](#)]
37. Corbatón-Báguena, M.-J.; Álvarez-Blanco, S.; Vincent-Vela, M.-C. Cleaning of ultrafiltration membranes fouled with BSA by means of saline solutions. *Sep. Purif. Technol.* **2014**, *125*, 1–10. [[CrossRef](#)]
38. Qu, F.; Liang, H.; Zhou, J.; Nan, J.; Shao, S.; Zhang, J.; Li, G. Ultrafiltration membrane fouling caused by extracellular organic matter (EOM) from *Microcystis aeruginosa*: Effects of membrane pore size and surface hydrophobicity. *J. Membr. Sci.* **2014**, *449*, 58–66. [[CrossRef](#)]
39. Hou, D.; Dai, G.; Fan, H.; Wang, J.; Zhao, C.; Huang, H. Effects of calcium carbonate nano-particles on the properties of PVDF/nonwoven fabric flat-sheet composite membranes for direct contact membrane distillation. *Desalination* **2014**, *347*, 25–33. [[CrossRef](#)]
40. Li, Q.; Pan, X.; Qu, Z.; Zhao, X.; Jin, Y.; Dai, H.; Yang, B.; Wang, X. Understanding the dependence of contact angles of commercially RO membranes on external conditions and surface features. *Desalination* **2013**, *309*, 38–45. [[CrossRef](#)]
41. Panda, S.R.; Bhandaru, N.; Mukherjee, R.; De, S. Ultrafiltration of oily waste water: Contribution of surface roughness in membrane properties and fouling characteristics of polyacrylonitrile membranes. *Can. J. Chem. Eng.* **2015**, *93*, 2031–2042. [[CrossRef](#)]
42. Hobbs, C.; Taylor, J.; Hong, S. Effect of surface roughness on fouling of RO and NF membranes during filtration of a high organic surficial groundwater. *J. Water Supply Res. Technol.* **2006**, *55*, 559–570. [[CrossRef](#)]
43. Cai, M.; Lv, Y.; Luo, S.; Liu, Y.; Sun, P. Fouling Behavior of Polyphenols during Model Juice Ultrafiltration: Effect of Membrane Properties. *Food Bioprocess Technol.* **2018**, *11*, 1787–1793. [[CrossRef](#)]
44. Li, D.; Yang, X.; Zhou, Z.; Jiang, B.; Tawfik, A.; Zhao, S.; Meng, F. Molecular traits of phenolic moieties in dissolved organic matter: Linkages with membrane fouling development. *Environ. Int.* **2019**, *133*, 105202. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
45. Cassano, A.; Conidi, C.; Drioli, E. Comparison of the performance of UF membranes in olive mill wastewaters treatment. *Water Res.* **2011**, *45*, 3197–3204. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
46. Madureira, J.; Margaça, F.M.A.; Santos-Buelga, C.; Ferreira, I.C.F.R.; Verde, S.C.; Barros, L. Applications of bioactive compounds extracted from olive industry wastes: A review. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* **2022**, *21*, 453–476. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
47. Caporaso, N.; Formisano, D.; Genovese, A. Use of phenolic compounds from olive mill wastewater as valuable ingredients for functional foods. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* **2018**, *58*, 2829–2841. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
48. Akihisa, T.; Zhang, J.; Tokuda, H. Potentially Chemopreventive Triterpenoids and Other Secondary Metabolites from Plants and Fungi. *Stud. Nat. Prod. Chem.* **2016**, *51*, 1–50.
49. Tan, X.; Zhu, J.; Wakisaka, M. Effect of phytochemical vanillic acid on the growth and lipid accumulation of freshwater microalga *Euglena gracilis*. *World J. Microbiol. Biotechnol.* **2021**, *37*, 217. [[CrossRef](#)]
50. Medina, E.; Brenes, M.; Romero, C.; García, A.; de Castro, A. Main Antimicrobial Compounds in Table Olives. *J. Agric. Food Chem.* **2007**, *55*, 9817–9823. [[CrossRef](#)]
51. Medina, E.; Romero, C.; Brenes, M.; García, P.; de Castro, A.; García, A. Profile of anti-lactic acid bacteria compounds during the storage of olives which are not treated with alkali. *Eur. Food Res. Technol.* **2008**, *228*, 133–138. [[CrossRef](#)]
52. Zaidi, S.K.; Kumar, A. Effects of ethanol concentration on flux and gel formation in dead end ultrafiltration of PEG and dextran. *J. Membr. Sci.* **2004**, *237*, 189–197. [[CrossRef](#)]
53. Tu, S.-C.; Ravindran, V.; Den, W.; Pirbazari, M. Predictive membrane transport model for nanofiltration processes in water treatment. *AIChE J.* **2001**, *47*, 1346–1362. [[CrossRef](#)]
54. Avram, A.M.; Morin, P.; Brownmiller, C.; Howard, L.R.; Sengupta, A.; Wickramasinghe, S.R. Concentrations of polyphenols from blueberry pomace extract using nanofiltration. *Food Bioprod. Process.* **2017**, *106*, 91–101. [[CrossRef](#)]
55. Erragued, R.; Braga, M.E.; Bouaziz, M.; Gando-Ferreira, L.M. Integration of solvent extraction and membrane processes to produce an oleuropein extract from olive leaves. *Sep. Purif. Technol.* **2022**, *299*, 121751. [[CrossRef](#)]
56. Semião, A.J.; Foucher, M.; Schäfer, A.I. Removal of adsorbing estrogenic micropollutants by nanofiltration membranes: Part B—Modeldevelopment. *J. Membr. Sci.* **2013**, *431*, 257–266. [[CrossRef](#)]

57. Imbrogno, A.; Schäfer, A.I. Micropollutants breakthrough curve phenomena in nanofiltration: Impact of operational parameters. *Sep. Purif. Technol.* **2021**, *267*, 118406. [[CrossRef](#)]
58. Wang, Z.; Liu, G.; Fan, Z.; Yang, X.; Wang, J.; Wang, S. Experimental study on treatment of electroplating wastewater by nanofiltration. *J. Membr. Sci.* **2007**, *305*, 185–195. [[CrossRef](#)]

Disclaimer/Publisher's Note: The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.

PRESUPUESTO

1. INTRODUCCIÓN

Este documento presenta el presupuesto del Trabajo Fin de Grado detallado en la memoria descriptiva, abarcando tanto el estudio experimental en laboratorio como el diseño de la planta de ultrafiltración y nanofiltración. Este proceso forma parte de un proyecto más amplio de recuperación de polifenoles del alperujo, complementando los estudios previos de (Moreno, 2020) en los que se diseñó la etapa de extracción sólido-líquido.

El presupuesto del estudio experimental se compone de tres cuadros de precios: mano de obra, material fungible y material amortizable. Por otro lado, el presupuesto de la implementación a escala industrial incluye cuadros de precios para la mano de obra de la ejecución del proyecto, equipos y materiales principales, y accesorios. Para la escala industrial, se asume una inversión nula en adquisición de terreno, ya que se propone implementar el proceso en la propia almazara, la cual dispone de suficiente terreno, optimizando así los costes de transporte y almacenamiento.

Una vez calculados ambos apartados, se realiza el cálculo del presupuesto general del Trabajo Fin de Grado.

2. PRESUPUESTO DE LABORATORIO

2.1. Cuadro de precios Nº1: mano de obra

En la Tabla P1 se muestra el tiempo y el coste de la mano de obra de la alumna de 4º curso del Grado en Ingeniería Química de la Universidad Politécnica de Valencia necesario para desarrollar el proyecto.

Tabla P1. Costes de la mano de obra en los ensayos de laboratorio

Mano de obra	Precio unitario (€/h)	Cantidad (horas)	Coste total
Estudiante en prácticas	15,38	300	4614
Importe total			4614

2.2. Cuadro de precios Nº2: material fungible

En la Tabla P2, se muestran los precios del material fungible empleado para realizar los ensayos a escala laboratorio.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

Tabla P2. Costes del material fungible utilizado en el laboratorio.

Concepto	Unidad	Cantidad	Precio unitario (€/ud)	Importe (€)
Alperujo	kg	2,40	0,00	0,00
Membrana UP020	m ²	0,026	1924	49,72
Membrana UP005	m ²	0,026	1924	49,72
Membrana NF270	m ²	0,007	1924	13,85
Papel de filtro	ud	8,00	0,21	1,68
Filtros (0,45 um)	ud	20,00	0,22	4,40
Jeringas (5 mL)	ud	10,00	0,14	1,40
Viales HPLC	ud	15,00	1,09	16,35
Cubetas de espectrofotómetro	ud	100,00	0,06	6,00
Guantes de nitrilo	ud	20,00	0,30	6,00
Gafas de seguridad	ud	1,00	4,20	4,20
Agua destilada	L	100	5,96	596,00
Pipeta Pasteur	ud	20,00	0,13	2,60
Ácido sulfúrico 95-98% p/p	L	0,30	89,6	26,88
Reactivo Folin-Ciocalteu	L	0,03	262	7,86
Puntas de micropipetas (100 uL)	ud	20,00	0,06	1,20
Puntas de micropipetas (1000 uL)	ud	50,00	0,09	4,50
Puntas de micropipetas (5 mL)	ud	50,00	0,15	7,50
Tubo Falcon (50 mL)	ud	35,00	0,36	12,60
Tubo Eppendorf (2 mL)	ud	8,00	0,05	0,40
Colador de malla	ud	1,00	3,00	3,00
Cubo plástico	ud	1,00	2,80	2,80
Gradilla metálica de tubos	ud	1,00	5,50	5,50
Pala dosificadora	ud	1,00	1,89	1,89
Matraz Kitasato (2L)	ud	1,00	142,27	142,27
Abrazadera metálica	ud	1,00	2,50	2,50
Vaso de precipitados 1L (2uds)	ud	2,00	4,20	8,40
Vaso de precipitados 100 mL (5uds)	ud	5,00	3,69	18,45
Vaso de precipitados 50 mL (5uds)	ud	5,00	3,00	15,00
Matraz Erlenmeyer 250 mL	ud	1,00	2,38	2,38
Espátula metálica	ud	1,00	3,10	3,10
Probeta 1L	ud	1,00	14,90	14,90
Matraz aforado 100 mL	ud	3,00	12,31	36,93
Matraz aforado 50 mL	ud	1,00	11,28	11,28
Jarra de plástico (5L)	ud	1,00	5,69	5,69
Cables conectores	m	6,75	3,68	24,84
Importe TOTAL				1111,79

2.3. Cuadro de precios N°3: Material amortizable

En las Tabla P3 se muestran los precios del material amortizable empleado en los ensayos de laboratorio.

Tabla P3. Costes del material amortizable utilizado en el laboratorio.

Concepto	Coste (€)	Amortización (años)	Tiempo (días)	Importe (€)
Planta de ultrafiltración	9900,00	12	25	56,51
Planta de nanofiltración	5338,23	12	15	18,28
Equipo Elmasonic P 70 H	275,00	12	6	0,38
Baño de refrigeración	2310,00	12	20	10,55
Centrífuga Sigma 6-16KS	10094,38	12	6	13,83
Nevera	373,28	12	90	7,67
Congelador	319,95	12	90	6,57
Micropipeta 1000 uL	58,38	12	40	0,53
Micropipeta 100 uL	43,45	12	40	0,40
Micropipeta 5 mL	67,76	12	40	0,62
Conductímetro GLP 31+	114,95	12	20	0,52
pHímetro GLP 21+	708,00	12	20	3,23
Espectrofotómetro Hach DR 600	9990,00	12	30	68,42
Resistencia eléctrica	23,50	12	5	0,03
Caudalímetro	373,73	12	25	2,13
Termómetro digital	41,00	12	25	0,23
Manómetro	15,05	12	40	0,14
Pala agitadora eléctrica (2 ud)	1768,00	12	6	2,42
Equipo LC-ESI-qToF-MS	200600,00	12	5	229,00
Vortex Heidolph REAX top	549,95	12	30	3,77
Estufa	2048,73	12	30	14,03
Balanza de precisión Kern (d=0,1 mg)	1060,40	12	25	6,05
Balanza de precisión Kern (d=0,01 g)	798,00	12	15	2,73
Módulo de membrana Rayflow	1562,00	12	25	8,92
Bomba de vacío Laboport	860,58	12	6	1,18
Ordenador (2 uds)	1100,00	6	90	45,21
Equipo de baño de agua	1095,00	12	30	7,50
Refractómetro portátil	45,78	12	20	0,21
Importe TOTAL				511,06

3. PRESUPUESTO DE LA IMPLEMENTACIÓN A ESCALA INDUSTRIAL

3.1. Cuadro de precios Nº4: mano de obra industrial

En la tabla P4, se dispone del cuadro de precios para la mano de obra necesaria en el diseño e instalación de la planta industrial.

Tabla P4. Costes de la mano de obra de la implementación a escala industrial.

Concepto	Unidad	Cantidad (meses)	Precio unitario (€/mes)	Importe (€)
Ingeniero químico	1	3	2354	7062
Operario de planta	3	3	1629	14661
Operario de mantenimiento	1	3	1618	4854
Administrativo	1	3	1501	4503
Importe TOTAL				31080

3.2. Cuadro de precios Nº4: equipos

En la tabla P5, se dispone del cuadro de precios de los equipos necesarios para instalación de la planta industrial.

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

Tabla P5. Coste de los equipos de la planta industrial.

Concepto	Unidad	Cantidad	Precio unitario (€/ud)	Importe (€)
Membranas				27035
Membrana UP005 8338-46	ud	12,00	1229,29	14751,48
Membrana NF270 440	ud	3,00	628,79	1886,00
Tubo de presión UF (3 elementos)	ud	4,00	2174,81	8699,00
Tubo de presión NF (3 elementos)	ud	1,00	1698,00	1698,00
Tuberías				17295,00
Tubería AISI 316L DN 20 mm	m	27,80	6,09	316,36
Tubería AISI 316L DN 40 mm	m	21,15	11,38	240,69
Tubería AISI 316L DN 125 mm	m	2,00	68,12	136,24
Tubería AISI 316L DN 250 mm	m	2,25	145,67	327,758
Tubería AISI 316L DN 300 mm	m	70,20	169,48	11897,50
Tubería AISI 316L DN 350 mm	m	23,70	184,67	4376,68
Accesorios de tuberías				1877,56
Codo 90º AISI 316L DN 20 mm	ud	4,00	2,11	14,32
Codo 90º AISI 316L DN 40 mm	ud	5,00	3,58	17,90
Codo 90º AISI 316L DN 300mm	ud	7,00	146,86	1028,02
Codo 90º AISI 316L DN 350mm	ud	4,00	204,33	817,32
Bombas				67954,00
NBGE 80-65-160/158 VAAF2CVSB QQVLYB	ud	1,00	9692,00	9692,00
NBE 50-200/181 AASF2AESBQQENWB	ud	1,00	13363,00	13363,00
NBE 32-250/262 AASF2AESBQQEOWB	ud	1,00	14981,00	14981,00
MTR 45-2/1 A-F-A-HUUV	ud	1,00	5445,00	5445,00
CM 15-1 A-R-A-E-AVBE F-A-A-N	ud	1,00	1365,00	1365,00
NBG 150-125-200/226 BASF2AESBAQEOW3	ud	1,00	23108,00	23108,00
Depósitos				120038,00
PRFV 144m3 Ø4m h11,5m	ud	1,00	27214	27214
PRFV 115,2m3 Ø4m h 9,2m	ud	1,00	21495	21495,00
PRFV 28,8m3 Ø2,5m h5,9m	ud	1,00	5292	5292,00
PRFV 92,16m3 Ø4m h7,3m	ud	1,00	17183	17183,00
PRFV 23,04m3 Ø2m h7,3m	ud	1,00	4298	4298,00
PRFV 94,53m3 Ø4m h7,5m	ud	2,00	17634,5	35269,00
PRFV 49,81 m3 Ø3m h7m	ud	1,00	9287	9287,00
Importe TOTAL				234.200,00

Diseño de un proceso integrado de membranas para recuperar compuestos fenólicos a partir de extracto acuoso de 120 toneladas/día obtenido en el tratamiento de alperujo

3.3. Cuadro de precios N°4: materiales y accesorios

En la tabla P6, se dispone del cuadro de precios de los materiales y accesorios necesarios para la instalación de la planta industrial.

Tabla P6. Coste de los materiales y accesorios de la planta industrial.

Concepto	Unidad	Cantidad	Precio unitario (€/ud)	Importe (€)
Válvula de compuerta DN 40	ud	1	104,90	104,90
Válvula de compuerta DN 125	ud	1	178,29	178,29
Válvula de compuerta DN 300	ud	7	271,33	1899,31
Válvula de alivio AISI 316 Swagelok	ud	6	72,01	432,06
Válvula de regulación	ud	6	53,70	322,20
Válvula de tres vías Depala DN 20	ud	2	281,00	562,00
Válvula de tres vías Depala DN 300	ud	6	806,00	4836,00
Válvula de tres vías Depala DN 350	ud	2	940,00	1880,00
Caudalímetro de inserción Hydrins	ud	6	324,76	1948,56
Manómetro industrial WIKA	ud	10	120,40	1204,00
Intercambiador de calor Alfa Laval	ud	1	1920,27	1920,27
Cabezal rotativo Alfa Labal	ud	1	726,00	726,00
Filtro de cartuchos Russell Finex	ud	1	537,00	537,00
Sensor de temperatura IFM TN7511	ud	1	339,77	339,77
Sensores de nivel continuo LR7000	ud	1	360,30	360,30
Sensores de nivel IFM LI5131	ud	8	143,14	1145,12
Importe TOTAL				18.112,59

4. PRESUPUESTO GENERAL

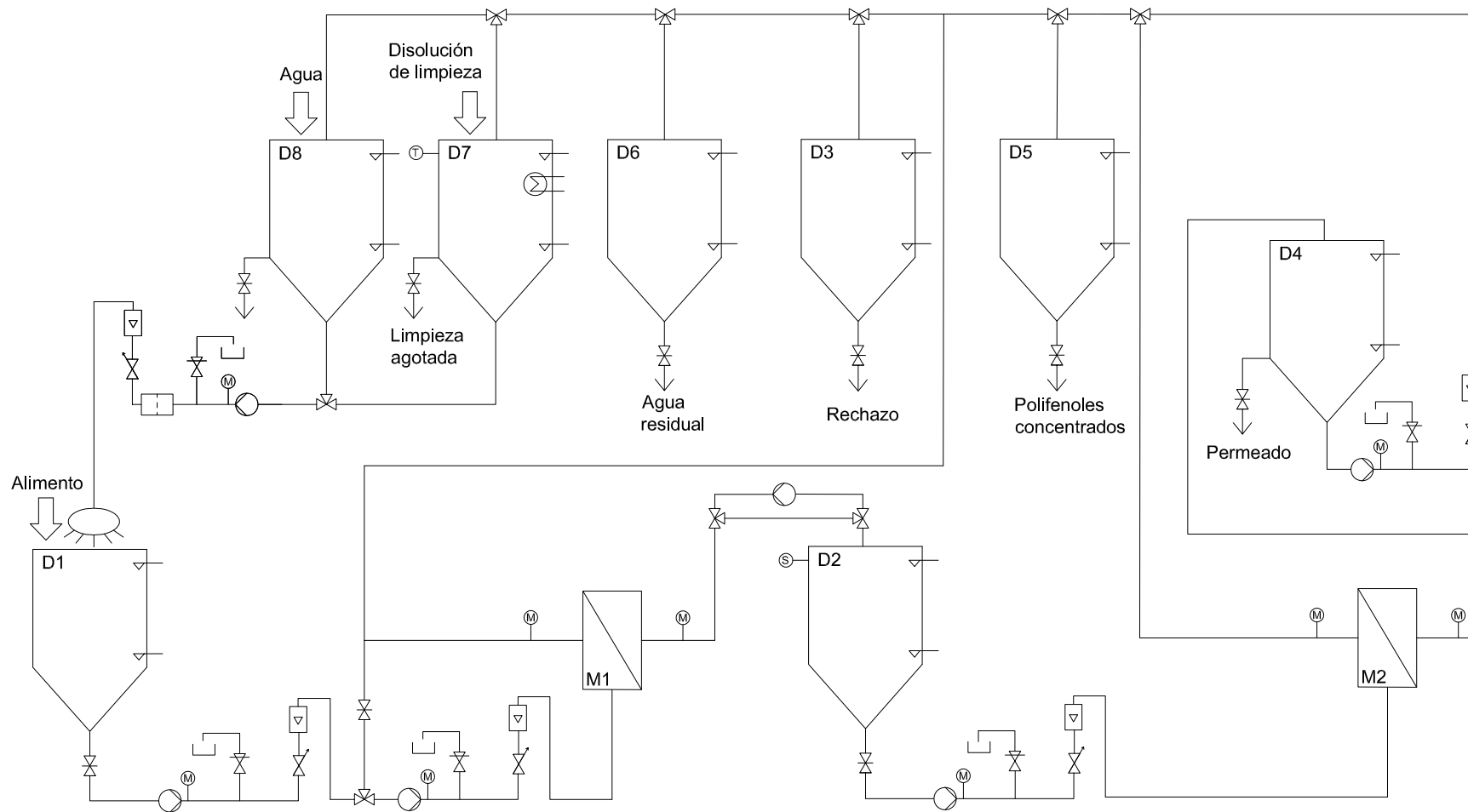
Una vez se han detallado cada uno de los diferentes cuadros de precios, se puede obtener el presupuesto general como se muestra en la Tabla P7.

Tabla P7. Presupuesto de inversión general

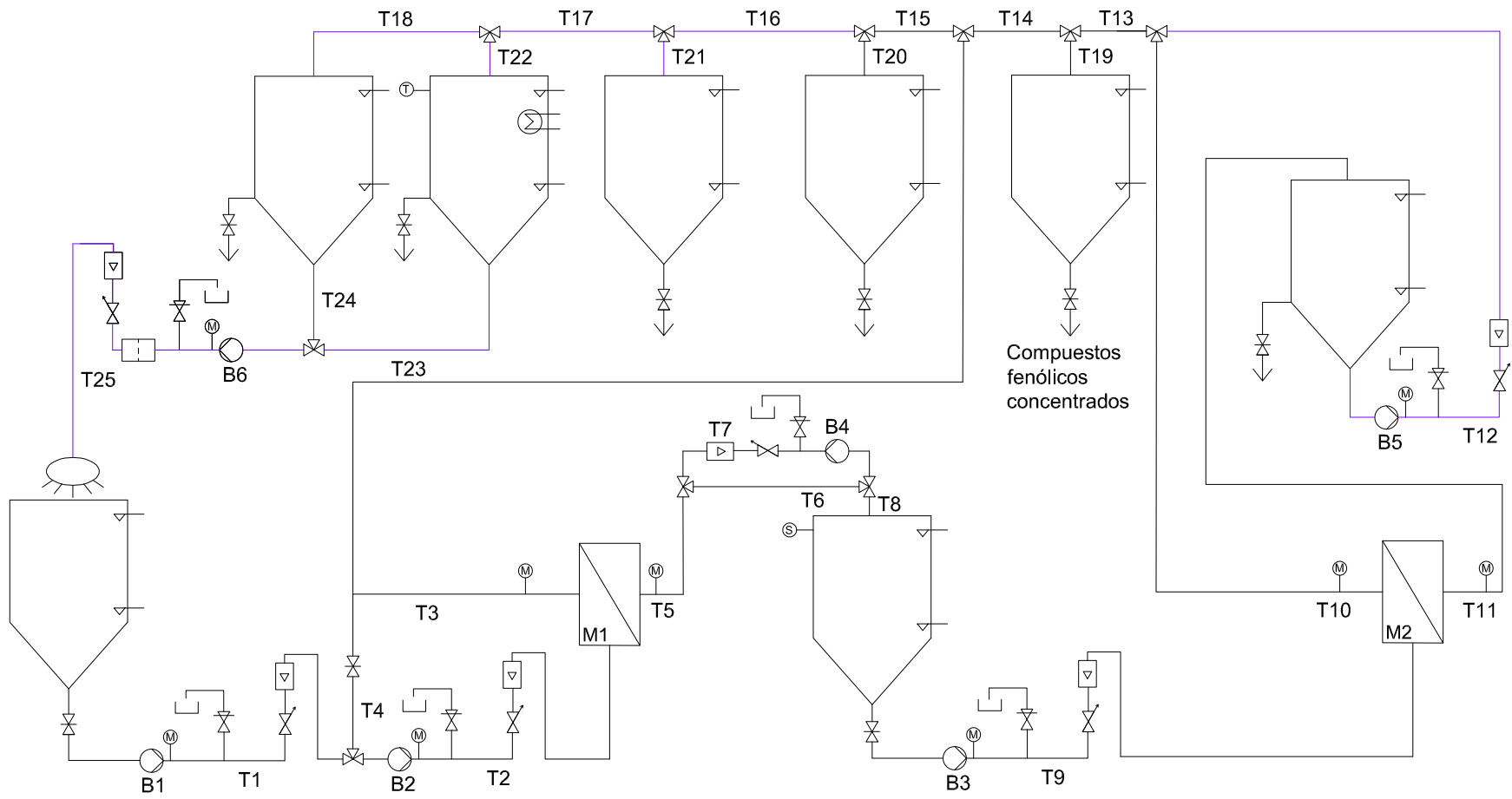
Concepto	Coste total
Presupuesto lab	6236,84
Presupuesto industrial	252312,48
TOTAL	258549,32
Sistema de control de procesos (15%)	38782,40
Instalación eléctrica (10%)	25854,93
Presupuesto de ejecución material (PEM)	323186,65
Gastos generales (13%)	42014,26
Beneficio industrial (6%)	19391,20
Presupuesto por contrata (PE C)	384592,11
IVA	80764,34
PEC+IVA	465356,46
Honorarios del proyectista (4%)	18614,26
Presupuesto de inversión	483.970,72

El presupuesto de inversión asciende a la cantidad de **CUATROCIENTOS OCHENTA Y TRES MIL NOVECIENTOS SETENTA EUROS CON SETENTA Y DOS CENTIMOS.**

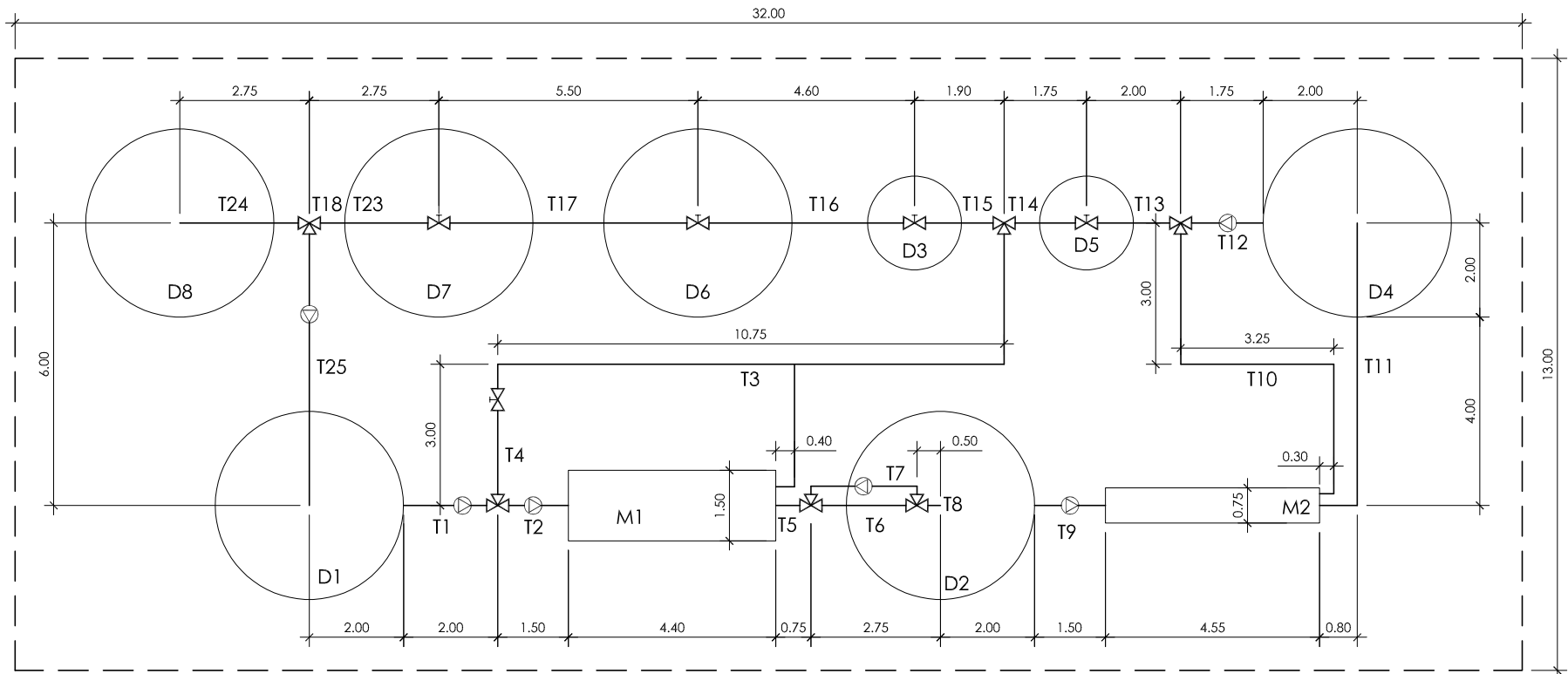
PLANOS



Leyenda			
D1: Depósito de alimentación	D6: Depósito de residuos	Válvula de seguridad	Bomba
D2: Depósito de permeado UF	D7: Depósito disolución limpieza	Válvula de tres vías	Caudalímetro
D3: Depósito de rechazo UF	D8: Depósito de agua	Válvula de regulación	Cabezal rotatorio
D4: Depósito de permeado NF	M1: Módulo de membranas UF	Válvula de compuerta	Niveles de seguridad
D5: Depósito de rechazo NF	M2: Módulo de membranas NF	Intercambiador de calor	Cisterna
		Módulo de membranas	Aportes externos
		Termómetro	
		Manómetro	
		Filtro	
		Depósito	Sensor de nivel



Leyenda	
—	Circuito de limpieza



PLANTA DISTRIBUCION