

03-040

PRELIMINARY DESIGN OF A PILOT PLANT FOR PRODUCTION OF SYRUP FROM CAROB

Marquino Fernández, Lidia⁽¹⁾; Sancho Fernández, María⁽¹⁾; Arnal Arnal, José Miguel⁽¹⁾; García Fayos, Beatriz⁽¹⁾

⁽¹⁾Universitat Politècnica València

Carob is a fruit with multiple uses as a raw material. Due to the high content of antioxidant substances in the pulp, and its water absorption capacity, numerous investigations have been carried out with respect to obtaining natural food preservatives. In fact, its major component, sucrose, offers a wide range of possibilities in terms of obtaining sweetening products (syrup) for human consumption.

In this work the preliminary design of a pilot plant for production of syrup from carob's pulp is presented. The process is composed of five steps: conditioning of the raw material, solid-liquid extraction, purification and concentration of extract, and conditioning of the final product.

As the extraction is the most important phase, its design is based on solid-liquid extraction laboratory experiments carried out in order to study the influence of some variables such as particle size and pH. The design of the rest of the phases has been based on the information gathered from existing bibliography about carob's components extraction.

Keywords: *Syrup; Plant design; Carob; Solid-liquid extraction*

DISEÑO PRELIMINAR DE UNA PLANTA PILOTO PARA LA OBTENCIÓN DE SIROPE A PARTIR DE ALGARROBA

La algarroba es un fruto que tiene múltiples usos como materia prima. Debido al alto contenido de sustancias antioxidantes de la pulpa y de su capacidad de absorción de agua, se han llevado a cabo bastantes investigaciones sobre la obtención de conservantes naturales. De hecho, su componente prioritario, la sacarosa, ofrece numerosas posibilidades en cuanto a la obtención de productos edulcorantes (sirope) para el consumo humano.

En este trabajo se presenta el diseño preliminar de una planta piloto para la obtención del sirope a partir de la pulpa de algarroba, el cual consta de cinco etapas principales: acondicionamiento de la materia prima, extracción sólido-líquido, purificación del extracto, concentración del mismo, y acondicionamiento del producto final.

Ya que la extracción es la etapa más importante, su diseño está basado en una serie de pruebas experimentales de extracción sólido-líquido, realizadas con el fin de estudiar la influencia de distintas variables como el tamaño de partícula y el pH. El diseño del resto de etapas se ha basado en la información recabada de la bibliografía existente sobre extracción de componentes de la algarroba.

Palabras clave: *Sirope; Diseño de planta; Algarroba; Extracción sólido-líquido*

Correspondencia: msanchof@iqn.upv.es

1. Introducción

El algarrobo mediterráneo, también llamado *Ceratonia Siliqua*, es un árbol capaz de crecer en diversos ambientes climáticos, pero tradicionalmente se ha cultivado en mayor proporción en los países de la cuenca Mediterránea (Alzate Tamayo, Arteaga González, & Jaramillo Garcés, 2008).

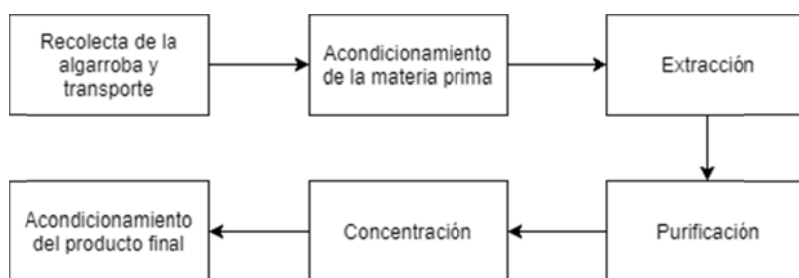
España es el principal productor europeo, más concretamente las zonas costeras del mediterráneo (Biner, Gubbuk, Karhan, Aksu, & Pekmezci, 2007). De ahí que en la Comunidad Valenciana se pueda disponer de la algarroba como materia prima para su uso en diferentes campos como pienso para ganado, jarabes o la producción del garrofín, una goma vegetal tipo galactomanano extraída de las semillas del algarrobo.

Del fruto del algarrobo se diferencian dos partes fundamentales: la pulpa, con un 90% en peso y la semilla, 10 % en peso (El Batal, et al., 2016). La composición química del mismo depende de su variedad, origen y condiciones ambientales en las que se ha cultivado, aun así, la algarroba es una fuente importante de bajo coste de componentes fenólicos y carbohidratos monosacáridos y disacáridos. Estudios previos han confirmado que extractos de la hoja de algarrobo y de la pulpa de su fruto reducen la viabilidad de diferentes líneas celulares de cáncer (Corsi, et al., 2002).

Es importante destacar que entre un 40 y un 60% de la pulpa de la algarroba es azúcar, principalmente sacarosa, la cual constituye un 30 %, con cantidades inferiores de glucosa y fructosa en proporción variable. Además, la cantidad de azúcar también depende de si la algarroba ha sido cultivada o se trata de algarroba salvaje obteniéndose cantidades de 437 ± 77 g/kg de peso seco en la algarroba salvaje y 531 ± 93 g/kg de peso seco en la cultivada (Biner, Gubbuk, Karhan, Aksu, & Pekmezci, 2007). El hecho de que la pulpa sea rica en azúcares y disponga de un bajo contenido en proteínas (3-4%) y lípidos (0.4-0.8%) (Biner, Gubbuk, Karhan, Aksu, & Pekmezci, 2007) hacen que sea una materia prima adecuada para la producción de sirope edulcorante.

En la Figura 1 se muestran las etapas generales que se han de realizar en la producción de sirope a partir de la algarroba.

Figura 1: Esquema de las fases generales de obtención de sirope de algarroba



En primer lugar, será necesario realizar la recolección del fruto. Tanto el lugar de recolección como el momento de su recogida, dependerá del grado de madurez del fruto y de las condiciones medioambientales. En segundo lugar, se ha de realizar un acondicionamiento de la materia prima para eliminar componentes externos tales como tierra u hojas y para separar las semillas, ya que la materia prima de interés para el proceso es la pulpa.

Para la extracción será necesario definir las condiciones de trabajo como: disolvente a utilizar, temperatura, presión y método de extracción.

Tras la extracción se obtiene un jarabe que está muy lejos aún de cumplir con los requisitos estipulados para el sirope deseado. Para ello se realizan dos fases fundamentales: purificación y concentración. La fase de purificación del extracto tiene como finalidad eliminar cualquier impureza y la de concentración se lleva a cabo para alcanzar así las propiedades, la densidad y la textura características de los siropes.

Por último, es fundamental realizar un acondicionamiento del producto final antes de su lanzamiento al mercado. En este proceso se tiene en cuenta la desinfección del producto y de su envasado.

2. Objetivos

El objetivo principal de este estudio es la realización del diseño preliminar de una planta piloto para la obtención de sirope de algarroba prácticamente libre de otros compuestos que no sean sacarosa, fructosa y glucosa.

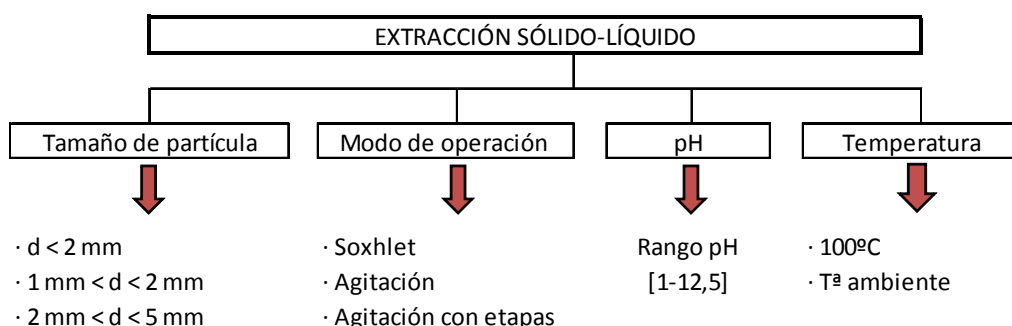
Puesto que la etapa de extracción es la más importante de todas, se ha llevado a cabo el desarrollo experimental del proceso de extracción sólido-líquido, con el fin de estudiar la influencia de distintas condiciones de trabajo (tamaño de partícula, método de contacto, pH y temperatura). A partir de los resultados obtenidos de las pruebas experimentales se puede realizar la selección de las condiciones de trabajo y el método a emplear en la fase de extracción.

Para completar el diseño preliminar de la planta piloto, la selección del resto de etapas del proceso se lleva a cabo a través de la información recabada de una búsqueda bibliográfica.

3. Metodología

Para el diseño preliminar de la etapa de extracción sólido líquido se llevó a cabo un estudio experimental a escala laboratorio con el fin de analizar el comportamiento del sistema en diferentes condiciones de trabajo (Figura 2).

Figura 2: Factores de estudio a escala laboratorio para la etapa de extracción



Los factores de estudio fueron los siguientes: el tamaño de partícula (d), el modo de operación, el pH y la temperatura. En la Figura 2 se pueden observar los valores de estudio de cada uno de estos factores. El disolvente utilizado en todas las extracciones fue agua osmotizada.

La metodología empleada en la fase experimental se resume en cuatro etapas generales: acondicionamiento de la muestra, extracción, análisis de la muestra y conservación de la misma, las cuales se describen a continuación.

3.1. Acondicionamiento de la muestra

La materia prima fue proporcionada por la empresa Fruitsecs de Chiva (Valencia), en forma de pulpa de algarroba triturada sin semillas. Para el acondicionamiento de la muestra se llevó a cabo en primer lugar una reducción del tamaño de partícula mediante un molinillo eléctrico. Los tamaños de partícula se seleccionaron mediante tamices manuales de 1 mm, 2 mm y 5 mm.

Antes de proceder con cada estudio, se realizó un lavado de la muestra mediante agua osmotizada utilizando un ratio de 2:1 (ml de agua : g de algarroba), y un posterior secado en estufa a 50 °C hasta peso constante para eliminar la humedad. La materia así limpia se almacena hasta su uso en un desecador.

3.2. Estudio de la influencia del tamaño de partícula

En primer lugar se llevó a cabo un estudio de la influencia del tamaño de partícula (d) realizando una extracción sólido-líquido mediante Soxhlet con tres tamaños diferentes de partícula: $d < 2$ mm, $1\text{mm} < d < 2\text{mm}$, $2\text{ mm} < d < 5$ mm.

Para el estudio mediante Soxhlet se utilizaron 20 g de pulpa de algarroba seca y se introdujeron 400 ml de agua osmotizada en el matraz. La cámara de extracción utilizada fue de 125 ml de volumen. La temperatura medida en dicha cámara durante la extracción fue entre 84 y 86°C.

La hipótesis planteada para este estudio es que se produce una mayor extracción en los ensayos realizados con el tamaño de partícula más pequeño ya que aumenta la superficie específica, y como consecuencia también aumenta la transferencia de materia. Aun así se ha demostrado en anteriores ocasiones que tamaños muy pequeños de partícula pueden ocasionar el apelmazamiento de la materia y disminuir el rendimiento de la extracción (Geankoplis, 1998), por lo que es importante definir el tamaño más adecuado para realizar la extracción.

3.3. Estudio de la influencia del modo de operación

Se realizó un estudio para conocer, de entre tres modos diferentes de operación, con cuál se obtenía un mayor rendimiento de extracción. Los tres modos de operación ensayados fueron la extracción Soxhlet, agitación con etapas y agitación sin etapas.

Todos los métodos se llevaron a cabo con un tamaño de partícula de partícula inferior a 2 mm de diámetro y con agua osmotizada como disolvente.

En el caso de la extracción Soxhlet se tomó muestra tras cada descarga y en el caso de la extracción mediante agitación con etapas, cada 5 minutos.

El método de agitación mediante etapas se realizó introduciendo directamente 20 g de pulpa de algarroba seca en un matraz de tres bocas junto con 125 ml de disolvente. Se fue extrayendo y analizando muestras cada 5 minutos. Cuando el valor de grados BRIX se mantuvo constante, se añadieron otros 125 ml de disolvente más al matraz y se repitió el mismo procedimiento.

Para el método de agitación sin etapas se utilizó un matraz Erlenmeyer de 500 ml en el que se introdujeron 250 ml de disolución (agua osmotizada) y 20 g de pulpa seca. Mediante un agitador magnético, se mantuvo la agitación de la mezcla durante tres horas. Para la obtención de resultados, se tomó muestra cada 10 minutos.

3.4. Estudio de la influencia del pH

Se llevaron a cabo ensayos para comprobar si el pH influye sobre la obtención del extracto de algarroba mejorando la eficiencia de extracción. La hipótesis principal planteada es que el cambio de pH de la disolución afectará a la estructura de la materia

actuando directamente sobre la celulosa, hemicelulosa y enlaces que unen la lignina, facilitando así la extracción de componentes (Carvalho, Duarte, & M Gírio, 2008).

La metodología empleada consiste en introducir en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, 250 ml de disolución junto a 20 g de pulpa seca y un imán de agitación. Se sitúa el matraz sobre un agitador magnético y se mantiene la mezcla en agitación durante 3 horas en vitrina de gases. Más de tres horas no es recomendable puesto que se puede producir la inversión de la sacarosa (Sanjuan Díaz, 1997).

El ensayo se llevó a cabo con un total de 11 disoluciones de valores diferentes de pH, en un rango entre 1 y 12,5. Las disoluciones ácidas se obtuvieron mediante la adición de ácido nítrico (HNO_3) y las básicas con sosa (NaOH).

Tras las tres horas de contacto se separa el líquido del sólido mediante una filtración con papel de filtro, y posteriormente se centrifuga la muestra durante 10 minutos a 12500 rpm y 4°C de temperatura para eliminar los sólidos en suspensión. Del extracto final sin sólidos en suspensión se toma la muestra para la posterior medición.

3.5. Estudio de la influencia de la temperatura

Se llevaron a cabo dos ensayos diferentes para conocer el efecto de la temperatura en la extracción. Las extracciones se realizaron en medio neutro, con un tamaño de partícula de diámetro inferior a 2 mm y mediante agitación mecánica durante una hora. Se introdujeron 20 g de pulpa seca en 250 ml de disolución manteniendo una de las extracciones a temperatura ambiente durante el proceso y la otra a 100°C.

3.6. Análisis de las muestras

Para el análisis de las muestras obtenidas en los procesos experimentales correspondientes se hace uso del equipo Digital Refractometer RX-5000 de la marca ATAGO. Este refractómetro viene equipado con la escala BRIX siendo el índice de refracción del agua ($n_D=1,33299$) el usado como referencia (0%).

Los grados BRIX miden el porcentaje en peso de la cantidad de sacarosa que hay en una disolución en el Sistema Internacional de Unidades. Cuando una muestra de extracto de vegetales es analizada mediante este refractómetro, los grados BRIX que se indican en la pantalla del dispositivo son consistentes con la cantidad de Sólidos Totales Disueltos (%) (STD) que contiene el extracto.

El índice de refracción de un mismo material puede variar con la temperatura por eso es importante realizar todas las mediciones en el mismo rango de temperatura, con lo que antes de realizar las mediciones las muestras se mantenían en un baño de agua de red.

Para la realización de este análisis es necesario que las muestras no contengan sólidos en suspensión, para ello son filtradas y centrifugadas a 12500 rpm durante 10 minutos a 4°C de temperatura antes de medirlas en el refractómetro.

3.7. Conservación de las muestras

Los extractos líquidos obtenidos se conservaron congelados a -1°C después de ser filtrados.

Las muestras sólidas, tanto de después del acondicionamiento como de después de las extracciones, se almacenaron en recipientes metálicos dentro de un desecador para evitar la absorción de humedad.

4. Resultados

Para la realización de la discusión de resultados se hace uso de los parámetros representativos de la evolución el sistema de extracción que son, por un lado, la eficiencia de la extracción, calculada según la ecuación (1), que relaciona los °Brix de cada etapa ($Brix_i$) respecto a los de la anterior ($Brix_{i-1}$), frente a los °Brix finales alcanzados. Y, por otro lado, el rendimiento (ecuación 2), definido como la relación entre los sólido totales disueltos (STD) del extracto y la masa total en gramos de pulpa seca introducida.

$$Eficiencia (\%) = \frac{Brix_i - Brix_{i-1}}{Brix_{Finales}} \cdot 100 \quad (1)$$

$$Rendimiento(\%) = \frac{STD \text{ en el extracto}}{\text{Gramos de pulpa seca introducidos}} \cdot 100 \quad (2)$$

Para poder expresar la masa de sólidos totales disueltos que hay en el extracto se ha considerado que la densidad del extracto es 1 g/ml.

4.1. Influencia del tamaño de partícula

En la Tabla 1 se muestran los resultados de los ensayos mediante Soxhlet en los que se estudió la influencia del tamaño de partícula. Como se muestra en dicha Tabla 1, el rendimiento de extracción aumenta conforme disminuye el tamaño de partícula. A la vista de los resultados obtenidos, se seleccionará un tamaño de partícula de diámetro inferior a 2 mm, como condición de trabajo en la fase de extracción del proceso.

Tabla 1: Influencia del tamaño de partícula

Tamaño	Etapas eficaces	Materia extraída en dichas etapas	Porcentaje con respecto al total de materia que se puede extraer	Rendimiento
d < 2 mm	6	12,67 g	91,22%	63,35%
1 mm < d < 2 mm	5	12,00 g	91,74%	60,00%
2 mm < d < 5 mm	5	11,53 g	91,87%	57,65%

4.2. Estudio de la influencia del modo de operación

En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos en los ensayos realizados con el fin de conocer la influencia del modo de operación en la extracción.

Tabla 2: Estudio de los diferentes métodos usado

	Máximo rendimiento (%)	Tiempo (min)
Soxhlet	69,47	429
Agitación con etapas	86,50	390
Agitación sin etapas	50,92	180

A la vista de los resultados, se descartan los métodos de extracción Soxhlet y de agitación sin etapas frente al método de agitación con etapas por los menores valores de máximo rendimiento alcanzados en los tiempos de operación.

Mediante una agitación sin etapas, se obtiene un rendimiento del 50,92% en 180 minutos, teniendo en cuenta que tras una hora de agitación ya se obtuvo un valor de 50,2%, se puede concluir que, por mucho que se prolongue la agitación, no es posible obtener el mismo valor de rendimiento que mediante el método de agitación con etapas, con el que se llega a obtener un rendimiento máximo del 86.5%.

Gracias al estudio de la evolución del sistema también se pudo observar que era posible reducir el tiempo entre adiciones de disolvente nuevo a un tiempo entre 10 y 15 minutos, reduciendo además el número de etapas, sin disminuir el rendimiento del proceso.

Así pues, el método a utilizar en la fase de extracción del proceso será la extracción mediante agitación con etapas añadiendo un nuevo volumen de disolvente cada 10 – 15 minutos, y realizando un total de 4 etapas.

4.3. Estudio de la influencia del pH

Respecto a los ensayos de pH, no se observó gran diferencia entre la cantidad de materia extraída en un rango de pH de entre 1 y 11,9. Eso quiere decir que el pH no ejerce gran influencia sobre la extracción de azúcares. Este comportamiento probablemente puede estar relacionado con la capacidad amortiguadora del sistema (Petit & Pinilla, 1995).

A pH 12,5 se observó un gran aumento de la cantidad de materia disuelta alcanzando los 19,67 g extraídos. Esto es debido a que la agresividad del ambiente hace que, en vez de extraer los elementos de interés, se disuelva la lignina de las paredes vegetales (Carvalho, Duarte, & M Gírio, 2008).

A pH 1 también se pudo observar un ligero aumento en la cantidad de materia extraída pero no lo suficientemente como para que sea determinante en la elección del rango de pH de trabajo dentro del proceso.

Puesto que la influencia del pH no es significativa, bastaría con realizar la extracción del proceso a pH neutro o al mismo pH al que se encuentre el disolvente, no siendo necesario modificarlo.

4.4. Estudio de la influencia de la temperatura

Tras una hora de agitación de la muestra a temperatura ambiente, se obtuvo un rendimiento de extracción del 50,92% mientras que a 100°C el rendimiento fue de 56,56%.

Se observa un mayor rendimiento a alta temperatura, pero esta mejora de rendimiento de un 6% es probable que no compensara el gasto económico que conlleva mantener el disolvente a esa temperatura durante el proceso de extracción, por lo tanto se concluye que realizando la extracción a temperatura ambiente se puede obtener igualmente buenos resultados de rendimiento.

4.5. Diseño preliminar de la planta piloto para la producción de sirope de algarroba

El objetivo del proceso a diseñar es obtener el jugo procedente de la extracción sólido-líquido de la pulpa de algarroba utilizando agua como disolvente, y tratarlo hasta el punto de conseguir un producto que sea transparente en su forma diluida y de un color claro en su forma concentrada, habiendo eliminado los compuestos que aportan al extracto las características negativas de color, olor fuerte y sabor amargo.

El producto final obtenido debe contener principalmente sacarosa, fructosa y glucosa, lo que le dará al sirope unas características edulcorantes comparables al azúcar cristalizado y líquido obtenido a partir de la caña de azúcar y la remolacha.

El diagrama de bloques de este proceso se puede observar en la Figura 3. La definición de las etapas está basada en los ensayos experimentales de extracción realizados, y en la búsqueda bibliográfica en el caso de las etapas no estudiadas experimentalmente. De todas las alternativas encontradas en la literatura se han seleccionado las consideradas más adecuadas en base a criterios operativos, económicos y de seguridad. A continuación se describe el diseño realizado.

El transporte y almacenamiento de algarroba debe cumplir obligatoriamente la normativa estipulada en el *Reglamento (CE) 1831/2003 del Parlamento Europeo y del Consejo de 22 de octubre de 2003 por el que se fijan los requisitos en materia de higiene de los piensos*.

En primer lugar se realiza un control de calidad en el momento de la recepción de la materia prima para asegurar que los niveles de humedad no superan el 18% antes de ser almacenada. La algarroba se almacena separada de la materia transformada y de los aditivos con el fin de evitar cualquier contaminación cruzada. Si la materia no cumple con los niveles de humedad especificados, se hace pasar por un túnel de secado

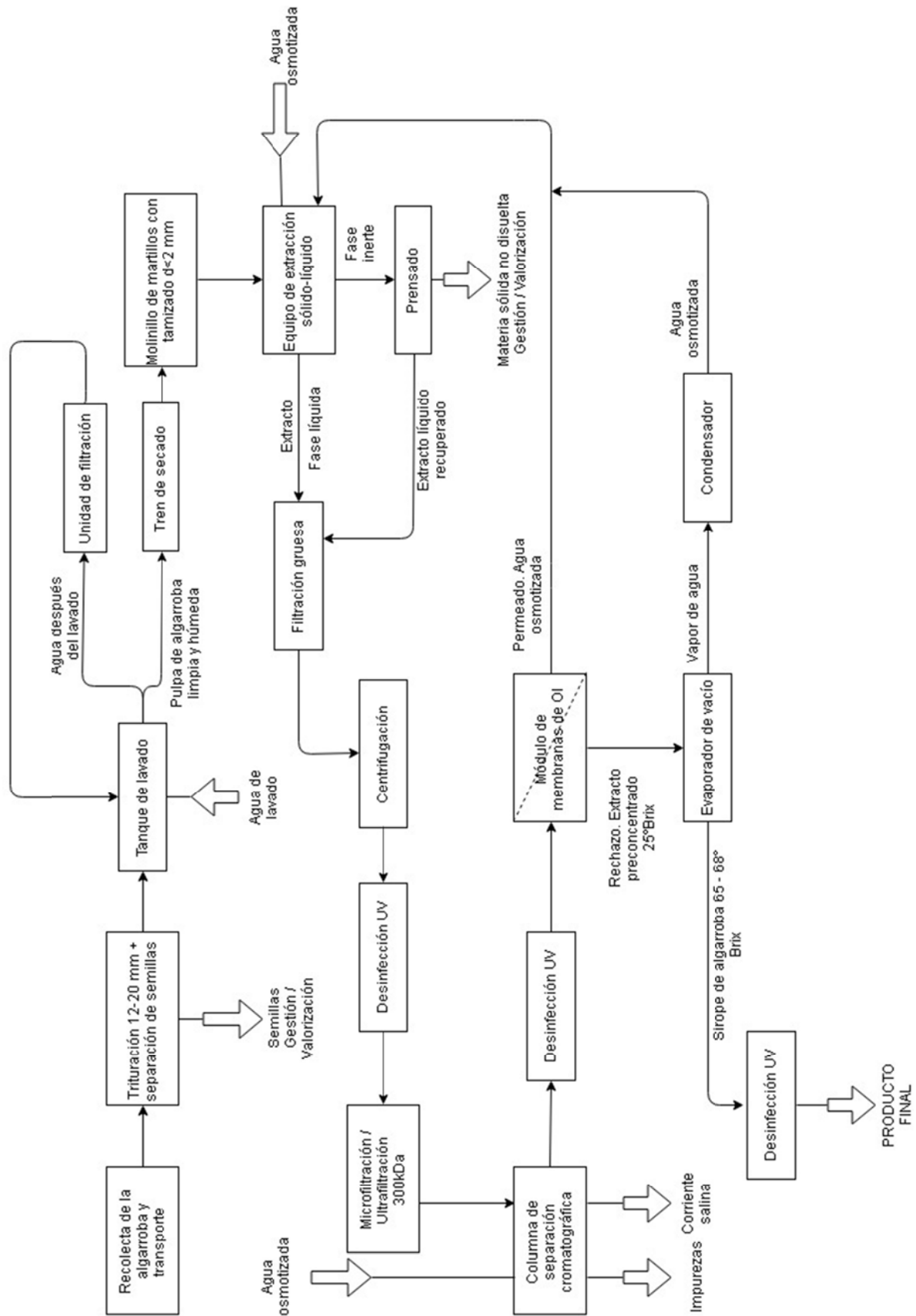
La producción del sirope de algarroba comienza con una fase de trituración del fruto de la algarroba. El nivel de trituración debe ser el suficiente como para poder separar la semilla de la pulpa. La semilla de la algarroba de la variedad Matalafera tiene una forma ovalada de aproximadamente 0,7 cm de longitud, con lo que la trituración previa tiene que realizarse hasta obtener un tamaño de partícula de entre 12 y 20 mm, suficiente para abrir la pulpa y separar la semilla mediante un tamiz adecuado.

Una vez se ha separado la semilla, se procede con el lavado de la pulpa con agua potable, en un tanque de lavado poniendo en contacto la materia con agua en una proporción de 1:2 (g pulpa:ml agua). El tiempo de contacto debe ser corto (un minuto aproximadamente), el suficiente para que toda la materia quede lavada, pero evitando que comience la extracción. El tanque de lavado podría consistir en un tanque cilíndrico dispuesto horizontalmente con pulverizadores de agua sobre su superficie interior superior, equipado con un tornillo de Arquímedes para el movimiento del sólido a su través.

Para retirar el agua que ha quedado retenida se utiliza un equipo de secado por convección forzada. Tras el secado, se realizará un control de calidad para asegurar un nivel de humedad inferior al 18%. El agua recuperada tras el lavado es sometida a un proceso de filtración para poder ser reutilizada.

A continuación, la materia sólida se tritura mediante un molino de martillos con tamizado hasta obtener el tamaño especificado (inferior a 2 mm de diámetro).

Figura 3: Diagrama de bloques del proceso de obtención del sirope de algarroba



Para la fase de extracción es necesario un sistema donde entre en contacto directo la pulpa y el agua en un medio agitado, sin necesidad de un sistema filtrante o cartucho intermedio. Además, se puede mejorar la eficacia de esta fase si se realiza mediante etapas en las que se añada disolvente nuevo al inicio de cada una de ellas. Un sistema que puede ser fácilmente adaptable para este tipo de método de extracción en una planta a escala piloto, es un equipo de extracción discontinuo. Así, en un tanque de mezclado con agitación se introduce la materia y el disolvente en una relación de 0,16 kg materia seca/L disolvente, de forma que para 15 kg de materia serán necesarios aproximadamente 100 L de agua osmotizada a temperatura ambiente (preferiblemente entre 20–25°C). Transcurridos aproximadamente 20 minutos de agitación se abre una válvula conectada a un caudalímetro contador para extraer 50 L de extracto, que se conducen hasta una superficie ranurada para que circulen la menor cantidad posible de sólidos. Una vez se han extraído 50 L, se introducen 50 L más de disolvente puro volviendo a tener 100 L de volumen en agitación. Este proceso se repite hasta haber completado 4 etapas.

Como disolvente en la extracción se usa agua osmotizada para evitar interacción de la materia con las sales y minerales que pueda haber en el agua de red. Además, su uso como disolvente está justificado puesto que es compatible con los compuestos de interés que se desean extraer, fructosa, sacarosa y glucosa (Pouliot, Conway, & Leclerc, 2014).

Al acabar la extracción, la materia no disuelta se hace pasar por una prensa helicoidal o de tornillo, de forma que el líquido recuperado se puede unir al jugo procedente del equipo de extracción para proseguir con las fases de purificación.

Por último, el resto de pulpa sobrante tras la fase de prensado se puede utilizar como materia prima en el proceso de producción de fibra natural de algarroba.

Antes de proceder con la purificación del extracto, este se hace pasar por un proceso de centrifugación durante 10 minutos a 12500 rpm y 4°C de temperatura.

La fase de purificación no ha sido ensayada en el laboratorio previamente, con lo que su diseño se ha basado en la documentación bibliográfica recogida previamente.

En primer lugar, se hace pasar el extracto mediante un flujo tangencial por un módulo de membranas cerámicas tubulares de ultrafiltración con un *cut-off* de 300 kDa y con un índice de conversión estipulado del 75%. En la industria alimentaria, la ultrafiltración y la microfiltración se usan principalmente para el clarificado de fluidos turbios y decoloración, tales como zumos de frutas, vino, vinagre y jarabes de azúcar (Berk, Chapter 10. Membrane Process, 2013). Basándose en la documentación bibliográfica estudiada (Daufin, et al., 2001) serán necesarios 5,16 m² de membrana para tratar 100 L/h de extracto rico en azúcares. Se ha de añadir un 20% de área de membrana para ser utilizada durante la regeneración de otros módulos. La configuración modular puede estar formada por 6 líneas en paralelo con dos módulos en serie de membranas, cinco de estas líneas estarán en funcionamiento mientras que la sexta se somete a limpieza.

A la salida de esta fase se obtiene un extracto libre de materia coloidal, bacterias, virus y fibras, pero para terminar de clarificar el extracto es necesario hacerlo pasar por una serie de resinas de intercambio contenidas en columna cromatográfica. En esta operación discontinua, los compuestos azucarados son separados de los no azucarados puesto que las partículas de pequeño tamaño no ionizadas, como por ejemplo las moléculas de sacarosa, atraviesan los estrechos canales de la resina mediante difusión, mientras que los compuestos no azucarados ionizados son excluidos por la acción de las cargas eléctricas de los grupos activos de la resina. Por otro lado, las moléculas de mayor tamaño como los polisacáridos, polifenoles o taninos no pueden traspasar los poros de la resina debido a su tamaño, con lo que para este tipo de moléculas la resina actuará como un tamiz (Sanjuan Díaz, 1997). La eficiencia de este proceso se ha contrastado en

estudios realizados sobre la separación de fructosa y glucosa de sirope usando una columna cromatográfica de resinas de intercambio PCR642Ca, que es una resina de intercambio catiónico de tipo gel ácido (Ca^{2+}) (Khosravanipour Mostafazadeh, Sarshar, Javadian, Zarefard, & Amirifard Haghighi, 2011).

Tras hacer pasar el extracto por la columna cromatográfica con un índice de conversión estipulado del 50%, es necesario introducir una corriente de agua, que será la que recupere la sacarosa, fructosa y glucosa que haya quedado inmersa en los poros de las resinas.

Al finalizar esta etapa, el producto obtenido se someterá de nuevo a un proceso de desinfección con luz ultravioleta y será almacenado en un depósito de almacenamiento de líquidos, previamente esterilizado, con refrigeración a una temperatura de 1°C para su posterior dosificación a la fase de concentración. Dicha fase de concentración se llevará a cabo en atmósfera inerte mediante la inyección de nitrógeno.

Tras la separación cromatográfica, el producto de interés se procesará en una etapa de preconcentración mediante ósmosis inversa utilizando módulos de arrollamiento en espiral. Las membranas de ósmosis inversa son capaces de retener las moléculas de fructosa, glucosa, y sacarosa, con lo que se hace uso de esta técnica para pre-concentrar el producto y así reducir el tiempo de exposición al calor del producto en la etapa de evaporación. Con este proceso se pretende obtener un sirope pre-concentrado de aproximadamente 25°BRIX . En bibliografía se ha encontrado que en esta etapa pueden utilizarse con buenos resultados membranas de acetato de celulosa tipo W/D 16/93 1/3 de la casa comercial Hydranautics (Cancino, Ulloa, & Astudillo, 2009).

A continuación, se procederá con la concentración del producto hasta un valor comprendido entre 65 y 68°BRIX mediante evaporación con bomba de vacío para reducir la temperatura a la que el producto es sometido.

Con una última etapa de desinfección mediante luz ultravioleta (Chaine, Levy, Lacour, Riedel, & Carlin, 2012), se obtiene un producto ya acondicionado para el consumo humano.

El material de los envases puede ser metal y sus aleaciones, o vidrio tanto normal como ligero, o de otro material, siempre y cuando cumplan las especificaciones de la Dirección General competente del Ministerio de Sanidad y Consumo.

5. Conclusiones

En este trabajo se ha realizado el diseño preliminar de una planta piloto para la producción de sirope de algarroba a partir de la información obtenida del estudio bibliográfico y de los ensayos de laboratorio de la etapa de extracción.

La primera fase del diseño es la de acondicionamiento de la pulpa que se va a utilizar para la extracción de los carbohidratos. La separación de las semillas y el lavado de la pulpa son esenciales en esta primera etapa. Parte del agua utilizada para el lavado se podrá reutilizar haciéndola pasar por una unidad de filtración. La pulpa limpia se someterá a una fase de secado tras la cual se procederá a realizar la reducción de tamaño inferior a 2 mm mediante molinillos de martillo.

Para la fase de extracción se ha decidido escoger el método de extracción mediante agitación con etapas y con un tamaño de partícula inferior a 2 mm de diámetro. El tiempo de espera entre etapas se ha determinado experimentalmente que debe ser de $10 - 15$ minutos, llegándose a realizar hasta cuatro etapas.

Tras los resultados experimentales se observa que la temperatura influye en el rendimiento final de la extracción, pero posiblemente esta influencia no sería lo

suficientemente significativa como para compensar el gasto económico que conllevaría mantener el proceso a alta temperatura.

Por otro lado, los ensayos realizados a diferentes valores de pH demuestran que los ambientes alcalinos favorecen la extracción de componentes pero, a nivel de laboratorio, la mejora de rendimiento del sistema no es la suficiente como para justificar la elección de un valor de pH en concreto. Así pues, la extracción se llevará a cabo en el rango de valores de pH en el que se encuentre el agua osmotizada a utilizar como disolvente, sin modificarlo.

Para la purificación del extracto se proponen columnas cromatográficas, mientras que la fase de concentración se propone llevarla a cabo mediante una etapa de ósmosis inversa seguida por una evaporación a vacío. Por último, el acondicionamiento del producto final se realizará mediante luz UV.

6. Referencias

- Alzate Tamayo, L. M., Arteaga González, D. M., & Jaramillo Garcés, Y. (2008). Propiedades farmacológicas del Algarrobo (*Hymenaea courbaril* Linneaus) de interés para la industria de alimentos. *Lasallista de Investigación*.5, 100-111.
- Berk, Z. (2013). Chapter 10. Membrane Process. In Z. Berk, *Food Process Engineering and Technology. Edition 2* (pp. 278-281). Academic Press.
- Biner, B., Gubbuk, H., Karhan, M., Aksu, M., & Pekmezci, M. (2007). Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey. *Food Chemistry*. 100, 1453-1455.
- Cancino, B., Ulloa, L., & Astudillo, C. (2009). Presión osmótica de disoluciones salinas y azucaradas. *Información Tecnológica*. 20(3), 55-64.
- Carvalho, F., Duarte, L. C., & M Gírio, F. (2008). Hemicellulose biorefineries: a review on biomass pretreatments. *Journal of Scientific & Industrial Research*. 67, 849-864.
- Chaine, A., Levy, C., Lacour, B., Riedel, C., & Carlin, F. (2012). Decontamination of sugar syrup by pulsed light. *Journal of Food Protection*. 75 (5), 913-917.
- Corsi, L., Avallone, R., Cosenza, F., Farina, F., Baraldi, C., & Baraldi, M. (2002). Antiproliferative effects of *Ceratonia siliqua* L. on mouse hepatocellular carcinoma cell line. *Fitoterapia*. 73, 674-684.
- Daufin, G., Escudier, J. P., Carrère, H., Bérot, S., Fillaudeau, L., & Decloux, M. (2001). Recent and emerging applications of membrane processes in the food and dairy industry. *Trans IChemE*. 79, Part C.
- El Batal, H., Hasib, A., Ouattmane, A., Dehbi, F., Jaouad, A., & Boulli, A. (2016). Sugar composition and yield of syrup production from the pulp of Moroccan carob pods. *Arabian Journal of Chemistry*. 9, S955-S959.
- Geankoplis, C. (1998). *Procesos de transporte y operaciones unitarias*. 3ª ed. México DF: Editorial CECSA.
- Goulas, V., Stylos, E., Chatziathanasiadou, M. V., Mavromoustakos, T., & Tzakos, A. G. (2016). Functional components of carob fruit: Linking the chemical and biological space. *International Journal of Molecular Sciences*. 17, 1875.
- Khosravanipour Mostafazadeh, A., Sarshar, M., Javadian, S., Zarefard, M., & Amirifard Haghghi, Z. (2011). Separation of fructose and glucose from date syrup using resin chromatographic method: Experimental data and mathematical modeling. *Separation and purification Technology*. 79, 72-78.

- Petit, M. D., & Pinilla, J. M. (1995). Production and purification of a sugar syrup from carob pods. *Lebensm.-wiss. u.-Technol.* 28, 145-152.
- Pouliot, Y., Conway, V., & Leclerc, P.-L. (2014). Separation and concentration technologies in food processing. In S. Clark, & S. Jund Buddhi Lamsal, *Food Processing Principles and Applications. Second edition* (pp. 33-60). United Kingdom: John Wiley & Sons Ltd.
- Sanjuan Díaz, J. (1997). *Patent No. 5,624,500*. España.