

ÍNDICE

| | |
|---|------|
| DEDICATORIA | II |
| AGRADECIMIENTOS | III |
| RESUMEN | IV |
| ABSTRACT | V |
| ÍNDICE..... | VI |
| ÍNDICE DE TABLAS..... | IX |
| ÍNDICE DE FIGURAS | XI |
| ÍNDICE DE ILUSTRACIONES | XII |
| ÍNDICE DE GRÁFICOS | XII |
| NOMENCLATURA..... | XIII |
| CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN..... | 1 |
| 1.1 ANTECEDENTES Y MOTIVACIÓN..... | 2 |
| 1.2 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA..... | 2 |
| 1.3 SOLUCIÓN PROPUESTA | 3 |
| 1.4 OBJETIVO GENERAL..... | 4 |
| 1.5 OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 4 |
| 1.6 ALCANCES DEL PROYECTO | 5 |
| 1.7 METODOLOGÍA Y HERRAMIENTAS UTILIZADAS..... | 5 |
| 1.7 RESULTADOS ESPERADOS..... | 6 |
| 1.8 ORGANIZACIÓN DEL DOCUMENTO | 6 |
| CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO..... | 7 |
| 2.1 EL SECTOR DE ACEITE DE OLIVA EN CHILE | 8 |
| 2.1.1 Superficie plantada en Chile..... | 9 |
| 2.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE OLIVA | 10 |
| 2.3 SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA DE ACEITE DE OLIVA | 12 |
| 2.3.1 Alpechín subproducto seleccionado | 13 |
| 2.4 TECNOLOGÍAS DE MEMBRANAS | 14 |
| 2.4.1 Modos de filtración..... | 15 |
| 2.4.1.1 Filtración frontal | 15 |
| 2.4.1.2 Filtración tangencial | 16 |
| 2.4.2 Módulos proceso de separación por membrana | 16 |
| 2.4.2.1 Módulos tubulares | 17 |
| 2.4.3 Aplicaciones | 18 |

| | |
|---|----|
| 2.5 PROCESOS CONVENCIONALES DE SEPARACIÓN POR MEMBRANAS | 19 |
| 2.5.1 Micro-Filtración | 19 |
| 2.5.2 Ultra-Filtración | 20 |
| 2.5.3 Nano-Filtración..... | 20 |
| 2.6 PROCESOS NO CONVENCIONALES DE SEPARACIÓN POR MEMBRANAS | 21 |
| 2.6.1 Destilación por membrana..... | 21 |
| 2.6.2 Pervaporación | 22 |
| 2.6.3 Perstracción | 22 |
| 2.7 PRINCIPIO DEL PROCESO DE DESTILACIÓN OSMÓTICA | 22 |
| 2.7.1 Modelación de la transferencia de masa en el proceso..... | 24 |
| 2.7.2 PREDICCIÓN DE LA ACTIVIDAD DE AGUA | 26 |
| 2.8 COMPUESTOS VALIOSOS A OBTENER DESDE EL TRATAMIENTO DEL ALPECHÍN | 28 |
| 2.8.1 Antocianinas | 28 |
| 2.8.2 Polifenoles | 28 |
| 2.9 MÉTODOS QUÍMICOS PARA DETERMINAR LA CAPACIDAD ANTIOXIDANTE DEL ALPECHÍN | 30 |
| 2.9.1 Determinación de antocianinas totales (AT) | 30 |
| 2.9.2 Determinación de polifenoles totales (PT) | 31 |
| 2.9.2.1 Preparación de la curva de calibración | 31 |
| 2.9.3 Medición de Sólidos solubles (SS)..... | 33 |
| CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 34 |
| 3.1 EQUIPO EXPERIMENTAL..... | 35 |
| 3.2 PROCESO DE MICROFILTRACIÓN (MF) | 37 |
| 3.2.1 Microfiltración cloruro de calcio (CaCl_2)..... | 37 |
| 3.2.2 Microfiltración Alpechín | 38 |
| 3.2.3 Medición del flujo transmembrana..... | 38 |
| 3.3 PROCESO DE DESTILACIÓN OSMÓTICA..... | 39 |
| 3.3.1 Descripción de las pruebas experimentales realizadas | 42 |
| 3.3.2 Medición del flujo evaporativo de agua | 44 |
| CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN | 45 |
| 4.1 PROCESO DE MICROFILTRACIÓN | 46 |
| 4.1.1 Flujo transmembrana | 46 |
| 4.1.1.1 Flujo transmembrana MF cloruro de calcio | 46 |
| 4.1.1.2 Flujo transmembrana MF alpechín..... | 48 |

| | |
|---|-----|
| 4.1.2 Medición de antocianinas totales..... | 49 |
| 4.1.2.1 Medición de antocianinas totales muestra inicial de alpechín y proceso de microfiltrado | 49 |
| 4.1.3 Medición de polifenoles totales..... | 50 |
| 4.1.3.1 Medición de polifenoles totales muestra inicial y microfiltración | 50 |
| 4.1.4 Otras mediciones | 52 |
| 4.2 DESTILACIÓN OSMÓTICA | 53 |
| 4.2.1 Flujo evaporativo..... | 53 |
| 4.2.2 Medición de antocianinas | 56 |
| 4.2.2.1 Medición de antocianinas de las pruebas de DO realizadas | 56 |
| 4.2.3 Medición de polifenoles totales | 57 |
| 4.2.3.1 Medición de polifenoles totales de las pruebas de DO realizadas..... | 57 |
| 4.2.4 Otras mediciones | 60 |
| 4.2.5 Comportamiento de la cinética de evaporación del agua | 61 |
| 4.3 SIMULACIÓN COMPUTACIONAL | 66 |
| CONCLUSIONES..... | 71 |
| CONCLUSIONES | 72 |
| REFERENCIAS | 74 |
| ANEXOS | 77 |
| ANEXO 1 | 78 |
| ANEXO 2 | 83 |
| ANEXO 3 | 84 |
| ANEXO 4 | 85 |
| ANEXO 5 | 86 |
| ANEXO 6 | 94 |
| ANEXO 7 | 95 |
| ANEXO 8 | 96 |
| ANEXO 9 | 97 |
| ANEXO 10 | 100 |
| ANEXO 11 | 103 |
| ANEXO 12 | 104 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla 1. Principales aplicaciones de los procesos por membranas. | 19 |
| Tabla 2 Medición absorbancia curva de calibración | 32 |
| Tabla 3 Equipos utilizados para la destilación osmótica..... | 35 |
| Tabla 4 Materiales utilizados para la destilación osmótica | 36 |
| Tabla 5 Reactivos utilizados para la destilación osmótica | 36 |
| Tabla 6. Características módulo destilación osmótica..... | 40 |
| Tabla 7. Condiciones de operación proceso de destilación osmótica..... | 42 |
| Tabla 8. Medición de absorbancia promedio para PT muestra inicial, permeado MF y retenido MF. | 51 |
| Tabla 9. Concentración de polifenoles totales en la MI, permeado MF y retenido MF con el error asociado a su medición. | 51 |
| Tabla 10. Variación de pH, °Brix y TDS en la MI, permeado MF y retenido MF. | 53 |
| Tabla 11. Medición de absorbancia promedio de las pruebas de DO a 765 Nm. | 58 |
| Tabla 12. Polifenoles totales del alpechín de oliva después de su concentración mediante DO. | 59 |
| Tabla 13. Variación de pH, °Brix y TDS en la destilación osmótica. | 61 |
| Tabla 14. Resumen de pruebas de DO a distintas condiciones de operación..... | 61 |
| Tabla 15. Proceso microfiltración cloruro de calcio 50%. | 83 |
| Tabla 16. Proceso microfiltración cloruro de calcio 60%. | 84 |
| Tabla 17. Proceso de microfiltración alpechín. | 85 |
| Tabla 18. Medición proceso DO prueba 1..... | 86 |
| Tabla 19. Medición proceso DO prueba 2..... | 87 |
| Tabla 20. Medición proceso DO prueba 3..... | 88 |
| Tabla 21. Medición proceso DO prueba 4..... | 89 |
| Tabla 22. Medición proceso DO prueba 5..... | 90 |
| Tabla 23. Medición proceso DO prueba 6..... | 91 |
| Tabla 24. Medición proceso DO prueba 7..... | 92 |
| Tabla 25. Medición proceso DO prueba .8..... | 93 |
| Tabla 26. Medición absorbancia AT muestra inicial a 515 nm..... | 94 |
| Tabla 27. Medición absorbancia AT permeado MF a 515 nm..... | 94 |

| | |
|---|-----|
| Tabla 28. Medición absorbancia AT retenido MF a 515 nm..... | 94 |
| Tabla 29. Medición absorbancia AT muestra inicial a 700 nm..... | 95 |
| Tabla 30. Medición absorbancia AT permeado MF a 700 nm..... | 95 |
| Tabla 31. Medición absorbancia AT retenido MF a 700 nm..... | 95 |
| Tabla 32. Medición absorbancia PT muestra inicial, permeado MF y retenido MF a 765 nm. | 96 |
| Tabla 33. Medición absorbancia AT proceso DO 1 a 515 nm. | 97 |
| Tabla 34. Medición absorbancia AT proceso DO 2 a 515 nm. | 97 |
| Tabla 35. Medición absorbancia AT proceso DO 3 a 515 nm. | 97 |
| Tabla 36. Medición absorbancia AT proceso DO 4 a 515 nm. | 98 |
| Tabla 37. Medición absorbancia AT proceso DO 5 a 515 nm. | 98 |
| Tabla 38. Medición absorbancia AT proceso DO 6 a 515 nm. | 98 |
| Tabla 39. Medición absorbancia AT proceso DO 7 a 515 nm. | 99 |
| Tabla 40. Medición absorbancia AT proceso DO 8 a 515 nm. | 99 |
| Tabla 41. Medición absorbancia AT proceso DO 1 a 700 nm. | 100 |
| Tabla 42. Medición absorbancia AT proceso DO 2 a 700 nm. | 100 |
| Tabla 43. Medición absorbancia AT proceso DO 3 a 700 nm. | 100 |
| Tabla 44. Medición absorbancia AT proceso DO 4 a 700 nm. | 101 |
| Tabla 45. Medición absorbancia AT proceso DO 5 a 700 nm. | 101 |
| Tabla 46. Medición absorbancia AT proceso DO 6 a 700 nm. | 101 |
| Tabla 47. Medición absorbancia AT proceso DO 7 a 700 nm. | 102 |
| Tabla 48. Medición absorbancia AT proceso DO8 a 700 nm. | 102 |
| Tabla 49. Medición absorbancia PT procesos de DO a 765 nm..... | 103 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1. Diagrama de flujo de las distintas operaciones que se realizan en cada uno de los tres procesos de extracción de aceite de oliva..... | 11 |
| Figura 2. Diagrama de flujo para la obtención de la solución concentrada..... | 14 |
| Figura 3. Esquema de la separación mediante la tecnología de membranas..... | 15 |
| Figura 4. Filtración perpendicular (a) y tangencial (b)..... | 16 |
| Figura 5. Principio de funcionamiento de un módulo de membranas..... | 16 |
| Figura 6. Esquema representativo de una destilación por membranas..... | 21 |
| Figura 7. Esquema de los fenómenos de transporte con los perfiles de concentración a través de la membrana..... | 23 |
| Figura 8. Esquema del proceso de DO..... | 41 |
| Figura 9. Flujo evaporativo del proceso de DO del alpechín para una temperatura de 30°C. (a) 2 L/min 50%, (b) 2 L/min 60%, (c) 1,5 L/min 50%, (d) 1,5 L/min 60%..... | 54 |
| Figura 10. Flujo evaporativo del proceso de DO del alpechín para una temperatura de 40°C. (a) 2 L/min 50%, (b) 2 L/min 60%, (c) 1,5 L/min 50%, (d) 1,5 L/min 60%..... | 55 |
| Figura 11. Comportamiento de la reducción de volumen del alpechín en el tiempo para una temperatura de 30°C. (a) 2 L/min, (b) 1,5 L/min..... | 63 |
| Figura 12. Comportamiento de la reducción de volumen del alpechín en el tiempo para una temperatura de 40°C. (a) 2 L/min, (b) 1,5 L/min..... | 64 |
| Figura 13. Comparación de la reducción de volumen experimental (rojo) y simulado (azul) para diferentes concentraciones y flujos en las pruebas de DO a 30 °C..... | 67 |
| Figura 14. Comparación de la reducción de volumen experimental (rojo) y simulado (azul) para diferentes concentraciones y flujos en las pruebas de DO a 40 °C..... | 68 |
| Figura 15. Simulación numérica del %p/p (a), flujo transmembrana (b), actividad de agua (c) y fracciones másicas (d) del alpechín (verde) y salmuera (rojo) para diferentes concentraciones y flujos durante las pruebas de DO a 30 °C..... | 69 |
| Figura 16. Simulación numérica del %p/p (a), flujo transmembrana (b), actividad de agua (c) y fracciones másicas (d) del alpechín (verde) y salmuera (rojo) para diferentes concentraciones y flujos durante las pruebas de DO a 40 °C..... | 70 |

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

| | |
|---|----|
| Ilustración 1. Procesos de separación por membranas convencionales..... | 20 |
| Ilustración 2 Preparación de la curva de calibración..... | 32 |
| Ilustración 3 Membrana microfiltración..... | 37 |
| Ilustración 4. Módulo de destilación osmótica liqui-cel 1.7x5.5. | 39 |
| Ilustración 5. Bomba peristáltica MASTERFLEX..... | 40 |
| Ilustración 6. Bomba de diafragma SHURflo 8090-802-278..... | 41 |
| Ilustración 7. Sistema de destilación osmótica..... | 43 |
| Ilustración 8. Prueba cromatográfica del retenido MF (izquierda), permeado MF (derecha). | 50 |
| Ilustración 9. Comparativa entre la muestra inicial (izquierda), retenido MF (centro) y permeado MF (derecha)..... | 53 |
| Ilustración 10. Prueba cromatográfica DO 8 (izquierda) y DO 1 (derecha). | 57 |
| Ilustración 11. Comparativa alpechín microfiltrado (izquierda) y alpechín concentrado mediante DO (derecha)..... | 65 |

ÍNDICE DE GRÁFICOS

| | |
|---|----|
| Gráfico 1. Evolución de la superficie plantada para la producción de aceite 2006-2015. | 9 |
| Gráfico 2. Proyección de la superficie plantada de olivos en Chile..... | 10 |
| Gráfico 3 Curva de calibración..... | 33 |
| Gráfico 4. Flujo transmembrana proceso de microfiltración del cloruro de calcio al 50%.. | 46 |
| Gráfico 5. Flujo transmembrana proceso de microfiltración del cloruro de calcio al 60%.. | 47 |
| Gráfico 6. Medición de ensuciamiento de la membrana en el proceso de microfiltración del alpechín..... | 48 |
| Gráfico 7. Comparación de la concentración de PT en la MI, permeado MF y retenido MF. | 52 |
| Gráfico 8. Comparación de la concentración de PT en proceso de destilación osmótica. ... | 60 |

NOMENCLATURA

NOMENCLATURA LETRAS LATINAS

| | | |
|--------------------------------|--------------------------------------|--|
| A | Área | (L ²) |
| C _a Cl ₂ | Cloruro de calcio | |
| D | Difusividad | (L s ⁻²) |
| DO | Destilación osmótica | |
| J | Flujo de transferencia de masa | (mol s ⁻¹) |
| J | Flujo de transmembrana | (kg/L ² h) |
| K | Coeficiente de transferencia de masa | (mol L ⁻² s ⁻¹) |
| L | Longitud específica | (L) |
| MF | Microfiltración | |
| P | Presión | (Pa) |
| P _w | Presión parcial del agua | (Pa) |
| Q | Caudal volumétrico | (L ³ s ⁻¹) |
| R | Constante universal de los gases | (8.314 J mol ⁻¹ K ⁻¹) |
| Re | Número de Reynolds | (adimensional) |
| Sh | Número de Sherwood | (adimensional) |
| Sc | Número de Schmidt | (adimensional) |
| SS | Sólidos solubles | (°Brix) |
| T | Temperatura | (°C, K) |
| TDS | Sólidos totales disueltos | (ppm, ppt) |

| | | |
|-----|----------------|---------------------------|
| V | Volumen | (L, ml, cm ³) |
| v | Velocidad | (L s ⁻¹) |
| X | Fracción molar | (adimensional) |
| [] | Concentración | (kg/L) |

NOMENCLATURA LETRAS GRIEGAS

| | | |
|------------|-------------|-----------------------|
| ϵ | Porosidad | (adimensional) |
| τ | Tortuosidad | (adimensional) |
| δ | Espesor | (L) |
| ρ | Densidad | (kg L ⁻¹) |

NOMENCLATURA SUBÍNDICES

| | |
|---|--|
| 1 | Referido a la capa límite de la solución de alimentación |
| 2 | Referido a la membrana |
| 3 | Referido a la capa límite del líquido extractante |
| W | Agua |
| A | Aire |