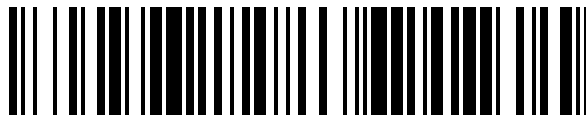


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **1 303 753**

21 Número de solicitud: 202231649

51 Int. Cl.:

C07C 37/00 (2006.01) **B01D 65/08** (2006.01)
B01D 11/02 (2006.01)
B01D 11/04 (2006.01)
B01D 61/58 (2006.01)

12

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD

U

22 Fecha de presentación:

02.03.2020

43 Fecha de publicación de la solicitud:

18.10.2023

71 Solicitantes:

**FUNDACIÓN CENTRO GALLEGO DE
INVESTIGACIONES DEL AGUA (100.0%)
Edificio Emprendia s/n Campus Vida
15782 Santiago de Compostela (A Coruña) ES**

72 Inventor/es:

ALVARIÑO PEREIRA, Teresa

74 Agente/Representante:

SUGRAÑES, S.L.P.

54 Título: **Un sistema para la recuperación de polifenoles a partir de residuos sólidos o de residuos sólidos y residuos líquidos industriales del sector de alimentación y bebidas**

ES 1 303 753 U

DESCRIPCIÓN

Un sistema para la recuperación de polifenoles a partir de residuos sólidos o de residuos sólidos y residuos líquidos industriales del sector de alimentación y bebidas

5

Sector técnico de la invención

La invención se refiere a un sistema para la recuperación de los polifenoles presentes en los residuos sólidos y residuos líquidos (efluentes incluidos) procedentes de las industrias del sector de alimentación y bebidas, como por ejemplo las dedicadas a la producción de aceite de oliva y vino.

10

Antecedentes de la invención

Los polifenoles, un grupo de fitoquímicos presentes en frutas, verduras y granos, son compuestos muy valorados hoy en día por el efecto antioxidante que producen en nuestro organismo, y por ello, resultan de gran interés para las industrias cosmética, farmacéutica y alimentaria. Los polifenoles no sólo se encuentran en la parte consumible de las frutas y verduras, sino también en partes de las mismas que se desechan, como pieles, pulpas y semillas. El consumo de polifenoles está creciendo en los últimos años por encima del 7% por lo que es necesario ampliar las fuentes de polifenoles y desarrollar adecuados procesos para su extracción.

15

20

25

30

35

En la industria vinícola es sabido que de los compuestos fenólicos, los antocianos y los pigmentos derivados de ellos, producidos mediante procesos de copigmentación o condensación, son los compuestos que más influyen en la coloración de los vinos tintos y rosados dando lugar a coloraciones anaranjadas, rojas, violáceas o azules. La transferencia de los compuestos fenólicos responsables del color desde el hollejo hacia la fase líquida (mosto) después de un proceso de estrujado, está íntimamente relacionado con la materia prima y las técnicas de vinificación empleadas e influye de manera decisiva la variedad, el grado de maduración y tamaño de la uva, como se explica en la patente española ES2478190-B2. Dicha patente hace referencia a un procedimiento, un módulo y un equipo para la extracción de compuestos de la uva mediante ultrasonidos en los procesos de vinificación, y en particular a la transferencia de los compuestos fenólicos responsables del color desde el hollejo hacia la parte líquida (mosto) después del estrujado de la uva, utilizando para ello un procedimiento y un equipo basados en la generación de ultrasonidos. Por la utilización de

ultrasonidos se genera el fenómeno de cavitación, que permite la rotura de las células del hollejo y pone a disposición del medio líquido los compuestos fenólicos responsables del color para que se integren en dicho medio líquido potenciando el color del vino.

- 5 Otra de las aplicaciones de los polifenoles, esta vez en el sector industrial del aceite de oliva, es la que se plantea en el documento de solicitud de patente EP2994225-A1, en el que se describe un reactor para aumentar la cantidad de polifenoles contenidos y/o la estabilidad de la turbidez del aceite de oliva virgen extra a lo largo del tiempo. El reactor comprende una cavidad adaptada para recibir un producto constituido por aceite de oliva o pasta de oliva a
10 partir del cual obtener aceite de oliva virgen extra, y al menos una fuente de ultrasonido adaptada para hacer vibrar el cuerpo de dicha cavidad.

- Por otra parte, algunas de las aguas residuales generadas en los procesos industriales del sector alimenticio presentan elevadas cargas contaminantes y la aplicación de tratamientos
15 convencionales no es suficiente. En ese contexto se encuentran, por ejemplo, las aguas residuales provenientes de la elaboración de aceitunas de mesa y de las aguas residuales de almazara, estas últimas procedentes del prensado de las aceitunas para producir aceite de oliva en una proporción cercana al 50% del peso de las aceitunas prensadas. Estas aguas residuales destacan por su alto contenido de compuestos orgánicos altamente contaminantes
20 (polifenoles), lo que genera una problemática medioambiental en lo que a su eliminación y tratamiento se refiere, ya que los tratamientos en depuradoras convencionales no resultan suficientes para solucionar este problema.

- Al objeto de no desperdiciar los polifenoles presentes en los residuos agroindustriales
25 procedentes de fuentes vegetales, sólidos y/o líquidos, se han estudiado y desarrollado diversas técnicas y procedimientos.

- Con este objetivo, el centro tecnológico AINIA ha desarrollado una planta industrial (conocida por el nombre ALTEX) de extracción de CO₂ supercrítico para recuperar polifenoles, con una
30 capacidad de extracción de 4.000 litros. Aunque se realiza de manera efectiva una recuperación de polifenoles a partir de desechos industriales, presenta ciertas limitaciones como el alto consumo de energía o la alta inversión inicial (CAPEX) que requiere, lo que puede limitar su viabilidad.

- 35 La patente española ES 2319032-B1 describe un procedimiento de extracción de polifenoles

a partir de orujo de uva procedente de destilación que se basa en la recogida de los orujos residuales del proceso de destilación realizado mediante arrastre con vapor y fuego directo. Se realiza una extracción de los polifenoles de dicho orujo mediante la utilización de una mezcla hidroalcohólica (etanol/agua acidificada a pH 1, 50:50), a una temperatura de 40-55°C y durante un tiempo de 3-4 horas. Tras el proceso de extracción, dicha corriente se enfría hasta los 25°C y se depura mediante filtración a 100 micras y centrifugación posterior para la eliminación de los sólidos precipitados. El líquido obtenido se estabiliza mediante la adición de 0,20 a 0,60 g de alginato sódico por cada litro de extracto polifenólico y se concentra hasta el 50%, recuperando un condensado de etanol/agua 70:30, para su reintroducción a proceso.

Este procedimiento se basa en una extracción sólido-líquido convencional, por lo que sería deseable un procedimiento de extracción que permitiera mejorar el rendimiento de recuperación de polifenoles, reducir el tiempo de extracción y las necesidades de solventes.

La patente española ES2455999-T3 describe un procedimiento para la obtención de un concentrado natural rico en hidroxitirosol a partir de residuos y subproductos del olivo, que consiste en las siguientes etapas: a) procesar los residuos sólidos y semisólidos procedentes del olivo mediante una extracción con agua o con mezclas hidroalcohólicas, b) bien suministrar el extracto que contiene el hidroxitirosol y otros compuestos bioactivos procedentes del olivo directamente a una unidad de nanofiltración con un peso molecular de corte menor de 300 Da, o bien mezclar el extracto obtenido en la etapa a) con las aguas vegetales de las moliendas de la oliva y centrifugar con objeto de eliminar las partículas y otros sólidos suspendidos, y suministrar el sobrenadante obtenido de la centrífuga a dicha unidad de nanofiltración, en el que dicho hidroxitirosol y otros compuestos bioactivos de bajo peso molecular son recuperados en una corriente de permeado de dicha unidad de nanofiltración, y c) suministrar la corriente de permeado de dicha unidad de nanofiltración al compartimento de suministro de una unidad de ósmosis inversa, en el que dicho hidroxitirosol y otros compuestos bioactivos son retenidos y concentrados en una corriente de retenido. Como inconveniente cabe mencionar que la extracción convencional implica un elevado tiempo de extracción y un alto consumo de disolvente, lo que incrementa el coste operativo y tiene un menor rendimiento de extracción en comparación con otras soluciones de extracción más avanzadas de polifenoles. La aplicación de una extracción convencional dificulta el acoplamiento a un tratamiento por membranas ya que este último trabaja en modo continuo y la extracción convencional conlleva un alto tiempo de extracción.

En relación a las aguas residuales de almazara y su contenido en compuestos de interés para la industria cosmética, farmacéutica, dietética y alimentaria, la patente ES2335418-T3 da a conocer un procedimiento para la recuperación de tirosol e hidroxitirosol de aguas residuales de almazara, así como un método de oxidación catalítica con el fin de convertir tirosol en hidroxitirosol. El procedimiento en cuestión consiste en una etapa a) de filtración gruesa o prefiltración, microfiltración, ultrafiltración, nanofiltración y ósmosis inversa de las aguas, preferentemente en un pH neutro o alcalino, una etapa b) de separación cromatográfica de tirosol, hidroxitirosol y otros compuestos fenólicos del concentrado o rechazo de la ósmosis inversa, una etapa c) de oxidación del tirosol así obtenido para dar hidroxitirosol en presencia de trióxido de metilrenio y de peróxido de hidrógeno en un disolvente prótico, y una etapa d) de concentración y pulverización de la porción de alto peso molecular con la recuperación de agua y compuestos con un alto valor añadido.

La principal limitación de este procedimiento es que solo proporciona tratamiento para los residuos líquidos provenientes de aguas de origen vegetal, mientras que en España el 75% de la extracción de aceite de oliva se realiza en extracciones de dos fases las cuales generan residuos sólidos. También, cabe considerar que además del tirosol e hidroxitirosol, las aguas residuales pueden contener otros polifenoles que no queden retenidos en su totalidad por las membranas de las operaciones de la etapa a). Otro aspecto a tener en cuenta es que después del procedimiento es necesario eliminar los catalizadores, en especial el trióxido de metilrenio, que es un poderoso irritante.

La patente ES2595939-B1 se refiere a un procedimiento para reciclar y reutilizar efluentes líquidos de la extracción de aceite de oliva. El procedimiento está dirigido a reducir el consumo de agua potable, reutilizar las aguas residuales y también, por otra parte, evitar que se desperdicien algunos compuestos, tales como los fenólicos, en las aguas residuales. El procedimiento consiste en pasar el agua residual de lavado o vegetal por un sistema de filtración que comprende, como mínimo, un filtro colocado aguas abajo del equipo de separación; introducir las aguas reutilizadas en un tanque de compensación con agua potable, colocado aguas arriba de los equipos de separación para el procedimiento de extracción del aceite de oliva; y reintroducir la mezcla de agua en la unidad de separación de fases.

Así, lo que en realidad se hace es utilizar el agua reciclada, que sigue conteniendo polifenoles, para la extracción en tres fases del aceite de oliva. La separación es relativamente sencilla ya que en realidad no se hace una recuperación aislada de los polifenoles sino que los polifenoles

presentes vuelven a introducirse formando parte de las aguas recicladas en el proceso de extracción del aceite de oliva.

La patente española ES2641069-T3 da a conocer un procedimiento para la extracción y
5 concentración de compuestos polifenólicos contenidos en aguas de vegetación y/u orujos
obtenidos del procesamiento de aceitunas que comprende una etapa 1) de recogida del
líquido que consiste en aguas de vegetación y/u orujos después del procedimiento de
molienda de aceitunas; una etapa 2) de pretratamiento químico, físico y enzimático; una etapa
3) de filtración tangencial a una temperatura en el intervalo de 45 a 50°C, preferiblemente
10 microfiltración cerámica, obteniendo así una fracción de concentrado y una fracción de
permeado; y una etapa 4) de evaporación a vacío de la fase de permeado obtenida en la
etapa 3). El pretratamiento 2) comprende por su parte una etapa a) de acidificación hasta un
pH de entre 2,5 y 4; una etapa b) de tratamiento enzimático mediante la adición de una reserva
de enzimas celulolíticas y pectolíticas. Durante dicho tratamiento el líquido se mantiene con
15 agitación hidráulica operando un procedimiento para la recirculación del mismo líquido de
manera excéntrica con respecto a la pared del reactor, en el que dicha agitación se mantiene
durante un tiempo de 2 a 6 h, preferiblemente durante aproximadamente 4 h a una
temperatura en el intervalo de 30 a 50°C cuando se trabaja con aguas de vegetación, y dicha
agitación hidráulica se mantiene durante 12-24 h a una temperatura en el intervalo de 50 a
20 80°C cuando se trabaja con orujos. El pretratamiento 2) comprende también una etapa c) de
eliminación del residuo sólido o semisólido que se recoge en la superficie al final de dicha
etapa b) donde dicho residuo tiene una densidad comprendida entre 0,70 y 0,85 g/cm³, en el
que dicha eliminación tiene lugar bombeando y enviando la masa líquida recogida en el fondo
del tanque de pretratamiento a la sección de filtración posterior y dicho tapón constituye el 2-
25 7% en peso con respecto a la masa total del agua de vegetación y contiene aproximadamente
el 20% de los sólidos presentes en las aguas de vegetación iniciales.

En este procedimiento, se evapora directamente el permeado de la microfiltración después de
un pretratamiento enzimático, por lo que el extracto obtenido de polifenoles contendrá
30 polisacáridos y otras impurezas debido a que no puede separarse solo por una membrana de
microfiltración. Además, se espera un alto coste operativo relacionado con la energía de
evaporación (presión y calor), porque la evaporación se aplica a todo el permeado de
microfiltración. Además, la hidrólisis enzimática no reduce los tiempos de operación respecto
a la extracción convencional. Otro inconveniente es que los polifenoles tienen polaridades
35 diferentes, por lo que la extracción con solo agua dificulta la extracción de polifenoles no

polares.

En relación al sector vinícola, la patente ES2319032-B1 describe un procedimiento de extracción de polifenoles a partir de orujos de uva procedentes de destilación que comprende las siguientes etapas: a) extracción del orujo por difusión continua en contracorriente utilizando como extractante una disolución 50:50 de etanol:agua acidificada a pH 1, a una temperatura de 40-55°C y durante un tiempo de 3-4 horas, estando la relación de extracción orujo:extractante en el intervalo 1:2-3,5, obteniéndose un orujo de extracción y un jugo de extracción; b) prensado del orujo de extracción resultante de la etapa a) a una presión entre 2 y 10 kg/cm², obteniéndose un orujo de prensado y un jugo de prensado; c) mezcla del jugo de extracción obtenido en la etapa a) y el jugo de prensado obtenido en la etapa b), seguido por enfriamiento de la mezcla resultante a 25°C, depuración de la misma mediante filtración a 100 micras y centrifugación, obteniéndose un jugo clarificado y un residuo sólido; d) estabilización del jugo clarificado obtenido en la etapa c) mediante adición de alginato sódico en una concentración de 0,2-0,6 g/L de jugo clarificado; y e) concentración del jugo estabilizado obtenido en la etapa d) en un evaporador a vacío a 60-70°C hasta reducir el volumen de jugo estabilizado en aproximadamente un 50%, de tal modo que se obtiene un extracto polifenólico con un poder antioxidante en un rango entre 150.000 y 250.000 mg ácido gálico/kg de orujo seco.

Un inconveniente de este proceso es que los polisacáridos, azúcares y otras impurezas no pueden ser separados por la prefiltración y la evaporación.

Anteriormente, se ha puesto de manifiesto que uno de los principales problemas de la extracción sólido-líquido es su elevado consumo de disolvente y/o su regeneración (evaporación), lo que repercute en un aumento del coste operativo y reduce la sostenibilidad del proceso. También se ha presentado el desarrollo de nuevas técnicas de extracción sin la necesidad de disolventes orgánicos (extracción por presión, extracción supercrítica con CO₂). Sin embargo, estas nuevas técnicas aumentan el consumo energético, sin la reducción del tiempo de extracción, y pueden reducir el rendimiento de recuperación de polifenoles debido a la limitada extracción de los polifenoles hidrofílicos.

Por estos motivos, se plantea como alternativa la utilización de otras extracciones avanzadas, como por ejemplo mediante ultrasonidos o microondas para mejorar la extracción sólido-líquido mediante una mezcla de disolventes orgánicos y de agua, que puedan ser eficientes

en la recuperación de polifenoles a partir de los residuos generados en las industrias de alimentación y bebidas. Cabe mencionar que, aunque esta alternativa reduciría considerablemente la cantidad requerida de disolvente, existe el problema del elevado consumo de energía para la evaporación necesaria para regenerar el disolvente orgánico utilizado por lo que otro objetivo de la presente invención consistirá en solucionar el problema de la reutilización del disolvente empleado en este tipo de extracciones avanzadas.

Otro objetivo igualmente importante de la presente invención es proporcionar un sistema que permita la recuperación de los polifenoles presentes tanto si se dispone de residuos sólidos como de residuos líquidos, efluentes incluidos, procedentes de las citadas industrias.

Otro objetivo prioritario de la presente invención es poder recuperar los polifenoles presentes en dichos residuos con un alto grado de pureza, es decir, que estos queden separados de otros compuestos como pueda ser materia coloidal, proteínas o carbohidratos.

Explicación de la invención

Con el objetivo de dar solución a los problemas planteados anteriormente, se propone un sistema para la recuperación de polifenoles a partir de residuos sólidos o de residuos sólidos y residuos líquidos industriales del sector de alimentación y bebidas, como por ejemplo de la industria del aceite de oliva y del vino. Se entiende que en los residuos líquidos también se incluye a los efluentes, al ser estos líquidos que proceden de una planta industrial.

El sistema para la recuperación de polifenoles objeto de la invención está caracterizado por comprender:

- una instalación extractora de polifenoles asistida por microondas o por ultrasonidos que comprende una cámara o tanque de extracción apto para la recepción de un lote de los residuos sólidos, provisto de una fuente de ultrasonidos o de microondas y de al menos una primera entrada por la que se introduce en la cámara o tanque de extracción un disolvente apto para el tratamiento de extracción de polifenoles de volúmenes de disoluciones por ultrasonidos o por microondas;
- un tanque intermedio cuya entrada está dispuesta en comunicación con la salida de la instalación extractora, siendo la capacidad volumétrica del tanque intermedio apta para la acumulación de al menos un volumen suficiente de disolución o disoluciones tratadas en la instalación extractora para permitir la operación en continuo de un sistema de separación que realiza un proceso en continuo;

- 5 - un sistema de separación conectado a la salida del tanque intermedio, formado por un subsistema de microfiltración conectado en serie a un subsistema de ultrafiltración que a su vez está conectado en serie a un subsistema de osmosis inversa, en el que el subsistema de microfiltración comprende una membrana de microfiltración y una salida para el permeado de microfiltración conectada a la entrada del subsistema de ultrafiltración, en el que el subsistema de ultrafiltración comprende una membrana de ultrafiltración y una salida para el permeado de ultrafiltración conectada a la entrada del subsistema de osmosis inversa, y en el que el subsistema de osmosis inversa comprende una membrana de osmosis inversa y una salida para el permeado de osmosis inversa;
- 10 - una instalación de reutilización del permeado de la osmosis inversa que comprende un tanque de distribución conectado con la salida del permeado de osmosis inversa del subsistema de osmosis inversa, y además comprende dos conductos de reutilización, en el que el primer conducto de reutilización conecta un tramo de la salida del tanque de distribución con el interior del tanque de extracción o cámara de la instalación extractora para la reutilización del permeado de la osmosis inversa como disolvente, y en el que el segundo
- 15 conducto de reutilización conecta un tramo de la salida del tanque de distribución con el interior del tanque intermedio para la reutilización del permeado de la osmosis inversa como aporte al tanque intermedio para aumentar la sedimentabilidad de los sólidos presentes en el contenido retenido en el tanque intermedio, protegiendo a las membranas evitando que
- 20 queden obstruidas y disminuyendo el ensuciamiento de las mismas;
- unos medios de control programados para recibir el valor de presión transmembrana del proceso de microfiltración por membrana en un momento o intervalo de tiempo y compararlo con un valor umbral preestablecido de protección de membranas, y programados para decidir y controlar la introducción del permeado de osmosis inversa en el primer conducto de
- 25 reutilización, si el valor de presión transmembrana recibido es menor que el citado valor umbral preestablecido, o en el segundo conducto de reutilización, si el valor de presión transmembrana recibido es igual o mayor que el citado valor umbral preestablecido.

El sistema objeto de la invención comprende una conducción o una cámara de mezcla dotada

30 de una o más entradas para la introducción de los residuos líquidos industriales disponibles, dispuesta o bien a la entrada o bien a la salida del tanque intermedio. Preferiblemente, está previsto que la mezcla de los residuos líquidos con los residuos sólidos (estos últimos en forma de disoluciones tratadas con ultrasonidos o microondas) sea tras el tanque intermedio, cuando el tanque intermedio es un tanque decantador, para maximizar su capacidad para

35 separar el sólido del sobrenadante a tratar en las membranas tras la extracción. Por ello, en

el sistema está dispuesto primero la instalación extractora, tras ella el tanque intermedio (puede ser decantador) y luego hay dos alternativas: añadir sólo residuos sólidos, mezclar los residuos sólidos y líquidos previamente al tren de membranas, o que se alimenten por separado (es decir que se mezclen en una conducción).

5

Cuando el valor de presión transmembrana recibido por los medios de control sea igual o mayor que el citado valor umbral, los medios de control activarán y controlarán la introducción del permeado de osmosis inversa en el segundo conducto de reutilización, y cuando el citado valor de presión transmembrana sea menor que el valor umbral, los medios de control

10 activarán y controlarán la introducción del permeado en el primer conducto de reutilización.

El sistema objeto de la invención permite llevar a cabo un procedimiento que comprende las operaciones de:

a) someter los residuos sólidos, por lotes, a una operación de extracción de polifenoles mediante adición de un disolvente y la acción de ultrasonidos o de microondas para obtener volúmenes de disolución tratados;

15

b) introducir y retener en un tanque intermedio uno o más volúmenes de disolución tratados

c) impulsar todo o parte del contenido retenido en el tanque intermedio como alimentación de un proceso en continuo que comprende las operaciones en serie de microfiltración por membrana, de ultrafiltración del permeado de microfiltración por membrana y de osmosis inversa por membrana del permeado de la ultrafiltración,

20

comprendiendo además el procedimiento una reutilización del permeado de la osmosis inversa como disolvente en la operación a) y como aporte al tanque intermedio para aumentar la sedimentabilidad de los sólidos presentes en el contenido retenido en el tanque intermedio y proteger a las membranas evitando que queden obstruidas y disminuir el ensuciamiento de las mismas. Dicha reutilización del permeado de la osmosis inversa es el resultado de una operación de comparar el valor de presión transmembrana del proceso de microfiltración con un valor umbral preestablecido de protección de membranas, resultando la reutilización como aporte al tanque intermedio cuando el citado valor de presión transmembrana sea igual o

25

30 mayor que el citado valor umbral, y como disolvente en la operación a) cuando sea menor.

En el caso en que se disponga de residuos líquidos industriales del sector de alimentación y bebidas, estos residuos líquidos son introducidos y retenidos en el tanque intermedio, o bien son introducidos aguas abajo del tanque intermedio e impulsados como alimentación del

35

proceso en continuo de microfiltración por membrana, de ultrafiltración del permeado de

microfiltración por membrana y de osmosis inversa por membrana del permeado de la ultrafiltración.

De esta manera se propone una solución integrada para la recuperación de polifenoles que incluye un proceso de extracción avanzado, concretamente por ultrasonidos o por microondas, para recuperar los polifenoles de los residuos sólidos industriales, acoplado a un tren de tratamiento por membranas para purificar y concentrar los polifenoles presentes en los residuos sólidos y en los residuos líquidos industriales.

La extracción avanzada, referida aquí como la extracción asistida por ultrasonidos o por microondas, reduce el tiempo de extracción y las necesidades de disolventes en comparación con otras alternativas en el mercado, como la filtración directa por membrana o la extracción convencional, maximizando al mismo tiempo el rendimiento de la extracción. Esta extracción avanzada está enfocada en la extracción de los polifenoles presentes en los residuos sólidos industriales, usando preferiblemente una combinación de agua y etanol (aunque podrían aplicarse otros disolventes) para maximizar la recuperación de los polifenoles, independientemente de la hidrofobicidad de los compuestos de los residuos sólidos industriales.

Por otra parte, aunque en el estado de la técnica existen varias soluciones basadas en un tren de tratamiento para recuperar los desechos del aceite de oliva, estas están orientadas principalmente a recuperar el agua de la vegetación (residuos líquidos) y no se corresponden con el mismo tren de tratamiento por membranas del procedimiento. En el sistema de la invención se aplica una operación de osmosis inversa a continuación de la operación de ultrafiltración, y no de nanofiltración, con el objeto de incrementar la recuperación de polifenoles. Esto es debido a que los inventores han observado que el MWCO (peso molecular límite en inglés, también denominado umbral de peso molecular) de algunos polifenoles, por ejemplo el MWCO de los del aceite de oliva, es similar al MWCO del tamaño de partícula de las membranas de nanofiltración, por lo que si se dispusiera una membrana de nanofiltración, habría algunos polifenoles que sí quedarían en el retenido pero otros pasarían al permeado, limitando el porcentaje de recuperación de polifenoles. Otra característica a destacar es la microfiltración por membrana que se lleva a cabo antes de la ultrafiltración por membrana, para minimizar el ensuciamiento de la membrana de ultrafiltración e incrementar la vida útil de las membranas.

Es destacable que el sistema objeto de la invención está indicado para el tratamiento tanto de materia líquida como sólida, maximizando la recuperación de polifenoles en un único sistema en el que se lleve a cabo el procedimiento. La integración de un proceso discontinuo como el de extracción avanzada por ultrasonidos o por microondas, que se lleva a cabo por lotes, con uno continuo como es el caso del tratamiento de purificación y concentración por membranas, se resuelve por la acumulación de los volúmenes de disolución tratados al haberse sometido a ultrasonidos o a microondas en el tanque intermedio, que permite disponer de la cantidad suficiente como para asegurar la alimentación en continuo a las operaciones en serie realizadas en las citadas membranas. De este modo, se establece que el tanque intermedio se mantenga con cierta cantidad de líquido durante toda la duración del ciclo llevado a cabo para la recuperación de polifenoles.

La combinación de microfiltración, ultrafiltración y ósmosis inversa permite lograr un extracto rico en polifenoles a partir del retenido de la ósmosis inversa y reutilizar el permeado de la ósmosis inversa, que contiene el solvente orgánico y está libre de impurezas, como disolvente para la operación a) de extracción, sin necesidad de etapas de evaporación externas para la recuperación del disolvente. Además, la aplicación de extracción avanzada (extracción por ultrasonidos o microondas) reduce el tiempo de extracción, favoreciendo así la integración de dicha extracción con el tren de membranas, ya que se consigue acumular en un periodo de tiempo corto la cantidad suficiente de volúmenes de disolución tratados (segundo subproducto) para asegurar un correcto funcionamiento en continuo de las operaciones en serie realizadas en las membranas.

Además de lo anterior, el procedimiento llevado a cabo en el sistema objeto de la invención contempla la reutilización del permeado de la ósmosis inversa como disolvente en la operación a), lo que lo convierte en una alternativa más sostenible y contribuye a la reducción de costes económicos por necesitar menos disolvente que aportar externamente para llevar a cabo la extracción por ultrasonidos o microondas. El disolvente inicial que se adiciona en un principio de procedimiento a los residuos sólidos industriales para dicha extracción es etanol (o su mezcla con agua), un disolvente orgánico cuyo coste es considerablemente elevado. Este etanol (o su mezcla con agua) suele estar contenido en un tanque de suministro con salida a la cámara donde se realiza la extracción mediante ultrasonidos o microondas. Con la reutilización del permeado de la ósmosis inversa como disolvente, será una mezcla de etanol y agua la que actúe como disolvente en las siguientes extracciones, reduciéndose así la aportación de etanol inicial proveniente del tanque de suministro.

A diferencia de otras opciones de recuperación del disolvente inicial (preferiblemente etanol) como componente aislado, que supondrían una etapa larga y costosa de separación del etanol por técnicas de evaporación, el procedimiento resuelve el problema del coste y suministro de disolvente inicial (etanol) de una forma inventiva, configurando las distintas operaciones para que al final, el permeado de la osmosis inversa constituya en sí un disolvente adecuado para la extracción de polifenoles por ultrasonidos o microondas, siendo este disolvente, concreta y preferiblemente una mezcla de etanol y agua que puede ser directamente adicionado como disolvente para dicha extracción, reduciendo así la necesidad de aportar disolvente inicial nuevo (etanol). De esta manera se recupera el disolvente en el propio procedimiento, sin ser necesario por tanto tener procesos externos adicionales como la evaporación al ya estar integrada la recuperación del disolvente.

En la elección de las membranas se ha tenido en cuenta que el tamaño de la molécula de etanol es superior a la del agua, para hacer posible que el etanol y no solo el agua, como ocurre en otras agrupaciones de membranas del estado de la técnica, atraviese todas las membranas llegando al permeado de la osmosis inversa. Si en lugar de etanol se considera la utilización de otro disolvente inicial análogo al etanol, de características o comportamiento similar, se tendrá en cuenta su tamaño de molécula del mismo modo para la elección de las membranas.

En el procedimiento que se lleva a cabo en el sistema de la invención, se ha previsto que los volúmenes de disolución tratados en la extracción por ultrasonidos o por microondas se sometan a un proceso de decantación antes de la operación de microfiltración del proceso en continuo, para reducir el contenido de sólidos presentes a la entrada del tren de membranas. Esta decantación puede producirse o bien en la instalación extractora en la que se realiza la operación de extracción de polifenoles, o bien antes de ser introducidos en el tanque intermedio al ser sometidos a una operación de centrifugación para reducir el contenido de sólidos previamente a su introducción, o bien en el tanque intermedio al estar este tanque conformado como un tanque decantador.

Relacionado con lo anterior, otro aspecto a tener en cuenta es que el procedimiento que se lleva a cabo en el sistema objeto de la invención soluciona uno de los problemas que se pueden generar al aplicar conjuntamente una extracción con un tren de membranas, concretamente, el de la posible presencia de sólidos en la corriente procedente de la

extracción a la entrada de las membranas, que puede dar lugar a un alto ensuciamiento de las membranas dificultando su operabilidad al quedar obstruidas por dichos sólidos (cerrando algunos de los poros de las membranas). Dependiendo de las características específicas de los residuos industriales sólidos y líquidos disponibles en cada momento, la sedimentación o decantación prevista de los componentes sólidos presentes puede no ser suficiente para asegurar que la corriente que llega a las membranas tenga un contenido de sólidos compatible con el correcto funcionamiento de las mismas, y por este motivo, en estas circunstancias, el sistema objeto de la invención contempla la reutilización del permeado de las osmosis inversa como aporte al tanque intermedio para aumentar la sedimentabilidad de los sólidos presentes en el contenido del tanque intermedio y proteger a las membranas, contribuyendo a alargar su vida útil.

Conforme a una realización particular del sistema objeto de la invención, un tramo de la salida del tanque de distribución está provisto de una bifurcación por la que dicho tramo se conecta por un lado al primer conducto de reutilización y por el otro lado al segundo conducto de reutilización. Los medios de control en esta variante están programados para actuar sobre la bifurcación y deshabilitar la conexión con el segundo conducto de reutilización de modo que el tramo de la salida del tanque de distribución esté únicamente comunicado con la segunda entrada al tanque de extracción o cámara de la instalación extractora, y si el valor de presión transmembrana a tiempo real es igual o mayor que el valor umbral de protección de membranas, los medios de control están programados para actuar sobre la bifurcación y habilitar únicamente la conexión con el segundo conducto de reutilización de modo que el tramo de la salida del tanque de distribución esté únicamente comunicado con una entrada al tanque intermedio.

El valor umbral de protección de membranas está comprendido entre 5 y 1000 kPa, preferiblemente entre 50 y 300 kPa. También puede contemplarse un valor umbral más restrictivo, entre 100 y 150 kPa. Así, la presión transmembrana en la operación de microfiltración se monitoriza y en el caso en que se alcance o supere a un valor umbral establecido, el permeado de la osmosis inversa se envía al tanque intermedio. En todo caso, el valor umbral que se establece finalmente depende del tipo de membrana y de las recomendaciones del fabricante.

De este modo, en el procedimiento que se lleva a cabo en el sistema objeto de la invención se mide la presión transmembrana del segundo subproducto a la entrada del sistema de

microfiltración, y si es alto (igual o mayor que el valor umbral preestablecido), se desvía el permeado de la osmosis inversa al tanque intermedio para evitar el daño de las membranas. Se ha optado por la medida de la presión transmembrana al ser un valor más fácil de medir y porque permite un mejor seguimiento del proceso que el que proporcionaría la medición del contenido en sólidos. El aporte del permeado de la osmosis inversa al tanque intermedio hace que el contenido en sólidos del sobrenadante disminuya y por lo tanto, la corriente de dicho sobrenadante (segundo subproducto) que será sometida a la operación de microfiltración no supondrá un riesgo para la integridad de las membranas. Esta función es puntual y sólo en caso de necesidad por lo que en el resto de los casos, la reutilización del permeado de la osmosis inversa será como disolvente para la operación a) de extracción. De esta manera se consigue un correcto acoplamiento entre la operación a) de extracción y la operación continua realizada en el tren de membranas, permitiendo evitar las pérdidas de disolvente y el daño de las membranas, aportando una solución al problema técnico derivado de juntar el proceso de extracción a partir de residuos sólidos con el proceso en serie de microfiltración, ultrafiltración y osmosis inversa que no recibe únicamente residuos líquidos, sino una mezcla de estos con las disoluciones tratadas en la operación a) de extracción por ultrasonidos o microondas. También constituye una solución para los casos en los que los residuos líquidos a tratar, ya de por sí, presentan un elevado contenido en sólidos.

Preferiblemente está prevista la disposición de un tanque entre la membrana de microfiltración y la membrana de ultrafiltración. Opcionalmente también puede preverse un tanque entre la membrana de ultrafiltración y la membrana de osmosis inversa. Así, en el caso en que se detecte una alta presión transmembrana (a partir de un valor establecido como “alto”) que pueda dañar la membrana de ultrafiltración o la membrana de osmosis inversa, se contempla la posibilidad de desviar el permeado de la osmosis inversa a uno o más de estos tanques previos a las membranas de ultrafiltración u osmosis inversa.

El procedimiento de recuperación de polifenoles que se realiza en el sistema objeto de la invención ofrece una regeneración de solvente in situ, que reduce los costos de energía en comparación con las metodologías de regeneración convencionales ex situ, como la evaporación. Esta reducción se estima en 20-30 kw-h/tonelada de residuos, lo que supone hasta el 90% del consumo de energía en la regeneración de disolventes.

También se prevé que el sistema objeto de la invención comprenda un tanque de suministro de disolvente (preferiblemente etanol) para el suministro controlado por los medios de control

de una cantidad de disolvente a través de una entrada al tanque de extracción o cámara de la instalación extractora de polifenoles asistida por microondas o por ultrasonidos.

Ventajosamente, el sistema objeto de la invención puede comprender unos medios de centrifugación dispuestos entre la instalación extractora y el tanque intermedio, para minimizar la presencia de sólidos en la corriente que entra en el tanque intermedio. Alternativamente, el tanque intermedio o el tanque de extracción (o cámara de la instalación extractora) puede estar conformado como un tanque decantador.

En el proceso en continuo alimentado por el segundo subproducto (volúmenes de disolución tratados acumulados en el tanque intermedio), que puede ser por ejemplo el sobrenadante del tanque intermedio, en primer lugar la corriente del segundo subproducto es sometida a una etapa de microfiltración, para eliminar la presencia de sólidos, principalmente materia coloidal que queda retenida, y para minimizar el ensuciamiento ("fouling" en inglés) y la obstrucción ("clogging" en inglés) de las membranas de las siguientes etapas. El permeado de la microfiltración es tratado en una etapa de ultrafiltración para purificar y concentrar la corriente rica en polifenoles.

En relación a los parámetros a considerar en la elección de las membranas, preferentemente las membranas son hidrófobas, el tamaño de poro de la membrana del subsistema de ultrafiltración está comprendido entre 5 y 10 kDa, necesario para purificar la corriente de polifenoles y reducir la presencia de proteínas y carbohidratos, y el tamaño de partícula de la membrana de osmosis inversa está comprendido entre 50 y 120 Da, para conseguir una correcta separación del extracto de polifenoles y la corriente del disolvente, y que así se maximice la recuperación de polifenoles y al mismo tiempo se obtenga un permeado de elevada pureza, apto para ser directamente utilizado como disolvente en la operación a) de extracción. Así, en las operaciones en serie de microfiltración, ultrafiltración y osmosis inversa, las membranas no están solo configuradas para la separación sucesiva del permeado de la materia coloidal, polisacáridos y polifenoles, sino que también permiten que una mezcla de agua y etanol (u otro disolvente similar), presente ya en el sobrenadante del tanque intermedio, permanezca en los sucesivos permeados para que habiendo atravesado finalmente la membrana de osmosis inversa, este permeado pueda ser introducido en la instalación extractora asistida por ultrasonidos o microondas como disolvente.

Finalmente, se prevé que el sistema objeto de la invención comprenda un tanque de

suministro de etanol para el suministro controlado por los medios de control de una cantidad de etanol a través de la primera entrada al tanque de extracción o cámara de la instalación extractora de polifenoles asistida por microondas o por ultrasonidos.

5 **Breve descripción de los dibujos**

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de facilitar la comprensión de las características de la invención, se acompaña a la presente memoria descriptiva un juego de dibujos en los que, con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

10 la Fig. 1 es una vista esquemática de una primera realización del sistema de recuperación de polifenoles objeto de la invención en el que se han representado también los residuos sólidos y residuos líquidos industriales del sector de alimentación y bebidas a partir de los cuales se recuperan polifenoles, en la que la cámara de la instalación de extracción (o tanque extractor) está configurada como un tanque decantador y en la que los residuos líquidos son aportados
15 aguas abajo del tanque intermedio;

la Fig. 2 es una vista esquemática de una segunda realización del sistema de recuperación de polifenoles objeto de la invención en la que, a diferencia de la primera realización, el tanque intermedio está configurado como un tanque decantador;

la Fig. 3 es una vista esquemática de una tercera realización del sistema de recuperación de polifenoles objeto de la invención en la que, a diferencia de la segunda realización, unos
20 medios de centrifugación están dispuestos entre la instalación de extracción y el tanque intermedio, y el tanque intermedio no tiene una configuración de tanque decantador;

la Fig. 4 es una vista esquemática de una cuarta realización del sistema de recuperación de polifenoles objeto de la invención en la que, a diferencia de la primera realización, los residuos
25 líquidos son aportados mediante una conducción entre la instalación extractora y el tanque intermedio para ser introducidos en el tanque intermedio; y

la Fig. 5 es una vista esquemática de una quinta realización del sistema de recuperación de polifenoles objeto de la invención en la que, a diferencia de la segunda realización, los residuos líquidos son aportados mediante una conducción entre la instalación extractora y el
30 tanque intermedio para ser introducidos en el tanque intermedio.

Descripción detallada de la realización

En las Figs. 1 a 5 se muestra un sistema 100 para la recuperación de polifenoles a partir de residuos sólidos 92 y residuos líquidos 93 industriales del sector de alimentación y bebidas,
35 tales como los procedentes de la industria del aceite de oliva y del vino. Se aprecia que el

sistema 100 comprende en primer lugar una instalación extractora 1 de polifenoles asistida por microondas o por ultrasonidos que a su vez comprende un contenedor o cámara apto para la recepción de un lote de los residuos sólidos 92, provisto de una fuente de ultrasonidos o de microondas 13 y de una primera y segunda entradas por la que se introduce en el tanque
5 extractor o cámara de la instalación extractora un disolvente apto para el tratamiento de extracción de polifenoles de volúmenes de disoluciones por ultrasonidos o por microondas. La primera entrada está conectada a un tanque de suministro 12 de disolvente (preferentemente un tanque de etanol) para el suministro controlado por unos medios de control 70 de una cantidad de etanol al contenedor o cámara de la instalación extractora 1. La
10 segunda entrada, representada a la derecha de la primera, recibe una mezcla de agua y disolvente (preferentemente etanol) reutilizada como disolvente y que proviene, como se explicará más adelante, de un tanque de distribución 7.

En la instalación extractora 1 los residuos sólidos 92 son sometidos por lotes a la operación
15 de extracción y se obtienen respectivos lotes de volúmenes de disolución tratados 10.

A continuación, los volúmenes de disolución tratados 10 son introducidos y retenidos en un tanque intermedio 3 cuya capacidad volumétrica es apta para la acumulación de al menos un volumen suficiente de disolución o de disoluciones tratadas en la instalación extractora 1 para
20 permitir la operación en continuo de un sistema de separación que realiza un proceso en continuo que comprende las operaciones en serie de microfiltración por membrana, de ultrafiltración del permeado de microfiltración 40 por membrana y de osmosis inversa por membrana del permeado de la ultrafiltración 50. Desde el tanque intermedio 3 se impulsa, por ejemplo, a través de una bomba (no representada en las figuras) todo o parte de su contenido
25 como alimentación de este proceso en continuo. Como la salida de los volúmenes de disolución tratados 10 de la instalación extractora 1 no es continua (es a lotes), el tanque intermedio asegura que exista suficiente cantidad o volumen para poder operar en continuo durante el tiempo que dura el ciclo total de operación en la instalación extractora 1, y no solo cuando se hace la descarga de la instalación extractora 1.

30 Como se ha indicado, el sistema 100 permite la recuperación de polifenoles a partir de residuos sólidos 92 y, además, también de residuos líquidos 93. Los residuos líquidos 93 pueden introducirse en el sistema 100 en alguna de las localizaciones siguientes:

- aguas abajo del tanque intermedio 3, como es el caso de los sistemas representados en las
35 Figs. 1, 2 y 3; o

- antes del tanque intermedio 3 para ser introducidos y retenidos en el mismo, como es el caso de los sistemas 100 representados en las Fig. 4 y 5.

Para ello, el sistema 100 comprende una conducción o una cámara de mezcla dotada de una o más entradas para la introducción de los residuos líquidos 93 industriales disponibles, dispuesta o bien a la entrada o bien a la salida del tanque intermedio 3.

En las Fig. 1 a 5 se aprecia cómo un sistema de separación está conectado a la salida del tanque intermedio 3, estando formado dicho sistema de separación por un subsistema de microfiltración 42 conectado en serie a un subsistema de ultrafiltración 52, que a su vez está conectado en serie a un subsistema de osmosis inversa 62. El subsistema de microfiltración 42 comprende una membrana 4 de microfiltración y una salida para el permeado de microfiltración 40 conectada a su vez a la entrada del subsistema de ultrafiltración 52. El subsistema de ultrafiltración 52 comprende una membrana 5 de ultrafiltración, con un tamaño de poro preferiblemente comprendido entre 5 y 10 kDa, y una salida para el permeado de ultrafiltración 50, conectada a su vez a la entrada del subsistema de osmosis inversa 62. El subsistema de osmosis inversa 62 comprende una membrana 6 de osmosis inversa con un tamaño de partícula comprendido entre 50 y 120 Da y una salida para el permeado de osmosis inversa 60. Preferiblemente, el sistema de separación descrito comprende un tanque entre la membrana 4 de microfiltración y la membrana 5 de ultrafiltración, y otro tanque entre la membrana 5 de ultrafiltración y la membrana 6 de osmosis inversa. De cada subsistema hay dos salidas, la primera conocida como permeado (40, 50 y 60) y la segunda conocida como rechazo (41, 51 y 61).

La razón y configuración del tren de membranas 4, 5, y 6 es la siguiente. En primer lugar, la corriente a la salida del tanque intermedio 3 es sometida a una etapa de microfiltración, para eliminar la presencia de sólidos, principalmente materia coloidal 41 que queda retenida constituyendo la corriente de rechazo, y para minimizar el ensuciamiento y la obstrucción de las membranas 4, 5 y 6 de las siguientes etapas presentes en los respectivos subsistemas. El permeado de la microfiltración 40 es tratado en una etapa de ultrafiltración para purificar y concentrar la corriente rica en polifenoles. En el caso de la membrana 5 de ultrafiltración, el tamaño de poro de la membrana está comprendido entre 5 y 10 KDa, necesario para purificar la corriente de polifenoles y reducir la presencia de proteínas y carbohidratos en el permeado de la ultrafiltración 50. El rechazo de la ultrafiltración contiene polisacáridos 51 en una alta concentración y después de una breve evaporación, puede ser usado como alimento para

animales. Por su parte, el permeado de la ultrafiltración 50 es finalmente sometido a un proceso de osmosis inversa para maximizar la recuperación y concentrar la corriente con polifenoles 61. La corriente rica en polifenoles 61 retenida en la osmosis inversa puede usarse en las propias instalaciones del sistema 100 para producir productos enriquecidos con antioxidantes o para ser vendida a clientes externos. La osmosis inversa permite alcanzar una corriente de permeado 60 de elevada pureza, estando formado dicho permeado de osmosis inversa 60 por una mezcla de agua y disolvente (preferiblemente etanol o similar compuesto), para lo que el tamaño de partícula de la membrana 6 de osmosis inversa está comprendido entre 50 y 120 Da, que es el necesario para conseguir una correcta separación entre el extracto de polifenoles 61 y la corriente de la mezcla de agua y disolvente (permeado de osmosis inversa 60).

Además, la membrana 4 de microfiltración, la membrana 5 de ultrafiltración y la membrana 6 de osmosis inversa son membranas hidrófobas, para evitar la absorción en las membranas de polifenoles e impurezas y, por lo tanto, conseguir una reducción de la obstrucción y ensuciamiento de las membranas, así como el aumento de la vida útil de las mismas y la recuperación de los polifenoles. Se deben evitar las membranas de polietersulfona y polisulfona.

Como se observa en las Figs. 1 a 5, el sistema 100 comprende una instalación de reutilización del permeado de la osmosis inversa 60 que a su vez comprende:

- un tanque de distribución 7 conectado con la salida del permeado de osmosis inversa 60 del subsistema de osmosis inversa 62;
- un primer conducto de reutilización 71 que conecta un tramo de la salida del tanque de distribución 7 con el interior del contenedor o cámara de la instalación extractora 1 para la reutilización del permeado de la osmosis inversa 60 como disolvente en la operación de extracción por ultrasonidos o por microondas;
- un segundo conducto de reutilización 72 que conecta un tramo de la salida del tanque de distribución 7 con el interior del tanque intermedio 3 para la reutilización del permeado de la osmosis inversa 60 como aporte al tanque intermedio 3 para disminuir la concentración de sólidos y proteger a las membranas 4, 5 y 6 evitando su ensuciamiento y obstrucción;
- unos medios de control 70 programados para recibir el valor de presión transmembrana del proceso de microfiltración por membrana 4 en un momento o intervalo de tiempo, y decidir y controlar la introducción del permeado de osmosis

inversa 60 en el primer conducto de reutilización 71 o en el segundo conducto de reutilización 72 según el resultado de una operación de comparar el valor de presión de transmembrana del proceso de microfiltración en un momento o intervalo de tiempo, con un valor umbral preestablecido de protección de membranas, resultando la introducción del permeado de ósmosis inversa 60 en el segundo conducto de reutilización 72 cuando el citado valor de presión transmembrana sea igual o mayor que el citado valor umbral, y en el primer conducto de reutilización 71 cuando el citado valor de presión transmembrana sea menor que el valor umbral.

En las Figs. 1 a 5 se puede ver cómo un tramo de conducción a la salida del tanque de distribución 7 está provisto de una bifurcación 73 por la que se conecta por un lado al primer conducto de reutilización 71 y por el otro lado al segundo conducto de reutilización 72. Los medios de control 70 están programados para actuar sobre la bifurcación 73 y deshabilitar la conexión con el segundo conducto de reutilización 72 de modo que el tramo de la salida del tanque de distribución 7 esté únicamente comunicado con la segunda entrada al contenedor o cámara de la instalación extractora 1, y si el valor de presión transmembrana a tiempo real es igual o mayor que el valor umbral de protección de membranas, los medios de control 70 están programados para actuar sobre la bifurcación 73 y habilitar únicamente la conexión con el segundo conducto de reutilización 72 de modo que el tramo de la salida del tanque de distribución 7 esté únicamente comunicado con una entrada al tanque intermedio 3.

El valor umbral de protección de membranas puede estar comprendido entre 5 y 1000 kPa, aunque de modo preferente, se ha establecido como un valor comprendido entre 50 y 300 kPa, pudiendo contemplarse en algunos casos un valor más restrictivo, como uno seleccionado y comprendido entre 100 y 150 kPa. En todo caso, el valor umbral que se establece finalmente depende del tipo de membrana y de las recomendaciones del fabricante. Así, se monitoriza o controla la presión transmembrana en la etapa de microfiltración, por ejemplo mediante el medidor 74 o medios similares, y en el caso de alcanzar valores iguales o superiores a los del rango del valor umbral de protección (por ejemplo establecido entre 50 y 1300 kPa, los medios de control 70 hacen recircular el permeado de ósmosis inversa 60 al tanque intermedio 3, en lugar de recircularlo a la instalación extractora 1, para aumentar la capacidad de sedimentación y reducir la concentración de sólidos en la entrada de la membrana 4 de microfiltración. De este modo, aunque la función principal de los medios de control 70 es la recuperación del disolvente (el permeado que resulta de la ósmosis inversa 60) para reutilizarlo en la operación de extracción, la segunda función será prioritaria en caso

de necesidad.

El sistema 100 representado en la Fig. 3 contempla que el sistema 100 esté provisto de unos medios de centrifugación dispuestos entre la instalación extractora 1 y el tanque intermedio 3, para minimizar la presencia de sólidos en la corriente que entra en el tanque intermedio 3. Los sistemas 100 representados en las Figs. 1 y 4 no disponen de dichos medios de centrifugación, pero con el propósito de minimizar la presencia de sólidos en la corriente que más tarde pasará al sistema de separación por membranas, el tanque extractor o cámara de la instalación extractora 1 está conformado como un tanque decantador, en cuyo fondo se sedimenta la materia sólida en suspensión y el sobrenadante del tanque extractor pasa a alimentar al tanque intermedio 3. En cambio, en las Figs. 2 y 5, es el tanque intermedio 3 del sistema 100 el que está configurado como un tanque decantador.

En resumen, el sistema 100 anteriormente descrito anteriormente permite llevar a cabo el procedimiento para la recuperación de polifenoles a partir de residuos sólidos 92 y residuos líquidos 93 industriales del sector de alimentación y bebidas, que comprende las operaciones de:

a) someter los residuos sólidos 92, por lotes, a una operación de extracción de polifenoles mediante adición de un disolvente y la acción de una fuente de ultrasonidos o de microondas para obtener volúmenes de disolución tratados 10;

b) introducir y retener en el tanque intermedio 3 uno o más volúmenes de disolución tratados 10;

c) impulsar todo o parte del contenido retenido en el tanque intermedio 3 como alimentación del proceso en continuo que comprende las operaciones en serie de microfiltración por membrana 4, de ultrafiltración del permeado de microfiltración 40 por membrana 5 y de osmosis inversa por membrana 6 del permeado de la ultrafiltración 50, y

d) reutilizar el permeado de la osmosis inversa 60 como disolvente en la operación a) o como aporte al tanque intermedio 3 para aumentar la sedimentabilidad de los sólidos presentes en el contenido retenido en el tanque intermedio 3, protegiendo a las membranas 4, 5 y 6 evitando que queden obstruidas y disminuyendo el ensuciamiento de las mismas.

Como se ha explicado en relación al sistema 100, y en concreto en alusión a los medios de control 70, la reutilización del permeado de la osmosis inversa 60 como disolvente en la operación a) o como aporte al tanque intermedio 3 es el resultado de una operación de comparar el valor de presión transmembrana del proceso de microfiltración con un valor

umbral preestablecido de protección de membranas (preferiblemente comprendido entre 50 y 300 kPa) resultando la reutilización como aporte al tanque intermedio 3 cuando el citado valor de presión transmembrana sea igual o mayor que el citado valor umbral, y como disolvente en la operación a) cuando sea menor.

5

Como se ha comentado anteriormente, la introducción de los residuos líquidos 93 en el sistema 100 para ser tratados y recuperar los polifenoles a partir de los mismos se puede hacer en distintos puntos, por ejemplo introducirlos antes del tanque intermedio 3 juntándolos antes con los volúmenes de disolución tratados 10 procedentes de la instalación extractora 1, o que lleguen al tanque intermedio 3 independientemente de dichos volúmenes de disolución tratados 10, o que se introduzcan en el sistema 100 aguas abajo del tanque intermedio 3, a la entrada del subsistema de microfiltración 42, mezclados o no con la corriente procedente de la salida del tanque intermedio 3.

15

REIVINDICACIONES

1. Un sistema (100) para la recuperación de polifenoles a partir de residuos sólidos (92) o de residuos sólidos (92) y residuos líquidos (93) industriales del sector de alimentación y bebidas, caracterizado por que comprende:

- una instalación extractora (1) de polifenoles asistida por microondas o por ultrasonidos que comprende una cámara o tanque de extracción apto para la recepción de un lote de los residuos sólidos (92), provisto de una fuente de ultrasonidos o de microondas (13) y de al menos una primera entrada por la que se introduce en la cámara o tanque de extracción un disolvente apto para el tratamiento de extracción de polifenoles de volúmenes de disoluciones por ultrasonidos o por microondas;

- un tanque intermedio (3) cuya entrada está dispuesta en comunicación con la salida de la instalación extractora (1), siendo la capacidad volumétrica del tanque intermedio (3) apta para la acumulación de al menos un volumen suficiente de disolución o disoluciones tratadas en la instalación extractora (1) para permitir la operación en continuo de un sistema de separación que realiza un proceso en continuo;

- un sistema de separación conectado a la salida del tanque intermedio (3), formado por un subsistema de microfiltración (42) conectado en serie a un subsistema de ultrafiltración (52) que a su vez está conectado en serie a un subsistema de ósmosis inversa (62), en el que el subsistema de microfiltración (42) comprende una membrana (4) de microfiltración y una salida para el permeado de microfiltración (40) conectada a la entrada del subsistema de ultrafiltración (52), en el que el subsistema de ultrafiltración (52) comprende una membrana (5) de ultrafiltración y una salida para el permeado de ultrafiltración (50) conectada a la entrada del subsistema de ósmosis inversa (62), y en el que el subsistema de ósmosis inversa (62) comprende una membrana (6) de ósmosis inversa y una salida para el permeado de ósmosis inversa (60);

- una instalación de reutilización del permeado de la ósmosis inversa (60) que comprende un tanque de distribución (7) conectado con la salida del permeado de ósmosis inversa (60) del subsistema de ósmosis inversa (62), y además comprende dos conductos de reutilización (71, 72), siendo el primer conducto de reutilización (71) el que conecta un tramo de la salida del tanque de distribución (7) con el interior del tanque de extracción o cámara de la instalación extractora (1) para la reutilización del permeado de la ósmosis inversa (60) como disolvente, y el segundo conducto de reutilización (72) el que conecta un tramo de la salida del tanque de distribución (7) con el interior del tanque intermedio (3) para la reutilización del permeado de la ósmosis inversa (60) como aporte al tanque intermedio (3);

- unos medios de control (70) programados para recibir el valor de presión transmembrana del proceso de microfiltración por membrana (4) en un momento o intervalo de tiempo y compararlo con un valor umbral preestablecido de protección de membranas, y programados para decidir y controlar la introducción del permeado de osmosis inversa (60) en el primer conducto de reutilización (71) o en el segundo conducto de reutilización (72).

2. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según la reivindicación 1, caracterizado porque un tramo de la salida del tanque de distribución (7) está provisto de una bifurcación (73) por la que se conecta por un lado al primer conducto de reutilización (71) y por el otro lado al segundo conducto de reutilización (72), y por que los medios de control (70) están programados para actuar sobre la bifurcación (73) y deshabilitar la conexión con el segundo conducto de reutilización (72) de modo que el tramo de la salida del tanque de distribución (7) esté únicamente comunicado con la segunda entrada al tanque de extracción o cámara de la instalación extractora (1), y los medios de control (70) están programados para actuar sobre la bifurcación (73) y habilitar únicamente la conexión con el segundo conducto de reutilización (72) de modo que el tramo de la salida del tanque de distribución (7) esté únicamente comunicado con una entrada al tanque intermedio (3).

3. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el valor umbral de protección de membranas está comprendido entre 5 y 1000 kPa.

4. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según la reivindicación 3, caracterizado por que el valor umbral de protección de membranas está comprendido entre 50 y 300 kPa.

5. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según la reivindicación 4, caracterizado por que el valor umbral de protección de membranas está comprendido entre 100 y 150 kPa.

6. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que comprende unos medios de centrifugación dispuestos entre la instalación extractora (1) y el tanque intermedio (3).

7. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que al menos el tanque intermedio (3) o el tanque de extracción o cámara de la instalación extractora (1) está conformado como un tanque

decantador.

8. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que el tamaño de poro de la membrana (5) del subsistema de ultrafiltración (52) está comprendido entre 5 y 10 kDa y el tamaño de partícula de la membrana (6) de osmosis inversa está comprendido entre 50 y 120 Da.
9. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que la membrana (4) de microfiltración del subsistema de microfiltración (42), la membrana (5) de ultrafiltración del subsistema de ultrafiltración (52) y la membrana (6) de osmosis inversa del subsistema de osmosis inversa (62) son membranas hidrófobas.
10. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que comprende un tanque de suministro (12) de etanol para el suministro controlado por los medios de control (70) de una cantidad de etanol a través de la primera entrada al tanque de extracción o cámara de la instalación extractora (1) de polifenoles asistida por microondas o por ultrasonidos.
11. El sistema (100) para la recuperación de polifenoles según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que comprende una conducción o una cámara de mezcla dotada de una o más entradas (22) para la introducción de residuos líquidos (93) industriales disponibles, a la entrada o a la salida del tanque intermedio (3).

25

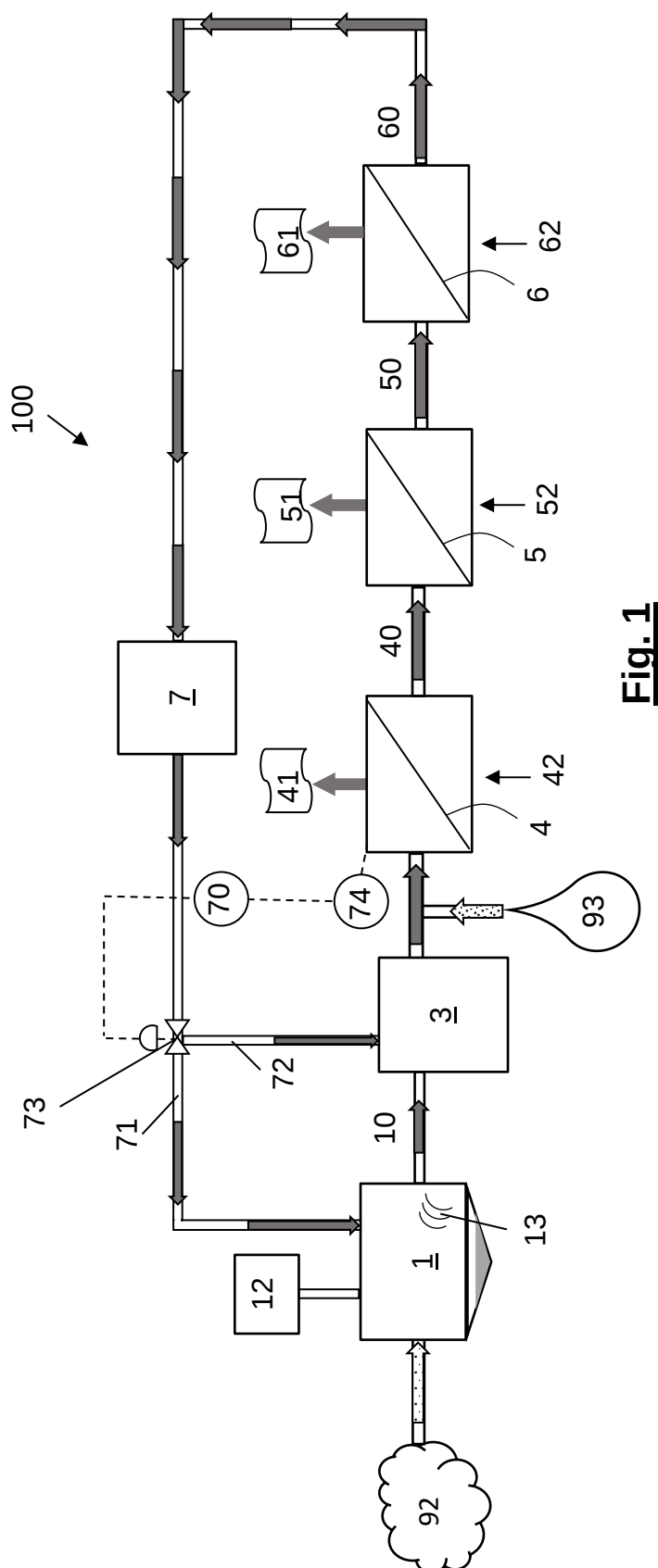


Fig. 1

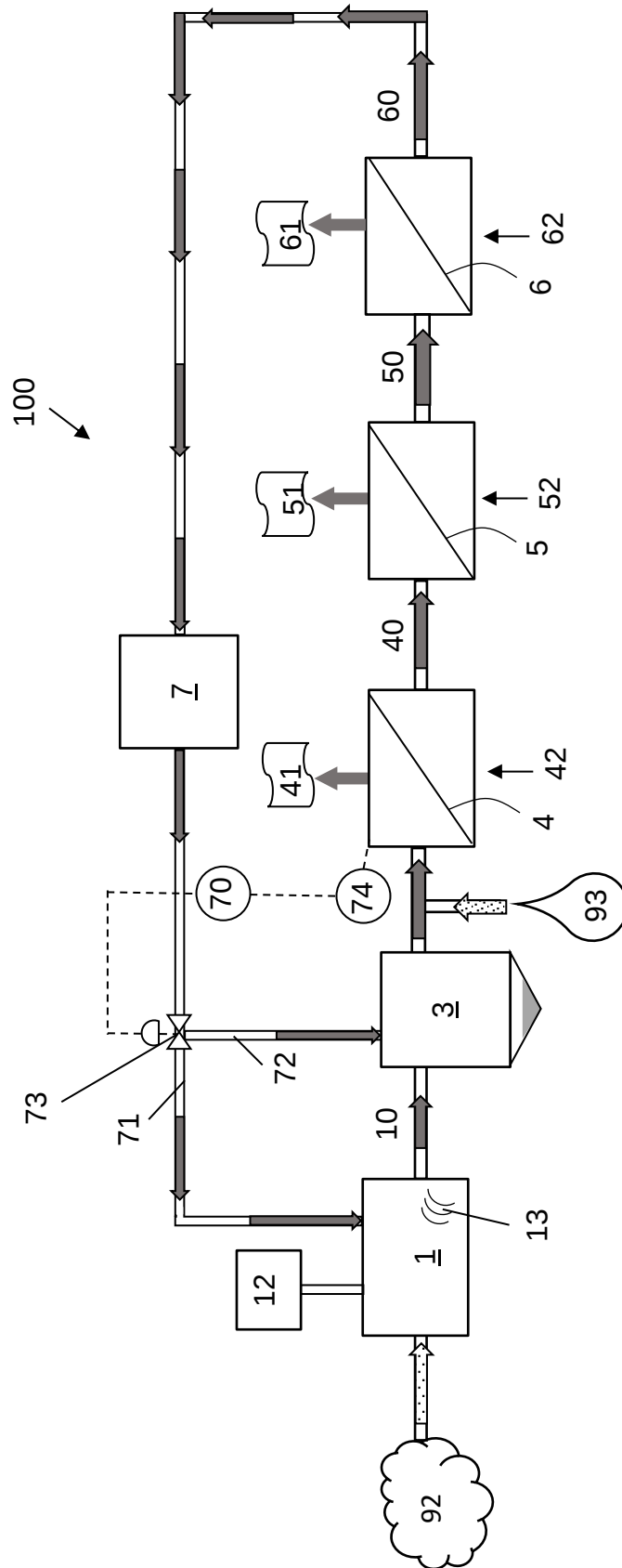


Fig. 2

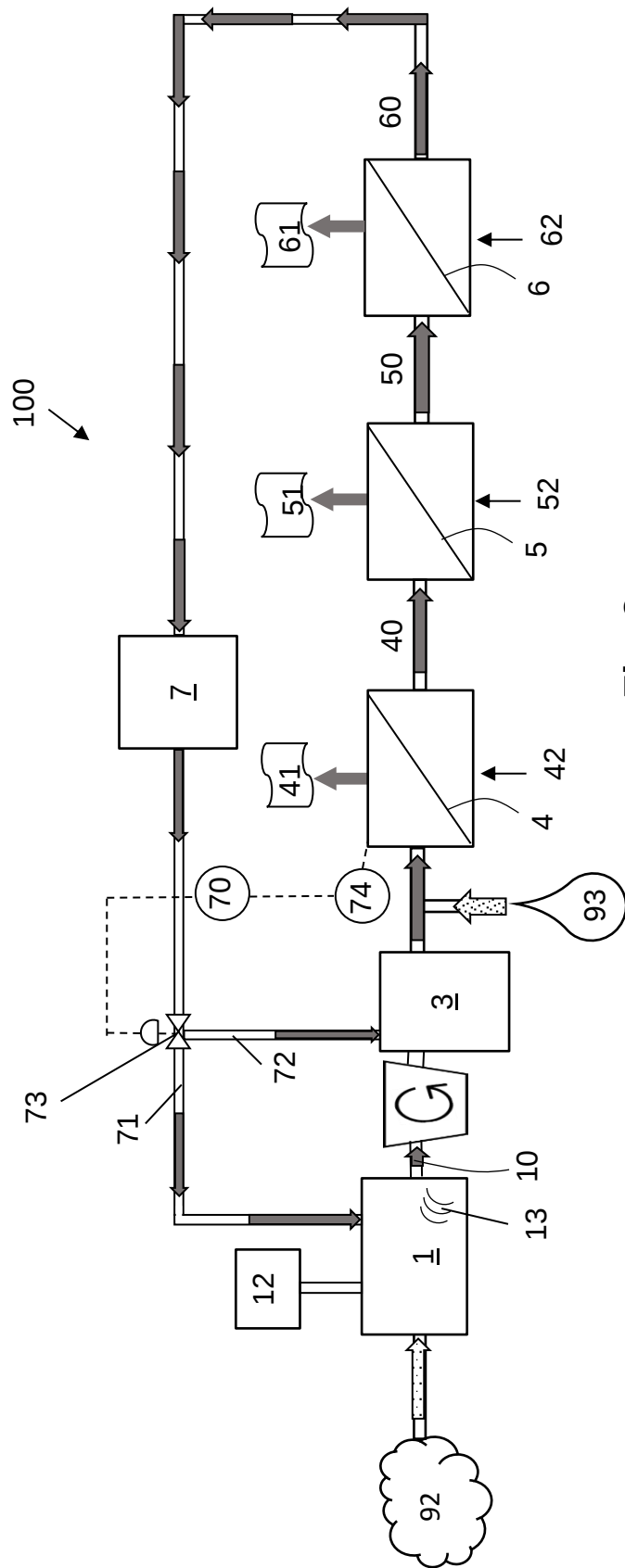


Fig. 3

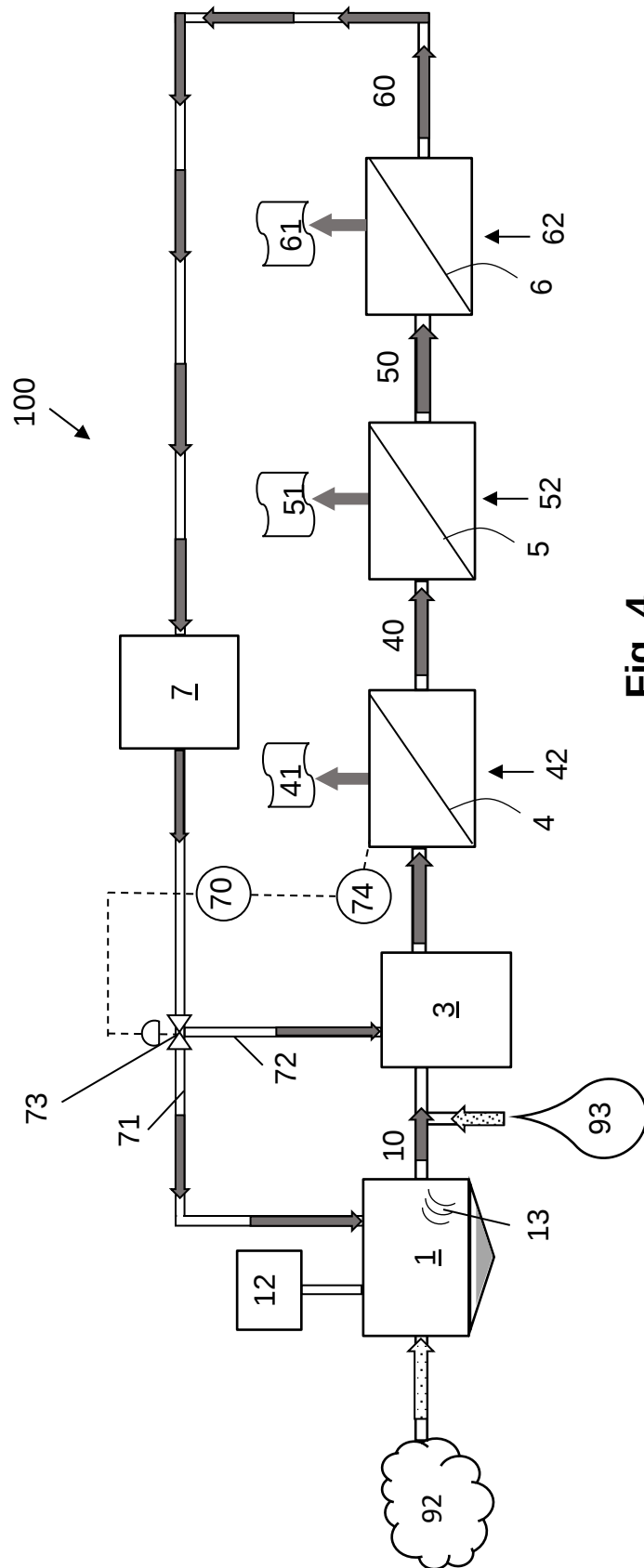


Fig. 4

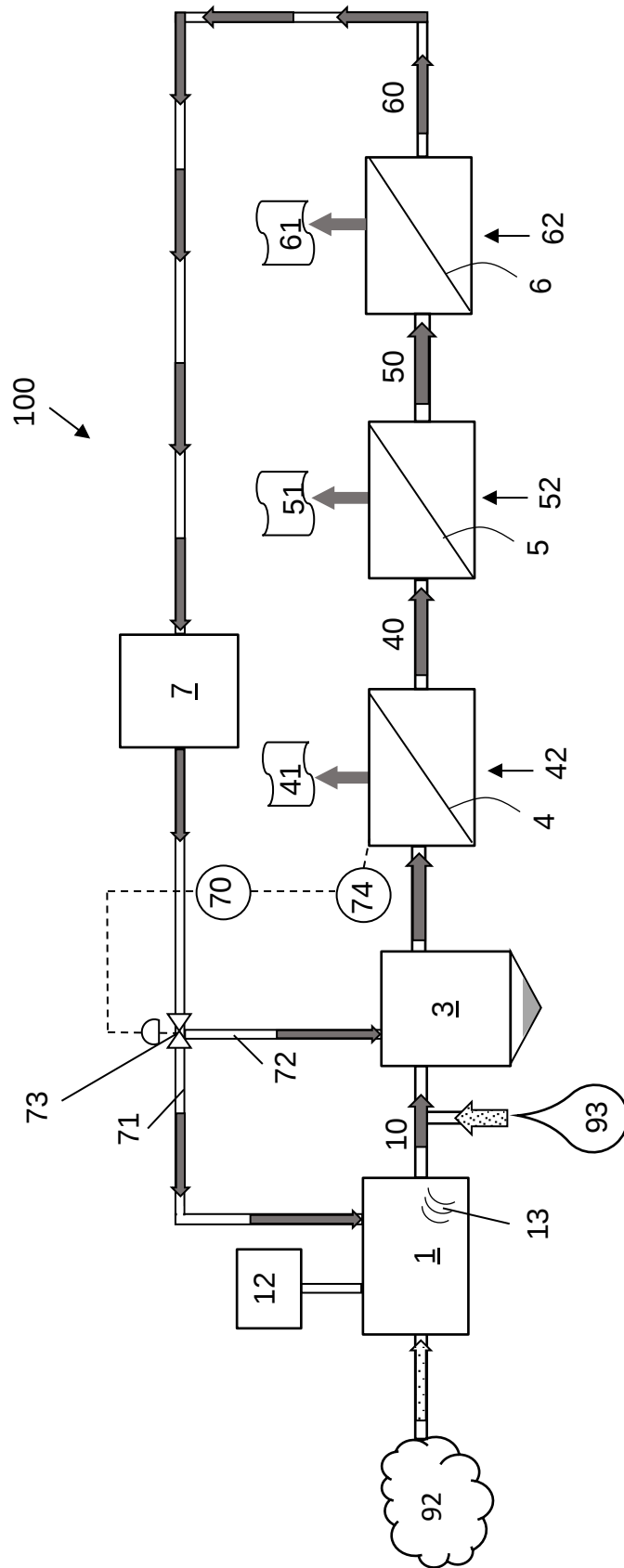


Fig. 5