

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ
ESCUELA DE POSGRADO



PONTIFICIA
UNIVERSIDAD
CATÓLICA
DEL PERÚ

**”DISEÑO DE UNA PLANTA PILOTO DE EXTRACCIÓN
BIO-BOTÁNICA UTILIZANDO DIÓXIDO DE CARBONO
SUPERCRÍTICO”**

Tesis para optar al grado de Magíster en Ingeniería Mecatrónica

AUTOR

Ing. Jhul César Ochoa Espinoza

ASESOR

Dipl. Ing. Eliseo Benjamín Barriga Gamarra

JURADO

Ph.D. Julio César Tafur Sotelo

M. Eng. Karol Muñoz Salas

LIMA - PERÚ

2017





©2016, Jhul César Ochoa Espinoza

Se autoriza la reproducción total o parcial,
con fines académicos a través de cualquier
medio o procedimiento, incluyendo la cita
bibliográfica del documento.

RESUMEN

En el presente trabajo se ha realizado el diseño mecánico de una planta piloto de extracción por fluido supercrítico que utiliza dióxido de carbono (CO₂) en estado supercrítico como solvente. La planta piloto está diseñada para poder procesar 5 litros de biomateria por cada corrida y trabajar con una presión de hasta 300 bar y una temperatura de 100°C con un flujo de CO₂ de 1 kg/min, los parámetros de estado han sido determinados a partir de un análisis de la biomateria disponible en el Perú con potencial para beneficiarse de la extracción por fluido supercrítico, en el cual destaca el Sacha Inchi, con alto contenido de Omega-3 como componente minoritario, como el material de referencia debido a que sus parámetros de extracción son los más altos del grupo encontrado ($P_{ext} = 300 \text{ bar}$ y $T_{ext} = 60^\circ\text{C}$), de modo que la planta sea capaz de procesar productos cuyos parámetros de extracción se encuentren por debajo del rango mencionado. El uso de CO₂ supercrítico como solvente está justificado debido a la relativa facilidad para alcanzar su condición de fluido supercrítico ($P_{crit} = 73.8 \text{ bar}$ y $T_{crit} = 31^\circ\text{C}$) respecto de otros fluidos cuyas presiones y temperaturas críticas son mucho más altas lo cual impacta directamente en el costo de la planta y en el caso de la temperatura posiblemente en la integridad de los extractos obtenidos. Por otra parte, el CO₂ es un gas relativamente barato y no genera residuos dañinos ni para el producto deseado ni para el medio ambiente. El presente trabajo está enfocado en el diseño y la selección de los componentes principales de la planta piloto, a partir de lo cual se ha realizado la cotización de la planta obteniendo un costo de US\$ 60812.27 incluido IGV. Cabe indicar que el apartado del control y automatización de la planta se ha planteado únicamente a nivel de ingeniería básica por lo cual su desarrollo está previsto como trabajo a futuro.



*Dedico el presente trabajo a la memoria
de mi padre por ser el motor principal de
mi existencia, Dios lo tenga en su gloria.*

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por protegerme, brindarme salud, prosperidad y forjar mi camino con sus enseñanzas.

A mis padres y hermanos por su incondicional apoyo, amor y comprensión. Por ser el centro de mi corazón.

A mi novia por acompañarme por el camino de la vida y ser mi soporte frente a cada embate del destino.

A mi asesor, el Ingeniero Benjamín Barriga, por su apoyo integral en la realización de este trabajo desde su concepción hasta su culminación.

Al CONCYTEC por brindarme la posibilidad de realizar esta maestría a través del Programa de Maestría en Ingeniería Mecatrónica Beca PUCP CONCYTEC 2015-1.

A mis compañeros del programa de maestría por su amistad y por el aporte técnico e intelectual al presente trabajo.

Índice general

RESUMEN	I
DEDICATORIA	II
AGRADECIMIENTOS	III
Índice de figuras	VII
Índice de tablas	IX
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. MOTIVACIÓN	1
1.2. OBJETIVO PRINCIPAL	2
1.3. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
1.4. ALCANCE	3
1.5. RESULTADOS	3
2. TECNOLOGÍA DE FLUIDO SUPERCRÍTICO	4
2.1. FUNDAMENTOS	4
2.1.1. Perspectiva histórica	5
2.1.2. Fluido Supercrítico	8
2.1.3. Proceso de Extracción por Fluido Supercrítico	11
2.2. ESTADO DEL ARTE	18
2.2.1. Matrices de Biomateria y moléculas de origen natural	19
2.2.2. Productos Objetivo	21
2.2.3. Condiciones de operación	21
2.2.4. Modelamiento	23
2.2.5. Escalamiento	23

2.2.6.	Análisis Económico	24
2.2.7.	Sistemas comerciales	26
2.3.	ESTADO DE LA TECNOLOGÍA	28
2.3.1.	Plantas piloto	28
2.3.2.	Componentes individuales	37
2.4.	SUMARIO	41
3.	INGENIERÍA BÁSICA	42
3.1.	ANÁLISIS DE BIOMATERIA EN EL PERÚ	42
3.1.1.	Productos de Exportación	43
3.1.2.	Productos Nativos	47
3.1.3.	Resultados	48
3.2.	EXIGENCIAS DEL SISTEMA	49
3.3.	ESTRUCTURA DE FUNCIONES	50
3.4.	CONCEPTOS DE SOLUCIÓN	52
3.4.1.	Solución 1	52
3.4.2.	Solución 2	52
3.4.3.	Solución 3	55
3.5.	SOLUCIÓN ÓPTIMA	55
3.6.	CICLO TERMODINÁMICO	58
3.7.	ESQUEMAS DE CONTROL	62
3.7.1.	Control de Presión	63
3.7.2.	Control de Temperatura	63
3.7.3.	Control de Flujo	64
3.8.	SUMARIO	65
4.	DISEÑO Y SELECCIÓN DE COMPONENTES	66
4.1.	TANQUE PULMÓN	66
4.2.	ENFRIADOR DE CO ₂	68
4.3.	SISTEMA DE BOMBEO	71
4.4.	CALENTADOR	74
4.5.	CÁMARA DE EXTRACCIÓN	75
4.6.	REGULACIÓN DE PRESIÓN	77

4.7. EVAPORADOR	79
4.8. SEPARADOR	79
4.9. CONDENSADOR DE CO ₂	81
4.10. VÁLVULAS, TUBERÍAS, ACCESORIOS Y COMPONENTES ADI- CIONALES	84
4.11. CONFIGURACIÓN DE LA PLANTA	85
4.11.1. Ciclo termodinámico	86
4.11.2. Diagrama P&ID	86
4.11.3. Distribución de equipos	89
4.12. SUMARIO	89
5. COTIZACIÓN DE LA PLANTA PILOTO	93
5.1. COTIZACIÓN DE COMPONENTES COMPRADOS	93
5.2. ESTIMACIÓN DE COSTOS DE COMPONENTES FABRICADOS .	94
5.3. COSTO TOTAL PLANTA PILOTO	95
CONCLUSIONES	96
OBSERVACIONES Y RECOMENDACIONES	98
Bibliografía	100

Índice de figuras

2.1. Diagrama de Fases	9
2.2. Esquemas básicos del proceso de Extracción por Fluido supercrítico .	13
2.3. Esquema de un proceso de Extracción por Fluido supercrítico para ma- trices sólidas	15
2.4. Esquema de operación en cascada de múltiples recipientes de extracción	16
2.5. Esquema de un proceso de Extracción por Fluido supercrítico desde suministro líquido	17
2.6. Distribución de Matrices de Biomateria	20
2.7. Precios de aceites esenciales y moléculas libres	24
2.8. Equipos portátiles a escala laboratorio.	26
2.9. Ejemplo de planta a escala piloto.	27
2.10. Ejemplo de planta a escala industrial.	28
2.11. Modular Fluid Extractor (MFE), planta piloto ofrecida por Infinity Su- percritical	29
2.12. Supercritical R&D Unit, planta piloto ofrecida por NATEX	30
2.13. Supercritical Extraction Pilot Plant (SFF), planta piloto ofrecida por PID Eng&Tech	31
2.14. Diagrama esquemático del SFF de PID Eng&Tech	32
2.15. Supercritical Pilot Plant, planta piloto ofrecida por SEPARECO . . .	33
2.16. Natural Products Extractor (NPX), solución ofrecida por Supercritical Fluid Technologies	34
2.17. Diagrama esquemático del NPX de Supercritical Fluids Technology .	34
2.18. SFE Biobotanical Extraction System, planta piloto ofrecida por WATERS	35
2.19. Diagrama esquemático del SFE Biobotanical Extraction System de WATERS	36

3.1. Exportaciones agrarias según el Anuario de Comercio Exterior 2014 .	43
3.2. Estructura de funciones	51
3.3. Matriz Morfológica	53
3.4. Diagrama esquemático de la Solución 1	54
3.5. Diagrama esquemático de la Solución 2	54
3.6. Diagrama esquemático de la Solución 3	55
3.7. Esquema preliminar de la planta piloto (Solución óptima)	57
3.8. Ciclo termodinámico de diseño	59
3.9. Diagrama esquemático simplificado de la planta	60
3.10. Esquema de control de presión	63
3.11. Esquema de control de temperatura	64
3.12. Lazo de control de temperatura del evaporador	64
3.13. Esquema de control de presión	64
4.1. Diseño del Tanque Pulmón	68
4.2. Esquema de refrigeración	70
4.3. Ciclo de trabajo R134a para refrigeración	70
4.4. Componentes del enfriador de CO ₂	71
4.5. Esquemático Sistema de Bombeo	73
4.6. Distribución del Sistema de Bombeo	73
4.7. Calentador eléctrico CAST-X 2000	74
4.8. Modelo CAD del recipiente de extracción.	76
4.9. Tecnología Clothe Heating Jacket de BriskHeat	77
4.10. Componentes del sistema de regulación de presión.	78
4.11. Calentador eléctrico CAST-X 1000	80
4.12. Modelo CAD del separador ciclónico.	81
4.13. Esquema de condensación	82
4.14. Ciclo de trabajo R134a para condensación	83
4.15. Componentes del enfriador de CO ₂	83
4.16. Ciclo termodinámico actualizado	86
4.17. Diagrama P&ID	88
4.18. Vista isométrica de la distribución de equipos	91
4.19. Vistas frontal y superior de la distribución de equipos de la planta piloto	92

Índice de tablas

2.1. Parámetros críticos de solventes comunes	10
2.2. Valores típicos de densidad, viscosidad y difusividad para gases, líquidos y FSC	11
2.3. Características más relevantes de las plantas piloto comerciales	36
3.1. Productos de exportación con antecedentes en SFE	45
3.2. Productos con antecedentes en SFE	46
3.3. Productos nativos con potencial para SFE	48
3.4. Evaluación de Soluciones	56
3.5. Parámetros de operación preliminares	58
3.6. Estados termodinámicos	61
3.7. Balance energético del sistema	62
4.1. Parámetros principales del tanque pulmón	67
4.2. Estados termodinámicos actualizados	87
4.3. Componentes principales en el diagrama P&ID	87
4.4. Sumario de componentes de la planta piloto	90
5.1. Estimación de costos componentes para compra	94
5.2. Estimación de costos componentes de fabricación local	95
5.3. Costo total de la planta piloto	95

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1 MOTIVACIÓN

El Perú es un país con una vasta producción agrícola y un mercado de agroexportación bastante bien establecido. Un problema que se encuentra en la agroexportación es que un gran porcentaje de los productos de exportación son exportados como materia prima, sin ningún valor agregado. Los pocos productores que le dan valor agregado a sus productos mayormente lo hacen únicamente seleccionando, envasando o produciendo productos derivados de la materia prima. Muchos productos como la Páprika, Sacha Inchi, Alcachofa, Aceitunas, Achiote, entre otros son requeridos desde el extranjero principalmente por ciertos compuestos minoritarios que contienen como el Omega-3, terpenoides, ácidos grasos, fenoles, entre otros, que son valiosos con fines nutritivos e industriales.

La extracción por fluido supercrítico (EFS) es una técnica de vanguardia de separación de materia en la industria química y alimenticia, la EFS hace posible extraer los compuestos minoritarios previamente mencionados en forma de aceites comestibles o aceites esenciales, adicionalmente es una tecnología limpia que a diferencia de otros procesos de separación no deja residuos indeseables. Desafortunadamente esta tecnología está poco difundida en el país, a causa de ello no existen herramientas de fácil

acceso que permitan apreciar y analizar los beneficios y su impacto en la producción de extractos de componentes minoritarios, es por ello que el desarrollo de una planta piloto de EFS se presenta como una manera idónea de brindar una herramienta de fácil acceso que permita impulsar este tipo de tecnología, su nicho de investigación y su uso a gran escala para poder dotar de un significativo valor agregado a la producción agrícola y alimenticia del Perú.

La extracción de productos mediante EFS necesita que las variables de estado del fluido sean bastante exactas; estas variables de estado, además, son distintas dependiendo de la biomateria sobre la que se trabaje, por lo cual existe la necesidad de poder manipular con bastante precisión y flexibilidad dichas variables de estado para que el producto obtenido sea exactamente el deseado. Una de las principales variables de estado es la presión del fluido supercrítico es por ello que se hace especial énfasis en el diseño del sistema de suministro y manipulación del fluido supercrítico.

1.2 OBJETIVO PRINCIPAL

El objetivo principal del presente trabajo es diseñar una planta piloto de extracción bio-botánica utilizando dióxido de carbono supercrítico como solvente.

1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Identificar la biomateria disponible en el país que pueda beneficiarse de la tecnología de extracción por fluido supercrítico.
- Determinar los rangos de operación de las variables principales del proceso que la planta debe ser capaz de manejar.
- Realizar el diseño y selección de los componentes mecánicos de la planta piloto así como la configuración del sistema mecánico.
- Realizar la cotización de la planta piloto referente a los componentes mecánicos.
- Identificar los beneficios adicionales del uso de la tecnología de fluidos supercríticos en el país.

1.4 ALCANCE

- El espectro de biomateria estará definido por las especies vegetales más demandadas a nivel nacional para exportación y las especies exóticas de mayor popularidad debido a sus propiedades nutricionales o farmacéuticas.
- La planta será diseñada a escala piloto con la capacidad de poder procesar los productos que se determinen en el análisis de biomateria.
- El diseño a detalle de la planta se limitará a los componente y sistema mecánico. Respecto al control y automatización de la planta se estableceran lineamientos únicamente a nivel conceptual.
- La cotización de la planta se limitará a los componentes mecánicos y su instalación como conjunto.

1.5 RESULTADOS

Al finalizar el desarrollo del presente trabajo se espera obtener lo siguiente:

- Un reporte donde se identifique la biomateria disponible en el país apta para el empleo de la tecnología de extracción por fluido supercrítico.
- Un reporte ilustrativo sobre el diseño conceptual de la planta piloto.
- Una memoria de cálculo del diseño y selección de los componentes mecánicos de la planta piloto.
- Un conjunto de planos de los componentes diseñados y de la configuración de la planta.
- La cotización de los componentes mecánicos de la planta piloto.

CAPÍTULO 2

TECNOLOGÍA DE FLUIDO SUPERCRÍTICO

En el presente capítulo se abordan los fundamentos de la extracción por fluido supercrítico comenzando por la descripción de la tecnología de fluidos supercríticos donde se aborda las definiciones básicas y la descripción del proceso de extracción. Posteriormente se realiza una revisión del estado del arte de este tipo de extracción, las tendencias actuales, los enfoques de investigación y la tecnología existente a nivel comercial. Finalmente se realiza una revisión del estado de la tecnología de las plantas piloto de extracción por fluido supercrítico existentes en el mercado así como una breve descripción de la tecnología más utilizada para cada función de la planta piloto.

2.1 FUNDAMENTOS

Los solventes son usados en grandes cantidades en las industrias químicas, farmacéuticas, de alimentos y productos naturales. En la búsqueda de solventes ambientalmente amigables, los fluidos supercríticos (FSC) están captando cada vez mayor atención para una amplia variedad de aplicaciones. Por ejemplo, los solventes supercríticos son usados en extracción, procesamiento de material, micronización, reacciones químicas, limpieza, y secado, entre otras aplicaciones. Los FSC y los fluidos casi-críticos le otorgan una nueva dimensión a los solventes convencionales (líquidos): Su poder solvente depende de la densidad del fluido. La densidad de los FSC puede

ser fácilmente ajustada dependiendo de las necesidades del proceso mediante cambios en la temperatura, presión y/o composición. Otras propiedades importantes de los FSC son su muy baja tensión superficial, bajas viscosidades y moderadamente alto coeficiente de difusión. [Mar08]

2.1.1 Perspectiva histórica

Los primeros reportes acerca de la observación experimental de la existencia de una fase supercrítica fueron hecha por el barón Cagniard de la Tour en 1822, quien notó visualmente que el límite líquido-gas desaparecía cuando la temperatura de ciertos materiales fue incrementada calentando cada uno de ellos en un contenedor cerrado de vidrio [WC00]. A partir de esos experimentos iniciales es que se descubrió la existencia del Punto Crítico. Los primeros en demostrar el poder solvente de los fluidos supercríticos en sólidos fueron Hannay y Hogarth en 1879, ellos estudiaron las solubilidades del Cloruro de Cobalto (II), Cloruro de Hierro (III), Bromuro de Potasio, y Yoduro de Potasio en Etanol supercrítico ($T_c = 243\text{ }^\circ\text{C}$, $P_c = 63\text{ atm}$) [HH79]. Descubrieron que las concentraciones de los cloruros de metal en el Etanol supercrítico eran mucho más altas de lo que se podía predecir a partir de sus presiones de vapor. También descubrieron que incrementar la presión causaba que los solutos se disolvieran y que disminuir la presión causaba que los materiales disueltos se precipitaran como una especie de “nieve”. Más adelante, Buchner reportó que las solubilidades de ciertos materiales orgánicos no volátiles en CO_2 bajo condiciones supercríticas fueron también considerablemente más altas de lo que se podía esperar a partir de su presión de vapor únicamente. [MKB94]

Si bien se sabía que la capacidad disolvente de un fluido supercrítico (o gas denso) estaba determinada por su densidad como una primera aproximación, la extracción y separación de mezclas con fluidos supercríticos (FSC) despertó poco interés durante la primera mitad del siglo veinte. El interés mostrado en los FSC durante este tiempo involucraba operaciones de procesos y no química analítica. En 1936 Wilson, Keith, y Haylett idearon un proceso de desasfaltado de Propano para refinar aceites lubricantes. Se consiguió la separación selectiva de materia prima del aceite lubricante en cera

de parafina, asfalto, fracciones pesadas, naftenos y aceite ligero purificado. El proceso no fue, estrictamente hablando, una extracción por fluido supercrítico, ya que la etapa inicial no fue llevada a cabo bajo condiciones de fluido supercrítico. De cualquier modo, el desasfaltado de Propano hace uso del cambio de poder solvente de un líquido mediante cambios en la presión y temperatura en la vecindad del Punto Crítico. Unos cuantos años después el proceso Soxhlet fue desarrollado para la purificación y separación de aceites vegetales y de peces. El proceso concentraba los triglicéridos poliinsaturados en aceites vegetales y los “llamados valores de vitamina A” de aceite de pescado usando el Propano como un solvente selectivo [WKH36]. En la década de 1970 los esfuerzos por mejorar la tecnología de refinamiento del petróleo llevó a la Corporación Kerr McGee a desarrollar su proceso de Extracción Supercrítica de Residuos de Aceite (ROSE, por sus siglas en inglés), el cual fue diseñado para la eliminación de productos de bajo punto de ebullición del residuo de la destilación de petróleo crudo. En el proceso, el Pentano subcrítico fue usado para aislar los compuestos más ligeros de los asfaltenos más pesados. Los compuestos más ligeros fueron separados calentando el Pentano a temperaturas supercríticas a presión fija, lo cual dio lugar a una disminución de la densidad del Pentano y la separación de una fracción altamente viscosa primero y luego una fracción de aceite más pesado. [MKB94]

Un desarrollo significativo para la Extracción por Fluido Supercrítico llegó con la patente de Zosel [Zos74], la cual proporcionó incentivos para extensivos trabajos futuros. En 1970 se reportó la descafeinización de café verde con CO₂. Este proceso fue llevado a cabo remojando los granos en agua y luego sumergiéndolos en CO₂ supercrítico. La presencia de agua fue esencial para la eficiente extracción de la cafeína desde el interior del grano. En la actualidad, más de una docena de patentes que abordan la descafeinización del café han sido registradas. Kraft General Foods (La división cafetalera de Maxwell House), por ejemplo, ha construido un recipiente de extracción de siete pies de diámetro y setenta pies de altura para la descafeinización de café por CO₂ supercrítico en su planta de Houston, Texas. El mercado anual para café descafeinado en Estados Unidos actualmente mueve entre dos y tres mil millones de dólares. [MKB94]

Desde 1980 se ha producido un rápido desarrollo de la Extracción por Fluido Supercrítico (EFS), para la extracción de: lúpulo, colesterol de la mantequilla, perfumes y sabores de productos naturales, solventes residuales y monómeros de polímeros, y ácidos grasos no saturados del aceite de pescado. Actualmente está bajo estudio el uso de EFS en temas de diversa índole como: La remediación de suelos, la desmilitarización de propelentes, la reacción química y síntesis de polímeros y químicos orgánicos, la impregnación y deposición de químicos in situ, la remoción de la nicotina del tabaco, la nucleación y regulación del tamaño de partículas, y la limpieza de componentes electrónicos, entre muchas otras aplicaciones emergentes. [dMSS14, MKB94]

En 1990 la Asociación Mixta para la Promoción de la Tecnología de Fluidos Supercríticos (JAAST, por sus siglas en inglés) fue formada en Estados Unidos para desarrollar y diseminar conocimientos respecto a la aplicación de FSC para fines de limpieza. El objetivo de este grupo fue apoyar la manufactura ambientalmente consciente sin dejar de cumplir con las exigencias del gobierno y la industria. Las estimaciones basadas en el uso de 1990 indican que aproximadamente el 20 % de la producción mundial de 2.5 millones de libras de clorofluorocarbonos (CFC) se utiliza para la limpieza de piezas. Estudios informales predicen que entre el 5 y 50 % de estos CFC pueden ser reemplazados por CO₂ supercrítico [SS94]. El CO₂ supercrítico es de especial uso en las industrias alimentaria y farmacéutica donde la toxicidad del medio de extracción, la retención de solvente, y la estabilidad térmica de los materiales son motivo de preocupación. El CO₂ supercrítico, por ejemplo, está siendo actualmente investigado como un solvente para la extracción de Taxol (una droga para el tratamiento del cáncer) de la corteza del árbol de tejo, el cual sólo crece en el zona del Pacífico Noroeste. Los FSC son también una clase única de medio no acuoso en el que las reacciones biocatalíticas pueden ocurrir. La selectividad y la actividad de un biocatalizador pueden ser alterados por el cambio de la densidad del FSC. [Mar08]

Ciertamente, la tecnología de Fluido Supercrítico se ha convertido en un campo interdisciplinario, utilizado por ingenieros químicos, farmacéuticos, científicos de alimentos, científicos de materiales, agrónomos, e investigadores en biotecnología y control ambiental. Los últimos diez años han visto ampliar el interés en los FSC desde

las sustancias químicas y combustibles sintéticos hacia más complejos, altamente especializados y más valiosas sustancias. Además de la aplicación de la tecnología para el aislamiento de nuevos productos y purificación, considerables esfuerzos se han dedicado a obtener una mejor comprensión fundamental de: estructura molecular, comportamiento de fases, efectos de cosolventes, procesos de solvatación entre soluto y fase fluida, y propiedades de transporte de los FSC. Hoy en día los FSC están siendo promocionados para la preparación de muestras antes del análisis de trazas y para las fases móviles en escala preparativa y analítica de cromatografía por fluido supercrítico. En resumen, el uso extensivo de los FSC tanto en laboratorios de ciencia e ingeniería en un futuro próximo es certero. [dMSS14, Val94]

2.1.2 Fluido Supercrítico

Un Fluido Supercrítico es un fluido en un estado donde es compresible y se comporta como un gas a la vez, una forma de ilustrar este estado es imaginar un fluido que pueda a la vez llenar el recipiente que lo contiene y tomar la forma del mismo, lo cual no es el caso cuando está en estado líquido, ya que en dicho estado el fluido únicamente ocupa la parte inferior del contenedor. No obstante un fluido supercrítico tiene la densidad típica de un líquido (entre 0.1 y 1.0 g/ml) y por lo tanto su característico poder solvente. Finalmente, un fluido supercrítico puede ser definido como un gas pesado con un poder solvente controlable o como una forma de materia en la que los estados líquido y gaseoso son indistinguibles entre sí. [LVT94]

Un típico diagrama de fase para una sustancia pura (por ejemplo el que se muestra en la Fig. 2.1) muestra las regiones de presión y temperatura donde la sustancia se encuentra en una única fase (sólida, líquida o gaseosa). Tales regiones están delimitadas por curvas que indican la coexistencia de dos fases (sólido-gaseoso, sólido-líquido y líquido-gaseoso). El punto de intersección entre las tres curvas es llamado el Punto Triple (TP, por su significado en inglés), donde las tres fases coexisten en equilibrio.[LVT94]

La curva de equilibrio líquido gas se encuentra delimitada entre dos puntos, el pri-

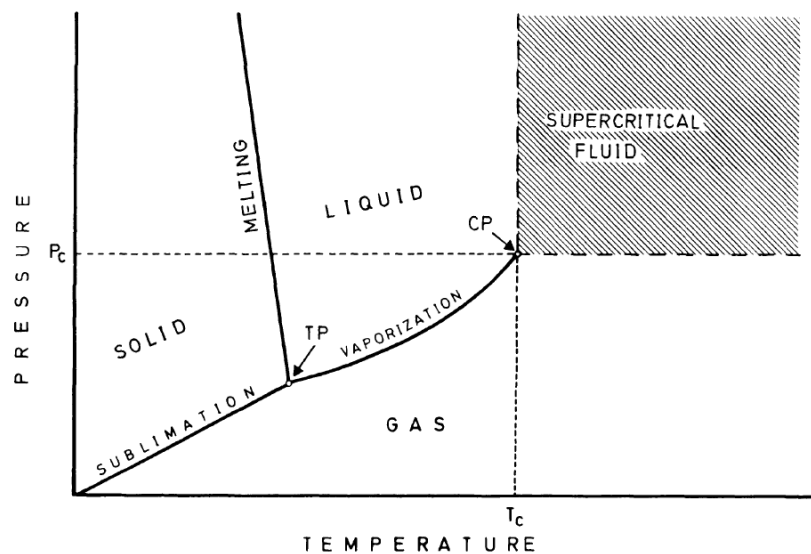


Figura 2.1: Sólido-líquido-gas-fluido supercrítico diagrama de fase. TP= Punto Triple, CP= Punto crítico. Pc= Presión crítica, Tc= Temperatura crítica. [LVT94]

mer punto es el Punto Triple (TP) y el segundo punto es el llamado Punto Crítico (CP, por su significado en inglés), que puede ser definido como un punto en el diagrama de fase determinado por una Temperatura crítica (T_c) y una Presión crítica (P_c) por encima de los cuales no se producirá licuefacción ante un aumento de presión ni se formará gas al aumentar la temperatura. Esta última propiedad permite una nueva definición de fluido supercrítico: Un fluido que se encuentra por encima de su presión y temperatura críticas. [LVT94]

Elevar la temperatura también aumenta la presión en la que las fases líquida y gaseosa coexisten en la curva de presión de vapor (curva líquido-gas del diagrama de fase). El incremento en la presión de vapor es correspondido por un decremento en la diferencia entre la densidad de las fases líquida y gaseosas. A una determinada presión y temperatura, la densidad del líquido y el gas son idénticas de modo que ambas fases son indistinguibles. Por encima de tal presión o temperatura el líquido y el gas forman una sola fase. Esta región de presiones y temperaturas por encima de P_c y T_c es llamada la Región Supercrítica. [LVT94, Mar08]

Así, un Fluido Supercrítico es un gas que ha sido calentado por encima de su temperatura crítica y simultáneamente comprimido por encima de su presión crítica, o un

líquido que ha sido presurizado por encima de su presión crítica y simultáneamente calentado por encima de su temperatura crítica. Ambas definiciones son válidas y son usadas según convenga. [MKB94]

Los valores de P_c y T_c son características de cada sustancia y pueden ser muy distintas unas de otras, como se muestra en la Tabla 2.1, en la que se muestra los valores críticos para las sustancias más usadas en la extracción por Fluido Supercrítico. Algunas sustancias alcanzan el estado supercrítico a niveles relativamente moderados de presión y temperatura, como es el caso del Dióxido de Carbono (CO_2) o el Monóxido de Dinitrógeno (N_2O), mientras que otras sustancias, como el Agua (H_2O) o el Amoníaco (NH_3) requieren elevados valores de presión y temperatura para alcanzar el estado supercrítico. Esto último es una característica crucial al momento de determinar qué sustancia se debería utilizar como fluido supercrítico para un proceso de extracción determinado. [Val94]

Tabla 2.1: Parámetros críticos de solventes comunes. [Val94]

Fluido	Temperatura crítica	Presión crítica
	(°C)	(atm)
Dióxido de Carbono (CO_2)	31	73
Monóxido de Dinitrógeno (N_2O)	36	72
Amoníaco (NH_3)	133	112
Metanol (MeOH)	240	80
Agua (H_2O)	374	217

Las sustancias en la región supercrítica o, al ser utilizados como fluido supercrítico, que viene a ser lo mismo, exhiben, entre otras, las siguientes propiedades [SPS⁺10]:

- Los fluidos supercríticos tienen dentro de su composición gases altamente comprimidos, los cuales combinan propiedades de gases y líquidos de forma intrigante.
- Los fluidos supercríticos pueden dar lugar a reacciones que son difíciles o incluso imposibles de conseguir con los solventes convencionales.
- La solubilidad se incrementa mediante incrementos de densidad (lo que se consigue con incrementos de presión). La rápida expansión de soluciones supercríti-

cas conduce a la precipitación de sólidos finamente divididos.

- Los fluidos son normalmente mezclables con gases permanentes, esto da lugar a que se puedan conseguir muy altas concentraciones de gases disueltos de lo que puede ser conseguido con solventes convencionales.

Finalmente, el gran atractivo que presentan los fluidos supercríticos para ser utilizados como solventes radica en que poseen densidades similares a las de los líquidos y, por tanto, similares propiedades disolventes, pero a la vez su viscosidad es mucho menor (entre 5 y 20 veces menor), lo que hace que los coeficientes de difusión de los solutos en un fluido supercrítico sean mucho mayores que en un disolvente líquido. Esto se puede observar en los valores de la Tabla 2.2. Así, se puede esperar que la extracción por fluido supercrítico sea tan completa como la que se lleva a cabo con disolventes líquidos ya que ambos presentan similares características solvatantes y, al mismo tiempo, que sea mucho más rápida y eficiente, ya que su baja viscosidad favorece los fenómenos de transferencia de masa y penetrabilidad en la matriz de biomateria. [Val94]

Tabla 2.2: Valores típicos de densidad, viscosidad y difusividad para gases, líquidos y FSC.[Val94]

Fluido	Densidad (g/ml)	Viscosidad (Pa.s)	Difusividad (cm²/s)
Gases	10 ⁻³	10 ⁻⁵	10 ⁻¹
FSC	0.2-0.9	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴
Líquidos	0.6-1.6	10 ⁻³	10 ⁻³

2.1.3 Proceso de Extracción por Fluido Supercrítico

Un proceso de Extracción por Fluido Supercrítico consiste en dos pasos: la extracción de los compuestos solubles en un solvente supercrítico y la separación de los solutos extraídos del solvente. La extracción puede ser aplicada a una matriz sólida, líquida o viscosa. Basado en los objetivos de la extracción se pueden considerar dos escenarios [Mar08]:

1. Separación del material portador. En este caso, el material de suministro constituye el producto final después de que los compuestos indeseables son eliminados. Por ejemplo, la desalcoholización de bebidas alcohólicas, la remoción de sabores o la descafeinización del café.
2. Separación del material extraído. Los compuestos extraídos del material de suministro constituyen el producto final, por ejemplo, aceites esenciales o extracción de antioxidantes.

La separación de compuestos solubles del FSC puede ser llevado a cabo modificando las propiedades termodinámicas del solvente supercrítico o mediante un agente externo (Figura 2.2). En el primer caso, el poder solvente es modificado manipulando la presión o temperatura de operación. En el segundo caso, la separación puede realizarse por absorción o adsorción. El método más común reduce la presión de operación mediante una expansión isoentálpica, lo cual origina una reducción de la densidad del fluido y además una reducción del poder solvente. Si la separación se realiza manipulando la temperatura, dos situaciones pueden ocurrir, dependiendo de la solubilidad de los compuestos disueltos. Si la solubilidad se incrementa con la temperatura a presión constante, una disminución de temperatura disminuirá la solubilidad y separará los compuestos disueltos en el solvente supercrítico. Si la solubilidad disminuye con un incremento de temperatura a presión constante, un incremento de temperatura separará los compuestos del fluido supercrítico solvente. Si la separación es llevada a cabo por un agente auxiliar, como un adsorbente, no ocurren significativos cambios de presión, así la presión diferencial a través de la bomba es mucho más baja. Este tipo de proceso implica bajos costos operativos; de cualquier modo, la recuperación del extracto del adsorbente es normalmente muy difícil. Para superar la desventaja de las grandes pérdidas de extracto, la etapa de adsorción puede ser remplazada por una etapa de absorción. El extracto disuelto en el solvente supercrítico es absorbido por un fluido de lavado en un flujo de contracorriente usando una columna o torre de atomización bajo presión. La separación de solutos por adsorción y absorción ha sido aplicada en la descafeinización de café. [Mar08, Zos74]

Una de las principales ventajas de los FSC es la habilidad para modificar su selectividad variando la presión y temperatura. Además, los FSC son frecuentemente usados

para extracción selectiva o separar compuestos específicos de una mezcla. Un procedimiento es mediante un proceso de extracción fraccionaria. En este caso, la extracción es llevada a cabo en dos etapas. Durante la primera etapa, un fluido de densidad relativamente baja es elegido, lo cual permite la extracción de compuestos que son solubles a baja presión. Luego, el residuo es adicionalmente extraído con el fluido a alta densidad para recuperar los compuestos más pesados. Otro ejemplo de extracción fraccionaria consiste en la remoción de fracciones no polares en la primera etapa usando un solvente supercrítico y la remoción de fracciones más polares del residuo en la segunda etapa añadiendo un cosolvente. [Mar08, MKB94]

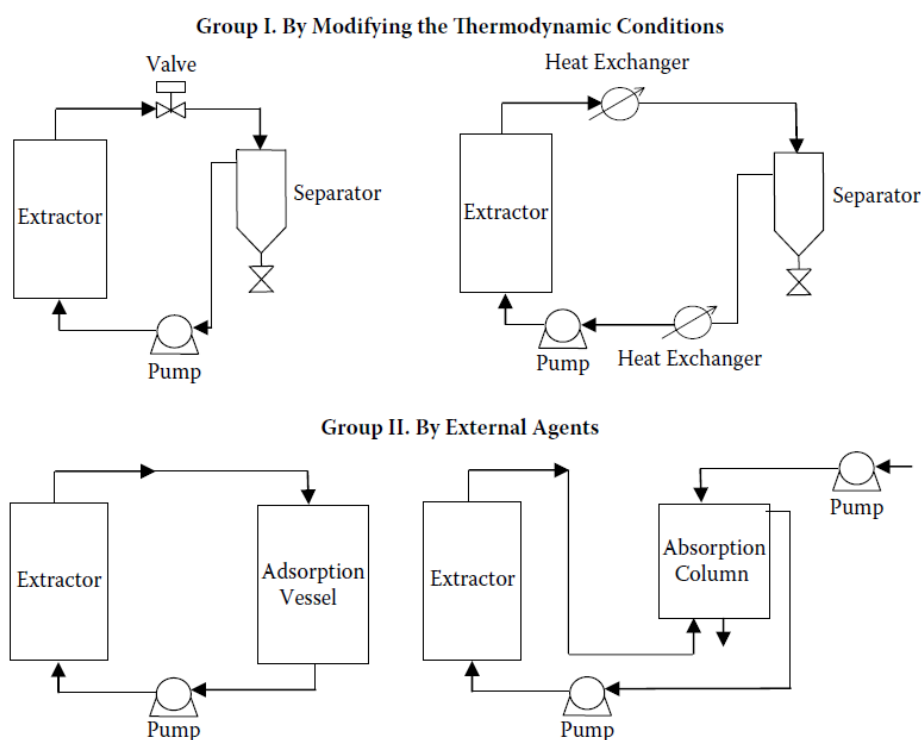


Figura 2.2: Esquemas básicos del proceso de Extracción por Fluido supercrítico. Arriba mediante la modificación de condiciones termodinámicas y abajo mediante el uso de agentes externos. [Mar08]

Otro procedimiento para extraer selectivamente o separar compuestos específicos de una mezcla es la despresurización secuencial. En este caso, ambas fracciones (pesadas y ligeras) son simultáneamente extraídas usando fluido de alta densidad. Luego el solvente supercrítico y el extracto pasan a través de múltiples etapas de despresurización, permitiendo así la separación fraccionaria. En la primera etapa de despresurización, la fracción más pesada es recolectada; la fracción ligera o volátil es recolectada

en la última etapa. Generalmente se usan dos etapas de despresurización, aunque en algunos específicos casos, se usan hasta tres etapas. Este método es frecuentemente utilizado en la extracción de especias, donde la solubilidad de la oleoresina y fracciones de aceites esenciales en un solvente supercrítico varían significativamente con la presión y temperatura. Generalmente, la extracción se realiza a alta presión (400 – 600 bar), así ambas fracciones son solubles en el solvente supercrítico. La separación o recolección de fracciones de oleoresina toma lugar en el primer separador reduciendo la presión de extracción a presiones intermedias (150 – 200 bar). Bajo tales condiciones de operación, las fracciones aromáticas permanecen en la fase supercrítica. Al abandonar la primera separación, la presión es nuevamente reducida y los aceites esenciales son recolectados en el segundo separador. Este tipo de proceso se ha aplicado satisfactoriamente en muchos productos. En algunos casos, ambas fracciones son deseables mientras que en otras sólo una de las fracciones tiene interés comercial. [MKB94, Mar08]

Extracción por fluido supercrítico de compuestos desde una matriz sólida.

La mayor parte del desarrollo e implementación industrial en Extracción por Fluido Supercrítico se ha realizado sobre matrices sólidas. La Figura 2.3 ilustra un diagrama de flujo general de un proceso de extracción por fluido supercrítico desde una matriz sólida. El solvente es subenfriado previo a su ingreso a la bomba, asegurando que entre en fase líquida para así evitar problemas de cavitación. El solvente presurizado es calentado por encima de su temperatura crítica hasta la temperatura de extracción, previo a su ingreso al recipiente de extracción. El recipiente de extracción, el cual es llenado con la matriz sólida, es calentado eléctricamente o por agua a la temperatura de extracción. El solvente supercrítico fluye a través de la matriz y los compuestos solubles son extraídos del material portador. El fluido supercrítico junto al extracto, abandonan el recipiente de extracción por la parte superior, a través de una válvula reductora de presión. El poder solvente disminuya con la reducción de presión, de tal modo que los compuestos se precipitan. Para asegurar la precipitación total, el solvente supercrítico es calentado por encima de su temperatura de saturación para alcanzar la fase gaseosa. Bajo esas condiciones, el poder solvente es despreciable. Luego el material es reco-

lectado en un separador mientras el solvente en fase gaseosa abandona el recipiente de separación por la parte superior y es recirculado hacia el recipiente de extracción. Una vez la extracción de la matriz se ha completado se requiere seguir los siguientes pasos en los recipientes de extracción: despresurización, apertura del recipiente de extracción, descargar la matriz procesada, recargar matrices frescas, cerrar el recipiente de extracción, presurizar a las condiciones de operación. [Mar08]

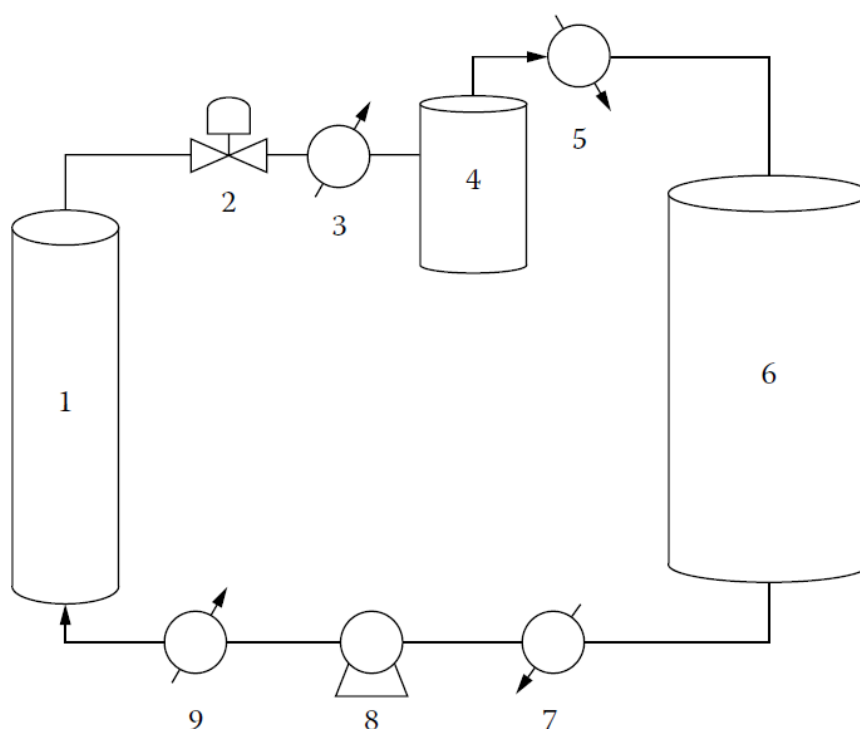


Figura 2.3: Esquema de un proceso de Extracción por Fluido supercrítico para matrices sólidas. (1) Recipiente de Extracción, (2) Válvula de reducción de presión, (3) Vaporizador, (4) Separador, (5) Condensador, (6) Receptor, (7) Pre enfriador, (8) bomba, (9) Pre-calentador. [Mar08]

Uno de los aspectos más difíciles es conseguir la alimentación continua de sólidos y la descarga continua en un recipiente de extracción de alta presión. Generalmente, la alimentación de material sólido es resuelta usando canastas precargadas. Desde un punto de vista industrial o comercial, el uso de sólo un recipiente de extracción, incluso con un mecanismo de rápida apertura que permite abrir y cerrar rápidamente el recipiente no es económicamente viable. Además, se requiere múltiples recipientes de extracción operando en un flujo contracorriente. La Figura 2.4 muestra un esquema general de una extracción en cascada con cuatro recipientes de extracción. En este caso,

una vez el material crudo en el primer recipiente es totalmente procesado, el recipiente es sacado del proceso mediante válvulas. Una vez el recipiente ha sido despresurizado, vaciado y rellenado, este entra en la línea de proceso como el último recipiente de extracción. El segundo extractor es el siguiente a ser aislado de la línea del proceso. Operando de esta manera, el solvente supercrítico fresco extrae primero el material crudo que está parcialmente procesado y en la última etapa de extracción el solvente supercrítico extrae material crudo fresco. Esta configuración permite conseguir una más alta relación de material extraído y material solvente. El objetivo es maximizar dicha relación. [Mar08]

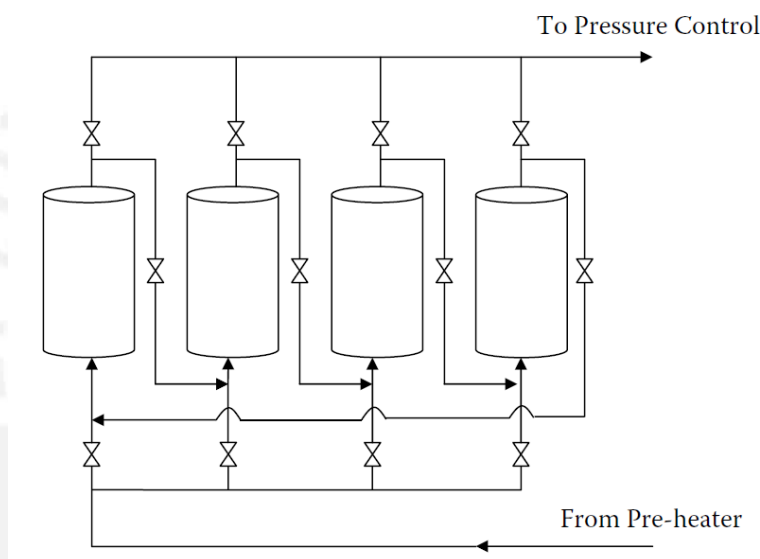


Figura 2.4: Esquema de operación en cascada de múltiples recipientes de extracción. [Mar08]

Como los extractores son operados por lotes, un factor crítico es disminuir los tiempos de carga y descarga. Además un mecanismo automático de rápida apertura y cerrado, también de rápido despresurizado, y la secuencia de carga / descarga son críticos en el diseño de una planta de extracción supercrítica.

Extracción por Fluido Supercrítico de compuestos desde un suministro líquido.

Cuando el material de suministro está en estado líquido, la extracción es típicamente realizada en una columna de contracorriente. El material denso (líquido) es introducido a media altura de la columna, y el material con menor densidad (solvente)

es introducido desde la base de la columna. Este proceso continuo conduce a costos de operación más bajos que los que se consiguen con la extracción desde una matriz sólida. Un diagrama de flujo de proceso se muestra en la Figura 2.5. Las etapas de separación y regeneración del solvente es similar al de la extracción desde una matriz sólida. [Mar08]

Similar a los procesos convencionales de columna contracorriente, el contacto entre las fases es favorecido por el material de relleno realizado de manera aleatoria o estructurada. Adicionalmente, el reflujo del extracto mejora la selectividad en el proceso de extracción. El extracto y el solvente dejan la columna por la parte superior mientras que el material más pesado, o refinado, es recolectado desde la base de la columna. La columna de contracorriente es calentada eléctricamente o por una chaqueta de agua caliente y el proceso de extracción puede tomar lugar a una temperatura constante o con un gradiente controlado de temperatura. El último proceso provee un reflujo interno que incremente la selectividad.[Mar08, WC00]

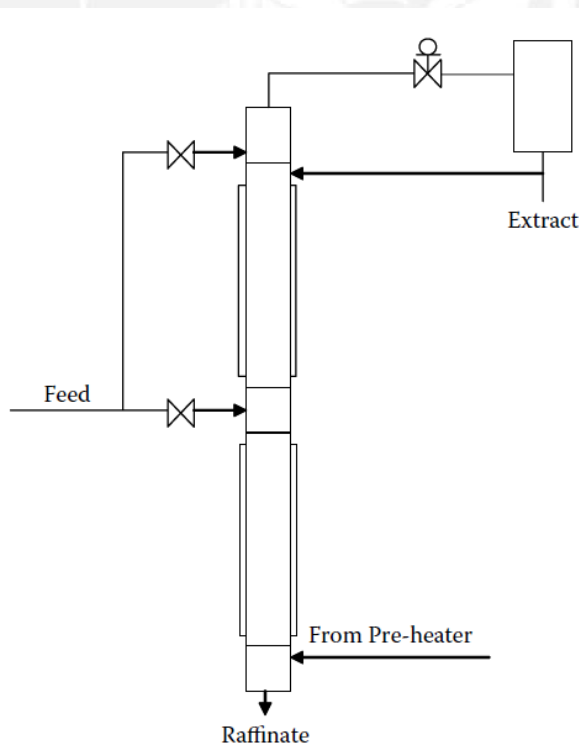


Figura 2.5: Esquema de un proceso de Extracción por Fluido supercrítico desde suministro líquido.

[Mar08]

El diseño del proceso está basado en los datos de equilibrio de fase, lo cual determina el número de etapas teóricamente necesarias para realizar una separación específica; la altura de la columna, que está relacionada a la transferencia de masa o la altura equivalente a una bandeja teórica, y el diámetro de la columna, que determina la capacidad. El último parámetro está relacionado al comportamiento hidrodinámico de la mezcla en contacto con el relleno. [Mar08]

En los casos en que la viscosidad del líquido es muy alta el proceso de extracción requiere intenso y uniforme contacto entre el material de suministro y el solvente. Este contacto puede ser conseguido mediante mezclado mecánico o nebulización del material viscoso a través de una boquilla. En el caso del mezclado mecánico, el líquido viscoso es bombeado al recipiente de extracción. Al adicionar el solvente supercrítico, la viscosidad del producto disminuye, lo cual facilita el mezclado y disminuye el torque requerido. El solvente supercrítico fluye a través del material viscoso extrayendo los compuestos solubles. El fluido supercrítico y el extracto abandonan el recipiente de extracción por la parte superior. Una vez se completa la extracción el material restante puede ser descargado por la parte inferior del recipiente. En el caso de la nebulización, el material viscoso y el solvente supercrítico son mezclados y rociados a través de una boquilla. El solvente supercrítico reduce la viscosidad del material de suministro y además disminuye la tensión interfacial. Al rociar a través de una boquilla, un fenómeno de atomización toma lugar, creando grandes cantidades de gotitas con un gran área superficial y un alto contacto entre ambas fases. El solvente supercrítico extrae el material soluble y los residuos insolubles se precipitan al fondo del recipiente de extracción. [Mar08, WC00]

2.2 ESTADO DEL ARTE

La utilización de la tecnología de extracción por fluido supercrítico no se limita a la extracción de compuestos de matrices vegetales, esta tecnología se viene utilizando para objetivos de diversa índole como la optimización del teñido de fibras, la limpieza de circuitos integrados, la limpieza de residuos de plaguicidas, la liberación de metales tóxicos contenidos en madera, la producción de grafeno a partir de grafito, el reempla-

zo de materiales piezoeléctricos por componentes libres de plomo, la optimización en la obtención de aerosoles, entre muchos otros, sin embargo el presente trabajo versa sobre la extracción bio-botánica, y es hacia ese campo que se ha enfocado el presente análisis.

En los últimos quince años, los extractos de más de trescientas especies de plantas han sido estudiados empleando la tecnología de extracción por fluido supercrítico [dMSS14]. Mientras que muchos extractos y componentes puros de las especies en mención ya son utilizados en la nutrición humana y con propósitos medicinales, otros representan potencialmente nuevas aplicaciones involucrando plantas cuyo conocimiento, en la mayoría de casos, ha sido establecida experimentalmente o, incluso, aún no cuenta con cobertura científica.

La situación actual de la Extracción por Fluido Supercrítico desde matrices biobotánicas en el panorama mundial se puede abarcar desde siete vertientes distintas. Séis de estas avocadas a la investigación [dMSS14]: Matrices de Biomateria y moléculas de origen natural, productos objetivo, condiciones de operación, modelamiento, escalamiento, y análisis económico. Y una correspondiente al desarrollo de sistemas a nivel comercial que se encargan de proveer a la industria sistemas capaces de explotar los beneficios de la Extracción por Fluido Supercrítico. A continuación se hace una descripción de las mencionadas vertientes.

2.2.1 Matrices de Biomateria y moléculas de origen natural

Al analizar los diversos trabajos referentes a extracción por fluidos supercríticos se encuentran ciertas distribuciones en referencia a las matrices de biomateria, así, tenemos que aproximadamente el 45 % de matrices vegetales están conformadas por semillas (28 %) y hojas (17 %), el 55 % restante está constituido por frutos (10 %), raíces (7 %), flores (5 %), rizomas (3 %), corteza (2 %) y un conglomerado de tallos, maderas, mezclas, entre otras sin mayor distinción (28 %). Esto de acuerdo a una recopilación de alrededor de 500 publicaciones revisadas en [dMSS14]. Esta distribución se puede observar en la Figura 2.6.

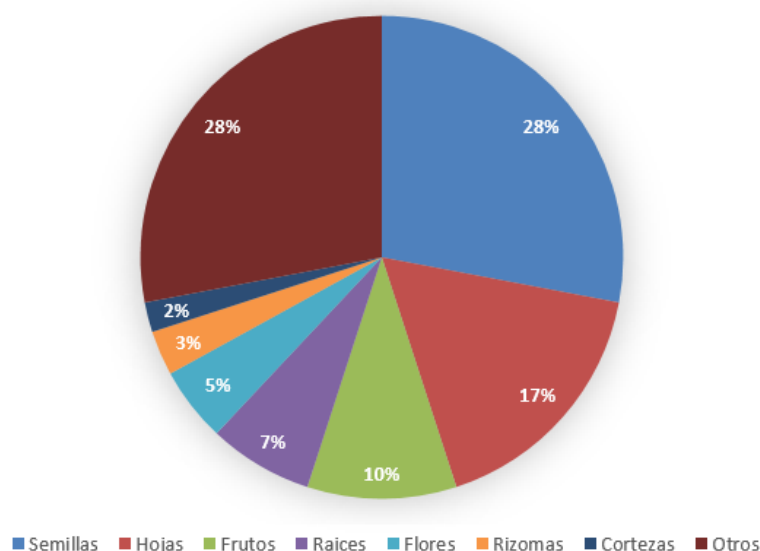


Figura 2.6: Distribución de Matrices de Biomateria [dMSS14].

Como ejemplo de las matrices de biomasa tenemos a la semilla de Uva, semilla de Maracuyá, semilla de Moringa, semilla de Achiote, semilla de Trigonela, hojas de Girasol, hojas de Gutapercha, flores de Margarita, fruto de Pimienta Roja, fruto de Gardenia, raíz de Zanahoria, corteza de Pino, entre otros.

Respecto a las moléculas de origen natural se puede decir que los extractos obtenidos desde matrices vegetales son normalmente mezclas de los siguientes componentes [dMSS14]: Triglicéridos, Ácidos grasos, Alcoholes grasos, Terpenoides, Fitosteroles, Tocoferoles, Tocotrienoles y Fenoles.

Los Triglicéridos forman parte de los aceites comestibles. Los Ácidos grasos se utilizan para fabricar jabones, aceites no comestibles y lubricantes. Los Alcoholes grasos se utilizan como solventes oleoquímicos o surfactantes. Los Terpenoides son utilizados como fragancias y colorantes, incluso se han encontrado algunos terpenoides que presentan bioactividad. Los Fitosteroles son usados para reducir la absorción de colesterol intestinal. Los Tocoferoles y Tocotrienoles son usados como antioxidantes. Por último, los Fenoles portan diversos componentes de color, aroma y sabor de productos vegetales. [CKBD15, CMO13]

2.2.2 Productos Objetivo

Es fácil dividir los productos objetivo de la extracción por fluido supercrítico en dos grandes grupos: aceites comestibles (grandes volúmenes, bajo precio) y aceites esenciales (bajos volúmenes, altos precios). Dentro de los aceites comestibles tenemos, por ejemplo al aceite de Palma, aceite de Nabo, aceite de Soya, entre otros. Respecto a los aceites comestibles los investigadores buscan cubrir las siguientes metas:

- Reemplazar solventes orgánicos que son ambientalmente peligrosos.
- Enriquecimiento de los aceites comestibles con la adición de componentes bioactivos.
- Aprovechamiento de residuos vegetales.
- Valorización de partes vegetales no exploradas.

Dentro de los aceites esenciales tenemos, por ejemplo al aceite esencial de Naranja, al aceite esencial de Uva, aceite esencial de margarita, aceite esencial de Tomillo, aceite esencial de Citronella entre otros.

Los aceites esenciales son utilizados en la industria como saborizantes, aromatizantes, nutracéuticos, para la fabricación de cosméticos, entre otros usos. Debido a lo anterior las metas que los investigadores buscan cubrir son las siguientes:

- Explorar nuevas especies que contengan aceites esenciales.
- Utilizar la EFS como método alternativo de extracción para las especies conocidas.
- Mejorar la concentración de agentes bioactivos.

2.2.3 Condiciones de operación

Existen diversos trabajos de investigación en busca de las mejores condiciones de operación para los procesos de SFE, estas condiciones de operación se dividen en

cuatro grupos: Presión-Temperatura, Poder Solvente, Adición de Cosolvente, Flujo de Solvente.

Respecto a *Presión-Temperatura*, se sabe que SFE es un proceso tradicionalmente definido como de alta presión. La variación de la presión influye directamente en la densidad del fluido supercrítico, y esto afecta directamente al poder solvente del mismo. La temperatura es, junto a la presión, la variable de estado que determina la condición de fluido supercrítico, y adicionalmente también determina la densidad del fluido. Debido a que la densidad del fluido es más sensible a la variación de presión es que se utiliza la variación de la presión como el principal medio para variar la densidad del fluido. Según [dMSS14] el principal rango de operación de SFE utilizando CO₂ es entre 31 - 40 °C y 72-500 bar.

Respecto al *Poder Solvente*, los investigadores analizan el poder solvente del fluido supercrítico en función a las condiciones de presión y temperatura y comparan los resultados con los métodos de Soxhlet y Destilación, esto con el fin de postular a la SFE como una alternativa viable a los métodos tradicionales de extracción.

Respecto a la *Adición de Cosolvente*, los investigadores buscan potenciar el poder solvente del CO₂ a fin de poder extraer solutos polares. Entre los cosolventes más utilizados se encuentran el Etanol, Metanol y Agua.

Respecto al *Flujo de Solvente*, los investigadores buscan encontrar el flujo ideal de fluido supercrítico que permita alcanzar la mayor eficiencia de extracción. En este caso el flujo ideal de fluido supercrítico depende de las propiedades físicas de la cámara de extracción que contiene la matriz.

Como ejemplo de trabajos de investigación respecto a las condiciones de operación se tienen estudios sobre la cinética del proceso [FRV⁺12], a la estimación de la tensión superficial del CO₂ [ZFWZ15], influencia de los parámetros de operación en la calidad del extracto [RdDB⁺08], entre otros.

2.2.4 Modelamiento

Respecto al modelamiento los investigadores orientan el modelamiento a los siguientes aspectos:

- **Variables de Proceso:** Los investigadores buscan hallar las relaciones existentes entre las variables manipuladas (presión y temperatura básicamente) y las variables del fluido supercrítico como son Densidad, Viscosidad, Difusividad, coeficientes de transferencia, Solubilidad, Dispersión Axial, etc.
- **Modelos de extracción:** Los investigadores buscan hallar las relaciones existentes entre las variables manipuladas y la eficiencia de extracción,
- **Modelos estadísticos:** Estos modelos son de tipo experimental y se orientan a buscar la optimización del proceso de acuerdo a la variación de los parámetros de operación.

Como ejemplos de trabajos correspondientes al modelamiento tenemos modelos dinámicos de proceso [SM14], modelos de extracción [LYS01] y modelos estadísticos para optimización [BTS⁺15, CJL⁺12].

Cabe resaltar que el modelamiento de los procesos SFE es casi siempre utilizado al momento de hacer estimaciones o análisis económicos del proceso.

2.2.5 Escalamiento

La gran mayoría de trabajos de investigación son a nivel analítico, por lo cual las capacidades de extracción están bastante lejos de las capacidades industriales.

La forma en que proponen alcanzar capacidades de nivel industrial es a través del escalamiento, es decir, de poder replicar a gran escala los resultados de la experimentación. Ante este reto los investigadores encuentran cuatro criterios de escalamiento:

- Cuando la solubilidad es una limitante

- Cuando la difusión es una limitante
- Cuando existe la limitante doble
- Cuando se postula una escala alternativa

Los trabajos que se enfocan a plantas a escala piloto o industrial son bastante escasos, sin embargo se pueden apreciar como ejemplo algunos trabajos en los que se ha trabajado con plantas a escala piloto [CMR⁺08, SHP⁺01, LZW⁺11]. A escala industrial son prácticamente inexistentes los trabajos de investigación.

2.2.6 Análisis Económico

El análisis económico es la herramienta que confirma el potencial técnico de un proceso de SFE y alienta que se realicen estudios orientados hacia las aplicaciones comerciales; los resultados de estos análisis son bastante prometedores incluso en las fases primarias de investigación cuando las decisiones sobre condiciones de operación, tratamientos previos sobre la matriz, adición de co solventes y demás variantes pueden ser ponderadas en el momento correcto, sin embargo, debido a que el análisis económico es bastante susceptible a imprecisiones en los costos de tratamientos previos de optimización, modelamiento o escalamiento, se debe tener un vasto y confiable conocimiento del proceso cuando se realiza un análisis económico.

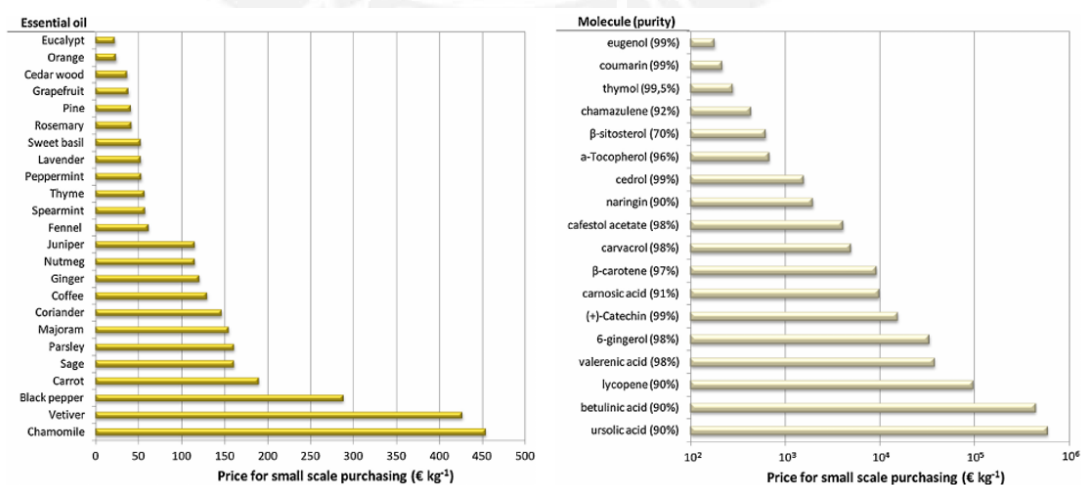


Figura 2.7: (Izquierda) Precios de aceites esenciales. (Derecha) Precios de moléculas libres [dMSS14].

Para que el análisis económico de un proceso de SFE sea preciso se deben tener muy en cuenta diversos temas como los tipos de operación del proceso (continuo, por lotes, semicontinuo, etc), el objetivo principal del proceso (poco extracto de alto valor o mucho extracto de bajo valor), la pureza o concentración del producto final, la inclusión de modificadores (co solvente), entre otros. Por ejemplo, se intuye que la operación continua de la planta es el tipo de proceso que minimiza los costos totales, sin embargo se ha demostrado que la diferencia de costos con el tipo de extracción por lotes no es suficientemente significativo como para justificar el tipo de proceso continuo como el más apropiado. Por otro lado, diversos estudios al realizar el análisis económico toman como precio de referencia de los extractos a los precios que se obtienen mediante otros métodos de separación, sin embargo no toman en cuenta que los productos obtenidos por SFE cuentan con mayor pureza o con valiosos enriquecimientos que le darían al producto un valor muy por encima del valor del mismo producto obtenido por medios convencionales; adicionalmente, los precios del mercado de los extractos o aceites esenciales o similares vienen determinados por los procesos convencionales, por lo cual estos precios no siempre son los adecuados a considerar cuando se trata de SFE, por ejemplo, se tiene entre los aceites esenciales (Figura 2.7) que el Aceite esencial de Eucalipto figura como el más barato de la lista, sin embargo, mediante experimentación por SFE se ha descubierto que el Aceite esencial de Eucalipto obtenido de la corteza externa del Eucalipto contiene una considerable concentración de ácidos betulínico y ursólico, cuyos precios como moléculas libres son los más altos (Figura 2.7), esto lleva a pensar que potencialmente la SFE puede entregar un considerable valor agregado a los aceites esenciales mediante el enriquecimiento con partículas deseadas, por lo cual los precios de los productos obtenidos por medios convencionales no serían los más adecuados al realizar análisis económicos de SFE. En contraparte a lo anterior, muchas veces la forma de obtener moléculas libres o aceites esenciales enriquecidos implica adicionar modificadores al CO₂, estos modificadores pueden hacer que el proceso pierda su categoría de “proceso inocuo” o “proceso verde” y a su vez hacer que los costos de permiso relativos a desechos químicos y tratamientos similares, con lo cual podría hacer fracasar la evaluación económica del proyecto en la búsqueda de un producto más valioso, por lo cual, nuevamente, es preciso contar con un conocimiento confiable de todo el proceso al momento de tomar decisiones y hacer

análisis económicos del proceso.

2.2.7 Sistemas comerciales

A nivel comercial existen diversos fabricantes que ofrecen soluciones para la extracción por fluido supercrítico a toda escala: equipos portátiles a escala laboratorio, plantas a escala piloto y plantas a escala industrial. La escala viene principalmente determinada por el volumen de biomateria que pueden procesar [dMSS14], así la escala laboratorio ostenta capacidades de entre 0.01 - 1.0 litros, la escala piloto entre 2.0 - 200.0 litros, y la escala industrial procesa por encima de los 200.0 litros según la necesidad de procesamiento.

Fabricantes como JASCO, BENCHTOP o WATERS ofrecen equipos portátiles para extracción supercrítica, estos equipos están más orientados a la cromatografía que a la extracción propiamente dicha. Los fabricantes ofrecen sus equipos en diferentes capacidades de procesamiento, presión y flujo de solvente. En la Figura 2.8 se muestran dos ejemplos de estos equipos.



Figura 2.8: Equipos a escala laboratorio: (Izquierda) Ejemplo de un equipo para cromatografía ofrecido por WATERS. (Derecha) Ejemplo de un equipo ofrecido por JASCO.

(Fuente: WATERS Corporation / JASCO Products Company)

Fabricantes como WATERS, PID Eng&Tech, NATEX o SEPARECO ofrecen plantas piloto para extracción supercrítica. Estas plantas son generalmente modulares, se puede escoger entre diversas capacidades de procesamiento, recipientes de extracción, sistemas de separadores, sistemas de reciclaje del solvente, sistemas de control y auto-

matización, entre otras características según se requiera. En la Figura 2.9 se muestran un ejemplo de planta piloto, en este caso se trata de una modelo ofrecido por PID Eng&Tech en el que se puede observar clara y didácticamente el diseño modular de este tipo de plantas.



Figura 2.9: Un modelo de planta a escala Piloto ofrecida por PID Eng&Tech.

(Fuente: Process Integral Development Eng & Tech S.L.)

Los fabricantes como SEPARECO, NATEX, GREENER o ECOBIOTON ofrecen plantas para extracción supercrítica a escala industrial, cabe resaltar que estos fabricantes ofrecen únicamente soluciones personalizadas de acuerdo a las necesidades del cliente. En la Figura 2.10 se puede observar un ejemplo de una planta industrial, en este caso suministrada por ECOBIOTON.

Como comentario final, los sistemas ofrecidos en todas las escalas manejan los mismos rangos de presión (en promedio alrededor de 600 bar) y temperatura (en promedio alrededor de 100 °C). En lo que se diferencian entre unas de otras, además de la capacidad de procesamiento que define la escala es en la magnitud del flujo de solvente, esta magnitud suele ser proporcional a la capacidad de procesamiento, por lo cual mientras más grande la capacidad de procesamiento o tamaño del sistema mayor flujo de solvente en el sistema.



Figura 2.10: Un modelo de planta a escala Industrial implementada por ECOBIOTON.

(Fuente: ECOBIOTON LLC)

2.3 ESTADO DE LA TECNOLOGÍA

En el mercado existen diversos sistemas de extracción por fluido supercrítico, a niveles laboratorio, piloto e industrial de acuerdo a las capacidades de extracción que manejan estas plantas. La escala que se ha determinado para la planta en la escala piloto según lo previamente establecido. Es importante, además de reseñar las soluciones integrales que ofrecen los fabricantes, revisar las tendencias actuales respecto a los componentes individuales de la planta ya que en el presente trabajo se busca conseguir una configuración particular de acuerdo a las necesidades establecidas.

2.3.1 Plantas piloto

Se han revisado las principales opciones que ofrece el mercado respecto a plantas de extracción por fluido supercrítico a escala piloto y se ha seleccionado como más relevantes las soluciones que ofrecen los siguientes fabricantes: Infinity Supercritical, NATEX, PID Eng&Tech, SEPARECO, Supercritical Fluid Technologies y WATERS. Se hace una breve descripción de estas soluciones a continuación.

Infinity Supercritical - Modular Fluid Extractor (MFE)

Esta solución es un sistema que maneja rangos de operación fijos, una presión máxima de 2000 psi (138 bar) y una temperatura máxima de 71 °C, no especifica el flujo de CO₂ con que trabaja. El sistema está diseñado para trabajar con biomateria sólida y la capacidad de procesamiento la ofrecen a pedido del cliente, desde 2.5 hasta 100 litros. En la Figura 2.11 se puede observar una fotografía de este sistema.



Figura 2.11: Modular Fluid Extractor (MFE), planta piloto ofrecida por Infinity Supercritical.

(Fuente: Infinity Supercritical LLC)

La secuencia de trabajo de este sistema que nos brinda el fabricante es la siguiente: “El CO₂ líquido a alta presión es bombeado al recipiente de extracción, que contiene la biomateria, la cual, al contacto con el CO₂ libera sus extractos en el flujo del fluido supercrítico, ya que éste actúa como solvente. La mezcla de gas y extracto es depositada en los recipientes de separación o recolección, donde la presión cae y el extracto se separa del CO₂. El CO₂, que se encuentra en estado gaseoso es devuelto a su estado líquido por medio de un pequeño intercambiador de calor y luego recirculado a la bomba de CO₂ para comenzar el ciclo nuevamente.”. El fabricante indica que utiliza una bomba de pistón para presurizar el CO₂, una válvula controlable para regular la presión del sistema y que la separación la realiza utilizando precipitadores electrostáticos.

NATEX - Supercritical R&D Unit

Esta solución maneja rangos de operación fijos, una presión máxima de 550 bar y no especifica temperatura máxima sin embargo se asume preparado para trabajar con fluido supercrítico por lo menos a 80°C acorde a los rangos normales de operación en procesos de este tipo. El sistema de bombeo del sistema permite trabajar con hasta 20 kg/h (333 g/min) de CO₂. Esta planta está diseñada para trabajar con biomateria sólida y la capacidad de procesamiento que ofrece es de 2 litros. En la Figura 2.12 se puede observar una fotografía de esta planta.



Figura 2.12: Supercritical R&D Unit, planta piloto ofrecida por NATEX.

(Fuente: NATEX Prozesstechnologie GmbH)

En este caso el fabricante no indica mayor detalle sobre el funcionamiento o la operación de su planta, sin embargo indica que utiliza una bomba dosificadora para presurizar el CO₂, una válvula controlable para regular la presión y que utiliza separadores ciclónicos de dos etapas.

PID Eng&Tech – Supercritical Extraction Pilot Plant (SFF)

Esta solución maneja rangos de operación fijos, una presión máxima de 380 bar y no especifica temperatura máxima sin embargo se asume preparado para trabajar con

fluido supercrítico por lo menos a 80°C acorde a los rangos normales de operación en procesos de este tipo. El sistema de bombeo del sistema permite trabajar con hasta 4.7 l/h (72.53 g/min) de CO_2 . Esta planta está diseñada para trabajar con biomateria sólida y la capacidad de procesamiento que ofrece es de 2 litros. En la Figura 2.13 se puede observar una fotografía de esta planta.



Figura 2.13: Supercritical Extraction Pilot Plant (SFF), planta piloto ofrecida por PID Eng&Tech.

(Fuente: Process Integral Development Eng & Tech S.L.)

En este caso el fabricante no indica mayor detalle sobre el funcionamiento o la operación de su planta, sin embargo ofrece un diagrama esquemático del sistema, el cual se muestra en la Figura 2.14. Adicionalmente indica que utiliza una bomba de diafragma hidráulico con cabeza refrigerada para presurizar el CO_2 , una válvula servocontrolable para regular la presión y que utiliza separadores ciclónicos de dos etapas.

Del diagrama esquemático de esta planta, mostrado en la Figura 2.14, se pueden obtener datos interesantes, como por ejemplo, que la secuencia de trabajo inicia en el enfriamiento del CO_2 para garantizar que este se encuentre en estado líquido al ingresar a la bomba, ya sea sólo o mezclado con el co-solvente dependiendo de la aplicación, a continuación el CO_2 ya presurizado por la bomba es calentado por medio de un intercambiador de calor hasta llevarlo a la región supercrítica para luego ingresarlo en los recipientes de extracción. La mezcla de CO_2 y extracto es llevada al estado ga-

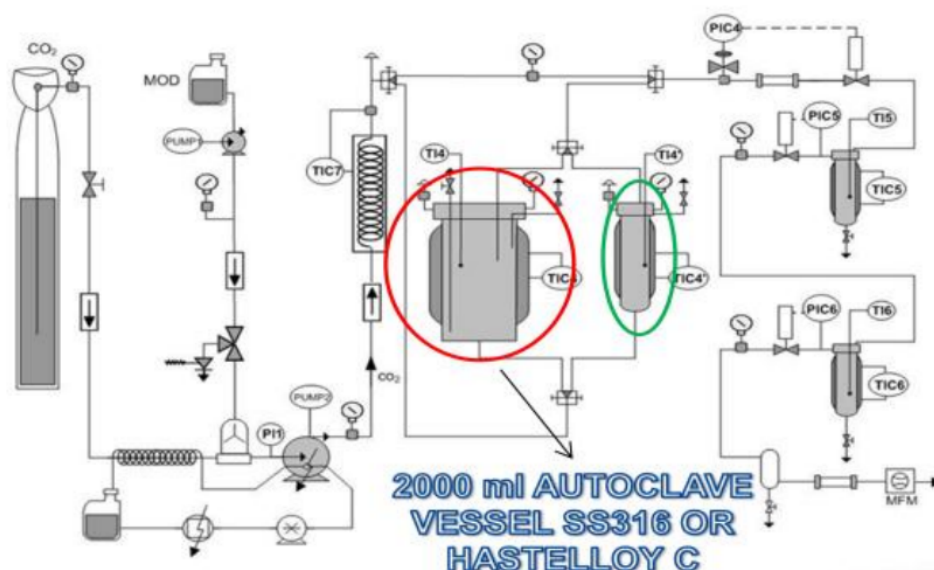


Figura 2.14: Diagrama esquemático del SFF de PID Eng&Tech.

(Fuente: Process Integral Development Eng & Tech S.L.)

seoso por medio de un evaporador para luego pasar a la etapa de separación doble por medio de una válvula controlada, que es la misma que se encarga de regular la presión del CO₂ supercrítico. Por último, la presión es controlada en cada fase de separación y se observa que los recipientes son encaquetados y con temperatura controlada para mantener el fluido en las condiciones ideales de operación. El CO₂ no es recuperado según el diagrama esquemático.

SEPRECO - Supercritical Pilot Plant

SEPRECO ofrece soluciones personalizadas a pedido del cliente, ofrece sistemas que manejen valores máximos de presión desde 300 hasta 600 bar y valores máximos de temperatura de 120 °C. Por otra parte ofrece flujos máximos de CO₂ desde 600 hasta 5000 g/min. Esta planta está diseñada para trabajar con biomateria sólida y la capacidad de procesamiento que ofrece es desde 2 hasta 200 litros. En la Figura 2.15 se puede observar una fotografía de una solución a medida.

En este caso el fabricante no indica mayor detalle sobre el funcionamiento o la operación de su planta, sin embargo indica que utiliza bombas de membrana para pre-surrizar el CO₂, válvulas controlables para regular la presión, múltiples opciones de



Figura 2.15: Supercritical Pilot Plant, planta piloto ofrecida por SEPARECO.

(Fuente: SEPARECO S.R.L.)

separación y fraccionamiento e indica que todos sus sistemas son fácilmente escalables hacia mayores niveles de trabajo.

Supercritical Fluid Technologies - Natural Products Extractor (NPX)

Supercritical Fluid Technologies ofrece soluciones personalizadas a pedido del cliente, ofrece sistemas que manejen valores máximos de presión desde 300 hasta 690 bar y valores máximos de temperatura de 120 °C. Por otra parte ofrece flujos máximos de CO₂ desde 200 hasta 1000 g/min. Esta planta está diseñada para trabajar con biomateria sólida y la capacidad de procesamiento que ofrece es desde 5 hasta 20 litros. En la Figura 2.16 se puede observar una fotografía de una solución a medida.

El fabricante utiliza el diagrama esquemático de la planta, que se muestra en la Figura 2.17 para explicar el funcionamiento del sistema. Indica que el proceso se inicia entregando el CO₂ a granel a una bomba de alimentación neumática la cual bombea el CO₂ hasta la cámara de extracción pasando previamente por un intercambiador de calor para así alcanzar la temperatura deseada y mezclando el fluido con el co-solvente si el procesos requiriera; la presión del CO₂ es controlada por medio de una válvula de control de micro medición. La mezcla de CO₂ y el extracto deseado pasa luego a ser

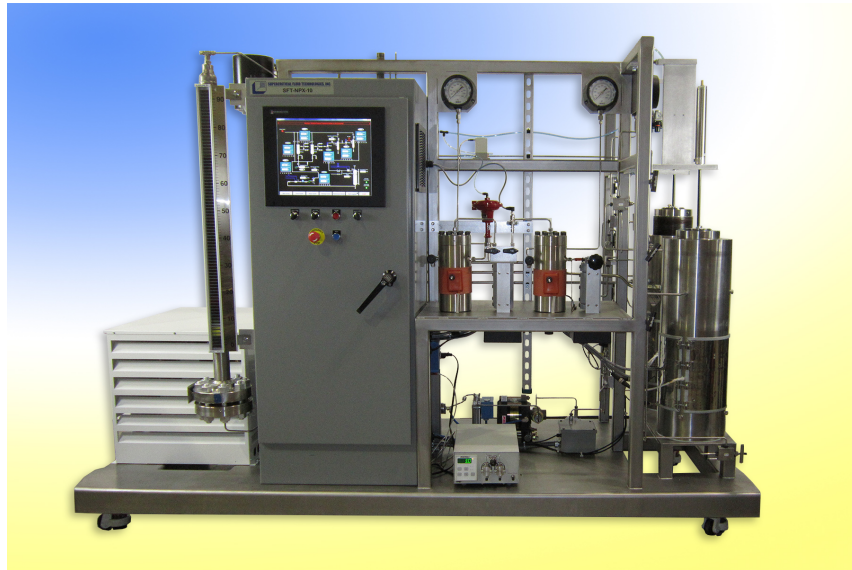


Figura 2.16: Natural Products Extractor (NPX), solución ofrecida por Supercritical Fluid Technologies.
(Fuente: Supercritical Fluid Technologies Inc.)

llevado a su estado gaseoso por medio de un calentador y de por último a la etapa de separadores, cada etapa se puede configurar para separar componentes específicos de acuerdo a los parámetros de presión y temperatura en esta sección, debido a ello esta sección también posee presión controlada.

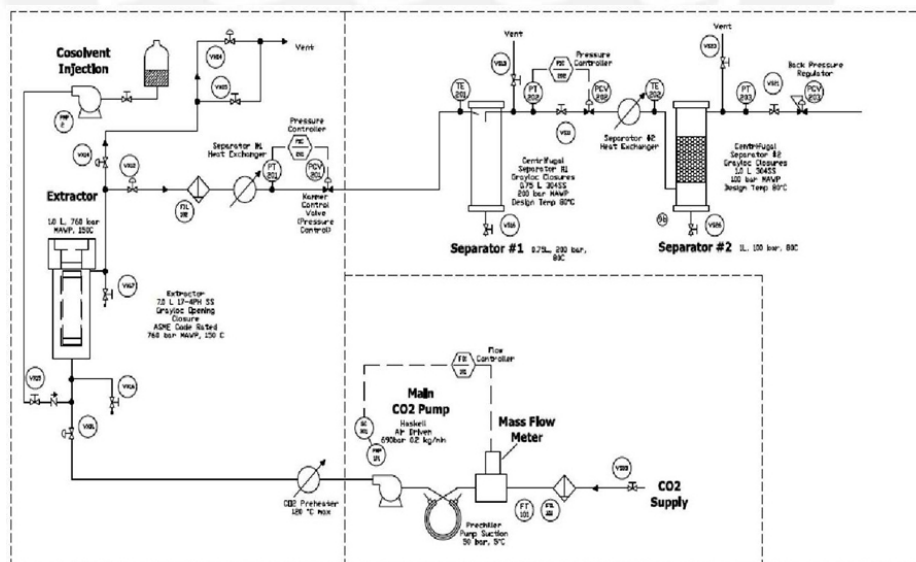


Figura 2.17: Diagrama esquemático del NPX de Supercritical Fluids Technology.
(Fuente: Supercritical Fluid Technologies Inc.)

WATERS - SFE Biobotanical Extraction System

Esta solución maneja rangos de operación fijos, una presión máxima de 600 bar e indica una temperatura máxima de trabajo de 120 °C. El sistema de bombeo del sistema permite trabajar con hasta 200 g/min de CO₂. Esta planta está diseñada para trabajar con biomateria sólida y la capacidad de procesamiento que ofrece es en unidades modulares de 5 litros cada una. En la Figura 2.18 se puede observar una fotografía de esta planta.



Figura 2.18: SFE Biobotanical Extraction System, planta piloto ofrecida por WATERS.

(Fuente: WATERS Corporation)

El fabricante utiliza el diagrama esquemático de la planta, que se muestra en la Figura 2.19 para explicar el funcionamiento del sistema. Indica que el sistema es alimentado con CO₂ a granel, el cual es enfriado para asegurar que se encuentre en fase líquida al ingresar a la Bomba de pistón, posteriormente por medio de un intercambiador de calor el fluido, ya mezclado con el co-solvente (opcional), es calentado a la temperatura deseada para luego ingresar al recipiente de extracción. La presión del sistema es controlado por un sistema regulador de presión hacia atrás que llaman ABPR (Automated Back Pressure Regulator). La mezcla de fluido y extracto pasa luego a la etapa de separación que está compuesta por uno o más ciclones dependiendo de los productos objetivos. Por último, el fabricante indica que se puede añadir un sistema de reutilización del CO₂. Cabe resaltar que los recipientes tanto de extracción como de

separación poseen chaquetas para mantener la temperatura en los valores deseados.

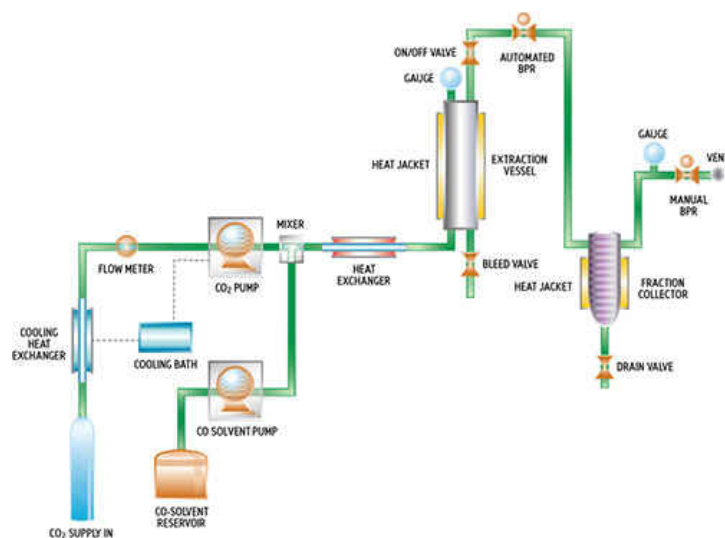


Figura 2.19: Diagrama esquemático del SFE Biobotanical Extraction System de WATERS.

(Fuente: WATERS Corporation)

A modo de resumen se ha elaborado la Tabla 2.3 a partir de las soluciones descritas previamente.

Tabla 2.3: Características más relevantes de las plantas piloto comerciales

Fabricante	Presión (bar)	Temp (°C)	Flujo (g/min)	Bomba (tipo)	Regulador de presión	Capacidad (l)
Infinity Supercritical	138	71	-	Pistón	Válvula de control	2.5-100
NATEX	550	-	333	Dosing	-	2
PID Eng&Tech	380	-	72.53	Diafragma	Válvula de control	2
SEPRECO	300-600	120	600-5000	Diafragma	Válvula de control	2-200
Supercritical Fluid Tech	300-690	120	200-1000	Neumática	Válvula de control	5-20
WATERS	600	120	200	Pistón	ABPR	5-10

Según las características que ofrecen los fabricantes se puede observar que el rango de presión de trabajo llega hasta los 600 bar en los sistemas que usan bomba eléctrica y hasta los 690 en el caso de los sistemas que usan bomba neumática. Por el lado de la

temperatura se puede deducir que si bien es cierto es un componente crucial en el sistema el límite máximo de trabajo no es muy tomado en cuenta en las especificaciones del sistema, por lo cual se considera que el límite de 120 °C es el adecuado para este tipo de sistemas.

Al margen de los parámetros de operación, que son los más importantes para el proceso, es importante prestar atención al flujo de CO₂, ya que este, en combinación con la presión de la bomba, determina la potencia de la bomba que requiere el sistema. Debido a que la bomba de alta presión es uno de los componentes más costosos de la planta es importante elegir correctamente este parámetro para evitar sobredimensionar el sistema y en consecuencia incurrir en sobrecostos. Según los sistemas que se muestran en la Tabla 2.3, se puede observar que el flujo de trabajo para un sistema de estas características se podría determinar, razonablemente, entre 200 y 1000 g/min, ya que las soluciones estandarizadas se ubican aproximadamente en dicho margen. Se observa que algunos sistemas alcanzan cotas mucho más altas de flujo, pero, según la información brindada por los mismos fabricantes estos sistemas son soluciones a medida de acuerdo a las necesidades del cliente.

Respecto al sistema de manipulación del fluido supercrítico se puede observar que los sistemas usan bombas de desplazamiento positivo para llegar a los niveles de presión deseados y utilizan válvulas de control para regular la presión deseada.

2.3.2 Componentes individuales

Las funciones principales que deben cumplir los componentes individuales de la planta piloto son: Almacenamiento del CO₂, el enfriamiento del CO₂, la presurización del CO₂, el mezclado del CO₂ con algún co-solvente, el calentamiento del fluido a la temperatura de trabajo, la extracción de compuestos, la regulación de presión, la evaporación del fluido, la separación del extracto, y la condensación del CO₂ recuperado. Esto de acuerdo con el proceso de extracción de una matriz sólida y las configuraciones de las plantas piloto previamente expuestas. A continuación se describe las tendencias de la actualidad respecto a los componentes individuales de acuerdo a la función que

cumplen en el proceso.

Almacenamiento de CO₂

El almacenamiento de CO₂ cumple dos funciones, permite servir a modo de tanque pulmón para la presurización del CO₂ y a su vez permite recuperar el CO₂ utilizado en el proceso. Al almacenar CO₂ lo más recomendable es utilizar una terma que permita mantener bajo control las variables de estado del CO₂, sin embargo es más usual el uso de un tanque que únicamente cuente con medición de nivel y presión, ya que estas variables son manejadas por el proceso integral.

Enfriamiento de CO₂

Para garantizar que el CO₂ se mantenga en fase líquida previo a su ingreso a la bomba es necesario utilizar un enfriador. En este caso el salto de temperatura se supone pequeño y la presión del fluido moderada, por lo cual la opción más utilizada para este cometido son los intercambiadores de placas debido a que es una alternativa económica, compacta y con bastante cobertura de mercado. Estos intercambiadores son complementados con unidades de condensación individuales en la mayoría de casos para la manipulación del refrigerante necesario, mientras que en otros casos se opta por utilizar circuitos de refrigeración globales para toda la planta. Otras opciones que se manejan son los clásicos intercambiadores de tubo y carcasa y las unidades integrales de enfriamiento conocidas como *Chiller*, las cuales no son muy utilizadas debido a su voluminosidad y costo, respectivamente.

Presurización de CO₂

Debido a que se trata de una aplicación de alta presión y bajo caudal la solución más utilizada para esta función es una bomba de desplazamiento positivo. A nivel piloto se utilizan bombas de diafragma, de pistón y dosificadoras principalmente. Desde el punto de vista económico las bombas de pistón son las más recomendadas debido a su versatilidad para adaptarse a componentes que se consiguen localmente. Las bombas

dosificadoras son las que manejan mejor precisión ya que los fabricantes las ofrecen como sistemas integrales y optimizados, sin embargo ese mismo detalle es lo que las hace más costosas. Las bombas de diafragma ofrecen similares prestaciones que las de pistón, sumándole a ello la versatilidad de poder ser operadas con aire comprimido, en contraparte su eficiencia es algo menor.

Mezclado con el co-solvente

A causa del nivel de presión y flujo del CO₂ líquido y las dimensiones de las tuberías que se utilizan normalmente el grado de turbulencia del flujo es suficientemente alto para que baste con una junta tipo T para poder ser mezclado con algún cosolvente. En algunos casos los fabricantes ofrecen la opción de utilizar un mezclador estático cuando la turbulencia de los flujos no es suficiente.

Calentamiento del fluido

Debido a la alta presión del FSC la opción que se presenta como más lógica para llevar a cabo la función de calentamiento es un intercambiador de tubo y carcasa ya que es la solución más versátil respecto a intercambiadores de calor para aplicaciones de alta presión. Por otra parte, los calentadores eléctricos por inducción son bastante utilizados debido a que no requieren de la implementación de un circuito de refrigeración complementario como en el caso del intercambiador de tubo y carcasa.

Extracción de compuestos

La cámara de extracción siempre requiere una solución a medida debido a la alta presión de operación, las particularidades del proceso y el manejo de la matriz de biomateria. Se estila a incorporar una chaqueta térmica la cámara a fin de mantener la temperatura deseada, esta chaqueta puede ser eléctrica o calentada por un fluido.

Regulación de presión

Debido al esquema de operación de la planta es necesario contar con un dispositivo que regule la presión aguas arriba al valor de presión supercrítica deseado a la salida del recipiente de extracción y otro a la salida del separador ciclónico para poder mantener los niveles de presión alta y baja. La tecnología que permite realizar esta función son los reguladores de contrapresión (*Backpressure regulators*), estos reguladores son ofrecidos en diversas configuraciones, principalmente es necesario determinar el mecanismo según el cual puede establecer la presión deseada, ya sea de forma manual, de forma automática utilizando un actuador electromecánico o de forma automática usando aire comprimido de acuerdo a las necesidades de la planta.

Evaporación del fluido

Para esta función se utiliza la misma tecnología que para la función de calentamiento del CO₂ es decir intercambiadores de tubo y carcasa o calentadores eléctricos, con preferencia por los segundos debido a que es una solución más compacta y versátil.

Separación del extracto

El proceso de separación del extracto depende en gran medida del extracto deseado, ya que, en algunos casos basta únicamente con la despresurización que se da después de la regulación de presión para que el compuesto se precipite por sí solo separándose del FSC. Cuando no es suficiente con la despresurización la solución más empleada son los separadores ciclónicos de una o varias etapas debido a su bajo costo y complejidad. Otras opciones son los separadores gravimétricos o los lavadores de gases, en el caso de los primeros el principal inconveniente es la lentitud con la que realizan la separación y en el caso de los segundos se requiere una segunda etapa para separar el compuesto del líquido de lavado.

Condensación del CO₂

Para esta función se utiliza la misma tecnología que para la función de enfriamiento del CO₂ es decir intercambiadores de tubo y carcasa, intercambiadores de placas o *Chillers* especializados, en este caso directamente condensadores de CO₂. La tecnología más utilizada son los intercambiadores de placas debido a que es la solución más compacta y económica.

2.4 SUMARIO

Se ha realizado una revisión completa de la tecnología de fluido supercrítico partiendo de los fundamentos desde una perspectiva histórica hasta el proceso de extracción por fluido supercrítico en sí mismo. Posteriormente se ha revisado el estado del arte de esta tecnología identificando las principales vertientes de la investigación respecto a esta tecnología. Finalmente se expuso una serie de plantas piloto comerciales a fin de contextualizar los parámetros, dimensiones y componentes respecto a las soluciones existentes en el mercado, en base a lo cual se realizó el desarrollo de la ingeniería básica de la planta piloto, que será expuesta en el siguiente capítulo.

CAPÍTULO 3

INGENIERÍA BÁSICA

En el presente capítulo se expone el desarrollo de la ingeniería básica de la planta piloto. En primer lugar se expone la forma en que se ha determinado las características y rangos de operación del sistema mediante la realización de un análisis de biomateria en el país y la descripción de las exigencias que debe cumplir la planta. Posteriormente se expone la conceptualización de la planta basado en la metodología de diseño VDI 2221. A continuación se expone el ciclo termodinámico de trabajo de la planta y se finaliza haciendo un esbozo de los esquemas de control de las variables de operación de la planta.

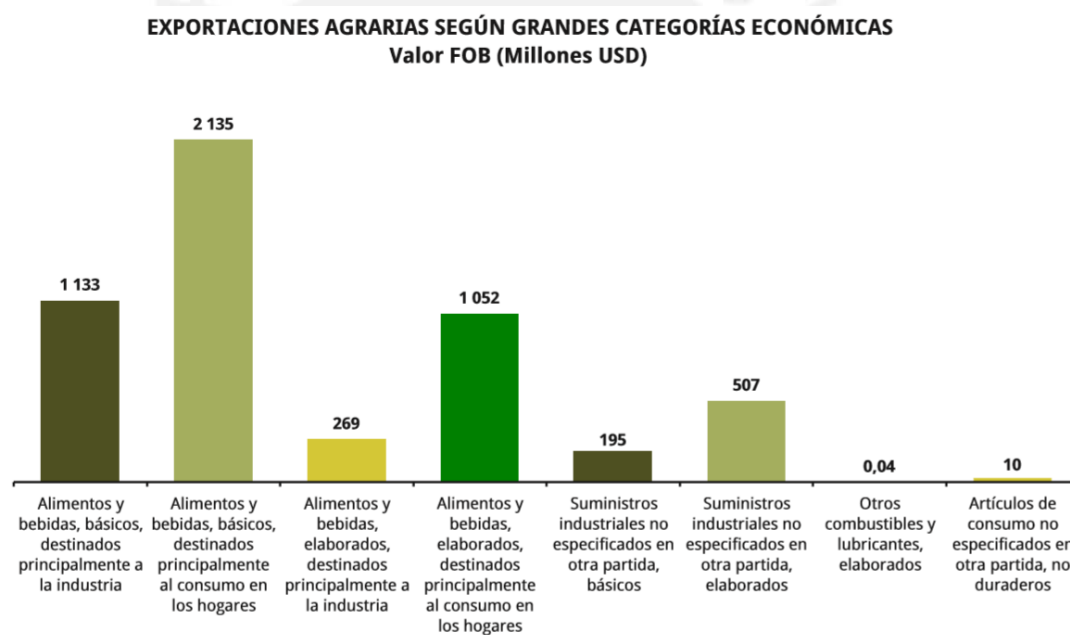
3.1 ANÁLISIS DE BIOMATERIA EN EL PERÚ

Para realizar el análisis de Biomateria en el país se ha decidido revisar en primer lugar los datos de comercio exterior agrícola del país, ya que, se busca conocer cuáles son los productos que más demanda el exterior ya que estos, al tener toda una infraestructura de producción y comercialización, ofrecerían a priori gran cantidad de recursos y oportunidades para desarrollar la Extracción por Fluido Supercrítico (SFE) para estos productos. Posteriormente se ha hecho un listado de algunos productos nativos que actualmente cuentan con mercados emergentes gracias a las propiedades naturales que su uso cotidiano ha hecho evidente.

3.1.1 Productos de Exportación

La exportación de productos del Perú es en mayor proporción a modo de materia prima, ya sea en frutos, semillas, cortezas u otras presentaciones; la exportación de productos elaborados es mucho menor que la de materia prima, y el nivel de elaboración es mayormente básico como es el envasado, molido, congelado, etc.

En la Figura 3.1, según el anuario de Comercio Exterior 2014 del Ministerio de Agricultura del Perú [MIN14], se puede observar que la proporción de valores entre los productos “básicos” y “elaborados” es aproximadamente de 3 a 1, lo cual valida lo postulado anteriormente.



Fuente: SUNAT
Elaboración: MINAGRI - DGESEP - DEA

Figura 3.1: Exportaciones agrarias según el Anuario de Comercio Exterior 2014 [MIN14].

Por otra parte, también se observa que la proporción de valores entre los productos destinados a la industria y los destinados al consumo del hogar es aproximadamente de 1 a 2, lo cual parece reforzar la idea de que en el país no se presta especial importancia a los componentes individuales de los productos que van más orientados al uso industrial y podrían reportar ganancias muy superiores a las que se obtienen comerciando con los productos en bruto.

Se ha revisado el reporte detallado por producto del anuario [MIN14] y se han buscado referencias a trabajos existentes sobre Extracción por Fluido Supercrítico para estos productos en compilaciones o estudios referentes al tema [dMSS14, CKBD15] así como en estudios individuales en la red y se ha conseguido identificar los productos que se muestran en la Tabla 3.1 como los productos de exportación que pueden potencialmente ser aprovechados mediante la Extracción por Fluido Supercrítico.

Se puede observar claramente que existen mayor cantidad de productos con posibilidad de procesamiento usando SFE en los grupos destinados a la industria que en los grupos destinados al consumo en el hogar, esto invita a pensar que lo que realmente requieren de estos productos son sus algunos componentes individuales o grupos de estos que sean de uso específico en la industria.

Estos productos agrícolas identificados cuentan con antecedentes respecto a SFE, por lo cual es posible indicar diversos parámetros útiles para la extracción a partir de estos productos. Estos parámetros son mostrados en la Tabla 3.2.

Los componentes individuales que se podrían obtener mediante la SFE son ya productos conocidos en la industria internacional y que no necesitan mayor ilustración.

La característica más saltante que se observa en la Tabla 3.2 es que en el caso de muchos productos como el Café, Trigo, Aceituna, Maíz, Tomate entre otros la Matriz Vegetal está compuesta de partes que normalmente son desechadas o despreciadas como las cáscaras, las hojas o los salvados o germen, lo cual denota un más que interesante potencial de explotación sobre material que en la actualidad es prácticamente tratado como desperdicio.

Por otra parte, los parámetros de operación muestran que el grueso de productos necesitan entre 200 y 400 bar para poder aplicar la SFE, hay casos en los que el rango de presión se extiende incluso por encima de los 600 bar, sin embargo debido a las características del proceso de SFE el operar en un valor intermedio de presión no implica

Tabla 3.1: Productos de exportación con antecedentes en SFE [MIN14].

Producto	Nombre Científico	Volumen (t)	Valor (miles US\$)
Alimentos y bebidas, básicos, destinados principalmente a la industria			
Café	Coffea arabica	180 859	727 484
Quinoa	Chenopodium quinoa	38 224	196 379
Kiwicha	Amaranthus caudatus	645	2 675
Semilla de sésamo (ajonjolí)	Sesamum indicum	126	441
Cacao	Theobroma cacao	46 931	151 770
Cacao tostado	Theobroma cacao	196	936
Alimentos y bebidas, básicos, destinados principalmente al consumo en los hogares			
Paprika	Capsicum annum	24 978	70 238
Jengibre	Zingiber officinale	12 067	26 450
Alimentos y bebidas, procesados, destinados principalmente a la industria			
Mango	Mangifera indica	28 550	48 817
Maracuyá	Passiflora edulis	584	1 595
Harina de trigo o de morcajo	Triticum spp	10 913	5 684
Cacao en polvo	Theobroma cacao	3 952	12 188
Residuos de trigo	Triticum spp	32 109	6 729
Alimentos y bebidas, procesados, destinados principalmente al consumo en los hogares			
Aceitunas	Olea europea	22 451	35 962
Otros suministros industriales, básicos			
Maíz blanco gigante	Zea mays amilacea	6 234	10 646
Semillas de tomates	Solanum lycopersicum	7	13 961
Orégano	Origanum vulgare	6 055	14 438
Tara en polvo	Caesalpinea spinosa	22 878	32 407
Harina de flores de Marigold	Tagetes erecta	762	2 365
Tabaco rubio	Nicotiana tabacum	883	3 333
Tabaco negro	Nicotiana tabacum	99	1 698
Otros suministros industriales, elaborados			
Colorante de Achiote	Bixa orellana	545	11 544
Colorante de Marigold	Tagetes erecta	1 324	5 055
Carmín de Cochinilla	Dactylopius coccus	514	28 628

Tabla 3.2: Productos con antecedentes en SFE [dMSS14].

Producto	Nombre Científico	Matriz vegetal	Componentes	P (bar)	T (C)
Aceituna	Olea europea	Pulpa, cáscara, hoja	Tocoferoles, squaleno, oleuropein	75-450	100
Achiote	Bixa Orellana	Semilla	Caroteonide bixin	200-400	60
Ajonjolí	Sesamum indicum	Semilla	Acidos grasos, fitosteroles	200-400	60
Cacao	Theobroma cacao	Grano, semilla	Cafeina, theobromina	200-400	50
Café	Coffea arabica	Grano, cáscara, residuos	Cafeína, Cafestol, Kahweol	140-380	100
Cochinilla	Dactylopius coccus	-	Carminic acid	150-300	40
Jengibre	Zingiber officinale	Rizoma	Gingerol	150-250	40
Kiwicha	Amaranthus caudatus	Semilla	Tocoferoles, ácidos grasos, squaleno	200-400	70
Maíz	Zea mays	Salvado, germen	Fitosteroles, aceite	210-690	80
Mango	Mangifera indica	Hoja	Mangiferín, quercetín	100-400	75
Maracuyá	Passiflora edulis	Semilla	Aceite, fenoles	250	40
Marigold	Tagetes erecta	Flor	Lutein exters	175-325	55
Orégano	Origanum vulgare	Hoja	Aceite esencial, nutracéutico	150-300	80
Paprika	Capsicum annum	Fruto, semilla	Carotenoides, oleoresina	300-500	80
Quinoa	Chenopodium quinoa	Semilla	Tocoferol (vitamina E)	185	130
Tabaco	Nicotiana tabacum	Hoja	Nicotina, neofitadina	100-300	40
Tara	Caesalpineia spinosa	Fruto	Polifenol (antioxidante)	350-500	40
Tomate	Solanum lycopersicum	Piel, semilla, fruto, pulpa	Licopeno, beta caroteno, trans-licopeno	200-530	100
Trigo	Triticum spp	Flor, germen, salvado	Lípidos, tocoferoles	50-600	100

necesariamente no poder realizar la extracción si no trabajar con distintos valores de solubilidad o rendimiento.

3.1.2 Productos Nativos

Adicional a los productos de exportación, que se producen en grandes cantidades y se exportan en grandes volúmenes también existe un grupo de productos que si bien su producción es en cantidades más discretas que las del grupo anterior cuentan con un gran atractivo en el mercado local y extranjero por las diversas propiedades que se les atribuye de acuerdo a su uso tradicional [Cer01]. En la Tabla 3.3 se muestran estos productos y sus componentes deseados.

Se observa en la Tabla 3.3 que muchos de los productos no cuentan con rangos de presión ni temperatura, esto se debe a que aún no se han realizado trabajos referentes a SFE para estos.

En el caso de los productos nativos sobre los que ya se han realizado estudios referentes a SFE el desarrollo de la Planta Piloto ayudaría a poder realizar ensayos a nivel local que permitan determinar la factibilidad de impulsar la producción y comercialización de estos productos por medio de sus componentes individuales o a modo de aceites esenciales o extractos.

Por otra parte, en el caso de los productos nativos sobre los que no se han realizado estudios referentes a SFE el desarrollo de la Planta Piloto permitiría experimentar y poder determinar qué tan factible es separar los componentes individuales de la matriz y bajo qué parámetros de operación. Es decir, permitiría realizar investigación al respecto y a la vez poder encontrar una forma de agregar a estos productos un valor con el cual actualmente no se cuenta.

Tabla 3.3: Productos nativos con potencial para SFE [Cer01].

Producto	Nombre Científico	Matriz vegetal	Componentes	P (bar)	T (C)
Boldo	Peumus boldus	Hojas	Boldina	100-600	60
Camu Camu	Myrciaria dubia	Fruto	Vitamina C	-	-
Cedrón	Lippia citriodora	Hojas	Citral	-	-
Eucalipto	Eucalyptus globulus	Hojas, Corteza	Acidos grasos	100-300	70
Matico	Piper angustifolium	Hojas	Antiséptico	-	-
Menta	Mentha piperita	Hojas	Mentol	100-400	40
Muña	Mynthostachys selosa	Hojas	Pulegona	-	-
Palma	Elaeis oleifera	Semillas	Fitosteroles	-	-
Payco	Chenopodium ambrosioides	Hojas	Ascaridol	-	-
Ruda	Ruta graveolens	Hojas	Rutamina	-	-
Sacha Inchi	Plukenetia volubilis	Semillas	Omega-3	300-400	60

3.1.3 Resultados

Del análisis de biomateria con potencial para poder aprovechar la tecnología de extracción por fluido supercrítico se obtuvieron los siguientes resultados:

- En la Tabla 3.2 se puede encontrar todo un conjunto de productos agrícolas que pueden perfectamente ser tomados como matriz de biomateria para SFE. Estos productos ya cuentan con la infraestructura necesaria tanto para su producción como para su comercialización.
- La SFE abre nuevas oportunidades para la explotación de los productos mencionados en el ítem anterior, ya que en muchos casos permite trabajar con lo que en la actualidad son residuos de producción como cáscaras, cortezas o similares.
- En la Tabla 3.3 se puede encontrar un conjunto de productos nativos que son potencialmente utilizables como biomateria para SFE, en algunos casos, como el Sacha Inchi ya se ha demostrado que es factible utilizar este tipo de tecnología. Los productos que no tienen antecedentes en SFE se toman como biomateria potencial debido a las propiedades que se le atribuye a estos productos de acuerdo a su uso tradicional.
- Con la obtención de los productos que pueden ser tomados como biomateria para SFE ya se cuenta con una base para poder diseñar una Planta Piloto que se

adecúe de la mejor manera posible a los productos que son de interés del Perú.

- Según los parámetros de obtención de los componentes individuales que muestran los diversos productos se ha observado que el sistema debería poder manejar por lo menos un rango de presión de 100-300 bar y hasta 100 °C para poder trabajar con la mayoría de productos. En el caso más estricto, que se requiera abarcar todo el rango de posibilidades se necesitaría una planta que pueda manejar entre 100-600 bar.

3.2 EXIGENCIAS DEL SISTEMA

Las principales exigencias del sistema tienen que ver con los productos objetivos sobre los que se desea utilizar la EFS, en el presente trabajo los productos quedan establecidos por el análisis de biomateria realizado previamente. A partir de la determinación de estos productos (ver Tablas 3.2 y 3.3) es que se determina que el sistema debe poder operar hasta los 300 bar y los 100 °C, además, se estableció que es deseable que el sistema pueda alcanzar los 600 bar lo cual otorgaría un amplio rango de exploración sobre todas las especies identificadas en el análisis de biomateria. El solvente elegido es el CO₂ debido a su inocuidad, bajo punto crítico (31°C y 73 bar), y bajo costo. Por otra parte, con base en los sistemas existentes se ha determinado que, ya que la planta es a escala piloto, es adecuado trabajar con un volumen de procesamiento de 5 litros y con un flujo de solvente máximo de 60 kg/h (1 kg/min).

Entre las exigencias adicionales del sistema se puede destacar que, por ejemplo, la planta debe contar con un sistema de recirculación del CO₂ usado, preferencia de fabricación local de acuerdo a la complejidad de los equipos, condiciones deseables para el montaje y transporte de la planta, uso de normas, plazos de entrega, condiciones ambientales, requerimientos de seguridad, entre otros que pueden ser revisadas en el Anexo 1.

3.3 ESTRUCTURA DE FUNCIONES

La estructura de funciones del sistema se ha realizado cogiendo como base las plantas piloto existentes a nivel comercial, como se puede ver en la Figura 3.2 el proceso principal se inicia en el almacenamiento del CO₂, que es el solvente elegido, a partir de una fuente fresca y también a partir de una fuente reciclada. Posteriormente se procede a enfriar el CO₂ para asegurar que se encuentre en fase líquida al ingresar a la etapa de presurización. El CO₂ una vez presurizado es mezclado con algún co-solvente previamente presurizado según la necesidad del proceso. Luego el solvente (CO₂ con o sin co-solvente), es calentado hacia la temperatura supercrítica deseada para posteriormente pasar a la cámara de extracción. En la cámara de extracción, donde se encuentra la matriz biobotánica convenientemente preparada, se realiza la extracción de los compuestos deseados los cuales son arrastrados por el solvente fuera del recipiente de extracción. La mezcla de solvente y extracto posteriormente fluye a través de un regulador de contra presión que se encarga de mantener la presión supercrítica deseada aguas arriba. Esta mezcla pasa a la etapa de separación en la que se realiza la separación del extracto, que es recolectado como producto deseado, y el CO₂ que pasa a una etapa de condensación lo cual permite que pueda ser reciclado y volver a comenzar el proceso.

Cabe indicar que existen tres sistemas de control de variables y uno de regulación. Un control de flujo que controla el flujo que entrega la bomba a partir de la manipulación de la velocidad de la bomba, un control de temperatura que permite alcanzar la temperatura supercrítica actuando sobre el proceso de calentamiento del fluido, un control de presión que permite alcanzar la presión supercrítica actuando sobre el regulador de presión y, por último, un regulador de temperatura que permite mantener la temperatura supercrítica en el recipiente de extracción actuando sobre la chaqueta de dicho recipiente.

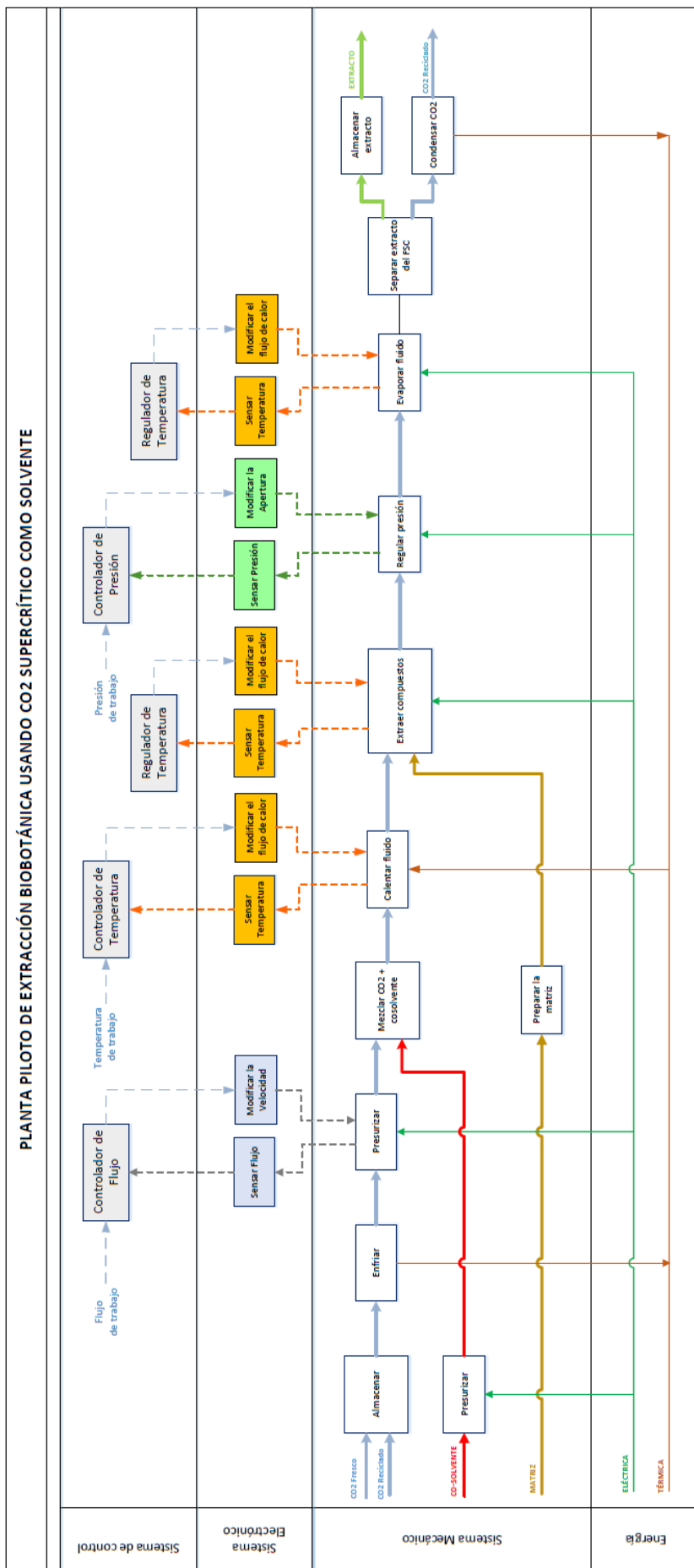


Figura 3.2: Estructura de funciones (Mayor detalle en el Anexo 1)

3.4 CONCEPTOS DE SOLUCIÓN

Con base en la estructura de funciones y la tecnología existente se elaboró la matriz morfológica (Figura 3.3), en la cual se puede observar cada una de las funciones que forman parte de la estructura de funciones con la correspondiente solución tecnológica. Haciendo uso de esta matriz es que se han determinado los conceptos de solución que se describen a continuación.

3.4.1 Solución 1

Esta solución (Figura 3.4) se orienta a poder enlazar los circuitos térmicos mediante el uso de los intercambiadores de tubo y carcasa en cada etapa y la chaqueta térmica para el recipiente de extracción. Por otra parte, esta solución busca hacer uso de una potente fuente de aire comprimido tanto para la compresión como para la regulación de presión. Esta solución prescinde del consumo de energía eléctrica salvo para el sistema de control, la energía requerida por el sistema es provista por el sistema neumático de potencia y el sistema térmico.

3.4.2 Solución 2

Esta solución (Figura 3.5) busca independizar en lo posible cada función, de ahí que se elija soluciones particulares para las funciones de transferencia de calor que no necesariamente puedan ser enlazadas. Por otra parte, se apuesta por la energía eléctrica para las funciones de presurización, regulación de presión y las tareas principales de transferencia de calor. Esta solución utiliza como fuente principal de energía a la energía eléctrica la cual es adecuada para las tareas tanto de presurización como de calentamiento. Únicamente se prescinde de la energía eléctrica en las etapas que requieren enfriamiento.


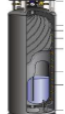










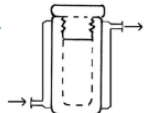
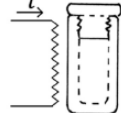





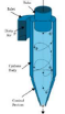

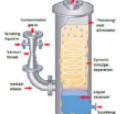



MATRIZ MORFOLÓGICA			
Función	Alternativa 1	Alternativa 2	Alternativa 3
Almacenamiento de CO ₂	 Tanque Pulmón	 Terna	
Enfriamiento de CO ₂	 Int. de Placas	 Int. de Tubo y Carcasa	 Chiller
Presurización de CO ₂	 Bomba de pistón	 Bomba dosificadora	 Bomba de diafragma
Mezclado con el co-solvente	 Junta tipo T	 Mezclador estático	
Calentamiento del Fluido	 Int. de Tubo y Carcasa	 Calent. Eléct. c/brida	
Extracción del compuesto	 Con chaqueta térmica	 Con chaqueta eléctrica	
Regulación de presión	 Manual	 Automática con actuador	 Automática por aire comprimido
Evaporación del Fluido	 Int. de Tubo y Carcasa	 Calentador eléctrico	
Separación del extracto	 Ciclón	 Gravimétrico	 Lavado de gases
Condensación del CO ₂	 Int. de Tubo y Carcasa	 Int. de placas	 Condensador de CO ₂
Soluciones	Solución 1	Solución 2	Solución 3

Figura 3.3: Matriz Morfológica (Mayor detalle en el Anexo 1)

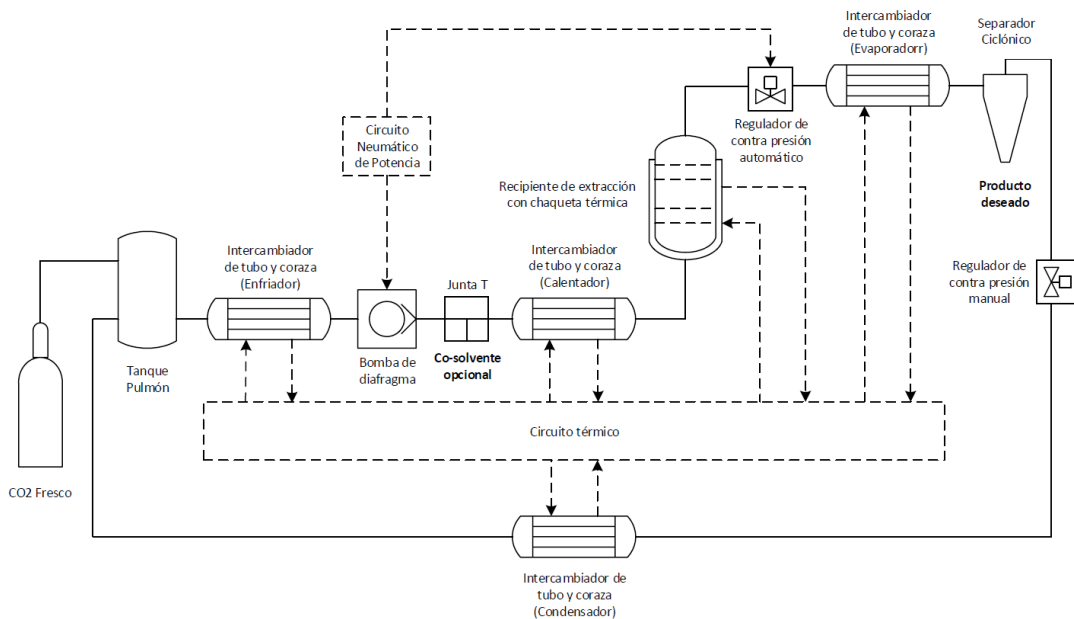


Figura 3.4: Diagrama esquemático de la Solución 1. (Basado en ISO 10628)

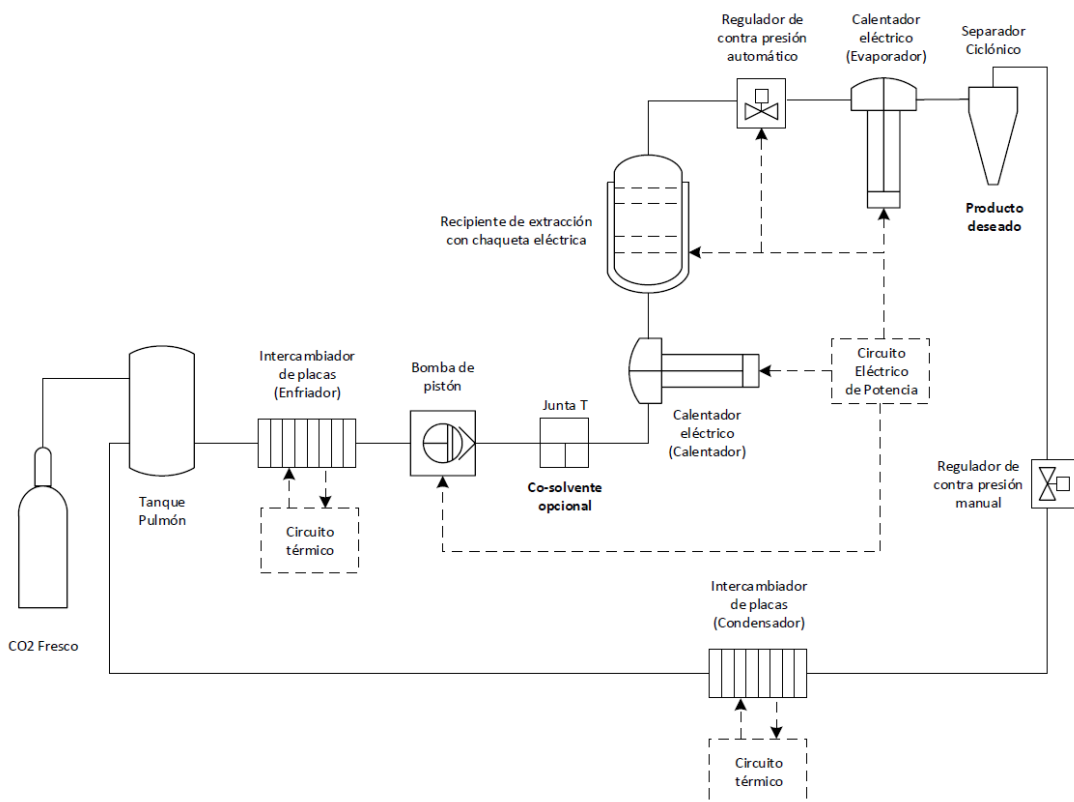


Figura 3.5: Diagrama esquemático de la Solución 2. (Basado en ISO 10628)

3.4.3 Solución 3

Esta solución (Figura 3.6) coge la opción más optimizada para cada función, estas opciones son por lo general las más costosas y sofisticadas, sin embargo esto es justificado por el funcionamiento óptimo de cada etapa de la planta. Esta solución se asemeja bastante a la Solución 2 en su estructura, así hace uso de la energía eléctrica como la principal fuente de suministro de energía para el proceso.

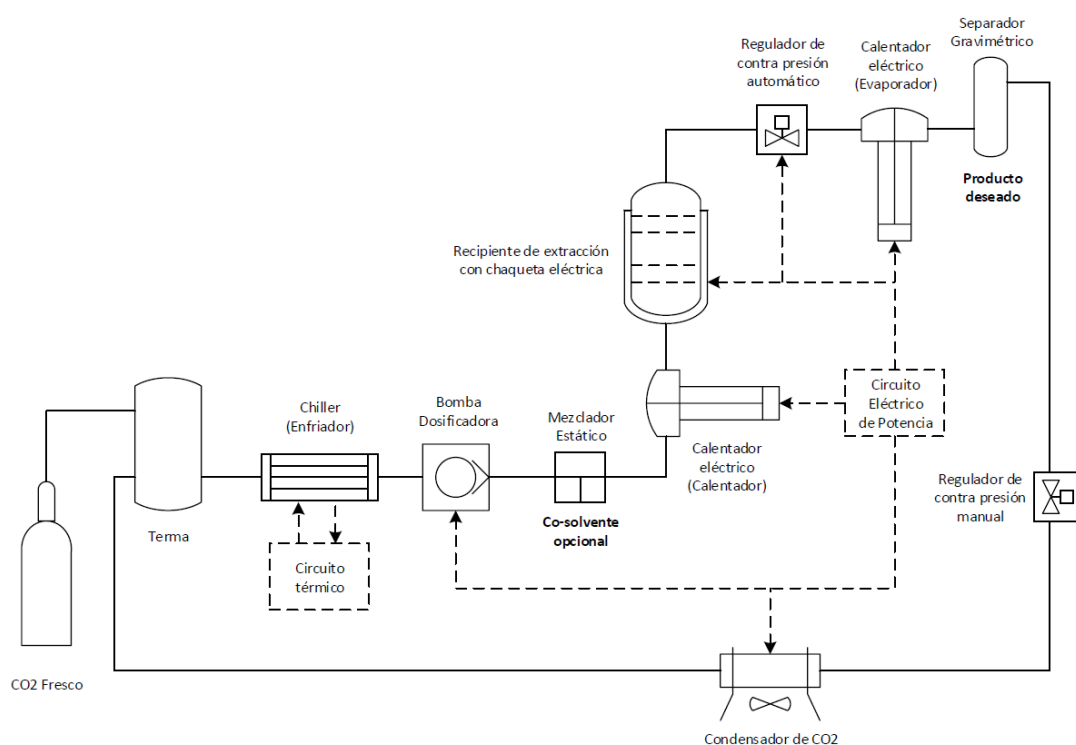


Figura 3.6: Diagrama esquemático de la Solución 3. (Basado en ISO 10628)

3.5 SOLUCIÓN ÓPTIMA

En la Tabla 3.4 se puede apreciar la evaluación de los conceptos de solución previamente propuestos en la que la *Solución 2* termina siendo la solución óptima. Se puede decir que esta solución es la que, entre otras cosas, hace mejor uso de potencia, es flexible debido a la configuración que posee, usa el suministro eléctrico como la principal fuente de energía, cumple con todas las necesidades del proceso, y a la vez maneja costos que no son excesivos.

Tabla 3.4: Evaluación de soluciones

N °	Criterio	Solución			
		Solución 1	Solución 2	Solución 3	Solución ideal
1	Buen uso de potencia	2	3	2	4
2	Seguridad	2	2	3	4
3	Rapidez	2	3	2	4
4	Estabilidad	2	2	3	4
5	Rigidez	3	3	2	4
6	Manipulación	3	3	2	4
7	Confiabilidad	2	2	3	4
8	Facilidad de manejo	2	2	3	4
9	Transportabilidad	2	3	3	4
10	Complejidad	2	3	1	4
11	Lista de exigencias	3	3	3	4
12	Número de piezas	2	2	3	4
13	Productividad	2	3	3	4
14	Costo de tecnología	2	3	1	4
15	Facilidad de montaje	2	2	3	4
16	Facilidad de mantenimiento	3	3	2	4
SUMA		36	42	39	64

En la Figura 3.7 se muestra el esquema de la solución óptima. Cabe señalar que no se ha abordado el tema de presurización del co-solvente, y es que, al ser la adición de co-solvente una función opcional, se ha decidido simplemente dejar la planta apta para poder recibir esta adición a futuro.

El CO₂ proveniente de una fuente fresca y de otra reciclada es almacenado en el tanque pulmón, luego el CO₂ es enfriado haciendo uso del intercambiador de placas previo a la entrada a la bomba de pistón la cual se encarga de presurizar el fluido, el CO₂ luego es mezclado con un co-solvente, si fuera necesario, por medio de la junta tipo T. El fluido es calentado hasta la temperatura supercrítica por medio del calentador eléctrico con brida para luego pasar al recipiente de extracción, el cual cuenta con una chaqueta eléctrica el cual se encarga de que la temperatura se mantenga constante en el recipiente, en donde el fluido arrastra los componentes deseados de la matriz biobotánica. Posteriormente esta mezcla pasa a través del regulador de contrapresión

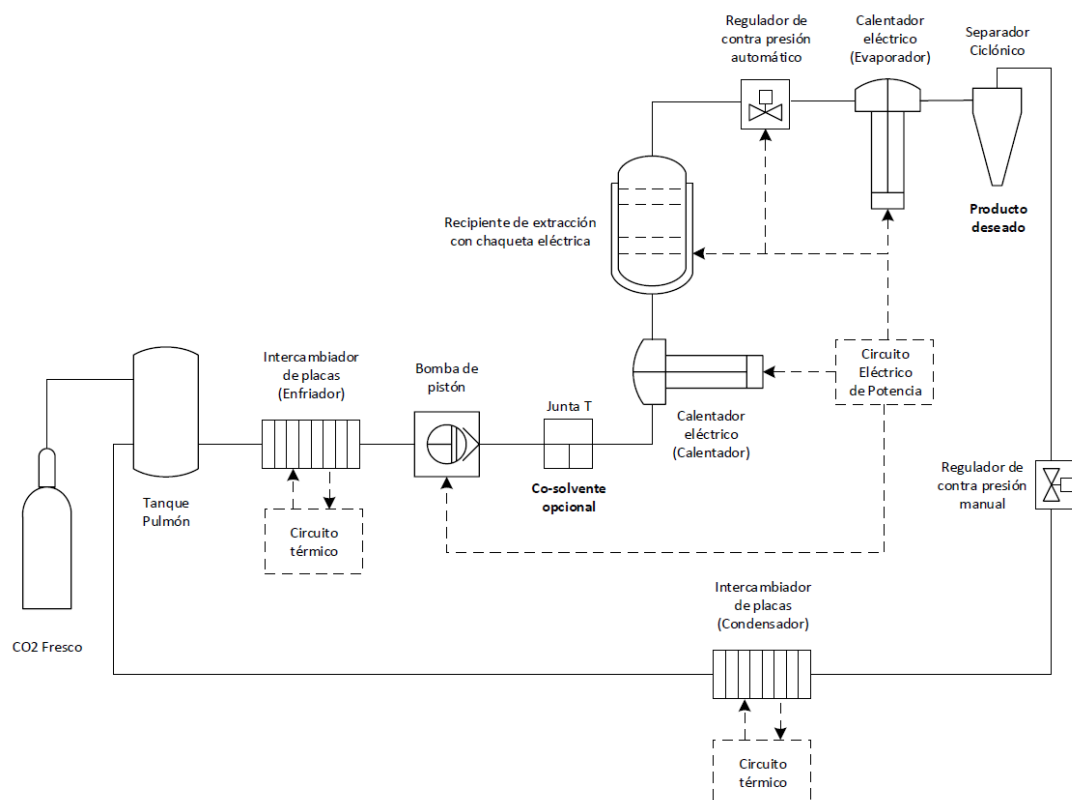


Figura 3.7: Esquema preliminar de la planta piloto (Solución óptima). (Basado en ISO 10628)

el cual se encarga de mantener la presión al nivel supercrítico deseado y a su vez de despresurizar la mezcla. Posteriormente esta mezcla es llevada al estado gaseoso, para facilitar la separación, por medio del calentador eléctrico que funge como evaporador. El extracto es separado del CO₂ haciendo uso del separador ciclónico el cual a su vez envía el CO₂ recuperado hacia el regulador contra presión manual que se encarga de mantener la presión de condensación y luego al condensador, que es un intercambiador de placas, el cual condensa el CO₂ y permite que este sea almacenado en el tanque pulmón completando así el ciclo.

En la Tabla 3.5 se muestran a modo de resumen los parámetros de operación de la planta según las exigencias previamente establecidas.

Tabla 3.5: Parámetros de operación preliminares

Parámetro	Min	Max
Presión (bar)	0	300
Temperatura (°C)	0	120
Flujo de CO ₂ (g/min)	0	1000
Volumen del extractor (l)	-	5

3.6 CICLO TERMODINÁMICO

Para el diseño de la planta se ha decidido trabajar con el ciclo termodinámico para el producto que requiere la más alta especificación de presión de extracción, el Sacha Inchi, de las semillas del cual se extrae Omega-3 a 300 bar y 60 °C [FRPGC09], por lo cual, el ciclo termodinámico que se ha usado para el diseño es el que se muestra en la Figura 3.8. Los estados del ciclo termodinámico se corresponden con los que se muestran en el diagrama esquemático simplificado de la planta que se muestra en la Figura 3.9.

El diseño del ciclo se ha realizado en base a los trabajos realizados por G. Brunner [Bru94, KDP98] y en concordancia con la estructura de funciones de la solución óptima. El ciclo se compone por un proceso de enfriamiento isobárico de 20 °C a 0 °C, seguido por un proceso de compresión isentrópica de 57.3 bar hasta los 300 bar, un proceso de calentamiento isobárico hasta los 60 °C, donde se alcanza el estado supercrítico, seguida de un proceso de expansión isoentálpica hasta alcanzar los 20 °C, un proceso de evaporación hasta llegar a la condición de vapor saturado a la misma temperatura, y finalmente un proceso de condensación a la misma temperatura de 20 °C hasta alcanzar la condición de líquido saturado, que coincide con el estado inicial del ciclo. Los valores de los parámetros de estos estados se muestran en la Tabla 3.6. Los estados y procesos son descritos a continuación.

Estado 1: En este estado el CO₂ se encuentra almacenado en el tanque pulmón a una presión de 57.3 bar y 20 °C como líquido subenfriado. El CO₂ almacenado consiste en el CO₂ suministrado mediante botellas comerciales de CO₂ líquido y el CO₂ que se recicla en el proceso.

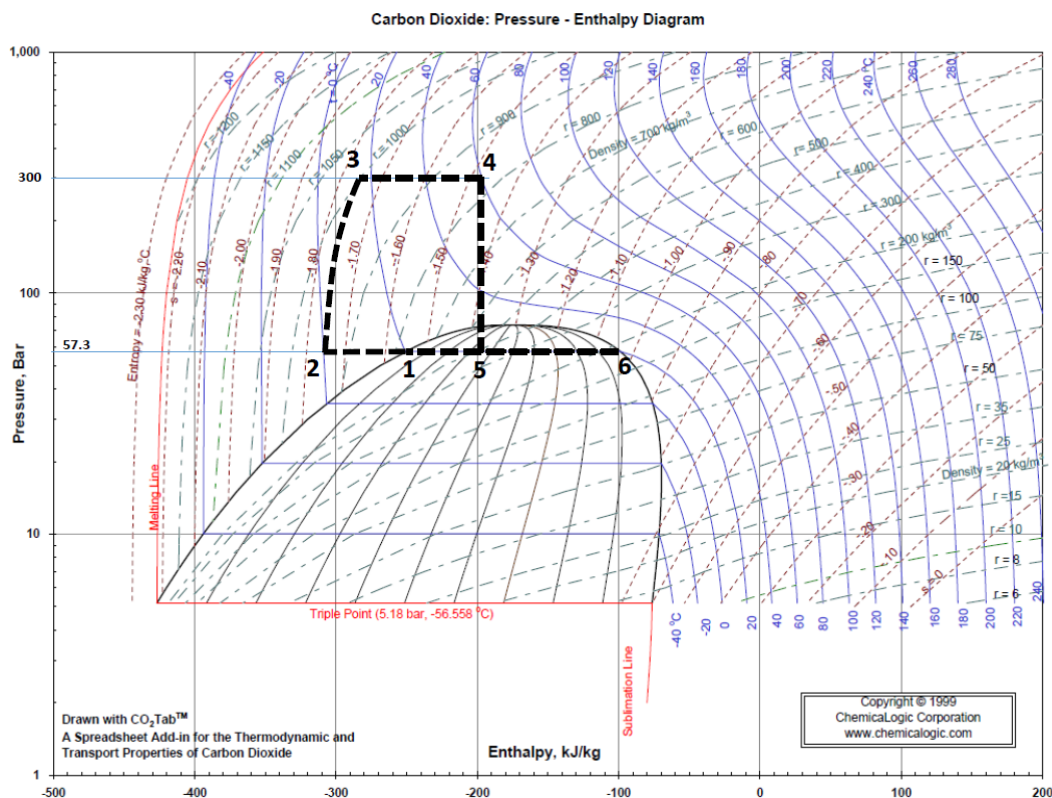


Figura 3.8: Ciclo termodinámico de diseño.

(Fuente: ChemicalLogic Corporation)

Proceso 1-2: Este proceso es de enfriamiento isobárico a la presión de almacenamiento del solvente en el tanque pulmón.

Estado 2: En este estado el CO₂ se encuentra a una presión de 57.3 bar y 0 °C como líquido subenfriado. Esto debido a la necesidad de asegurar que el fluido que entre a la bomba sea líquido para evitar problemas de cavitación.

Proceso 2-3: Este proceso es de presurización isoentrópica hacia el valor de presión supercrítica. El proceso es considerado isoentrópico debido a que es una aproximación aceptable al proceso real que lleva a cabo la bomba de desplazamiento positivo.

Estado 3: En este estado el CO₂ se encuentra a una presión de 300 bar y 18 °C como líquido subenfriado. El solvente ha sido presurizado y a la vez ha sufrido un incremento de temperatura.

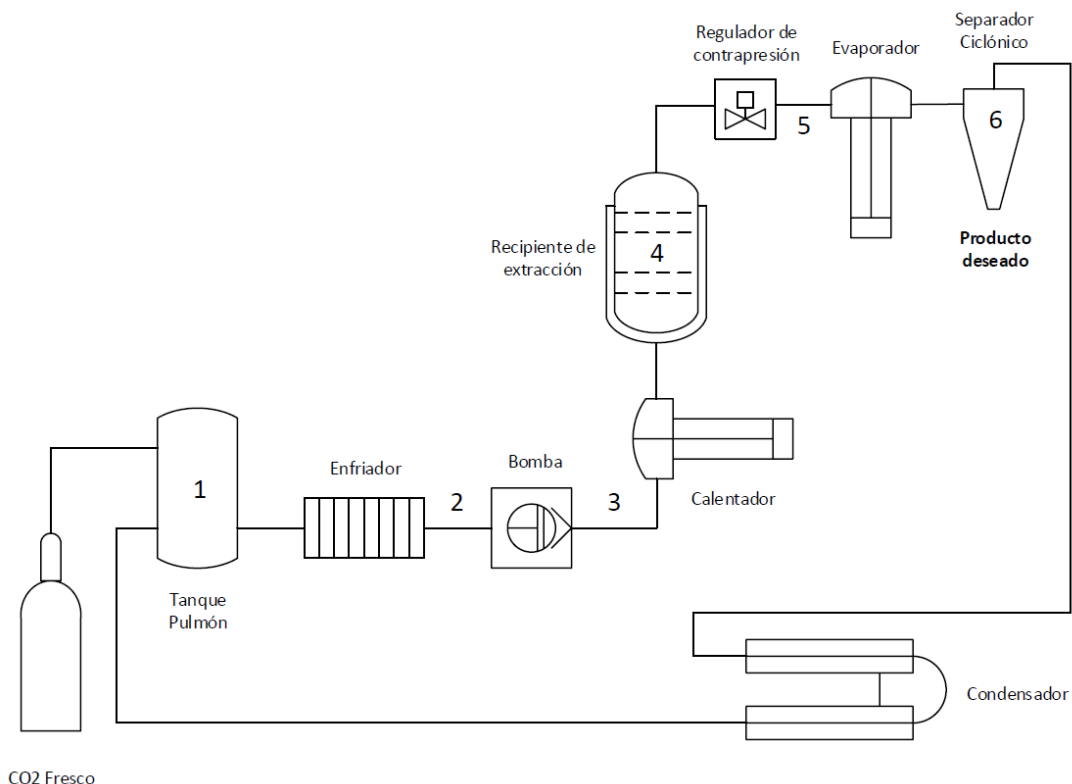


Figura 3.9: Diagrama esquemático simplificado de la planta. (Basado en ISO 10628)

Proceso 3-4: Este proceso es de calentamiento isobárico a la presión supercrítica hasta alcanzar la temperatura supercrítica.

Estado 4: En este estado el CO₂ se encuentra en el recipiente de extracción a una presión de 300 bar y 60 °C como fluido supercrítico. En este estado se realiza la extracción del omega-3 a partir de las semillas de Sacha Inchi.

Proceso 4-5: Este proceso es de expansión isoentálpica hasta la temperatura inicial de trabajo.

Estado 5: En este estado la mezcla de solvente y extracto se ha despresurizado hasta los 57.3 bar y se encuentra a una temperatura de 20 °C como una mezcla de líquido y vapor.

Proceso 5-6: Este proceso es de evaporación a presión y temperatura constante hasta

Tabla 3.6: Estados termodinámicos

Estado	Presión (bar)	Temperatura (°C)	Entalpía (kJ/kg)	Densidad (kg/m ³)	Condición
1	57.3	20	-252	773	líquido saturado
2	57.3	0	-310	946	líquido subenfriado
3	300	15.4	-285	1000	líquido subenfriado
4	300	60	-198	830	fluido supercrítico
5	57.3	20	-198	375	líquido + vapor
6	57.3	20	-100	194	vapor saturado

llevar el fluido al estado de vapor saturado.

Estado 6: En este estado la mezcla de solvente y extracto se encuentra entre el separador ciclónico y el intercambiador de placas a 57.3 bar y 20 °C pero, a diferencia del estado 5, en condición de vapor saturado lo cual permite que la separación se realice de una manera más eficiente. El regulador de contra presión secundario se encarga de que el nivel de presión se mantenga a la presión de condensación de 57.3 bar.

Proceso 6-1: Este proceso es de condensación a presión y temperatura constante hasta llevar el fluido al estado de líquido saturado y así completar el ciclo.

De acuerdo con las exigencias del sistema se ha decidido trabajar con un flujo másico de $\dot{m} = 1000 \text{ g/min}$, a partir de ello y los estados termodinámicos se elaboró la Tabla 3.7 donde se muestra el balance energético del sistema. Se puede verificar que la sumatoria de los flujos de calor es nula. Por otra parte, el flujo total de calor entregado al sistema resulta:

$$\dot{Q}_{neto} = 966.7 + 416.7 + 1450 + 1633.3 + 2533.3$$

$$\dot{Q}_{neto} = 7000W$$

Con lo cual, el flujo de calor neto que se entrega al fluido es 7 kW. Este es el valor base, el valor final del flujo de energía que se entrega al sistema será mayor debido a la eficiencia de los componentes que realizan el intercambio de energía.

Tabla 3.7: Balance energético del sistema

Proceso	Descripción	Δh (kJ/kg)	\dot{Q} (W)	Significado
1-2	Enfriamiento isobárico	-58	-966.7	Calor retirado por el enfriador
2-3	Presurización isentrópica	25	416.7	Energía entregada por la bomba
3-4	Calentamiento isobárico	87	1450	Calor entregado por el calentador
4-5	Expansión isoentálpica	0	0	-
5-6	Evaporación	98	1633.3	Calor entregado por el evaporador
6-1	Condensación	-152	-2533.3	Calor retirado por el condensador

3.7 ESQUEMAS DE CONTROL

En el presente trabajo no se aborda a detalle el tema de control y automatización de la planta, este tema es abordado por el Ing. Rubén Cuellar en su trabajo de tesis "*Diseño de la Automatización de una planta piloto de extracción por fluido supercrítico utilizando CO₂ como solvente*" como parte del Programa de Maestría en Ingeniería Mecatrónica Beca PUCP CONCYTEC 2015-1. Debido a ello en este apartado se realiza únicamente un esbozo básico de los esquemas de control del sistema.

Las variables más importantes a controlar en la planta son la presión y la temperatura del solvente, ya que estos dos parámetros son los que determinan su poder solvente, así, existen dos lazos de control principales, uno referente a la presión y otro referente a la temperatura del fluido en el estado de extracción. En un segundo plano el flujo másico también es una variable sobre la cual se necesita tener un control preciso, es por eso que existe un lazo de control de flujo. Finalmente, es importante mantener la temperatura constante en el recipiente de extracción, eso se logra utilizando su chaqueta por medio de un regulador de temperatura cuyo papel es compensar cualquier caída de temperatura, de un modo similar es necesario asegurar que el fluido se encuentre en estado gaseoso previo a la etapa de separación, por lo cual se hace uso de un regulador de temperatura que asegure esta condición, a continuación se presentan los lazos de control de la planta.

3.7.1 Control de Presión

El lazo de control de presión se muestra en la Figura 3.10, en la cual se puede observar que el controlador de presión actúa sobre el regulador de contrapresión a través de su actuador electromecánico y calcula esta acción de control de acuerdo a la realimentación de la presión en el recipiente de extracción a fin de mantener la presión de extracción en el valor deseado. Se incluye en el lazo perturbaciones sobre la presión de salida lo cual se debe a las variaciones de otras variables de proceso como la temperatura.

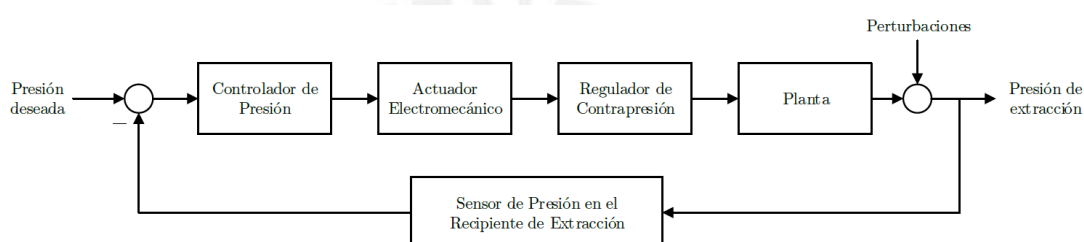


Figura 3.10: Esquema de control de presión

3.7.2 Control de Temperatura

El esquema de control de temperatura se muestra en la Figura 3.11, en la cual se pueden observar dos lazos, el principal que realimenta la temperatura de salida del calentador y actúa sobre el calentador, y el secundario que realimenta la temperatura del recipiente de extracción y actúa sobre la chaqueta del mismo. El lazo principal es el que se encarga de la tarea principal de calentamiento ya que se espera que la chaqueta se encargue únicamente de mantener la temperatura del recipiente en el nivel adecuado. En el esquema se incluyen perturbaciones sobre la temperatura de salida que se deben a las variaciones de otras variables de proceso como la presión.

Adicionalmente en la Figura 3.12 se muestra el lazo de control de temperatura del evaporador. En este caso la acción de control es distinta a la clásica, ya que al tratarse de un proceso de evaporación la temperatura se va a mantener básicamente constante durante el cambio de fase, el controlador en este caso tiene que encargarse de detener

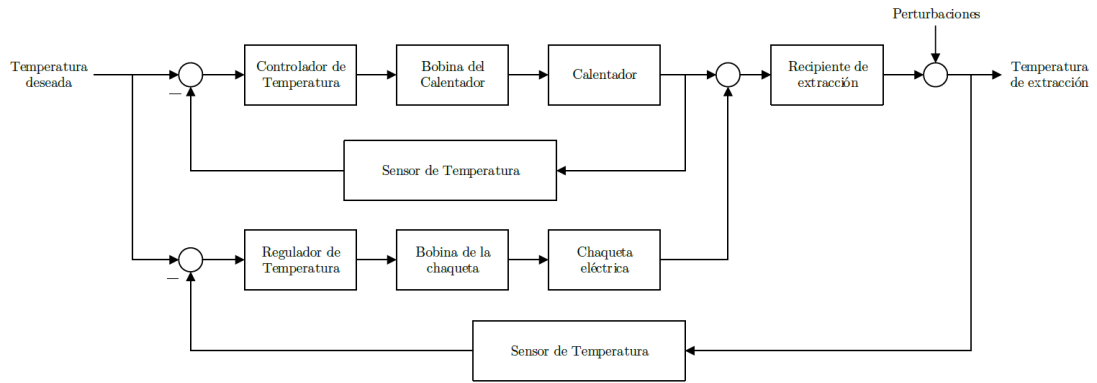


Figura 3.11: Esquema de control de temperatura

el calentamiento en cuanto se registra un cambio de temperatura.

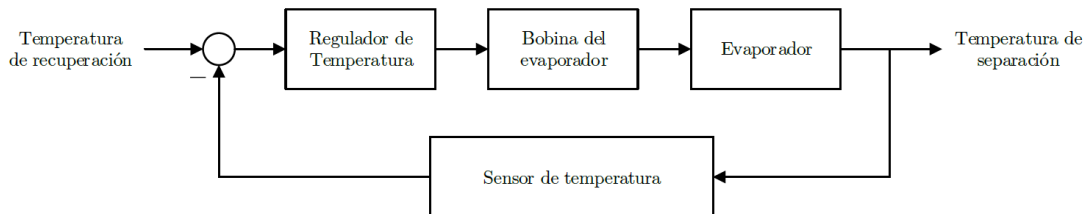


Figura 3.12: Lazo de control de temperatura del evaporador

3.7.3 Control de Flujo

El esquema de control de flujo se muestra en la Figura 3.13, en la cual se puede observar que el controlador de flujo actúa sobre el variador de frecuencia que controla la velocidad de la bomba, el flujo es medido a la salida de la bomba haciendo uso de un flujómetro másico y es realimentado a fin de mantener el flujo deseado constante.

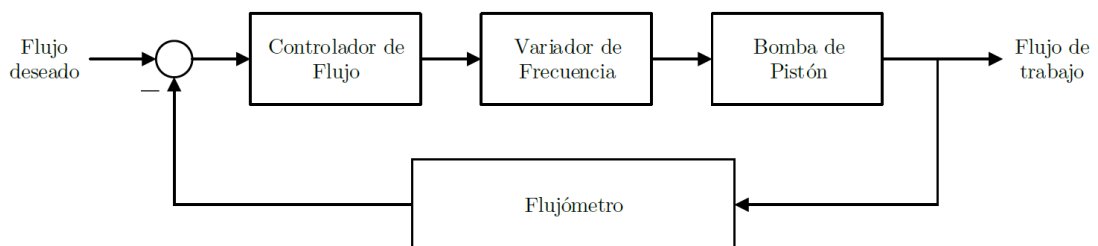


Figura 3.13: Esquema de control de presión

3.8 SUMARIO

Se ha determinado la biomateria disponible en el país apta para aprovechar la tecnología de extracción por fluido supercrítico, productos que actualmente se exportan en grandes cantidades como Páprika, Café, Cacao, Trigo, Kiwicha, Tara, Tabaco, entre otros junto a productos nativos que son exportados a una escala menor como el Sacha Inchi, Camu camu, Ruda, Menta entre otros con sus respectivos parámetros de extracción que se muestran en las tablas 3.1 y 3.3. A partir de dichos parámetros de extracción se ha determinado que la planta debe ser capaz de trabajar con presiones de hasta 300 bar y temperaturas de hasta 100 °C. Por otra parte, de acuerdo a las exigencias del sistema se ha determinado que la planta debe ser capaz de procesar 5 litros de biomateria por corrida y trabajar con un flujo másico de CO₂ de hasta 1 kg/min. Se ha determinado el esquema óptimo de la planta piloto y se ha planteado el ciclo termodinámico ideal, a partir del cual se establece que el sistema deberá trabajar entre dos niveles de presión (57.3 - 300 bar) y que se deberá entregar al fluido un flujo de energía de 7 kW. Finalmente se ha expuesto un esbozo básico de los esquemas de control de las variables principales del proceso que son la presión y la temperatura y adicionalmente del flujo másico del solvente. Con esta información se procede en el siguiente capítulo a realizar el diseño y selección de los componentes principales de la planta.

CAPÍTULO 4

DISEÑO Y SELECCIÓN DE COMPONENTES

En el presente capítulo se describe el diseño y selección de los componentes principales de la planta piloto con base en las especificaciones básicas realizadas en el desarrollo de la ingeniería básica que se expuso en el capítulo anterior. En el caso de los componentes de fabricación local se referenció el diseño realizado de manera independiente del presente trabajo como parte del Programa de Maestría en Ingeniería Mecatrónica Beca PUCP CONCYTEC 2015-1, el cual es adjuntado en los anexos correspondientes. Después de describir propiamente el dimensionamiento y selección de los componentes se expone la configuración final del sistema ilustrado por el ciclo termodinámico final, el diagrama de tuberías e instrumentación y el plano de distribución de la planta piloto.

4.1 TANQUE PULMÓN

El Tanque Pulmón se utiliza tanto como la función que le da nombre como para almacenar el CO₂. En este punto el fluido se encuentra en el estado 1, es decir, a 57.3 bar y 20 °C. El requisito principal que debe cumplir este equipo, al margen de lógicamente poder aguantar la presión del estado 1, es el de poder mantener siempre alimentada a la bomba, para lo cual se determina que la capacidad másica de este recipiente debe ser

del 150 % de la capacidad másica del recipiente de extracción dentro del cual el fluido se encuentra en el estado 4, así se procedió a calcular el volumen del tanque pulmón según:

$$m_{tp} = 1.5 \times m_{re} \quad (4.1)$$

$$V_{tp} = \frac{m_{tp}}{\rho_1} = \frac{1.5 \times \rho_4 \times V_{re}}{\rho_1} \quad (4.2)$$

Se sabe que el volumen del recipiente de extracción es de 5 litros, así $V_{re} = 5 l$, además, según la Tabla 3.6 se tiene que $\rho_1 = 773 \text{ kg/m}^3$ y $\rho_4 = 830 \text{ kg/m}^3$, con lo cual se obtiene:

$$V_{tp} = \frac{1.5 \times 830 \times 5}{773} = 8.05 l \approx 8 l$$

Con lo cual, es factible hallar las dimensiones principales del tanque. El diámetro mínimo según la norma ASME sección VIII para recipientes de alta presión es de 152 mm, por lo cual se tomó esta medida como el diámetro interno del tanque con lo cual, a partir de la definición del volumen cilíndrico del tanque se obtuvo la altura del mismo:

$$V_{tp} = \frac{\pi D_{tp}^2 H_{tp}}{4} \quad (4.3)$$

$$H_{tp} = \frac{4V_{tp}}{\pi D_{tp}^2} \quad (4.4)$$

Reemplazando los valores numéricos y convirtiéndolos a unidades del Sistema Internacional se obtuvo:

$$H_{tp} = \frac{4 \times 8/1000}{\pi \times 0.152^2} = 0.44 m$$

A modo de resumen se muestran en la Tabla 4.1 los parámetros principales del tanque pulmón.

Tabla 4.1: Parámetros principales del tanque pulmón

Parámetro	Valor
Presión de trabajo	57.3 bar
Diámetro	152 mm
Altura	440 mm
Material	AISI 316
Fabricante	Fabricación local

Se ha determinado que el tanque cuenta con una toma de entrada y una de salida bridadas de 1/2 pulgada ubicadas en el lateral superior e inferior respectivamente, con

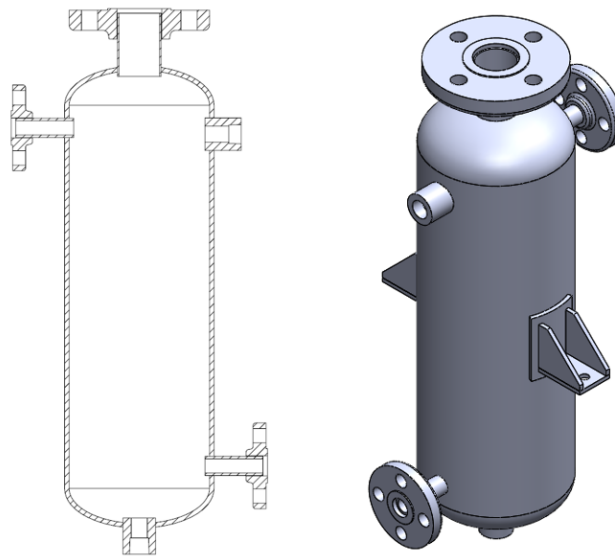


Figura 4.1: Diseño del Tanque Pulmón

una toma de purga en la parte inferior y una toma lateral para conectar una válvula de alivio ambas mediante rosca 1/2 NPT que está especialmente diseñada para trabajo en alta presión. El tanque también cuenta con una entrada superior bridada adecuada para poder ingresar un sensor de nivel vía flotador y dos soportes laterales para poder ser anclado. El Tanque Pulmón se puede observar en la Figura 4.1 .

El tanque ha sido diseñado con tapas elípticas y espesor de pared para la presión de operación de 5 mm de acuerdo a la norma ASME sección VIII. Por otra parte, de acuerdo a la norma ANSI B15.6 se ha determinado que las bridas a usar sean de Clase 400, además se ha decidido que las bridas sean del tipo *slip-on* ya que es el tipo que mejor se adecúa para un fácil montaje del tanque por medio de soldadura. Se pueden encontrar mayores detalles respecto al diseño en el Anexo 2.

4.2 ENFRIADOR DE CO₂

En el capítulo anterior, al momento de determinar el esquema óptimo de la planta se decidió utilizar para esta función un intercambiador de placas soldadas debido a que es la solución más compacta y cuenta con amplia disponibilidad en el mercado. Este equipo debe soportar una presión de 57.3 bar por lo cual califica como aplicación de alta presión. El flujo de calor que debe ser capaz de retirar del CO₂ viene determinado

según:

$$\dot{Q}_{12} = \dot{m}(h_2 - h_1) \quad (4.5)$$

Lo cual, reemplazando los valores mostrados en la Tabla 3.6 $h_1 = -252 \text{ kJ/kg}$ y $h_2 = -310 \text{ kJ/kg}$ y el valor del flujo másico resulta:

$$\dot{m} = 1000 \frac{\text{g}}{\text{min}} \times \frac{1 \text{ kg}}{1000 \text{ g}} \times \frac{1 \text{ min}}{60 \text{ s}} = 16.667 \times 10^{-3} \text{ kg/s}$$

$$\dot{Q}_{12} = 16.667 \times 10^{-3} \times (-310 - (-252)) \times 10^3$$

$$\dot{Q}_{12} = -966.667 \text{ W}$$

El cambio de temperatura en este intercambiador es de 20°C a 0°C . Es una tarea un tanto complicada conseguir intercambiadores de placas que trabajen por encima de los 40 bar y a la vez estén fabricados en Acero Inoxidable, sin embargo el fabricante SWEP ofrece dentro de su línea de Intercambiadores de placas soldadas los intercambiadores del tipo B12 que toleran hasta 60 bar en su gama D y están fabricados en Acero Inoxidable por lo cual se ajustan a la perfección a esta función.

Se ha decidido trabajar con el refrigerante R134a debido a su inocuidad y a que es el refrigerante más utilizado para aplicaciones básicas de refrigeración. Para poder utilizar este refrigerante es necesario utilizar una unidad de condensación que permita completar el ciclo de refrigeración, El fabricante TECUMSEH es líder en el suministro de unidades de condensación y cuenta con una amplia gama de soluciones versátiles para la manipulación del refrigerante, debido a ello es que se ha optado por utilizar las unidades de condensación que este fabricante ofrece.

A partir del salto de temperatura necesario, el flujo de calor requerido y la presión de trabajo se ha determinado que el intercambiador de placas a utilizar sea del modelo de placas soldadas B12D del fabricante SWEP y además, de acuerdo a su guía de selección, que se requieren 6 placas para poder cumplir con las necesidades de refrigeración.

En la Figura 4.2 se muestra el esquema de trabajo del enfriador con la unidad de condensación, el circuito se encarga de enfriar el CO_2 de 20°C a 0°C a la presión de 57.3 bar mediante la evaporación del refrigerante que entra al intercambiador a -10°C y 2.01 bar con una fracción de vapor de 0.337, el refrigerador sale del intercambiador

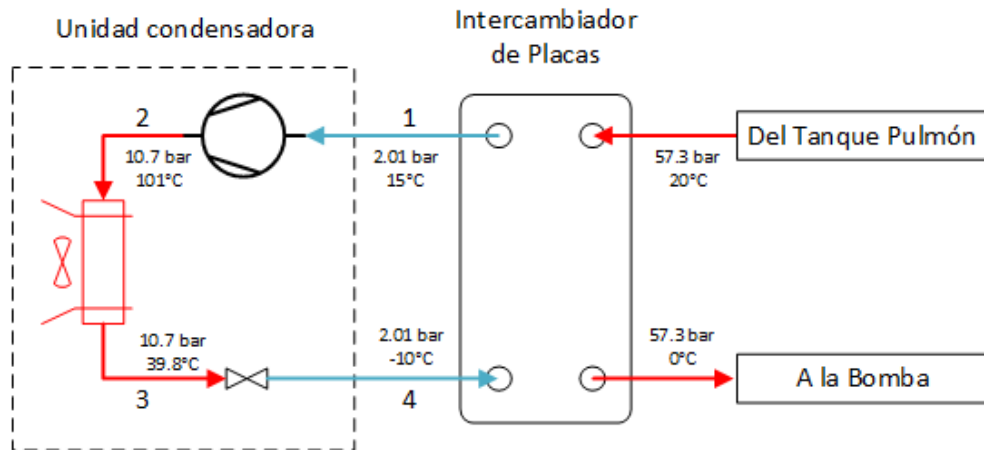


Figura 4.2: Esquema de refrigeración

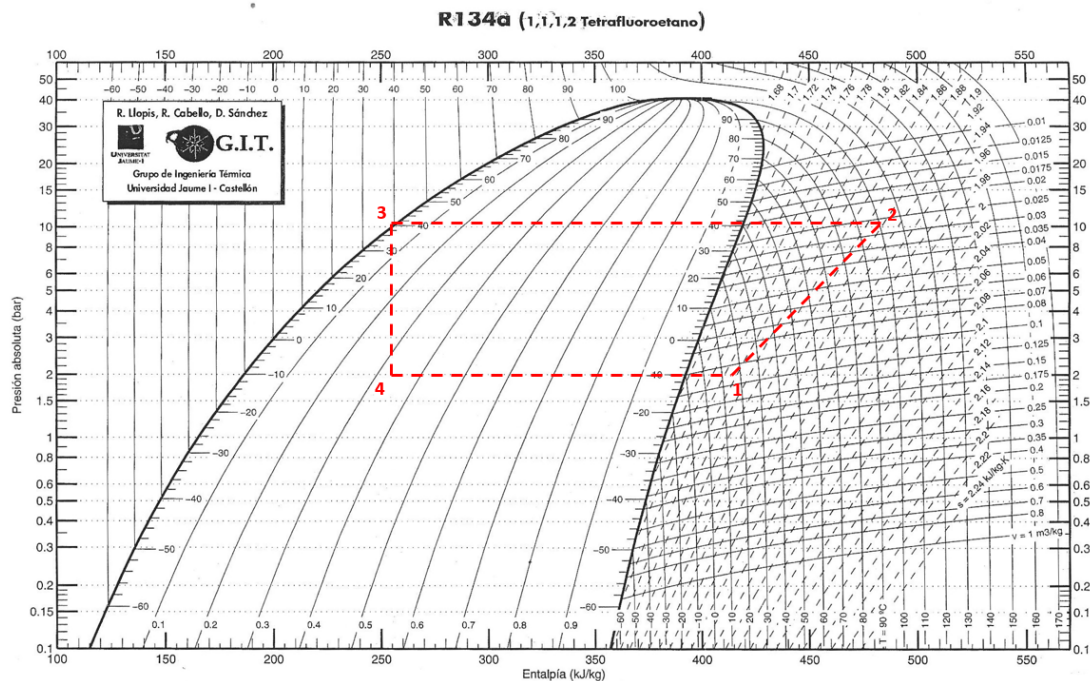


Figura 4.3: Ciclo de trabajo R134a para refrigeración.

(Fuente: G.I.T. Universidad Jaime I, Castellón.)

como vapor sobrecalentado básicamente a la misma presión de entrada y 15°C , que es la temperatura de retorno de gases requerida por la unidad de condensación. En la unidad de condensación el refrigerante es comprimido hasta los 10.7 bar lo cual eleva su temperatura hasta los aproximadamente 101°C , posteriormente el refrigerante es condensado básicamente sin pérdida de presión hasta los 39.8°C , partiendo de ese estado es expandido hasta volver al estado inicial como una mezcla de vapor y líquido a 2.01 bar y -10°C . Este ciclo de trabajo del R134a se muestra en el diagrama de Mollier

correspondiente en la Figura 4.3.



Figura 4.4: Componentes del enfriador de CO₂, a la derecha Unidad de Condensación TECUMSEH CAJN4476YHR-WZ, a la izquierda Intercambiador de placas SWEP B5T.

(Fuente: TECUMSEH Products Company / SWEP International AB)

De acuerdo a la guía de selección de TECUMSEH partiendo de los estados del R134a en el ciclo de refrigeración se determina que la unidad condensadora modelo CAJN4476YHR-WZ es la adecuada para poder cumplir el ciclo de refrigeración deseado. Esta unidad trabaja con un flujo másico de 24 kg/h, cuenta con un COP de 1.69 y consume 4A a 220 VAC y 60 hz. En la Figura 4.4 se muestra la unidad de condensación y el intercambiador de placas. Mayores detalles técnicos se pueden encontrar en el Anexo 3.

4.3 SISTEMA DE BOMBEO

Se ha decidido usar una bomba de pistón para la presurización del CO₂ debido a que es la opción más económica y versátil para esta función, este tipo de bomba permite adquirir únicamente el cabezal y complementar el sistema motriz con componentes que se encuentran en el mercado aminorando de ese modo los costos de importación. Es necesario tener en cuenta que no es lo mismo trabajar con agua, que es el fluido

para el cual están diseñadas por defecto las bombas de pistón, que con CO₂ ya que este a diferencia del agua es compresible lo cual impacta directamente en la eficiencia volumétrica de la bomba reduciéndola de manera considerable [Nes06], debido a ello es necesario ajustar el diseño del cabezal de la bomba para trabajar con CO₂ de forma apropiada.

El fabricante CATPUMPS ofrece bombas de triple pistón específicamente diseñadas para trabajar con CO₂ líquido, se ha decidido trabajar con el modelo 784KM.CO₂ que es uno de los modelos más pequeños que ofrece para aplicaciones de alta presión, este modelo ofrece una presión máxima de 345 bar y un flujo volumétrico máximo de 1.28 lpm por lo cual cumple con las necesidades del proyecto. El material de contacto con el fluido sólido es acero inoxidable y los componentes flexibles como sellos o empaquetaduras son de un material inerte al paso de CO₂. La condición principal de entrada a la bomba es que el CO₂ se encuentre en estado líquido lo cual es garantizado con el uso del enfriador ya que este lleva el fluido a un estado considerablemente alejado de la curva de saturación.

La bomba está diseñada para entregar un caudal máximo posible de 1.28 lpm a 450 RPM en el eje y el fabricante indica que la velocidad de trabajo de la bomba se determina por una simple relación de proporción entre el caudal y la velocidad, por lo cual, para el caudal promedio de trabajo de 1.03 lpm se ha determinado una velocidad de trabajo de 362 RPM.

El fabricante indica que la potencia al eje necesaria para trabajar a la máxima velocidad de operación es de 746 W (1 HP), por lo cual, considerando una eficiencia promedio de 0.7 para motores asíncronos se requiere que la potencia del motor sea de por lo menos 1.1 kW (1.5 HP). La velocidad más cercana a la máxima operación de trabajo de 450 RPM que se puede encontrar en motores asíncronos trifásicos es de 1200 RPM por lo cual se decidió utilizar un motor modelo 1LA7096-6AA90 L2A del fabricante SIEMENS, el cual ofrece una potencia de 1.1 kW, su velocidad de trabajo es de 1098 RPM, su carcasa está hecha en aluminio y opera a 220/380 VAC trifásico a 60 Hz. Para poder alcanzar la velocidad de operación máxima de la bomba se

determinó utilizar un sistema de transmisión de velocidad, el cual, bajo asistencia de las herramientas de selección del fabricante SKF se determinó que sea del tipo faja sincrónica, con un factor de servicio mínimo de 1.7 y un ratio de transmisión de velocidad de 2.4, las poleas de transmisión cuentan con un buje cónico para el acople con los ejes de trabajo. Mayor detalle del sistema motriz y especificaciones técnicas del sistema de bombeo en general se puede encontrar en el Anexo 4.

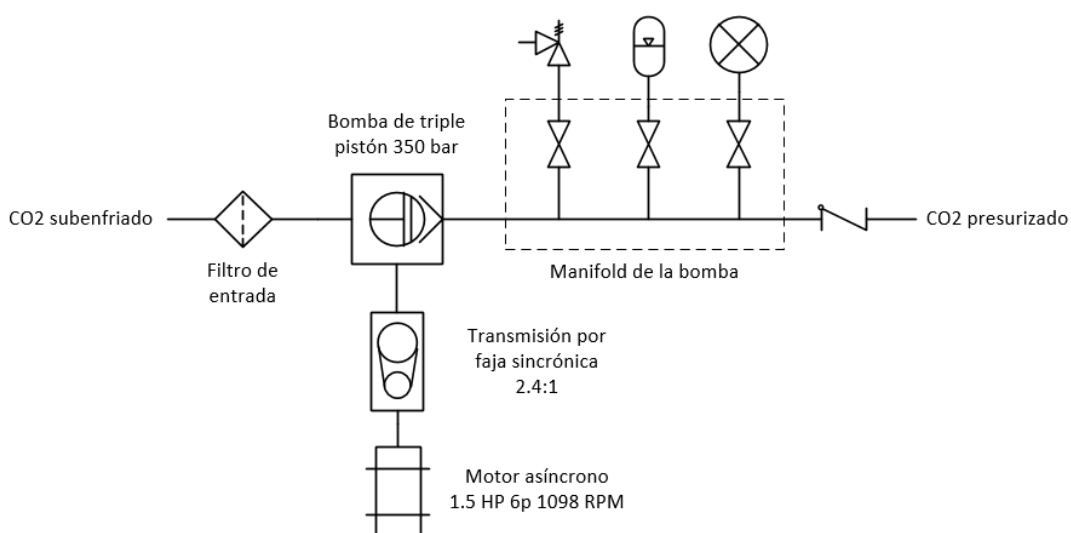


Figura 4.5: Esquemático Sistema de Bombeo.

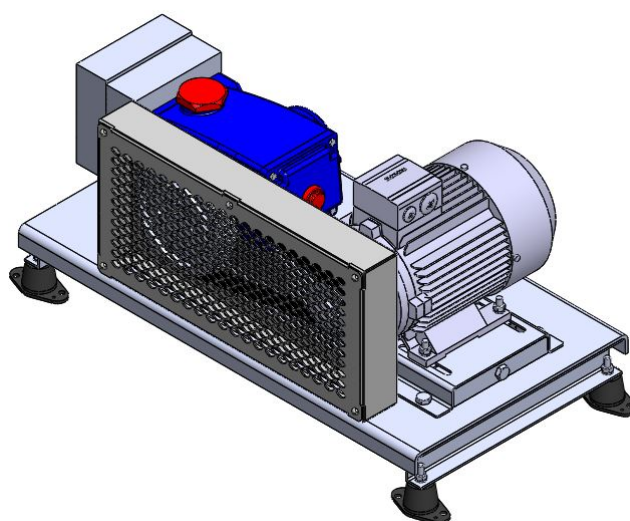


Figura 4.6: Distribución del Sistema de Bombeo.

Finalmente, el fabricante recomienda la utilización de diversos accesorios como

parte del sistema de bombeo para garantizar su correcto funcionamiento, estos componentes son un *Dampener* que es necesario para poder amortiguar las fluctuaciones de flujo del sistema, un filtro de entrada para poder retener impurezas a la entrada de la bomba, un manómetro y una válvula de alivio. En la Figura 4.5 se puede ver el esquema de trabajo del sistema y en la Figura 4.6 se puede observar una captura de la distribución tentativa del sistema.

4.4 CALENTADOR

Para esta función se ha decidido optar por utilizar energía eléctrica para el calentamiento y así evitar la necesidad de implementar un circuito de refrigeración que complemente al calentador. El fabricante CAS Aluminum Solutions cuenta con una solución especial para el calentamiento por inducción eléctrica para fluidos a alta presión, los calentadores eléctricos del tipo *Circulation Heater* modelo CAST-X.



Figura 4.7: Calentador eléctrico CAST-X 2000.

(Fuente: CAST Aluminum Solutions)

El calentador consiste en una bobina eléctrica como fuente de calor y una tubería tipo serpentín de AISI 316L por donde circula el CO₂ a ser calentado ambos introducidos en un cuerpo de aluminio fundido que cumple la función de medio de transmisión

de calor. Para la correcta selección de la capacidad del calentador se hizo el cálculo del flujo de calor necesario para esta etapa de calentamiento según:

$$\dot{Q}_{34} = \dot{m} \times (h_4 - h_3) \quad (4.6)$$

De la Tabla 3.6 tenemos que $h_3 = -285 \text{ kJ/kg}$ y $h_4 = -198 \text{ kJ/kg}$, con lo cual conseguimos:

$$\dot{Q}_{34} = 16.667 \times 10^{-3} \times (-198 - (-285)) \times 10^3$$

$$\dot{Q}_{34} = 1450 \text{ W}$$

Los modelos que ofrece el fabricante están determinados por la presión del fluido a ser calentado y la potencia de calefacción necesaria, en este caso el modelo que se adecúa a las necesidades de este proceso es el modelo CAST-X 2000 ya que está diseñado para entregar una potencia máxima de 2000 W, trabajar con una presión máxima de 345 bar y una temperatura máxima de 171°C, este equipo está diseñado para trabajar a 240 VAC monofásico consumiendo 8.4 A en régimen permanente. En la Figura 4.7 se puede observar una imagen de este modelo de calentador eléctrico. Se pueden encontrar detalles adicionales en la hoja técnica del producto en el Anexo 5.

4.5 CÁMARA DE EXTRACCIÓN

El extractor es uno de los componentes cuyo diseño es el más delicado ya que es el equipo que aguanta la máxima presión y a la vez es de fabricación local ya que se requiere un diseño a medida. El diseño del recipiente de extracción ha sido realizado de manera independiente del presente trabajo como parte del Programa de Maestría en Ingeniería Mecatrónica Beca PUCP CONCYTEC 2015-1 sin embargo la memoria de cálculos y los planos se pueden encontrar en el Anexo 6.

En la Figura 4.8 se observa el recipiente de extracción. El volumen del recipiente de extracción es de 5 litros, el diámetro interno es de 155 mm y el espesor de pared es de 20 mm, está diseñado para una presión nominal de trabajo de 350 bar según el código ASME VIII, está fabricado en AISI 431 y cuenta con empaquetaduras de PTFE que son recomendable para aplicaciones sanitarias y trabajo con CO₂. El recipiente de

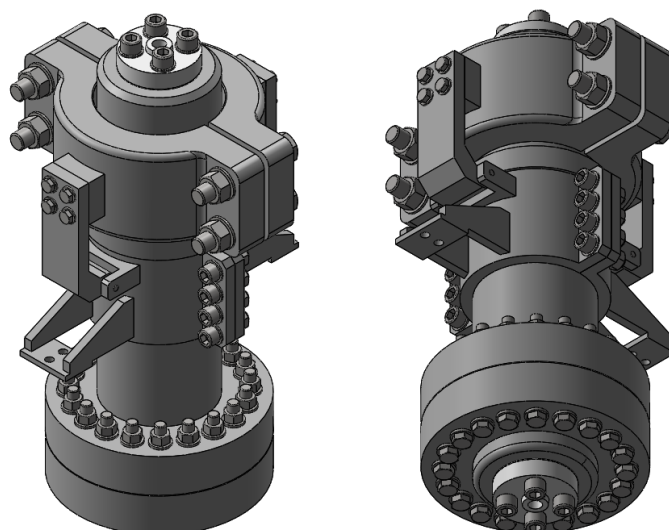


Figura 4.8: Modelo CAD del recipiente de extracción.

extracción cuenta con un mecanismo de apertura rápida que consiste en una abrazadera empernada y un manifold especial para manguera de alta presión lo cual permite abrir el recipiente para ingresar y retirar la matriz de biomateria en cualquier momento sin mayor necesidad de intervenir en las conexiones de entrada o salida al recipiente de extracción.

El diseño en mención no cuenta con el requisito de poseer chaqueta eléctrica, por lo cual se propone recurrir a tecnología del mercado como las *Clothe Heating Jacket* del fabricante Brisk Heat, que se muestra en la Figura 4.9, que ofrece el diseño de chaquetas eléctricas a medida para cualquier tipo de recipiente o tubería.

Se ha considerado que la chaqueta debe ser capaz de compensar una caída de temperatura de $15\text{ }^{\circ}\text{C}$, por lo cual se calculó el flujo de calor que debe brindar la chaqueta según:

$$\dot{Q}_{cq} = \dot{m} \times (h_4 - h|_{350\text{ bar}, 50^{\circ}\text{C}}) \quad (4.7)$$

De la Tabla 3.6 tenemos que $h_4 = -198\text{ kJ/kg}$, de las propiedades del CO_2 se tiene que $h|_{350\text{ bar}, 50^{\circ}\text{C}} = -220$, con lo cual se obtuvo:

$$\dot{Q}_{cq} = 16.667 \times 10^{-3} \times (-198 - (-220)) \times 10^3$$

$$\dot{Q}_{cq} = 366\text{ W}$$



Figura 4.9: Tecnología Clothe Heating Jacket de BriskHeat.
(Fuente: BriskHeat Corporation)

Este cálculo es bastante aproximado debido a que los parámetros de extracción varían de acuerdo al producto, por lo cual se decidió extender hasta los 500 W la capacidad de la chaqueta para contar con mayor flexibilidad.

4.6 REGULACIÓN DE PRESIÓN

Para la regulación de presión se requiere el trabajo conjunto de dos reguladores de contrapresión ya que por su principio de funcionamiento únicamente son capaces de regular la presión aguas arriba y no garantizan nada sobre la presión aguas abajo, debido a esto el regulador principal será el encargado de mantener la presión en el recipiente de extracción en el valor supercrítico y el regulador de presión secundario será el encargado de mantener la presión en el valor de evaporación o recuperación del CO₂. De esta forma se garantiza que se mantengan los niveles de presión deseados para alcanzar los estados planteados en el ciclo termodinámico.

Para el caso del regulador principal se ha seleccionado un regulador de contrapresión modelo 26-1700 del fabricante TESCOM que es del tipo cargado mediante resorte y es capaz de regular niveles de presión desde 3.4 hasta 414 bar según especificación,

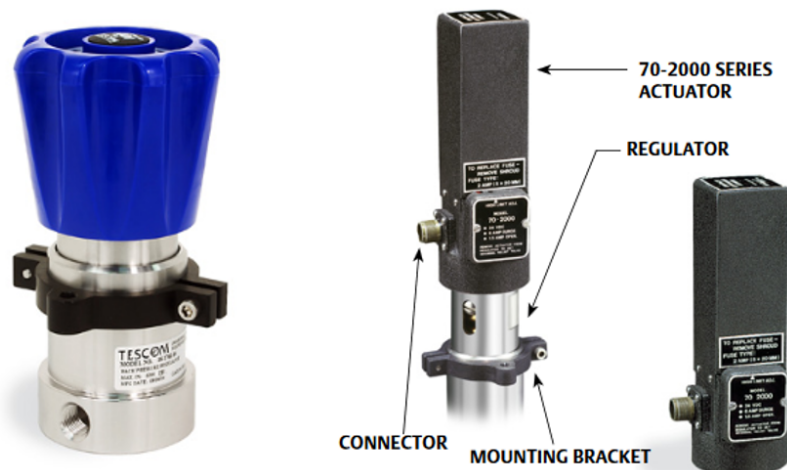


Figura 4.10: Componentes del sistema de regulación de presión, a la izquierda regulador contrapresión TESCO 26-1700 y a la derecha actuador electromecánico TESCO 70-2000.

(Fuente: TESCO Corporation)

por lo cual el nivel de presión máxima de operación del sistema queda dentro del rango del componente. Todo el material de contacto del regulador es de AISI 316 y las partes flexibles están hechas de uretano, lo cual es parte de su especificación para trabajo con CO₂. Debido a que el regulador principal debe contar con la capacidad de variar el valor de presión supercrítica dependiendo de la matriz de biomateria de trabajo se ha seleccionado un actuador electromecánico especial para el regulador modelo 70-2000 del mismo fabricante, TESCO, este actuador, que se acopla al regulador remplazando la perilla de regulación, permite establecer de forma remota la presión de trabajo del regulador, trabaja con 10 - 24 VDC y el consumo de corriente es de 1 A en régimen permanente y 6 A pico.

Para el caso del regulador secundario se ha seleccionado el mismo tipo de regulador que el principal (26-1700 TESCO) pero con una especificación de niveles de presión diferente ya que la presión de separación se ha fijado en 57.3 bar, por lo cual el rango de niveles de presión especificados para este regulador es de 0.69 hasta 103 bar. En este caso no es necesario el uso de actuador electromecánico ya que la presión de separación es fija. En la Figura 4.10 se puede observar una imagen del regulador 26-1700 y el actuador electromecánico 70-2000. Los detalles técnicos de estos com-

ponentes se pueden encontrar en el Anexo 7.

4.7 EVAPORADOR

El criterio de dimensionamiento del evaporador es el mismo que el empleado para el calentador con la diferencia de que, en este caso, la presión de trabajo es considerablemente menor a la del calentador. Así, haciendo uso de la ecuación 4.6 y los valores de la Tabla 3.6 $h_5 = -198 \text{ kJ/kg}$ y $h_6 = -100 \text{ kJ/kg}$ se calculó el flujo de calor que debe entregar este evaporador según:

$$\dot{Q}_{56} = 16.667 \times 10^{-3} \times (-100 - (-198)) \times 10^3$$

$$\dot{Q}_{56} = 1633.33 \text{ W}$$

A partir de la necesidad de flujo de calor de 1633.33 W y la presión de operación de 57.3 bar para este proceso se realizó la selección de un calentador eléctrico del mismo tipo que el utilizado como calentador pero con distintas especificaciones. En este caso se seleccionó un calentador eléctrico modelo CAST-X 1000 del fabricante CAST Aluminium Solutions el cual está diseñado para trabajar con una presión de hasta 102 bar y una temperatura de 171°C, tiene capacidad de entregar hasta 3000 W y trabaja a 240 VAC con una corriente nominal de 12.5 A. En la Figura 4.11 se puede observar una imagen de este modelo de calentador eléctrico. Cabe indicar que este modelo puede entregar más potencia que el seleccionado para el calentador, sin embargo es capaz de aguantar mucha menos presión y eso se traduce en un menor costo a pesar de contar con mayor capacidad de calentamiento. Detalles adicionales en la hoja técnica del producto en el Anexo 8.

4.8 SEPARADOR

El separador es otro de los componentes (al igual que la cámara de extracción) cuyo diseño es el más delicado debido a su complejidad y que es de fabricación local ya que se requiere un diseño a medida. El diseño del separador ciclónico ha sido realizado



Figura 4.11: Calentador eléctrico CAST-X 1000.

(Fuente: CAST Aluminum Solutions)

de manera independiente del presente trabajo como parte del Programa de Maestría en Ingeniería Mecatrónica Beca PUCP CONCYTEC 2015-1 sin embargo la memoria de cálculos y los planos se pueden encontrar en el Anexo 9.

En la Figura 4.12 se puede observar el separador ciclónico. Este separador está diseñado en AISI 316 para una presión de operación de 60 bar según el código ASME VIII, cuenta con un diámetro de 197 mm, a partir de este parámetro se determinan todas las medidas del ciclón según Echeverri [Ech06] para un separador ciclónico de alta eficiencia del tipo Swift. Se ha determinado que el espesor de pared tanto para el cuerpo como para la tapa y la sección cónica sea de 12 mm. El separador ciclónico está compuesto por una tapa elíptica, un cuerpo cónico y un recipiente de extracción; estas partes están unidas entre sí mediante bridas especiales para trabajo en alta presión. El ingreso de la mezcla de fluido y extracto ingresa con la ayuda de una lanza bridada clase 600 de 1/2" para poder alcanzar la velocidad de separación adecuada y el fluido es recuperado mediante una brida de salida clase 600 de 1/2" idéntica a la de entrada. Para fines de sujeción el ciclón cuenta con un par de silletas.

Este separador ciclónico presenta una caída de tensión de 6.7 bar lo cual se debe tener en cuenta al momento de replantear los estados termodinámicos; por otra parte, cuenta con una eficiencia de captación mayor al 90 % para tamaños de partículas del extracto mayores a 2.3 micrómetros.

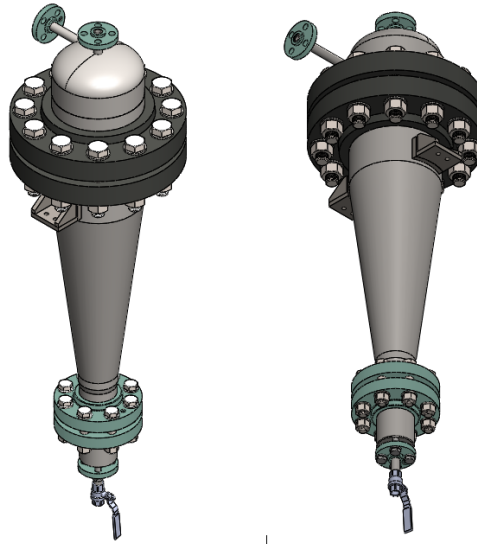


Figura 4.12: Modelo CAD del separador ciclónico.

4.9 CONDENSADOR DE CO₂

De forma muy similar a la selección realizada para el enfriador y bajo el mismo criterio se decidió utilizar un intercambiador de placas soldadas debido. Este equipo debe soportar una presión de 57.3 bar por lo cual califica como aplicación de alta presión. El flujo de calor que debe ser capaz de retirar del CO₂ viene determinado según:

$$\dot{Q}_{61} = \dot{m}(h_1 - h_6) \quad (4.8)$$

Lo cual, reemplazando los valores mostrados en la Tabla 3.6 $h_1 = -252 \text{ kJ/kg}$ y $h_6 = -100 \text{ kJ/kg}$ y el valor del flujo másico resulta:

$$\dot{Q}_{61} = 16.667 \times 10^{-3} \times (-252 - (-100)) \times 10^3$$

$$\dot{Q}_{61} = -2533.333 \text{ W}$$

Del mismo modo que para el enfriador se ha decidido trabajar con R134a como refrigerante y utilizar una unidad de condensación del fabricante TECUMSEH para completar el ciclo de refrigeración del refrigerante. A partir del flujo de calor requerido y la presión de trabajo se ha determinado que el intercambiador de placas a utilizar sea del modelo de placas soldadas B12D del fabricante SWEP y además, de acuerdo a su guía de selección, que se requieren 10 placas para poder cumplir con las necesida-

des de refrigeración.

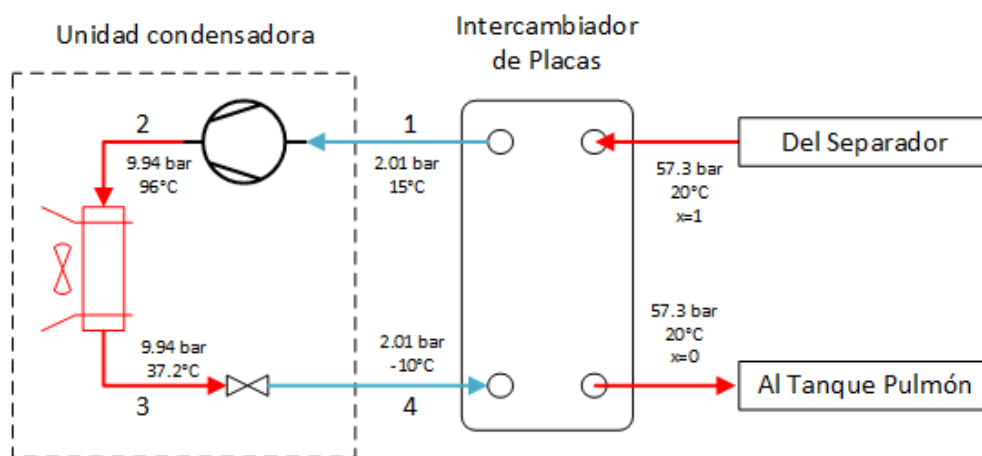


Figura 4.13: Esquema de condensación.

En la Figura 4.13 se muestra el esquema de trabajo del enfriador con la unidad de condensación, el circuito se encarga de condensar el CO₂ a 20°C desde vapor saturado hasta líquido saturado a la presión de 57.3 bar mediante la evaporación del refrigerante que entra al intercambiador a -10°C y 2.01 bar con una fracción de vapor de 0.318, el refrigerador sale del intercambiador como vapor sobrecalentado básicamente a la misma presión de entrada y 15°C, que es la temperatura de retorno de gases requerida por la unidad de condensación. En la unidad de condensación el refrigerante es comprimido hasta los 9.94 bar lo cual eleva su temperatura hasta los aproximadamente 96°C, posteriormente el refrigerante es condensado básicamente sin pérdida de presión hasta los 37.2°C, partiendo de ese estado es expandido hasta volver al estado inicial como una mezcla de vapor y líquido a 2.01 bar y -10°C. Este ciclo de trabajo del R134a se muestra en el diagrama de Mollier correspondiente en la Figura 4.14.

De acuerdo a la guía de selección de TECUMSEH partiendo de los estados del R134a en el ciclo de refrigeración se determina que la unidad condensadora modelo FHT4518YHR-HZ es la adecuada para poder cumplir el ciclo de refrigeración deseado. Esta unidad cuenta con un flujo másico de 60 kg/h, cuenta con un COP de 1.87 y consume 6.8 A a 220 VAC y 60 hz. En la Figura 4.15 se muestra la unidad de condensación y el intercambiador de placas. Mayores detalles técnicos se pueden encontrar en el Anexo 10.

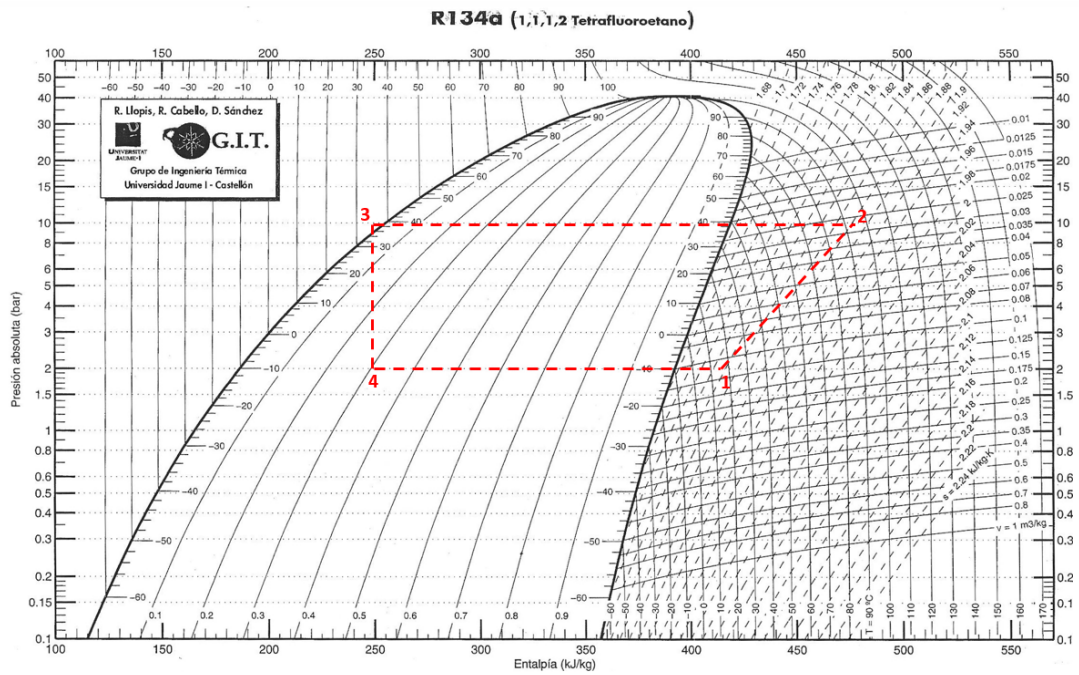


Figura 4.14: Ciclo de trabajo R134a para condensación.

(Fuente: G.I.T. Universidad Jaume I, Castellón.)



Figura 4.15: Componentes del enfriador de CO₂, a la derecha unidad de condensación TECUMSEH FHT4518YHR-HZ, a la izquierda intercambiador de placas SWEP B12D.

(Fuente: TECUMSEH Products Company / SWEP International AB)

4.10 VÁLVULAS, TUBERÍAS, ACCESORIOS Y COMPONENTES ADICIONALES

De acuerdo a las tablas de selección del fabricante Atlas Steel referente a tuberías de Acero Inoxidable ASTM 316 se decidió trabajar con tuberías de 1/2" SCH40, lo cual es adecuado para poder trabajar hasta los 5000 psi (345 bar) y hasta 120 °C. Por otra parte, debido a la naturaleza sanitaria del proceso es necesario que todos los componentes que formen parte del sistema como accesorios o válvulas y demás estén hechos de un material inerte respecto al CO₂ en las cavidades por donde fluya el solvente.

Se ha decidido que las válvulas de paso de propósito general para alta presión sean del tipo de bola con asiento de PEEK de la serie 83 del fabricante SWAGELOK que permiten trabajar hasta los 413 bar y para baja presión de la serie 40 con asiento de PTFE que permite trabajar hasta los 100 bar. Las válvulas de antirretorno se ha decidido que sean del tipo con obturador y resorte de la serie CH de SWAGELOK que permite trabajar en el mismo rango de trabajo indicado para alta y baja presión. Para el caso de las válvulas de alivio de presión se decidió trabajar con las válvulas de alivio de presión proporcional de SWAGELOK de la serie R3A para alta presión y R4 para baja presión.

De forma general el tipo de tubería empleado en el diseño, según se reseñó en el capítulo anterior, es tubería de NPS 1/2 SCH 40 en AISI 316 y el tipo de rosca general es NPT 1/2 que es un tipo de roscado cónico especialmente diseñado para trabajo en alta presión y es uno de los más utilizados en la industria en general. De acuerdo a las especificaciones del tipo de tubería y rosca se decidió utilizar accesorios como codos, tees, adaptadores, nipples y bushings en AISI 316 del fabricante SWAGELOK. Para asegurar la estanqueidad de las conexiones se decidió utilizar un sellante de PTFE del mismo fabricante de los accesorios.

El recipiente de extracción está diseñado para poder ser abierto cada vez que se deba cambiar la matriz de biomateria, por ello es necesario que la conexión a su salida, que se encuentra en la tapa, sea flexible, para este fin se decidió usar una manguera de alta presión en lugar de la tubería rígida, se decidió usar una manguera metálica de la

serie FX del fabricante SWAGELOK la cual garantiza poder trabajar hasta los 413 bar y cuenta con conectores tipo NPT hembra. Para la conexión de las unidades de condensación también se decidió usar mangueras debido a que el lado de refrigerante es de baja presión (2 bar) y a la flexibilidad que permite el uso de mangueras, en este caso se decidió utilizar mangueras con ánima de goma y refuerzo de fibra de rayón de la serie PB de SWAGELOK que permite trabajar hasta los 20 bar y cuenta con conectores tipo NPT. En el Anexo 11 se pueden encontrar los detalles técnicos de estos componentes.

Los componentes orientados a la instrumentación no han sido seleccionados al detalle en este trabajo debido a que para su correcta selección hace falta considerar parámetros propios de la instrumentación de la planta que es un tópico totalmente aparte al diseño en sí de la planta, por lo cual simplemente se ha llegado a proponer modelos para los componentes más importantes como son el flujómetro másico y el sensor de nivel del tanque pulmón. En el caso del primero se sugiere el uso de un Flujómetro bridado de tipo Coriolis de la serie OPTIMASS 1300C del fabricante KROHNE. En el caso del segundo se sugiere el uso de un interruptor magnético con flotador de la serie Model 9 del fabricante KOBOLD que cuenta con un flotador de titanio y cuatro switches por Efecto Reed que se ajustan a las necesidades de medición de nivel del tanque. Estos modelos sugeridos se han utilizado para realizar el plano de distribución de la planta.

4.11 CONFIGURACIÓN DE LA PLANTA

Se ilustra la configuración de la planta a través de tres instancias, en primer lugar con el ciclo termodinámico, en este caso modificado respecto al ciclo termodinámico ideal planteado considerando la caída de presión que se presenta en el separador ciclónico. En segundo lugar con el diagrama de instrumentación y tuberías (P&ID, de su definición en inglés *Process and Instrumentation Diagram*) y finalmente con la distribución de equipos.

4.11.1 Ciclo termodinámico

En la Figura 4.16 se puede observar el nuevo ciclo termodinámico del sistema que se diferencia del original principalmente en la caída de presión que se genera en el separador ciclónico que no puede ser despreciada, existen pequeñas caídas de presión a lo largo del circuito completo, sin embargo son de un orden demasiado pequeño comparadas con las presiones de trabajo por lo cual estas caídas han sido despreciadas. En la Tabla 4.2 se muestran los estados finales del ciclo termodinámico del proceso.

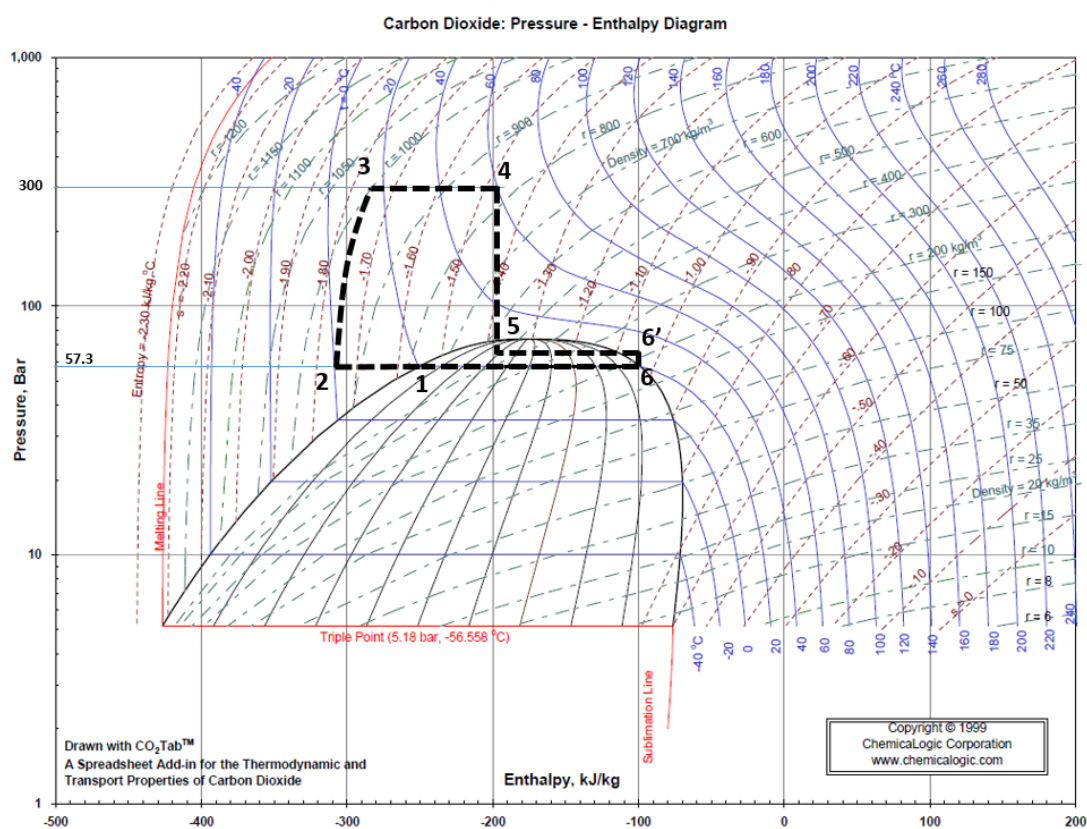


Figura 4.16: Ciclo termodinámico actualizado.

(Fuente: ChemicalLogic Corporation)

4.11.2 Diagrama P&ID

Con base en el esquema de la solución óptima, los componentes dimensionados y los lazos de control se elabora el diagrama de tuberías e instrumentación P&ID el cual se muestra en la Fig 4.17, el sistema cumple con el ciclo de trabajo explicado previa-

Tabla 4.2: Estados termodinámicos actualizados

Estado	Presión (bar)	Temperatura (°C)	Entalpía (kJ/kg)	Densidad (kg/m ³)	Condición
1	57.3	20	-252	773	líquido saturado
2	57.3	0	-310	946	líquido subenfriado
3	300	15.4	-285	1000	líquido subenfriado
4	300	60	-198	830	fluido supercrítico
5	57.3	20	-198	375	líquido + vapor
6'	64	27	-198	217	vapor sobrecalentado
6	57.3	20	-100	194	vapor saturado

mente, en la elaboración del diagrama se han incorporado instrumentos de seguridad y mantenimiento como válvulas de alivio y purga. También se ha añadido la instrumentación básica de la planta que permita implementar los lazos de control determinados. Por otra parte se ha incorporado un sistema de válvulas que además de permitir el correcto funcionamiento del sistema permiten llevar a cabo un proceso de limpieza aislando para ese cometido los equipos que acumulan masa como los recipientes tipo tanque, la bomba y el regulador de contrapresión. En la Tabla ?? se muestra la identificación de los principales componentes. El diagrama ha sido realizado según la norma ANSI/ISA-5.1-1984. En la Tabla 4.3 se listan los componentes principales con sus etiquetas. El plano P&ID se puede encontrar en el Anexo 12.

Tabla 4.3: Componentes principales en el diagrama P&ID

TAG	Descripción	TAG	Descripción
K01	Tanque Pulmón	K02	Recipiente de Extracción
W01	Enfriador (Intercambiador de placas)	PCV01	Regulador de contra presión principal
C01	Unidad de condensación del enfriador	W03	Evaporador (calentador eléctrico)
P01	Bomba de Pistón	F01	Separador Ciclónico
M01	Motor de inducción trifásico	PCV02	Regulador de contra presión secundario
N01	Transmisión por faja sincrónica	W04	Condensador (Intercambiador de placas)
W02	Calentador (Calentador eléctrico)	C02	Unidad de condensación del condensador
FIT01	Flujómetro másico	KA01	Botella de suministro de CO ₂

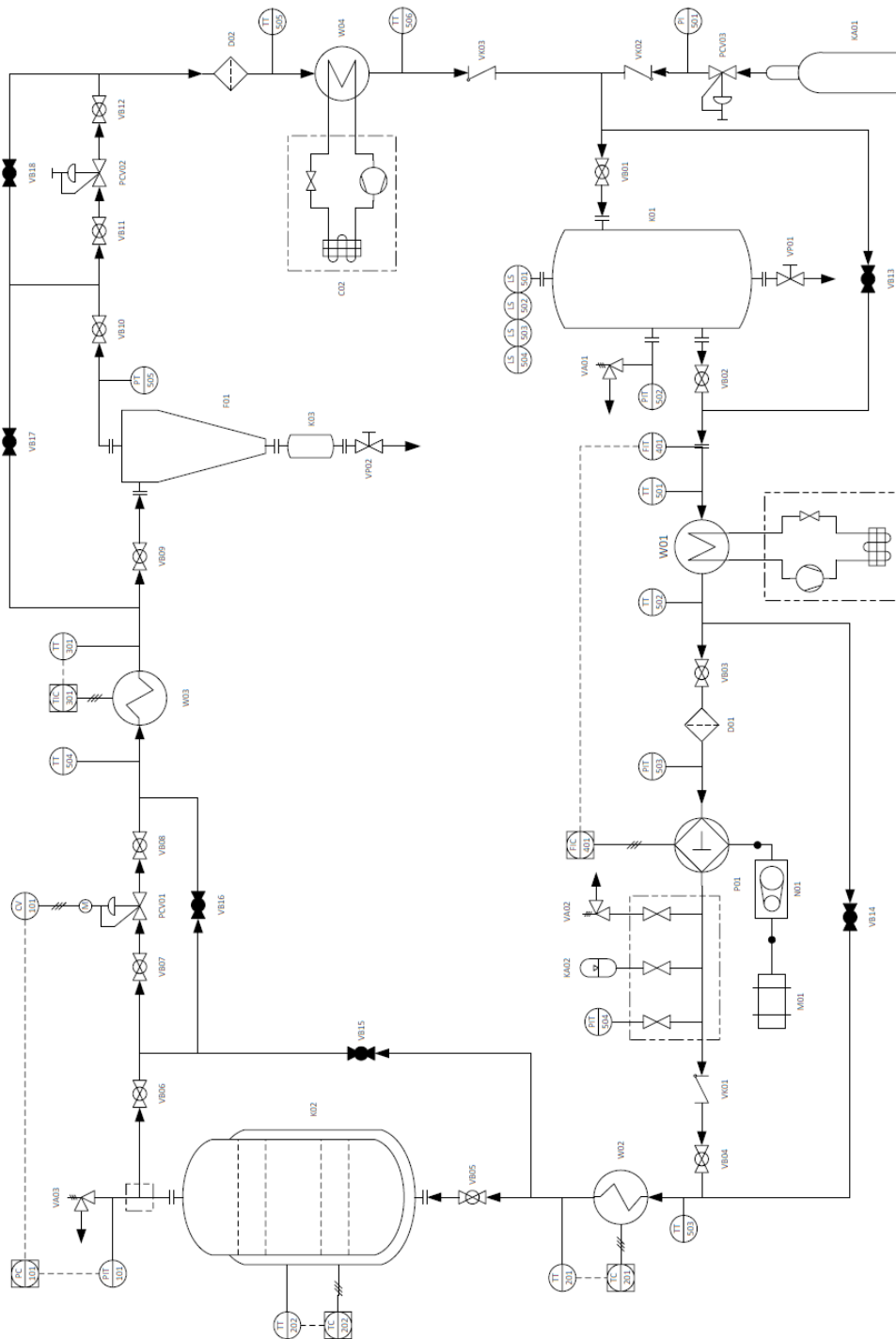


Figura 4.17: Diagrama P&ID. (Conforme ANSI/ISA-5.1-1984)

4.11.3 Distribución de equipos

En la Figura 4.18 se puede observar el plano 3D de distribución de la Planta Piloto y en la Figura 4.19 la identificación de los equipos en las vistas frontal y superior respectivamente. Las etiquetas de los equipos son las mismas que se indican en la Tabla 4.3.

La distribución se ha realizado bajo el criterio de que todos los componentes sean accesibles de forma directa y que las unidades de condensación cuenten con espacio suficiente para poder consumir el aire que necesitan. La distribución se ha realizado también intentando que la altura de la planta sea menor a los 2m y que se establezcan sólo dos niveles de soportería de apoyo, uno para el sistema de bombeo y el enfriador y otro para el recipiente de extracción, el separador y el condensador. Finalmente las dimensiones de la planta piloto con la estructura portante propuesta resultan 2.92 m de ancho, 1.15 de profundidad y 1.9 de altura con un nivel intermedio ubicado a 1.2 m del piso. En el Anexo 12 se puede encontrar el plano de distribución de la planta piloto.

4.12 SUMARIO

Finalmente, a modo de sumario, en la Tabla 4.4 se muestran la lista de componentes seleccionados con sus denominaciones y fabricantes respectivos. Nótese que los componentes propios de la instrumentación están señalados con un asterisco para indicar que únicamente se trata de propuestas.

Tabla 4.4: Sumario de componentes de la planta piloto.

FUNCIÓN	COMPONENTE	FABRICANTE	MODELO
Almacenamiento de CO2	Tanque pulmón	Local	-
Enfriamiento de CO2	Intercambiador de placas	SWEP	B5Dx6
	Unidad de condensación	TECUMSEH	CAJN4476YHR-WZ
Presurización de CO2	Bomba de triple pistón	CATPUMPS	781KM.C02
	Motor de inducción	SIEMENS	1LA7096-6AA90,L2A
	Transmisión sincrónica	SKF	Ver Anexo 4
Calentamiento de CO2	Calentador eléctrico	CAS	CASTX-2000
Extracción	Recipiente de extracción	Local	-
	BPR principal	TESCOM	26-1700
Regulación de presión	Actuador electromecánico	TESCOM	70-2000
	BPR secundario	TESCOM	26-1700
Evaporación de la mezcla	Calentador eléctrico	CAS	CASTX-1000
Separación de la mezcla	Separador ciclónico	Local	-
Condensación de CO2	Intercambiador de placas	SWEP	B5Dx10
	Unidad de condensación	TECUMSEH	FHT4518YHR-HZ
Medición de flujo másico*	Flujómetro másico	KROHNE	OPTIMASS 1300C
Sensado de nivel*	Sensor de nivel por flotador	KOBOLD	Model 9

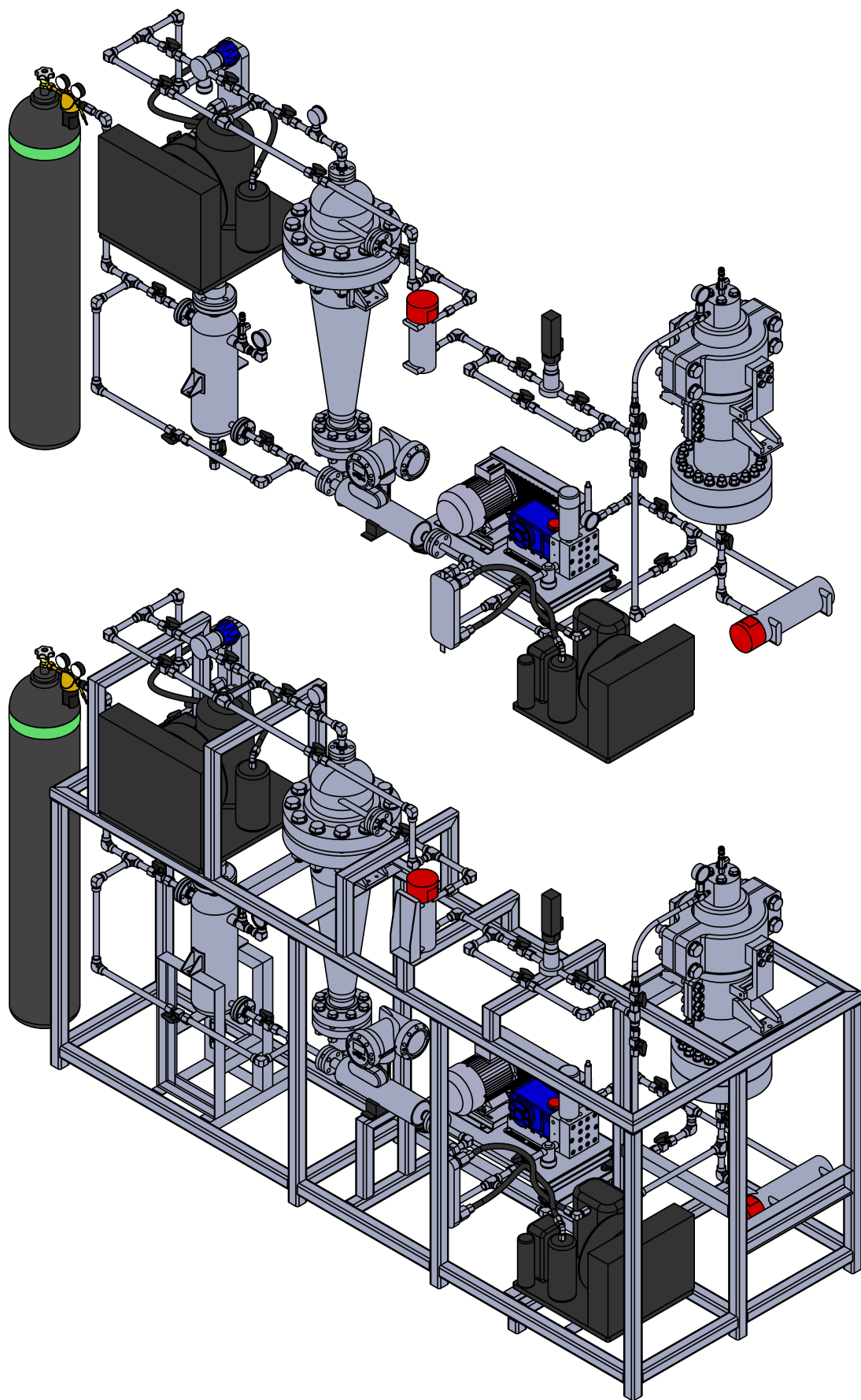


Figura 4.18: Vista isométrica de la distribución de equipos con y sin estructura portante.

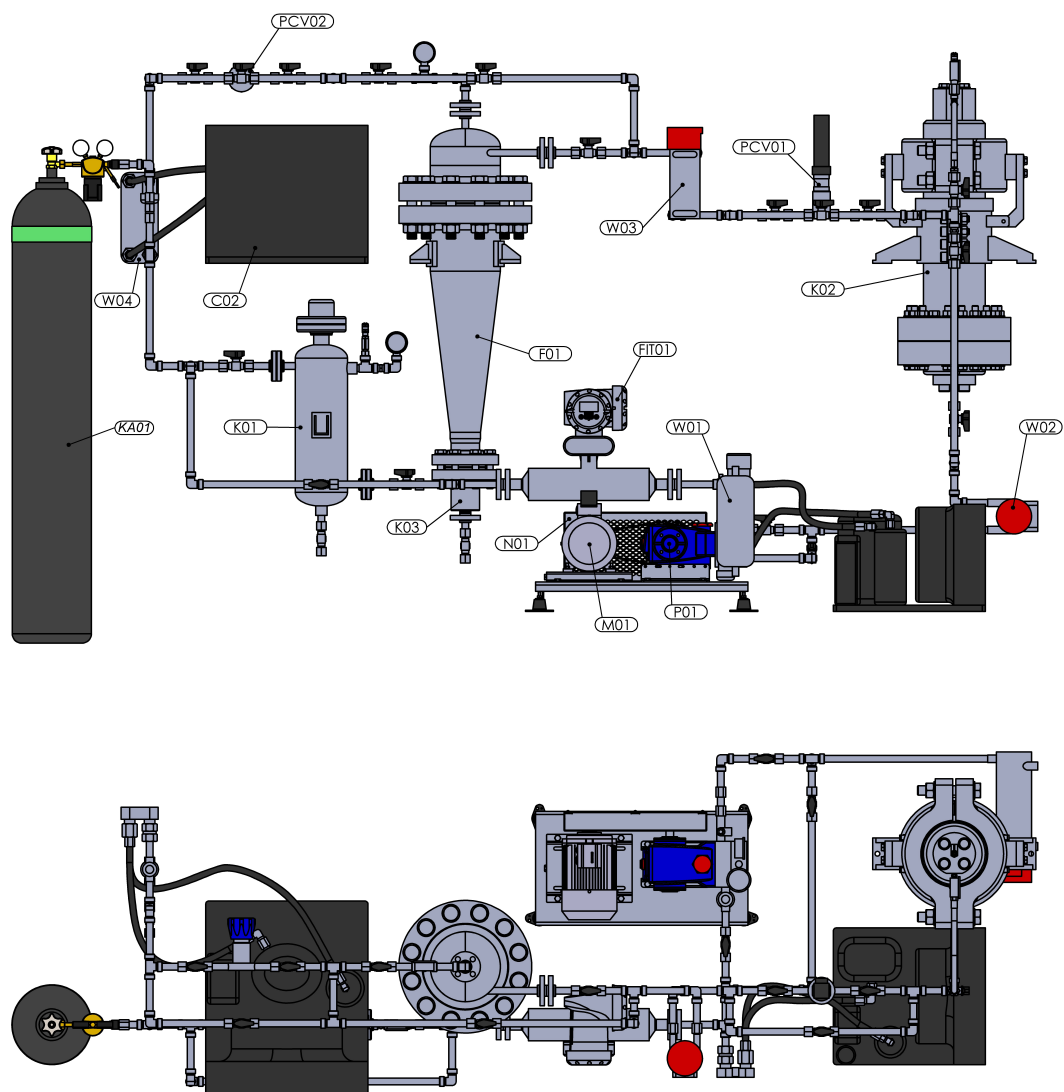


Figura 4.19: Vistas frontal y superior de la distribución de equipos de la planta piloto.

CAPÍTULO 5

COTIZACIÓN DE LA PLANTA PILOTO

En el presente capítulo se expone la cotización de los equipos principales previamente seleccionados, la estimación de los costos de fabricación de los componentes de fabricación local y la estimación del costo de implementación de la planta piloto. Cabe remarcar que esta cotización no incluye el costo de la instrumentación de la planta ya que ello está fuera del alcance del presente trabajo.

5.1 COTIZACIÓN DE COMPONENTES COMPRADOS

Se han realizado cotizaciones directamente con los fabricantes de los componentes de interés y se ha conseguido en algunos casos precios directos por parte de sus distribuidores en el país y en otros sólo se han conseguido precios libres de importación o envío, en dichos casos ha sido necesario considerar el costo del envío y el arancel de aduanas. En la Tabla 5.1 se pueden observar los costos de los componentes requeridos, se observa que en conjunto el costo de los equipos asciende a US\$ 37729.57 de los cuales el costo de la bomba y sus accesorios representa aproximadamente el 40 %. En los anexos referentes a la selección de los componentes se puede encontrar las cotizaciones individuales de los equipos. El costo de válvulas, tuberías y accesorios que asciende a US\$ 10755.32 debe su magnitud principalmente a las válvulas tanto para alta como para baja presión que representan el 60 % de dicho monto. Cabe indicar que

el costo de las válvulas, tuberías y accesorios representan el 28 % del costo total de equipos a ser comprados.

Tabla 5.1: Estimación de costos componentes para compra.

Componente	Fabricante	Modelo	Costo US\$
Int. placas (enfriador)	SWEP	B12Dx6	1436.80
Und. cond. (enfriador)	TECUMSEH	CAJN4476YHR-WZ	575.21
Bomba de triple pistón	CATPUMPS	784KM.CO2	12733.50
Accesorios de bomba	CATPUMPS	varios	2546.70
Motor de inducción	SIEMENS	1LA7096-6AA90-L2A	406.06
Transmisión sincrónica	SKF	varios	244.98
Calentador eléctrico	CAS	CAST-X 2000	2125.50
BRP principal	TESCOM	26-1762-28-161-065	796.04
Actuador electromecánico	TESCOM	70-2000	980.00
BRP secundario	TESCOM	26-1765-28-161-065	716.44
Calentador eléctrico	CAS	CAST-X 1000	1413.10
Int. placas (condensador)	SWEP	B12Dx10	1796.00
Und. cond. (condensador)	TECUMSEH	FHT4518YHR-HZ	1203.92
Válvulas, tuberías, etc.	SWAGELOK	varios	10755.32
Total			37729.57

5.2 ESTIMACIÓN DE COSTOS DE COMPONENTES FABRICADOS

Respecto a los componentes fabricados localmente se ha decidido estimar el costo de fabricación de acuerdo al costo del material de fabricación, así, de acuerdo a la recomendación de talleres locales una buena aproximación es considerar que el costo de la mano de obra requerida para la fabricación de un componente es un 60 % del costo del material empleado en la fabricación del componente [Viv13]. El costo del material empleado se ha calculado considerando un costo de 4.5 US\$/kg para el material AISI 316L que es el costo promedio que se maneja a nivel del mercado peruano. En la Tabla 5.2 se puede observar la estimación de costos, se observa que en conjunto la fabricación de los componentes asciende a US\$ 9049.09. Cabe resaltar que el componente fabricado más costoso es el recipiente de extracción, cuyo costo representa el 72 % del

costo total de equipos fabricados.

Tabla 5.2: Estimación de costos componentes de fabricación local.

Componente	Peso material kg	Costo material US\$	Costo mano de obra US\$	Costo total US\$
Tanque pulmón	21	94.62	56.77	151.39
Recipiente de extracción	770	3466.75	2080.5	5546.80
Separador ciclónico	188	847.27	508.36	1355.64
Estructura de soporte	298	1341.66	804.99	2146.65
			Total	9049.09

5.3 COSTO TOTAL PLANTA PILOTO

El costo total de la planta piloto se obtuvo a partir de los costos obtenidos de los equipos comprados, los equipos fabricados y adicionalmente la consideración de costos de servicios de ingeniería y montaje de equipos, correspondientes al 10 % y 20 % del costo total de equipos respectivamente [Viv13]. En la Tabla 5.3 se puede observar que el costo total de la planta piloto asciende a los US\$ 60812.27.

Tabla 5.3: Costo total de la planta piloto.

Concepto	Monto US\$
Equipos comprados	37729.57
Equipos fabricados	9049.09
Total Equipos	46778.67
Servicios de Ingeniería	4667.87
Montaje de equipos	9355.73
Total	60812.27

CONCLUSIONES

1. Se ha logrado identificar los productos con mayor potencial para la extracción por fluido supercrítico dentro del espectro de biomateria del Perú. Entre las especies identificadas se puede encontrar productos que actualmente se exportan en grandes cantidades como Páprika, Café, Cacao, Trigo, Kiwicha, Tara, Tabaco, entre otros junto a productos nativos que son exportados a una escala menor como el Sacha Inchi, Camu camu, Ruda, Menta entre otros con sus respectivos parámetros de extracción que se muestran en las tablas 3.1 y 3.3.
2. De acuerdo al análisis de biomateria se concluye que la planta piloto debe ser capaz de poder trabajar con presiones de hasta 300 bar y temperaturas de hasta 100 °C para poder procesar la mayor porción del espectro de biomateria del país, principalmente las especies nativas como el Sacha Inchi o el Camu camu. Para cubrir de forma total el espectro de biomateria debería ser capaz de trabajar hasta los 600 bar, sin embargo el dotar de esta capacidad a la planta incrementaría de manera considerable su costo lo cual no estaría acorde al objetivo del diseño de esta planta.
3. Se ha desarrollado de manera satisfactoria el diseño mecánico de una planta piloto que es capaz de procesar 5 litros de biomateria por corrida, es capaz de trabajar con presiones de hasta 300 bar, temperaturas de hasta 100°C, y puede trabajar con un flujo másico de CO₂ de hasta 1 kg/min.
4. La cotización de la planta piloto se realizó incluyendo costos de equipos comprados, equipos fabricados, servicios de ingeniería y montaje de equipos. El costo total de la planta piloto asciende a US\$ 60812.27 incluido IGV. Se puede observar en la cotización que son la bomba de triple pistón y los accesorios de tubería los componentes más costosos dentro de los equipos, alcanzando unos significativos 40 % y 28 % del monto total de compra de equipos, esto se debe principalmente a la alta presión que manejan, por lo cual, se puede concluir que mientras más alta sea la presión de trabajo el costo de la planta será mucho

mayor.

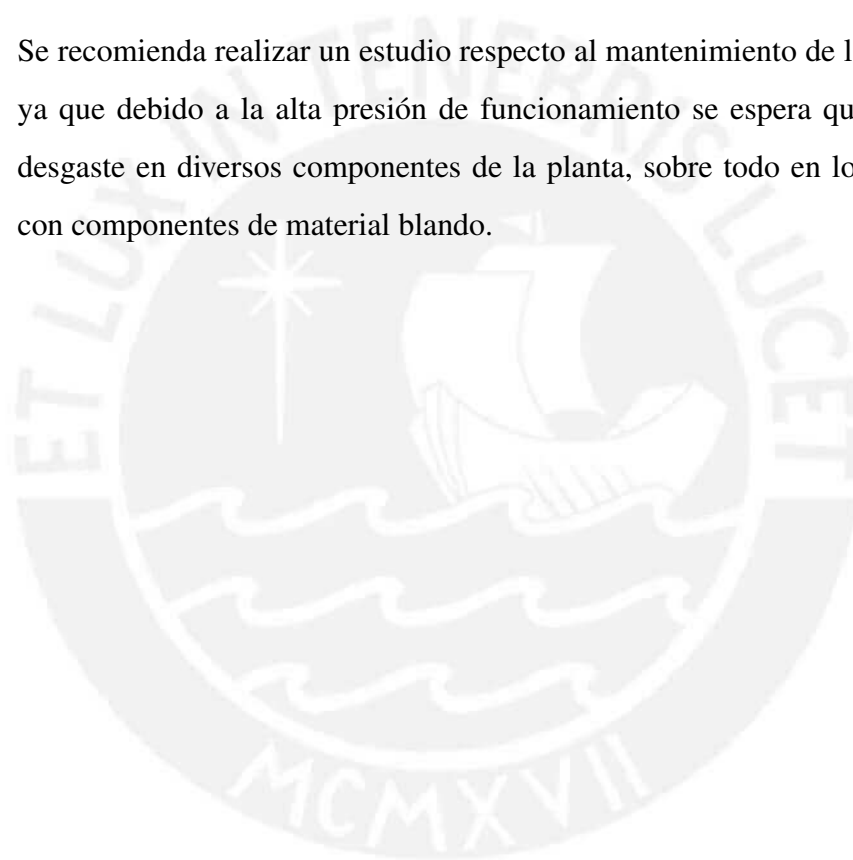
5. En la revisión del estado del arte se puede observar que muchos trabajos de investigación respecto a extracción por fluido supercrítico cogen como matriz de biomateria cáscaras, hojas, raíces y otros que en muchos casos incluso son material de deshecho en la industria, por lo cual se concluye que el beneficio potencial que ofrece la tecnología de extracción por fluido supercrítico es incluso mayor al que se dedujo en una primera observación ya que, en otras palabras, es capaz de darle valor agregado incluso a algunos materiales que actualmente están siendo simplemente desechados.



OBSERVACIONES Y RECOMENDACIONES

1. Como parte del desarrollo de la ingeniería de la planta, en el plano P&ID se ha planteado la instrumentación básica haciendo referencia a los lazos de control principales, sin embargo al realizar la selección de componentes y la elaboración del plano de distribución únicamente se ha considerado el sensor de nivel para el tanque pulmón y el flujómetro másico para el ingreso de CO₂ al sistema, esto debido al fuerte impacto que genera la ubicación física de estos componentes. Se ha hecho una sugerencia de los modelos a usar para dichos componentes (flujómetro KROHNE OPTIMASS 1300C y sensor de nivel KOBOLD model 9) sin embargo no se ha realizado una selección exacta debido a que hacen falta parámetros específicos de instrumentación para hacerlo. El resto de componentes de instrumentación indicados en el P&ID es bastante sencillo introducirlos dentro del esquema de distribución planteado.
2. Se recomienda implementar la planta piloto debido a que su costo, si bien alto, no es excesivo, incluso sin considerar los intangibles que se generan como la experiencia en ingeniería que significa el implementar una planta de este tipo o el prestigio que puede acarrear realizar la implementación de la planta en la universidad.
3. Se recomienda abordar como trabajo futuro el tema de la automatización de la planta con todas las ventajas que esto conlleva a fin de hacer el sistema más accesible a cualquier tipo de usuario considerando que uno de los objetivos del presente trabajo es desarrollar una herramienta de fácil acceso que permita impulsar el uso de la tecnología de extracción por fluido supercrítico en el país.
4. Se recomienda poner énfasis en el control de la temperatura del sistema que es, junto a la presión, el parámetro más importante en el proceso de extracción. Respecto al control de presión este apunta a ser más sencillo debido a la naturaleza de los reguladores de presión que son elementos de control final auto contenidos, es decir, con un lazo de control propio e interno.

5. Se recomienda implementar más etapas de separación controladas para poder contar con una mayor selectividad al momento de separar el extracto del CO₂ ya que en muchos casos el extracto es mezcla de varios componentes como por ejemplo oleorresina y aceites esenciales que forman un solo producto, con una mayor selectividad en la etapa de separación se puede extraer por separado ambos componentes en una sola pasada debido a que la selectividad depende directamente de la presión y temperatura. Una forma de incrementarla es estableciendo varios niveles fijos de presión y temperatura para cada separador que forme parte de la planta.
6. Se recomienda realizar un estudio respecto al mantenimiento de la planta piloto ya que debido a la alta presión de funcionamiento se espera que se produzca desgaste en diversos componentes de la planta, sobre todo en los que cuentan con componentes de material blando.



Bibliografía

- [Bru94] G. Brunner. *Gas Extraction: An Introduction to Fundamentals of Supercritical Fluids and the Application of Separation Processes*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1st edition, 1994.
- [BTS⁺15] A. Bodganovic, V. Tadic, M. Stamenic, S. Petrovic, and D. Skala. Supercritical carbon dioxide extraction of trigonella foemim graecum l seeds process optimization using response surface methodology. *The Journal of Supercritical Fluids*, pages 44–58, 2015.
- [Cer01] M. Cerpa. *Extracción de productos naturales mediante fluidos supercríticos: Fundamentos y posibilidades de uso en el Perú*, 2001.
- [CJL⁺12] M. Cvjetko, S. Jokic, Z. Lepojevic, S. Vidovic, B. Maric, and I.R. Redovnikovic. Optimization of the supercritical co2 extraction of oil from rapeseed using response surface methodology. *Food Technology & Biotechnology*, pages 208–215, 2012.
- [CKBD15] K.V. Chaitanya, Ch. Rama Krishna, Sk. Khasim Beebi, and K. Divya. Supercritical fluid extraction of funcional ingredients from plants - a review. *Current Biochemical Engineering*, pages 24–32, 2015.
- [CMO13] A. Capuzzo, M.E. Maffet, and A. Occhipinti. Supercritical fluid extraction of plants flavors and fragrances. *Molecules*, pages 7194–7238, 2013.
- [CMR⁺08] L. Casas, C. Mantell, M. Rodriguez, A. Torres, F.A. Macías, and E.J. Martínez de la Ossa. Supercritical fluid extraction of bioactive compounds from sunflower leaves with carbon dioxide and water on a pilot plant scale. *The Journal of Supercritical Fluids*, pages 37–42, 2008.
- [dMSS14] M.M.R. de Melo, A.J.D. Silvestre, and C.M. Silva. Supercritical fluid extraction of vegetable matrices - applications, trends and future pers-

- pectives of a convincing green technology. *The Journal of Supercritical Fluids*, pages 115–176, 2014.
- [Ech06] C.A. Echeverri. Diseño óptimo de ciclones. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, pages 123–139, 2006.
- [FRPGC09] L.A. Follegatti-Romero, C.R. Piantino, R. Grimaldi, and F.A. Cabral. Supercritical co₂ extraction of omega-3 rich oil from sacha inchi (*plukenetia volubilis* L.) seeds. *The Journal of Supercritical Fluids*, pages 323–329, 2009.
- [FRV⁺12] T. Fornari, A.R. Rodriguez, G. Vicente, E. Vázquez, and M.R. García-Risco. Kinetic study of the supercritical co₂ extraction of different plants from lamiacea family. *The Journal of Supercritical Fluids*, pages 1–8, 2012.
- [HH79] J.B. Hannay and J. Hogarth. On the solubility of solids in gases. *Proceedings of the royal society of London*, pages 178–188, 1879.
- [KDP98] E. Kiran, P.G. Debenedetti, and C.J. Peters. *Supercritical Fluids: Fundamentals and Applications*. Springer Science Business Media, 1st edition, 1998.
- [LVT94] M.D. Luque, M. Valcarcel, and M.T. Tena. *Analytical Supercritical Fluid Extraction*. Springer Berlin Heidelberg, 1st edition, 1994.
- [LYS01] H. Li, S.X. Yang, and J. Shi. Modeling of supercritical fluid extraction by artificial neural networks. *Systems, Man and Cybernetics*, pages 1542–1547, 2001.
- [LZW⁺11] Y. Lu, B. Zhu, K. Wu, Z. Gou, L. Li, G.G. Chen, L. Cui, and N. Liang. Analysis of operation conditions for a pilot-scale supercriticalco₂ extraction of diterpenoid from *pteris semipinnata* L. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, pages 777–782, 2011.
- [Mar08] J.L. Martínez. *Supercritical Fluid Extraction of Nutraceuticals and Bioactive Compounds*. CRC Press, 1st edition, 2008.

- [MIN14] MINAGRI - DGESEP, Perú. *Anuario de Comercio Exterior Agrario*, 2014.
- [MKB94] M.A. McHugh, V.J. Krukonis, and H. Brenner. *Supercritical Fluid Extraction - Principles and Practices*. Elsevier, 2nd edition, 1994.
- [Nes06] B. Nesbit. *Handbook of pumps and pumping - Pumping Manual International*. Elsevier Science, 1st edition, 2006.
- [RdDB⁺08] N. Rubio, S.M. de Diego, S. Beltrán, I. Jaime, M.T. Sanz, and J. Rovira. Supercritical fluid extraction - study of the influence of process parameters on the extraction yield and oil quality. *The Journal of Supercritical Fluids*, pages 2015–226, 2008.
- [SHP⁺01] B. Simandi, V. Hajdu, K. Peredi, B. Czukor, A. Nobik-Kovacs, and A. Kerv. Antioxidant activity of pilot plant alcoholic and supercritical carbon dioxide extracts of thyme. *European Journal of Lipid Science Technology*, pages 335–338, 2001.
- [SM14] L.P. Sales and J. Martinez. Mathematical modeling of mass transfer in supercritical fluid extraction of oleoresin from red pepper. *Journal of Food Engineering*, pages 30–39, 2014.
- [SPS⁺10] G.N. Sapkale, S.M. Patil, U.S. Surwase, P.K, and Bhatbhage. Supercritical fluid extraction - a review. *International Journal of Chemical Sciences*, pages 729–743, 2010.
- [SS94] L.J. Snowden-Swan. Supercritical carbon dioxide cleaning market assessment and commercialization / deployment plan. Technical report, Office of Industrial Technologies - U.S. Department of Energy, 1994.
- [Val94] A. Valverde. Extracción con fluidos supercríticos, principios y aplicaciones al análisis de residuos de plaguicidas. *Residuos de Plaguicidas*, pages 141–154, 1994.
- [Viv13] J.J.O. Vivar. Diseño de una planta de extracción de oleorresina de paprika usando co2 como fluido supercrıtico, 2013.

- [WC00] J.R. Williams and A.A. Clifford. *Supercritical Fluid Methods and Protocols*. Humana Press, 1st edition, 2000.
- [WKH36] R.E. Wilson, P.C. Keith Jr., and R.E. Haylett. Liquid propane use in dewaxing, deasphalting, and refining heavy oils. *Industrial & Engineering Chemistry*, pages 1065–1078, 1936.
- [ZFWZ15] J. Zhang, Q. Feng, S. Wang, and X. Zhang. Estimation of CO₂ brine interfacial tension using an artificial neural network. *The Journal of Supercritical Fluids*, pages 31–37, 2015.
- [Zos74] K. Zosel. Process for recovering caffeine, April 23 1974. US Patent 3,806,619.

