



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

Diseño de Planta de Fluidos Supercríticos

Luis Carlos González Susatama

Universidad Nacional de Colombia
Instituto y Ciencia de Tecnología de Alimentos (ICTA)
Bogotá, Colombia
2023

Diseño de Planta de Fluidos Supercríticos

Luis Carlos González Susatama

Trabajo de profundización presentado como requisito para
optar al título de:
Magíster en Ciencia y Tecnología de Alimentos

Director (a):
Dr. Ing. Químico Luis Ignacio Rodríguez

Línea de Investigación:
Procesos Químicos
Grupo de Investigación:
Procesos Químicos y Bioquímicos

Universidad Nacional de Colombia
Instituto y Ciencia de Tecnología de Alimentos (ICTA)
Bogotá, Colombia
2023

Diseño de Planta de Fluidos Supercríticos.

Dedicación por la Culminación del Trabajo de Grado

Querido lector,

Hoy me siento profundamente honrado al presentar estas palabras de agradecimiento y dedicación con motivo de la culminación de mi trabajo de grado.

En primer lugar, deseo dedicar este trabajo a mi amada familia, quienes sacrificaron tiempo de compañía, apoyo en las actividades diarias de su vida durante este periodo de formación.

A mis respetados profesores, les rindo homenaje por su dedicación y sabiduría. Cada uno de ellos sembró en mí una nueva expectativa de vida la cual me sirvió para recapacitar y aprender como ser mejor docente, estudiante y amigo.

A mis compañeros de estudio, quienes compartieron conmigo las alegrías y el entusiasmo por forjar un nuevo camino hacia un futuro de bienestar, al completar nuestra formación de maestría.

En cada página de este trabajo de grado, hay un rastro de gratitud hacia todos aquellos que han contribuido a mi éxito. Cada ecuación, cada gráfico, y cada palabra escrita son un tributo a las nuevas generaciones y especialmente mis hijos como fuente de inspiración.

Este logro no solo representa el final de una etapa, sino el inicio de un nuevo capítulo en mi vida. Prometo que cada conocimiento adquirido y cada lección aprendida serán aplicada en mis próximos proyectos de vida, la cual será mejor por que logre aprender algo nuevo que fortalecerá mis competencias.

Gracias a todos por ser parte de este viaje. Este trabajo de grado lleva impregnado el amor, la dedicación y el agradecimiento especialmente a mi Universidad Nacional de Colombia.

Con respeto

Ing. Luis Carlos González Susatama

Declaración de obra original

Yo declaro lo siguiente:

He leído el Acuerdo 035 de 2003 del Consejo Académico de la Universidad Nacional. «Reglamento sobre propiedad intelectual» y la Normatividad Nacional relacionada al respeto de los derechos de autor. Esta disertación representa mi trabajo original, excepto donde he reconocido las ideas, las palabras, o materiales de otros autores.

Cuando se han presentado ideas o palabras de otros autores en esta disertación, he realizado su respectivo reconocimiento aplicando correctamente los esquemas de citas y referencias bibliográficas en el estilo requerido.

He obtenido el permiso del autor o editor para incluir cualquier material con derechos de autor (por ejemplo, tablas, figuras, instrumentos de encuesta o grandes porciones de texto).

Por último, he sometido esta disertación a la herramienta de integridad académica, definida por la universidad.



Nombre Luis Carlos González Susatama

Fecha 3 /09/2023

Resumen

Este documento se adentra en el ámbito de la Extracción con Fluidos Supercríticos, con especial atención al uso del dióxido de carbono (CO_2). Este fluido en estado supercrítico se emplea en diversas aplicaciones, que incluyen la obtención de aceites vegetales, desacidificación de aceites grasos, extracción de productos bioactivos, el aprovechamiento de residuos de la refinación en la industria.

La concepción de la planta piloto abarca aspectos mecánicos, eléctricos y de instrumentación. Se prevé que su operación inicial sea de forma manual, pero se considera la posibilidad de automatizarla en el futuro mediante la implementación de un controlador industrial.

El documento se estructura en cinco capítulos. En estos, se abordan temas como la vigilancia tecnológica, el marco conceptual del diseño de una planta piloto para la extracción de matrices vegetales mediante fluidos supercríticos, las consideraciones para el diseño, los cálculos de los componentes, Criterios de procesos como operación de equipo de extracción supercrítica.

El desarrollo del documento profundiza en la metodología para el diseño y futura construcción de una planta piloto destinada a la extracción de matrices vegetales utilizando fluidos supercríticos, lo cual requiere un enfoque metodológico adecuado. Esta propuesta incorpora los criterios técnicos y científicos mencionados a lo largo del documento.

El enfoque principal se consideran cuatro grupos de parámetros fundamentales para el diseño de sistemas SFE, que abarcan desde los datos básicos del producto hasta las condiciones termodinámicas en el equipo de extracción y separación, pasando por la transferencia de masa de sustancias y el proceso SFE representado en el diagrama.

Summary

This paper explores the context of supercritical fluid extraction, with a specific emphasis on the use of carbon dioxide (CO₂). This supercritical fluid finds application in various areas, such as the extraction of vegetable oils, the deacidification of fatty oils, the extraction of bioactives. products and the use of refining residues within the industry".

The design of the pilot plant covers mechanical, electrical and instrumentation aspects.

Although its initial operation is intended to be manual, potential automation is considered in the future through the implementation of an industrial controller.

The document is structured in five chapters, each of which addresses different aspects. These include technological surveillance, the conceptual framework for the design of a pilot plant for the extraction of plant matrices using supercritical fluids, design considerations, component calculations.

The document details the methodology to design and eventually build a pilot plant for the extraction of plant matrix using supercritical fluids. This process requires a well-structured methodology that integrates the technical and scientific criteria discussed in this document.

The main approach involves four sets of essential parameters for SFE system design. These cover basic product data, thermodynamics, mass transfer of substances and the SFE process represented in the diagram.

Palabras clave:

Solvente, separación, productos bio-activos, fluido, supercrítico, CO₂

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN

Capítulo 1

1.2	Vigilancia Tecnológica.	13
1.3	Resumen.	13
1.4	Introducción.	13
1.5	La Aplicación de Tecnologías.	14
1.6	Aplicaciones de desarrollos con fluidos supercríticos a nivel general.	14
1.7	Aplicaciones en la Industria Agroalimentaria.	16
1.8	Amplias Aplicaciones y Desarrollo en la Industria Química.	17
1.9	Diseño de Plantas Piloto.....	18
1.10	Revisión de Equipos del Mercado	19
1.10.1	Extractor de supercrítico de 1,7 L.	19
1.10.2	Extractor de CO ₂ supercrítico de 2,7 L	19
1.10.3	Extractor de CO ₂ supercrítico 7L.	20
1.10.4	Extractor de CO ₂ Supercrítico 12L.....	20
1.10.5	Unidad de prueba MAT ASTM D3907	20
1.10.6	Reactores Continuos de Tanque Agitado	21
1.11	Plantas de fluidos supercríticos	22
1.12	Conclusiones.....	23
1.13	Bibliografía	24

2 Capítulo

2.1	Marco Conceptual del Diseño de una Planta Piloto para Extracción de Matrices Vegetales Mediante Fluidos Supercríticos.....	26
2.2	Introducción.	26
2.3	Los Fluidos Supercríticos.	27
2.4	Propiedades Generales de los Fluidos Supercríticos.	28
2.5	Propiedades Combinadas de Gases y Líquidos debido a las Propiedades de Presión y Temperatura del CO₂ Supercrítico.	29
2.6	El CO₂ supercrítico presenta una serie de propiedades beneficiosas para la extracción.	30
2.7	Criterios de Diseño.....	30
	Entre los parámetros fundamentales a considerar, se encuentran	30
2.7.1	Rango de presión de trabajo.	31
2.7.2	Temperatura mínima y máxima.	31
2.7.3	Flujo máximo.	31
2.7.4	Tamaño de partícula de la matriz vegetal a trabajar.....	31

2.8	Definición de Proceso.....	32
2.8.1	Selección del solvente supercrítico.	33
2.8.2	Rango de presión y temperatura.....	34
2.8.3	Tiempo de extracción.	34
2.8.4	Tamaño de partícula de la matriz vegetal.	34
2.8.5	Transferencia de masa y cinética de extracción.	34
2.8.6	Separación de los solutos extraídos.	35
2.8.7	Economía y sostenibilidad.	35
2.9	Metodología para el Diseño de Plantas de Extracción con Fluidos Supercríticos.	35
2.9.1	Consultas Bibliográficas.	36
2.9.2	Clasificación del Problema.....	36
2.9.3	Diseño de Componentes.	37
2.9.4	Análisis de Requerimientos Técnicos.	37
2.9.5	Estudio de la Transferencia de Masa.....	37
2.9.6	Selección de Equipo y Componentes.....	38
2.10	Ingeniería Conceptual y Diseño Preliminar de una Planta de Extracción con Fluidos Supercríticos.	38
2.10.1	Análisis de Viabilidad.....	39
2.10.2	Diseño Detallado.	39
2.11	Conclusiones.....	39
2.12	Bibliografía.	40

3 Capítulo 3

3.1	Consideraciones para el Diseño.	41
3.2	Resumen.	41
3.3	Introducción.	41
3.4	Elección del solvente y separación de materiales	41
3.5	Consideraciones para el diseño de una planta piloto de extracción con fluidos supercríticos	42
3.6	Concepto para el diseño de plantas SFE	42
3.7	Uso de solventes.....	43
3.8	Los siguientes criterios serán analizados.	43
3.9	Disolventes inmiscibles con el agua.	45
3.10	Producción actual de extractos de sustancias naturales y aceites esenciales.	47
3.11	Criterios en el diseño de la planta piloto de extracción con fluidos supercríticos.	47
3.12	Planificación de la instalación de prueba.	49
3.13	Diferencia de presión.	49
3.14	Extractor.....	50
3.15	Separador.....	51

3.16	Bomba.....	52
3.17	Otros componentes del sistema.	52
3.18	Parámetros Principales	53
3.19	Capacidad predeterminada.	53
3.20	Contenido de sustancia extraíble.....	54
3.21	Preparación de materia prima.....	55
3.22	Influir en el intercambio de sustancias por difusión.	56
3.23	Experiencia.....	57
3.24	Características principales.....	57
3.25	Configuraciones de extractor de CO₂ supercrítico.	57
3.26	Otras especificaciones.....	58
3.27	Conclusiones.....	58
3.28	Bibliografía.....	59

4 Capítulo 4

4.1	Cálculos de Componentes de Planta de Fluidos Supercríticos	60
4.2	Introducción.....	60
4.3	Generalidades.....	61
4.4	Procedimiento de cálculo.....	62
4.4.1	Relación masa alimentación/ volumen útil extractor.....	62
4.4.2	Dimensiones de la canasta.....	64
4.4.3	Espesor de la canasta	65
4.4.4	Dimensiones del extractor.....	67
4.4.5	Espesor del extractor.....	67
4.5	Elección de las bombas.....	88
4.6	Cálculo de la potencia absorbida por la bomba.....	89
4.7	Cálculo de la potencia absorbida por el motor.....	89
4.8	Cálculos para la bomba b-2.....	90
4.9	. Cálculo de la potencia absorbida por la bomba.....	90
4.10	Cálculo de la potencia absorbida por el motor.....	91
4.11	Conclusiones.....	92

5 Capítulo 5

5.1	Criterios de Procesos y Operación de Equipo de Extracción Supercrítica	97
5.2	Introducción.....	97
5.3	Proceso de Extracción con Fluido Supercrítico (SFC)	98

5.4	Propuesta de metodología de preparación:	102
5.4.1	Determinar la humedad.	102
5.4.2	Determinación de tamaño de partícula.....	102
5.4.3	La capacidad solvente.....	103
5.5	Operación de equipo de fluidos supercríticos.....	112
5.6	Conclusión:	114
5.7	Bibliografía	115

INTRODUCCIÓN

La propuesta de diseñar una Planta de Extracción utilizando fluidos supercríticos con CO₂ a escala de laboratorio abre la posibilidad de adquirir conocimientos especializados en una nueva área de técnicas de extracción, la cual es de gran relevancia para el desarrollo agroindustrial y la utilización de elementos bioactivos o micronutrientes y aceites de origen vegetal en Colombia. El conocimiento en el diseño de este tipo de equipos es fundamental para impulsar el desarrollo de tecnologías de sistemas de extracción con CO₂, que se requieren para la producción local y el fortalecimiento de la industria de alimentos con ingredientes bioactivos y fortificados.

La generación de conocimiento científico en relación con los parámetros de diseño de plantas de extracción con fluidos supercríticos representa una oportunidad de negocio a nivel industrial en este ámbito, al tiempo que posibilita la evaluación tecnológica de especies nativas con alto potencial para la industria de alimentos, bebidas, químicos y productos farmacéuticos por su mayor selectividad de los productos obtenidos mediante esta tecnología.

Por consiguiente, el diseño de un equipo de extracción que haga uso del dióxido de carbono supercrítico para la extracción en condiciones controladas de productos de matrices vegetales que busca generar una oportunidad tanto en el ámbito académico como en el industrial, contribuyendo así al desarrollo regional y nacional en Colombia.

CAPÍTULO 1

1.1 Vigilancia Tecnológica.

1.2 Resumen.

Los fluidos supercríticos (SFE) han demostrado ser una herramienta valiosa en la industria agroalimentaria, especialmente en aplicaciones de fraccionamiento y extracción de aceites y grasas, así como en la obtención de antioxidantes naturales, alcaloides, aromas y especias. El dióxido de carbono (CO_2) supercrítico ha sido ampliamente utilizado debido a sus propiedades únicas, como la capacidad para disolver solutos, alta difusividad y baja viscosidad. Estas características hacen que los (SFE) sean adecuados para diversos procesos de extracción y fraccionamiento de lípidos en oleaginosas. Además, el uso de CO_2 supercrítico ha demostrado ventajas sobre los disolventes orgánicos tradicionales, al ser no tóxico y no dejar residuos en los productos. La capacidad selectiva del CO_2 para extraer ciertas sustancias al realizar pequeños cambios de presión y temperatura lo convierte en una herramienta versátil para la industria agroalimentaria.

1.3 Introducción.

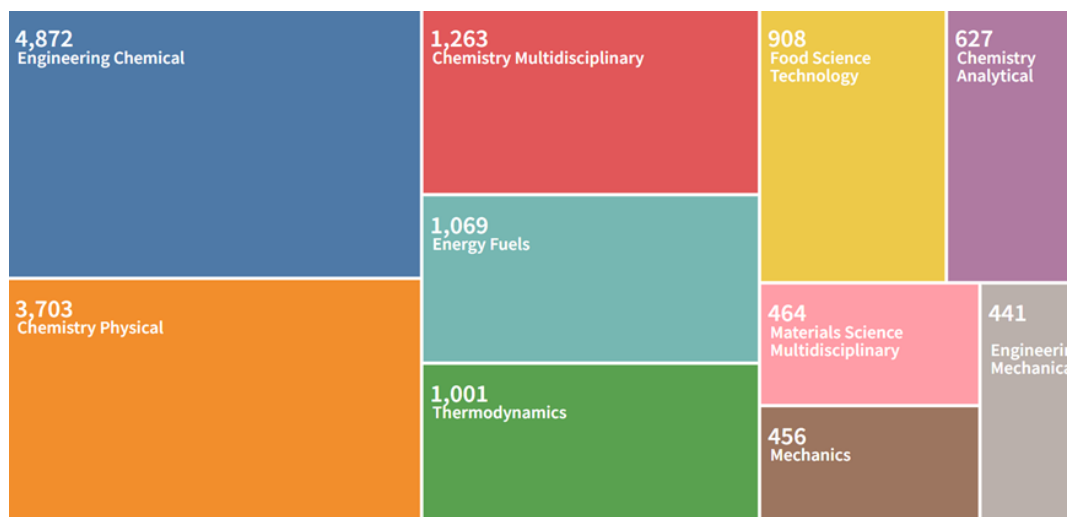
Los fluidos supercríticos (SFE) son sustancias que poseen características híbridas entre líquidos y gases, lo que los hace útiles en una amplia variedad de aplicaciones industriales. En la industria agroalimentaria, los (SFE) se han utilizado principalmente en el fraccionamiento y la extracción de aceites y grasas, así como en la obtención de otros compuestos de interés, como antioxidantes naturales, alcaloides, aromas y especias. Estas aplicaciones han sido objeto de estudio y desarrollo a lo largo de los años, y se han utilizado diferentes (SFE), siendo el dióxido de carbono (CO_2) el más ampliamente utilizado debido a sus propiedades únicas y ventajas en comparación con otros disolventes.

Teniendo como referencia las diferentes tesis consultadas con palabra claves como, supercríticos, dióxido de carbono, extracción, extracción con fluidos superricos CO₂ se logró resumir a un reporte 908 publicaciones.

1.5 Aplicaciones de desarrollos con fluidos supercríticos a nivel general.

| 14

Figura 2. Resumen de Reporte 908 Publications selected from Web of Science Core Collection:



La extracción por fluido supercrítico, conocida como SFE por sus siglas en inglés (Supercritical Fluid Extraction), ha surgido como una propuesta de tecnología verde y una alternativa en el procesamiento de alimentos y productos naturales. La (SFE) ha demostrado ser técnica y económicamente viable en comparación con otros métodos tradicionales que utilizan solventes orgánicos. Como su nombre indica, este método utiliza solventes en condiciones supercríticas, que antes no eran conocidas. El uso de dióxido de carbono (CO_2) como solvente para la extracción por fluido supercrítico proporciona varias ventajas, para el tema de referencia de la consulta bibliográfica se profundiza en tres temas.

- a) Aplicaciones en la Industria Agroalimentaria
- b) Amplias Aplicaciones y Desarrollo en la Industria Química
- c) Diseño de Plantas Piloto

1.6 Aplicaciones en la Industria Agroalimentaria.

Las aplicaciones comerciales de los (SFE) en la Industria Agroalimentaria están enfocadas en diferentes áreas. En primer lugar, el fraccionamiento y la extracción de aceites y grasas a partir de materias primas oleaginosas han sido ampliamente estudiados y utilizados (Reinaldo J. Velasco*, 2007). Los SFE, especialmente el CO₂ supercrítico, permiten obtener aceites vegetales ajustados a especificaciones particulares o fracciones con componentes específicos de interés para usos concretos. (Bernardo-Gil, 1993). Además del fraccionamiento de aceites, los (SFE) se han aplicado en la desacidificación de aceites con alto contenido de ácidos grasos, la eliminación de colesterol y la obtención de compuestos minoritarios de alto valor agregado, como el escualeno, los tocoferoles y los fitoesteroles (Andres, 2002). En los últimos años, se ha observado un creciente interés en el uso de carbohidratos prebióticos como ingredientes en alimentos, a pesar de que su utilización es conocida desde 1957. Estos compuestos han despertado un mayor interés debido a su capacidad para regular la composición de la flora intestinal y mejorar la actividad del tracto gastrointestinal. En consecuencia, los carbohidratos prebióticos han encontrado diversas aplicaciones en la Industria Agroalimentaria, brindando oportunidades para agregar valor a las materias primas y residuos de origen vegetal.

Dentro de la categoría de alimentos funcionales, se encuentran aquellos que poseen propiedades prebióticas. Estos alimentos ejercen su efecto principalmente en la microflora gastrointestinal, lo que conlleva a la modificación positiva de procesos fisiológicos en la nutrición humana. En este sentido, los alimentos con propiedades prebióticas ofrecen un beneficio adicional al consumidor, promoviendo una mejor salud intestinal y bienestar general (Salcedo, 2009).

Actualmente, debido al incremento en el consumo de alimentos funcionales se han desarrollado muchas investigaciones para obtener las sustancias que los componen de una forma segura, rápida y de bajo costo. En general la extracción de dichos compuestos se realiza a través de solventes orgánicos, que resultan poco efectivos por ser tóxicos, inflamables, poco selectivos y muy laboriosos. Por esto se encontró en los (SFE) una muy buena alternativa ya que adicionalmente a su seguridad, pueden obtenerse mejores resultados porque tienen la capacidad de disolver o extraer un número mayor de estos

componentes con una mejor calidad y mediante un proceso más eficaz. (Domínguez, 2019). El CO₂ Supercrítico en procesos de extracción y fraccionamiento de aceites vegetales presenta ventajas significativas sobre los disolventes orgánicos tradicionales. En primer lugar, el CO₂ es no tóxico y no deja residuos en los productos finales, lo que lo convierte en una opción más segura y respetuosa con el medio ambiente. Además, su capacidad selectiva para extraer ciertas sustancias permite realizar ajustes precisos de presión y temperatura para obtener los componentes deseados (Romero, 2017).

1.7 Amplias Aplicaciones y Desarrollo en la Industria Química.

Los Fluidos Supercríticos, incluido el CO₂ supercrítico, no solo tienen aplicaciones en la industria agroalimentaria, sino que también han demostrado un gran potencial en áreas como la Ingeniería Química, la Química, la Física, la Energía, la Termodinámica, la Mecánica y la Microbiología.

El grupo de Termodinámica Aplicada y desarrollada en investigaciones en el campo de la generación de productos con valor agregado, principalmente mediante la utilización de fluidos a altas presiones, enfocándose en el tratamiento de residuos peligrosos y el desarrollo de nuevos materiales, productos naturales y sustancias químicas para las industrias cosméticas, farmacéuticas y de alimentos (Sánchez, 2003).

Investigar el uso de fluidos supercríticos en la producción de nuevos materiales y productos naturales con aplicaciones en la industria cosmética y farmacéutica (Kankala, 2017)

Desarrollar procesos y tecnologías para el tratamiento seguro y efectivo de residuos peligrosos utilizando fluidos supercríticos, minimizando así el impacto ambiental (Souders, 1934).

Estas propiedades extraordinarias hacen que los (SFE) sean ideales para una amplia gama de procesos en diversas industrias, como el desarrollo de procesos de extracción con SFE ha sido de gran importancia en la industria química, lo que ha llevado a la construcción de plantas extractivas de gran tamaño y el desarrollo de nuevas plantas con diversas aplicaciones, como la descontaminación de matrices vegetales, la esterilización de productos naturales y la impregnación de matrices con sustancias activas. Esto representa

un reto para la Ingeniería Química y otras ciencias aplicadas, ya que se busca incorporar esta tecnología en el sector industrial colombiano.

1.8 Diseño de Plantas Piloto.

El Diseño de Plantas Piloto para la extracción con Fluidos Supercríticos es fundamental para la investigación y desarrollo de nuevos productos con valor agregado, estas plantas permiten realizar experimentos bajo diferentes condiciones de operación y almacenar datos y registros de variables para análisis posterior.

Las Plantas Piloto están equipadas con extractores y recipientes separadores que permiten el control de presión y temperatura, utilizando bombas neumáticas de CO₂ y sistemas de intercambiadores de calor entre los mejores fabricantes y distribuidores se encuentran SEPARECO (SEPARECO, 2021), ENGTECH (Effi, s.f.), Andina de tecnología SAS (Tecnologías, 2021), y IBERFLUID50 (Pol. Ind. Alcobendas C/ Francisco Gervás, s.f.)

El Diseño de Plantas Piloto para la extracción con fluidos supercríticos representa un aspecto crucial en la investigación y desarrollo de nuevos productos con valor agregado. Estas plantas piloto permiten realizar experimentos bajo diferentes condiciones de operación, lo que facilita la obtención de extractos o productos derivados con características específicas. Además, la capacidad de almacenar datos o registros de las variables en todo el proceso es fundamental para su posterior análisis y optimización (Sosa-Hernández, 2018).

En este sentido, las plantas piloto se han convertido en una herramienta indispensable para la investigación en el campo de los fluidos supercríticos, especialmente en la industria agroalimentaria, donde la obtención de productos de alta calidad es de gran importancia (Capuzzo, 2013). Estas plantas piloto brindan la posibilidad de estudiar y controlar las condiciones de temperatura, presión y caudal del solvente, permitiendo una manipulación precisa del proceso de extracción y, por lo tanto, una mejora en la selectividad y eficiencia de la obtención de los compuestos deseados, el diseño y uso de plantas piloto en la extracción con fluidos supercríticos es un elemento clave para el avance de la investigación

en este campo y para el desarrollo de nuevos productos con valor agregado en la industria agroalimentaria.

En la actualidad, más de un centenar de plantas comerciales en todo el mundo utilizan el proceso de extracción por fluido supercrítico, y empresas como Waters Corporation (EE. UU.), AINIA (Valencia), Supercritical Fluid Technologies, Inc (EE. UU.), Amar Equipments PVT (India) y otras empresas europeas están involucradas en este campo. Las tecnologías en SFE continúan expandiendo sus aplicaciones en diversos campos, incluyendo textiles, alimentos, esencias, entre otros, mediante la utilización de diferentes puntos de operación del solvente. Para lograr estos distintos puntos de operación, es fundamental el uso de plantas automatizadas con un buen control de las variables implicadas en el proceso (Ainia, 2022)

1.9 Revisión de Equipos del Mercado

1.9.1 Extractor de supercrítico de 1,7 L.

El extractor de CO₂ supercrítico de 1,7 L presenta un diseño robusto y está construido con materiales de alta calidad, como el acero inoxidable, garantizando su durabilidad y rendimiento óptimo. La estructura total del equipo tiene dimensiones de 1,9 m de ancho, 1,9 m de alto y 1 m de profundidad. Asimismo, el peso de la maquinaria es de aproximadamente 700 kg (SEPARECO, 2021).

1.9.2 Extractor de CO₂ supercrítico de 2,7 L

El extractor de CO₂ supercrítico de 2,7 L está diseñado con materiales de alta calidad, como el acero inoxidable, para garantizar su resistencia y durabilidad. La estructura total del equipo tiene unas dimensiones de 1,9 m de ancho, 1,9 m de alto y 1 m de profundidad, proporcionando un diseño compacto y eficiente. El peso de la maquinaria es aproximadamente de 1000 kg, lo que indica una construcción sólida y robusta.

El extractor de CO₂ supercrítico de 2,7 L, es una opción ideal para aquellos que buscan una capacidad de extracción mayor en comparación con modelos más pequeños, lo que permite llevar a cabo procesos a mayor escala, con su diseño confiable y duradero, junto con sus especificaciones de tamaño y peso, es una solución efectiva para diversas aplicaciones industriales y de investigación (SEPARECO, 2021).

1.9.3 Extractor de CO₂ supercrítico 7L.

El extractor de CO₂ supercrítico de 7L presenta una construcción sólida y de alta calidad, con el marco, los recipientes y las tuberías fabricados en acero inoxidable, lo que garantiza su durabilidad y resistencia a condiciones exigentes. La estructura total del equipo cuenta con dimensiones de 2,2 m de ancho, 1,9 m de altura y 1 m de profundidad, proporcionando un diseño espacioso y eficiente. El peso de la maquinaria es de aproximadamente 1500 kg, lo que resalta su robustez y capacidad para manejar cargas significativas (SEPARECO, 2021).

1.9.4 Extractor de CO₂ Supercrítico 12L

El extractor de CO₂ Supercrítico de 12L se destaca por su construcción robusta y de alta calidad, con el marco, los recipientes y las tuberías fabricados en acero inoxidable, lo que garantiza su resistencia y durabilidad en condiciones exigentes. La estructura total del equipo tiene dimensiones de 3 m de ancho, 2,1 m de alto y 1,2 m de profundidad, proporcionando un diseño espacioso y eficiente para llevar a cabo extracciones en mayor escala. El peso de la maquinaria es aproximadamente de 1800 kg, lo que indica su capacidad para manejar cargas significativas y mantener la estabilidad durante la operación (SEPARECO, 2021).

1.9.5 Unidad de prueba MAT ASTM D3907

El equipo "CUATRO CORRIDAS MICROACTIVIDAD - Unidad de prueba MAT ASTM D3907" es un reactor de laboratorio totalmente automático e informatizado, diseñado para

analizar Fluid Cracking Catalysts (FCC). Este reactor MAT permite realizar hasta cuatro pruebas FCC independientes y consecutivas, siguiendo las normas del método estándar ASTM D3907, sin necesidad de la presencia de un operador.

El operador tiene la capacidad de ajustar diversos parámetros para cada experimento, como el tiempo de flujo, la relación catalizadora/aceite, la temperatura de reacción, los tiempos y la temperatura de regeneración, y el flujo de gas, entre otros.

La unidad cuenta con un excelente control de la temperatura de reacción y utiliza una bomba HPLC precisa para dosificar el gasóleo, permitiendo realizar reacciones y etapas de regeneración in situ y consecutivas, con análisis de coque y gases. Los cuatro productos líquidos obtenidos se recogen en un recipiente refrigerado hasta el final de los experimentos.

En resumen, esta unidad de prueba MAT ofrece un método automatizado y eficiente para analizar FCC, proporcionando resultados precisos y confiables para la investigación y desarrollo de Fluid Cracking Catálisis (Effi, s.f.).

1.9.6 Reactores Continuos de Tanque Agitado

Esta planta piloto automática y computarizada se basa en un reactor químico continuo tipo CSTR (Reactores Continuos de Tanque Agitado, por sus siglas en inglés) con diferentes capacidades (desde 100cc hasta 4L) y múltiples opciones adicionales. Estos complementos incluyen MFC's (Controladores de Flujo de Masa), bombas, precalentadores, separadores y sistemas de control de presión, entre otros. El cliente tiene la flexibilidad de diseñar su propia planta piloto, seleccionando las opciones necesarias mediante una hoja de configuración.

La tecnología utilizada es de vanguardia a nivel mundial, lo que garantiza un tiempo de entrega de producción corto y un rendimiento confiable. Además, la planta estará certificada conforme a las normas de Alta Presión PED/97/23/EC (Effi, s.f.).

1.10 Plantas de fluidos supercríticos

La planta piloto es automatizada y computarizada para extraer muestras de sólidos o líquidos mediante CO₂ supercrítico. Cuenta con sistemas supervisados por un sistema de control distribuido basado en PC, lo que permite el control remoto a través de comunicación digital. Además, se incluyen sistemas de seguridad en cada módulo y un diseño modular que facilita el envío en caso de reparación.

Hay cuatro modelos de plantas piloto disponibles:

Modelo SFF: Diseñado para la extracción de muestras sólidas e incluye tres etapas de separación.

Modelo CFF: Destinado a la extracción de muestras líquidas mediante una columna de relleno a contracorriente. Permite operaciones de fraccionamiento con alimentación continua y cuenta con tres etapas de separación.

Modelo CSFF: Permite la extracción de muestras sólidas y/o líquidas utilizando una columna de relleno a contracorriente. También permite operaciones de fraccionamiento con alimentación continua y cuenta con tres etapas de separación. Además, incorpora un sistema de by-pass que permite utilizar la planta también para muestras sólidas.

Modelo SAFF: Especializado en la extracción de muestras sólidas e incluye dos recipientes, uno de ellos destinado para la producción (IBERFLUID50, s.f.).

También se ha evaluado el SF 2x2 reactores de 2 litros (Technology, 2016) de Austria, el cual es conocido por su versatilidad y capacidad para realizar investigaciones desde 1982. Este equipo permite trabajar con diferentes matrices sólidas y líquidas, operando a una presión máxima de 1000 bar y una temperatura máxima de 120°C. El flujo de CO₂ puede variar desde 20 ml/min hasta 300 Kg/h, y la capacidad del equipo abarca desde 5 ml hasta 50L.

En conclusión, el diseño de plantas piloto para extracciones con fluidos supercríticos representa un componente esencial en la investigación y desarrollo de nuevos productos en la industria agroalimentaria. Estas plantas ofrecen la posibilidad de trabajar con

diferentes matrices y ajustar las condiciones de operación para lograr extracciones eficientes y selectivas. La elección de equipos y componentes de alto rendimiento garantiza la obtención de resultados confiables y reproducibles, y contribuye al avance de la ciencia y tecnología en este campo.

1.11 Conclusiones

La vigilancia tecnológica en aplicaciones de fluidos supercríticos en la industria agroalimentaria ha permitido el desarrollo y la optimización de procesos de extracción y fraccionamiento de aceites y grasas, así como la obtención de compuestos de alto valor agregado. El uso del CO₂ supercrítico ha demostrado ser una opción segura y respetuosa con el medio ambiente, con ventajas sobre los disolventes orgánicos tradicionales. Además, los SFE tienen amplias aplicaciones en diversas áreas industriales y representan un campo de estudio e investigación en constante evolución.

1.12 Bibliografía

- Ainia. (2022). Encuentro Ibérico de Fluidos Supercríticos (EIFS2022). Obtenido de <https://www.ainia.es/ainia-news/procesos-fluidos-supercriticos-herramienta-innovacion/>.
- Andres, H. b. (2002). Estudio del proceso de extracción de componentes minoritarios de aceite de oliva con CO₂ supercrítico en contracorriente. UAM_Biblioteca, 45-65.
- Bernardo-Gil, M. E. (1993). El uso de fluidos supercríticos en la industria de aceites alimentarios. Lisboa Codex. Portugal, 1-5.
- Capuzzo, a. (2013). Extracción de fluidos supercríticos de sabores y fragancias vegetales. Molecular.
- Domínguez, L. (2019). Tecnologías para la Industria Alimentaria. Alimentos Argentinos – MinAgri, 1-12.
- Effi, M. (s.f.). <http://www.pidengtech.com/products-and-services/microactivity-effi>. Obtenido de <http://www.pidengtech.com/products-and-services/microactivity-effi>.
- IBERFLUID50. (s.f.). Plantas de fluidos supercríticos. Obtenido de <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>.
- Jhon Alexander Posada. (s.f.). Fluidos supercríticos. Un fluido supercrítico. En Avances de investigación en la producción de biocombustibles (págs. 1-34). Bogotá: Universidad Nacional de Colombia.
- Kankala, R. K. (2017). Tecnología de fluidos supercríticos: énfasis en la administración de fármacos y aplicaciones biomédicas relacionadas. Materia de Salud Avanzada, 16-22.
- Pavlovic, N. (2016). SUPERCRITICAL CO₂ EXTRACTION OF SEA BUCKTHORN. Food in Health and Disease, 55-61.
- Pol. Ind. Alcobendas C/ Francisco Gervás. (s.f.). <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>. Obtenido de <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>.
- Reinaldo J. Velasco*, H. S. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos. Información Tecnológica, 53-56.

- Romero, A. H. (2017). Modelización de la extracción de aceites vegetales. Escuela Técnica Superior, 15-34.
- Rui P.F.F. da Silvaa*, T. A.-S. (2015). Supercritical fluid extraction of bioactive compounds. CESAM - Center for Environmental and Marine Studies, 1-26.
- Salcedo, F. Ó. (2009). Aplicación de la tecnología de fluidos supercríticos purificación de carbohidratos. Universidad Autónoma, 12-22.
- Sánchez, J. I. (2003). Procesos con fluidos supercríticos. Real sociedad española de química, 1-9.
- SEPARECO. (20 de 07 de 2021). <https://separeco.com/systems-families/>.
Obtenido de <https://separeco.com/systems-families/>:
[https://separeco.com/supercritical-CO₂-extraction-automation/](https://separeco.com/supercritical-CO2-extraction-automation/)
- Sermarnat. (s.f.). Tratamiento de Residuos Peligrosos. México:
https://apps1.semarnat.gob.mx:8443/retc/guias/g_trat.pdf.
- Sosa-Hernández, J. E. (2018). Metodologías de extracción de vanguardia para compuestos bioactivos del bioma de algas para enfrentar los desafíos y oportunidades de la bioeconomía. Tecnológico de Monterrey,
<https://www.mdpi.com/1420-3049/23/11/2953>.
- Tecnologías, A. d. (2021). <https://anditecnica.com/laboratorio/equipos-de-fluidos-supercriticos/>.
Obtenido de <https://anditecnica.com/laboratorio/equipos-de-fluidos-supercriticos/>.

2 CAPÍTULO 2

2.1 Marco Conceptual del Diseño de una Planta Piloto para Extracción de Matrices Vegetales Mediante Fluidos Supercríticos

2.2 Introducción.

La aplicación de fluidos supercríticos en la industria agroalimentaria ha despertado un gran interés desde los años 70 debido a sus características únicas. Los fluidos supercríticos, que se encuentran por encima de su punto crítico de presión y temperatura, exhiben propiedades combinadas de gases y líquidos, lo que les permite difundirse a través de sólidos como un gas y disolver materiales como un líquido. Estos fluidos, especialmente el CO₂ supercrítico, han demostrado ser sustitutos eficientes de disolventes orgánicos en diversas aplicaciones industriales y de laboratorio. En este documento, se presenta el marco conceptual para el diseño de una planta piloto para la extracción de matrices vegetales utilizando fluidos supercríticos.

Las aplicaciones de los fluidos supercríticos en esta área se relacionan básicamente con el uso de dióxido de carbono (CO₂) debido a las ventajas ya mencionadas, especialmente dirigidas hacia la obtención de aceites vegetales a partir de oleaginosas, desacidificación de aceites con alto contenido de ácidos grasos, obtención de productos bioactivos, extracción selectiva y otras aplicaciones como la eliminación de colesterol, aprovechamiento de residuos de la refinación y obtención de compuestos minoritarios de alto valor agregado (Velasco, Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria, 2007).

El tipo de proceso utilizado en la extracción puede ser continuo o por lotes. En este apartado, se presenta el diseño de una planta piloto por lotes.

Metodología en el diseño y construcción de una planta piloto para extracción de matrices vegetales con fluidos supercríticos la cual requiere un enfoque metodológico adecuado. La metodología propuesta, incluyendo los criterios técnicos y científicos mencionados anteriormente.

2.3 Los Fluidos Supercríticos.

Los fluidos supercríticos, como el dióxido de carbono (CO_2), exhiben propiedades únicas cerca de su punto crítico de temperatura y presión, lo que les permite experimentar cambios significativos en su densidad mediante pequeñas variaciones en estos parámetros. Estas características hacen que los fluidos supercríticos tengan una ventaja en comparación con los estados gaseoso o líquidos convencionales, lo que los convierte en sustancias ideales para diversas aplicaciones, entre ellas, la extracción de compuestos orgánicos. Al operar a temperaturas y presiones por encima de su punto crítico, los fluidos supercríticos pueden difundirse a través de sólidos como gases y disolver materiales como líquidos. Estas propiedades, especialmente cerca del punto crítico, hacen que los fluidos supercríticos sean reemplazos adecuados de disolventes orgánicos en una amplia gama de procesos industriales y de laboratorio (Bernardo-Gil, 1993).

En la industria agroalimentaria, resulta esencial optimizar el aprovechamiento de los productos utilizados para la producción de alimentos, como semillas, frutos, verduras y raíces. Estos productos son fuentes significativas de nutrientes esenciales para los seres humanos, y es fundamental evitar la pérdida de nutrientes o compuestos bioactivos presentes en partes de las plantas que no son empleadas. Algunas especies vegetales contienen aceites conocidos como oleaginosas, que se obtienen de sus semillas y se emplean para diversos fines, incluyendo el consumo humano, la fabricación de productos cosméticos y esenciales (Dorado, 2016). La extracción de aceites vegetales industriales, como los de colza, girasol, palma, maní y lino, ha experimentado mejoras gracias al uso del CO_2 supercrítico. Sin embargo, el costo de producción y la escala de producción siguen siendo desafíos que deben superarse (Sovova, 2011).

Desde la década de 1980, la Extracción por Fluido Supercrítico (EFS) ha experimentado un rápido desarrollo y ha sido utilizada para extraer lúpulo, colesterol de la mantequilla,

perfumes y sabores de productos naturales, solventes residuales, monómeros de polímeros y ácidos grasos no saturados del aceite de pescado. Actualmente, la EFS se encuentra bajo estudio para aplicaciones diversas, como la remediación de suelos, la desmilitarización de propelentes, la síntesis de polímeros y químicos orgánicos, la impregnación y deposición de químicos in situ, la remoción de nicotina del tabaco, la regulación del tamaño de partículas, y la limpieza de componentes electrónicos, entre otras (Sancho, 2008).

En respuesta a la creciente demanda mundial de aceites de semillas con alto valor nutricional y micronutrientes, así como el aceite de cannabis y grasas animales, las tecnologías de extracción con CO₂ supercrítico han adquirido importancia significativa (HelmueLLer, 2018) .

2.4 Propiedades Generales de los Fluidos Supercríticos.

El dióxido de carbono (CO₂) supercrítico ha demostrado importantes ventajas en la industria agroalimentaria en comparación con otros métodos de extracción. Algunas de estas ventajas incluyen su comportamiento dual como gases y líquidos debido a las propiedades de presión y temperatura, la capacidad de provocar reacciones difíciles o incluso imposibles de lograr con disolventes convencionales, y una solubilidad que aumenta proporcionalmente con la densidad (es decir, con el aumento de la presión). Además, la extracción con CO₂ supercrítico permite operar a temperaturas que no afectan compuestos termolábiles, garantiza la alta pureza del solvente y ofrece la posibilidad de realizar fraccionamientos y seleccionar la polaridad del fluido para obtener una extracción selectiva de compuestos orgánicos específicos.

Las propiedades en general de los fluidos supercríticos han suscitado gran interés en la investigación de la industria agroalimentaria desde los años 70. Al compararlos con otros métodos de extracción, se destacan las siguientes ventajas del CO₂ supercrítico:

2.5 Propiedades Combinadas de Gases y Líquidos debido a las Propiedades de Presión y Temperatura del CO₂ Supercrítico.

La solubilidad en dióxido de carbono supercrítico se define comúnmente como la fracción molar (y_2) o la fracción ponderal (w_2) del soluto en el fluido supercrítico, en equilibrio con el soluto a granel. Los primeros estudios sobre la solubilidad se realizaron en el dióxido de carbono líquido casi crítico (61,3 bar, 298 K) por Francis en 1954. La solubilidad es un factor crítico que influye significativamente en la eficacia de la mayoría de los procesos con fluidos supercríticos. De hecho, esta propiedad puede tener un impacto directo en la tasa de reacción, el rendimiento, el diseño y la viabilidad económica del proceso en cuestión. La importancia de la solubilidad varía según el proceso específico, ya que en algunos casos puede ser deseable una alta solubilidad, mientras que en otros se busca una solubilidad extremadamente baja (Ram b.guptu, 2007).

Por ejemplo, los procesos de extracción supercrítica requieren una alta solubilidad para lograr una eficiente separación de componentes. Por otro lado, en los procesos de precipitación de anti solventes para la fabricación de partículas, se busca una baja solubilidad al utilizar mezclas de CO₂ y disolventes orgánicos (Ram b.guptu, 2007). Condiciones óptimas de presión y temperatura del CO₂ supercrítico para la extracción de compuestos orgánicos.

En condiciones críticas, los fluidos supercríticos exhiben propiedades no polares, lo que les otorga una alta selectividad en los procesos de extracción de sustratos. Esta selectividad se debe a que los fluidos supercríticos pueden disolver selectivamente compuestos no polares o con afinidades específicas, lo que resulta en una extracción eficiente y selectiva de los componentes deseados.

Estas propiedades únicas hacen que los fluidos supercríticos sean ampliamente utilizados en aplicaciones de extracción en diversas industrias, como la farmacéutica, alimentaria y química.

2.6 El CO₂ supercrítico presenta una serie de propiedades beneficiosas para la extracción.

- a) Menores tiempos de extracción en comparación con otros disolventes.
- b) Seguridad en su uso, siendo generalmente no tóxico, no inflamable y no corrosivo.
- c) Extracción a temperaturas sin afectar compuestos termolábiles.
- d) Fácil separación de los solutos del fluido supercrítico, evitando contaminaciones no deseadas del producto en comparación con las extracciones convencionales.
- e) Alta capacidad como disolvente obtenido durante la extracción.
- f) Posibilidad de realizar fraccionamientos, lo que permite separar y obtener diferentes componentes del producto.
- g) Selección del tipo de extracción al elegir la polaridad del fluido, su densidad y el uso de modificadores (Vargas, 2018).

Estas ventajas provienen de las propiedades del CO₂ supercrítico mencionadas anteriormente, como su compresibilidad y los grandes cambios de densidad, que permiten un alto poder de solvatación mediante pequeñas variaciones en la presión a temperatura constante, especialmente cerca del punto crítico (Ram b.guptu, 2007).

2.7 Criterios de Diseño.

Para lograr un diseño y construcción óptimos de una planta de extracción de fluidos supercríticos, es de suma importancia seguir una guía que permita establecer criterios de diseño claros y precisos. Uno de los aspectos más destacados en esta documento es el enfoque en el proceso como elemento primordial, ya que de él dependen las características y requerimientos para su operación.

Entre los parámetros fundamentales a considerar, se encuentran:

2.7.1 Rango de presión de trabajo.

Es esencial definir el rango de presión en el que la planta operará eficientemente, garantizando así un procesamiento seguro y efectivo de los fluidos supercríticos.

2.7.2 Temperatura mínima y máxima.

Establecer los límites de temperatura es crucial para asegurar la estabilidad del proceso y evitar situaciones que puedan afectar negativamente la calidad de los productos obtenidos.

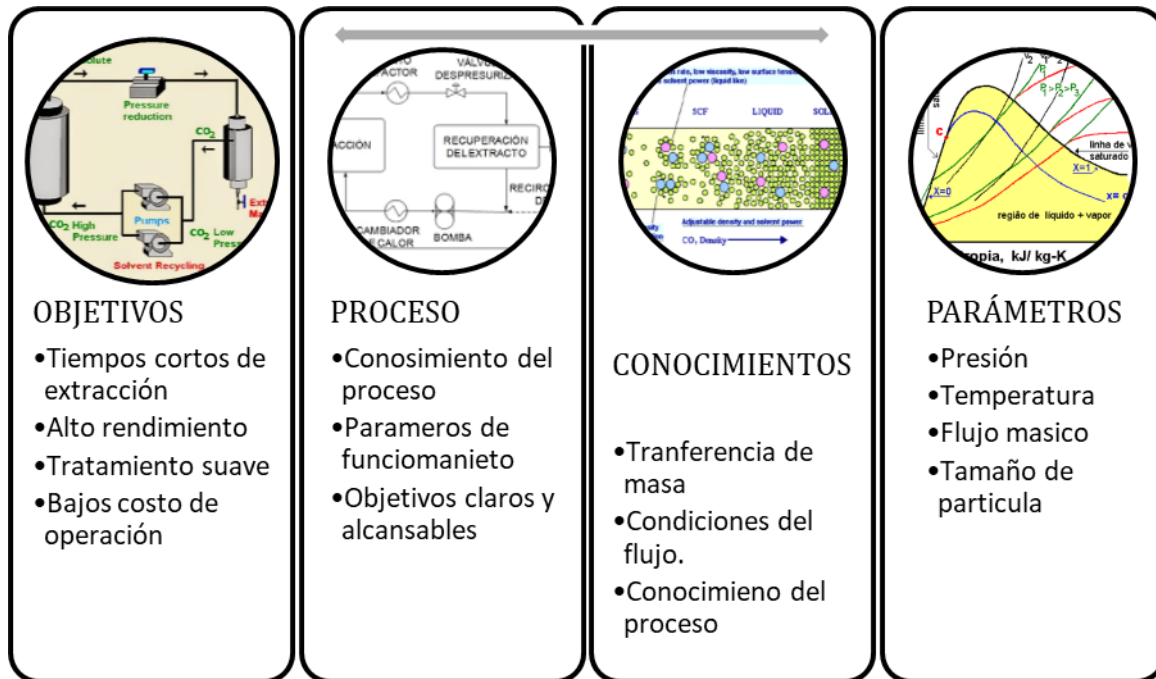
2.7.3 Flujo máximo.

Determinar el flujo máximo que la planta puede manejar de manera óptima, garantiza un funcionamiento estable y sin contratiempos durante la extracción de los fluidos supercríticos.

2.7.4 Tamaño de partícula de la matriz vegetal a trabajar.

La selección adecuada del tamaño de partícula de la matriz vegetal con la que se trabajará en la planta influye directamente en la eficiencia del proceso de extracción.

Figura 3. Criterios de diseño planta de fluidos supercríticos.

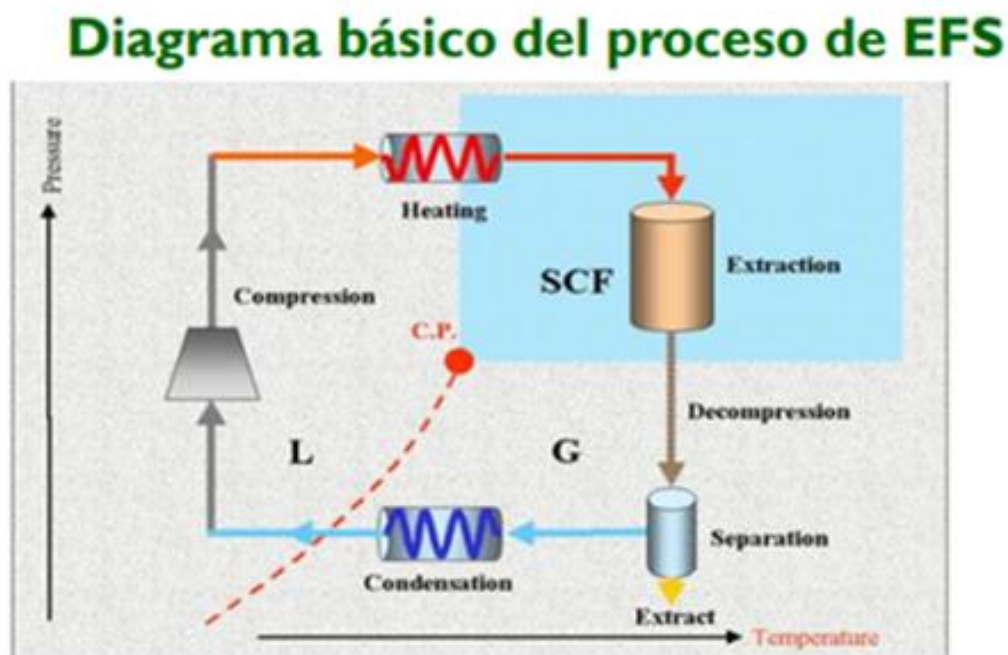


Al enfocarse en estos parámetros esenciales y considerar las características específicas de los fluidos supercríticos y las matrices vegetales a procesar, se podrá lograr un diseño eficiente y funcional para la planta de extracción. Esto, a su vez, asegurará una operación confiable y exitosa, proporcionando resultados de alta calidad en la obtención de los productos deseados.

2.8 Definición de Proceso.

El tipo de proceso utilizado en la extracción puede ser continuo o por lotes. En este documento, se presenta el diseño de una planta piloto por lotes, en la cual se siguen los siguientes pasos: diagrama de bloques con los componentes básicos, ciclo termodinámico, y estructura del sistema de extracción. La planta piloto incluye un tanque de almacenamiento de CO₂, bomba de presurización, intercambiador de calor, columna de extracción, válvula moduladora, columna de separación y equipo de condensación.

Figura 4. Diagrama básico del proceso de EFS [Extracción por fluido supercrítico]. (Fuente: Cerpa, 2001).



Para llevar a cabo un diseño efectivo de una planta de extracción por fluido supercrítico, es crucial considerar varios criterios técnicos y científicos respaldados por la investigación. Algunos de los aspectos relevantes se enumeran a continuación, basados en la literatura científica:

2.8.1 Selección del solvente supercrítico.

La elección del solvente adecuado es de vital importancia, ya que afectará la solubilidad y selectividad de los compuestos extraídos. Investigaciones previas han demostrado que el dióxido de carbono (CO_2) es uno de los solventes supercríticos más utilizados debido a su bajo costo, seguridad y propiedades no tóxicas e inflamables (Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos).

2.8.2 Rango de presión y temperatura.

Establecer el rango óptimo de presión 120-300 P (bar) y temperatura 40-65 T (0 C) es crucial para obtener una extracción eficiente. Diferentes estudios han investigado cómo la variación de estos parámetros afecta la solubilidad de los compuestos y la eficiencia del proceso (Velasco, Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos, 2007)

2.8.3 Tiempo de extracción.

La duración del proceso de extracción también es un factor importante a considerar. Investigaciones han demostrado que prolongar el tiempo de extracción puede mejorar el rendimiento de ciertos compuestos, pero también puede resultar en una mayor degradación de otros, es por esto que esta variable se consideran en el momento de validación del equipo.

2.8.4 Tamaño de partícula de la matriz vegetal.

El tamaño de partícula de la matriz vegetal afecta la eficiencia de la extracción. Se ha encontrado que un tamaño de partícula más fino mejora la transferencia de masa y, por lo tanto, aumenta el rendimiento del proceso de extracción se recomienda en 1mm- 5mm dependiendo del producto y rangos de presión (Hidalgo Quinga, 2022).

2.8.5 Transferencia de masa y cinética de extracción.

Es fundamental comprender la transferencia de masa y la cinética de extracción para optimizar el diseño de la planta. Estudios científicos han investigado cómo estos parámetros afectan la eficiencia del proceso y han desarrollado modelos matemáticos para predecir la extracción de compuestos específicos (Brunner, 2018).

2.8.6 Separación de los solutos extraídos.

La selección del método adecuado para la separación de los solutos extraídos del solvente también es un aspecto clave. La técnica de expansión isoentálpica es ampliamente utilizada para reducir la densidad del fluido supercrítico y facilitar la separación de los compuestos. (Dean W. Matson, 1987)

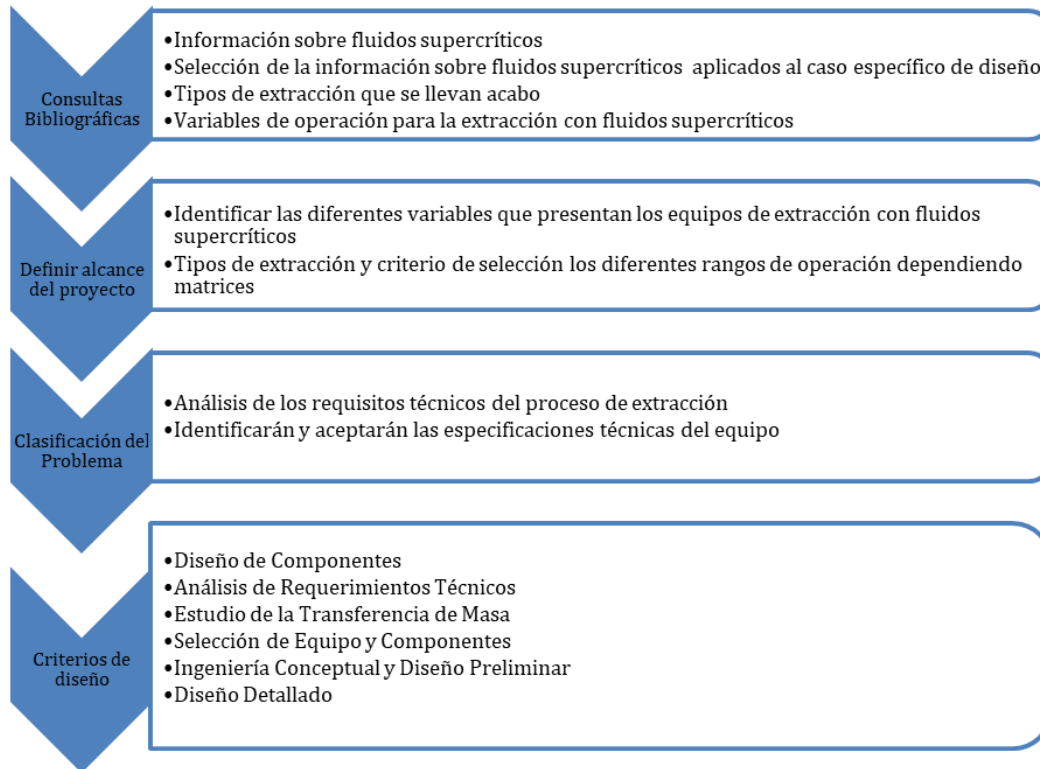
2.8.7 Economía y sostenibilidad.

Además de los aspectos técnicos y científicos, también es importante considerar la viabilidad económica y la sostenibilidad del proceso de extracción con fluidos supercríticos. Estudios han evaluado el costo-beneficio y el impacto ambiental de esta técnica en comparación con otros métodos de extracción (Soh, 2021).

2.9 Metodología para el Diseño de Plantas de Extracción con Fluidos Supercríticos.

El diseño de una planta de extracción con fluidos supercríticos requiere una metodología cuidadosa para asegurar la eficiencia del proceso y la optimización de los costos de funcionamiento. A continuación, se presenta una metodología paso a paso para establecer los criterios clave y llevar a cabo el diseño adecuado de la planta:

Figura 3. Metodología para el Diseño de Plantas de Extracción con Fluidos Supercríticos



2.9.1 Consultas Bibliográficas.

Se realizarán consultas bibliográficas para identificar el estado del arte, métodos y requerimientos necesarios para el diseño de equipos con fluidos supercríticos. Esta literatura proporcionará las pautas para establecer los criterios y parámetros fundamentales del diseño preliminar.

2.9.2 Clasificación del Problema.

Se realizará un análisis de los requisitos técnicos del proceso de extracción con fluidos supercríticos para definir adecuadamente el problema de diseño y construcción de la planta piloto. Se identificarán y aceptarán las especificaciones técnicas del equipo, teniendo en cuenta los requerimientos actuales y la viabilidad de la construcción.

2.9.3 Diseño de Componentes.

El diseño de componentes se realizará de acuerdo con el sistema de extracción seleccionado y los rangos de operación recomendados en la bibliografía. Se realizará una ingeniería conceptual para cada elemento que constituye la planta piloto.

2.9.4 Análisis de Requerimientos Técnicos.

- a) Identificar los objetivos y requerimientos específicos del proceso de extracción con fluidos supercríticos.
- b) Establecer el rango de presión de trabajo, teniendo en cuenta las propiedades críticas del fluido y los compuestos a extraer.
- c) Definir la temperatura mínima y máxima que garantice la extracción efectiva sin afectar los compuestos termolábiles presentes en la matriz vegetal.
- d) Determinar el flujo máximo de CO₂ necesario para lograr la extracción eficiente de los compuestos deseados.
- e) Considerar el tamaño de partícula de la matriz vegetal a tratar, para adaptar el diseño de la planta a las características del material a procesar.

2.9.5 Estudio de la Transferencia de Masa.

Realizar una comprensión previa de la transferencia de masa en condiciones de operación específicas y flujos de extracción.

- a) Investigar la cinética de la extracción y la interacción del fluido supercrítico con los compuestos de interés.

- b) Evaluar cómo varían las tasas de extracción en función de los cambios en los parámetros operativos.

2.9.6 Selección de Equipo y Componentes.

Elegir el equipo adecuado para la extracción, como el tanque de almacenamiento de CO₂, la bomba de presurización, el intercambiador de calor y la columna de extracción.

Seleccionar los componentes que garanticen la seguridad y el control óptimo del proceso.

Para estos temas lo profundizaremos mas adelante en el capitulo siguiente.

2.10 Ingeniería Conceptual y Diseño Preliminar de una Planta de Extracción con Fluidos Supercríticos.

El objetivo es desarrollar la ingeniería conceptual de una planta piloto para la extracción con fluidos supercríticos con fines alimenticios. Para ello, se realizaron análisis de productos a trabajar revisando las características fisicoquímicas en una muestra de residuo vegetal y se identificaron oportunidades de aprovechamiento de productos naturales, respaldado por información bibliográfica.

Tras el análisis, se determinó la necesidad de llevar a cabo un proceso de extracción de productos bioactivos mediante fluidos supercríticos. Como parte del proceso de capacitación del equipo en Ingeniería Química, se realizaron varios ensayos de extracción, incluyendo manzanilla, canendula, cacao, entre otros, demostrando el gran potencial en la industria alimenticia y medicinal.

Sin embargo, durante el desarrollo de los ensayos, se identificaron parámetros que no se cumplieron adecuadamente, lo que llevó a la formulación de recomendaciones para mejorar la eficiencia del proceso.

Posteriormente, se procedió a realizar el diseño preliminar de la planta piloto, considerando todos los parámetros y requerimientos previamente establecidos. Se realizaron balances

de materia para escalar el proceso y se definieron las especificaciones técnicas de los equipos necesarios. Además, se llevó a cabo una estimación de los costos para la implementación de la planta piloto.

Este estudio representa un avance significativo en el campo de la extracción con fluidos supercríticos y ofrece oportunidades tanto en el ámbito académico como en la industria alimenticia, impulsando el desarrollo y aprovechamiento de productos naturales con propiedades bioactivas.

2.10.1 Análisis de Viabilidad.

Evaluar la viabilidad económica y técnica del diseño propuesto.

Considerar los costos de implementación y operación de la planta.

Realizar simulaciones y estudios de sensibilidad para identificar posibles mejoras o ajustes necesarios.

2.10.2 Diseño Detallado.

Realizar el diseño detallado de todos los componentes y equipos de la planta.

Considerar aspectos de seguridad, eficiencia y mantenimiento en el diseño.

2.11 Conclusiones.

El diseño y construcción de una planta piloto para extracción de matrices vegetales con fluidos supercríticos representa una alternativa prometedora para la industria agroalimentaria. El uso de CO₂ supercrítico como solvente ofrece ventajas significativas en términos de rendimiento, selectividad y pureza del producto final. La metodología propuesta permitirá desarrollar un diseño óptimo que cumpla con los criterios de operación y los requerimientos técnicos establecidos.

2.12 Bibliografía.

- Bernardo-Gil, M. E. (1993). El uso de fluidos supercríticos en la industria de aceites alimentarios. 1096 Lisboa Codex.
- Brunner, G. (2018). Calculation of phase equilibria and their relation to separation with supercritical fluids. Universidad Tecnológica de Hamburgo, 2-11.
- Dean W. Matson, J. L. (1987). Rapid expansion of supercritical fluid solutions. Date Print, 11-26.
- Dorado, D. J. (2016). Extracción con CO₂ Supercrítico de Aceite de Semillas . Información Tecnológica, 37-48.
- Helmueller, S. C. (2018). Mass Balance Analysis for Batch CO₂ Cannabis Sativa. chromatography, 52-56.
- Hidalgo Quinga, P. M. (2022). Extracción mediante CO₂ supercrítico de compuestos bioactivos de la hoja de ortiga. Quito: Urtica leptophylla Kunth.
- Ram b.guptu, J.-j. s. (2007). Solubility in supercritical carbon dioxide . crc press, 50-58.
- Sancho, J. L. (2008). Procesos con fluidos supercriticos . Real academia de españa, 15-23.
- Soh, S. H. (2021). Techno-economic and profitability analysis of extraction of patchouli oil using supercritical carbon dioxide. Journal of Cleaner Production.
- Sovova, h. (2011). Extracción de fluidos supercríticos a partir de materiales vegetales. AUTHOR'S COPY, 3--4.
- Vargas, J. R. (2018). Extracción Con Fluidos Supercríticos. Sevilla: Universidad de Sevilla.
- Velasco, R. J. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos. Popayan: Información Tecnológica.
- Velasco, R. J. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria. Información Tecnológica, 53-63.

3 CAPÍTULO 3

3.1 Consideraciones para el Diseño.

3.2 Resumen.

Este capítulo se centra en el diseño de una planta piloto para extracción con fluidos supercríticos (SFE) con un volumen de extracción de 5 litros y un caudal máximo de disolvente de 20 kg/h. Se considera y evaluar el procedimiento de extracción a alta presión. Se consideran cuatro grupos de parámetros principales para el diseño de sistemas SFE, datos básicos del producto, condiciones termodinámicas en el equipo de extracción y separación, transferencia de masa de sustancias y proceso SFE en el diagrama T-s. También se mencionan los problemas con la separación y otros parámetros relevantes para el proceso global

3.3 Introducción.

El aumento de la contaminación ambiental y la presencia de residuos de disolventes en el medio ambiente han llevado a una mayor conciencia sobre el uso de disolventes orgánicos en diversas áreas. En este capítulo, se aborda específicamente el uso de solventes en la tecnología de extracción de productos naturales. Se analizan puntos clave para mejorar la selección y manejo de disolventes, así como el diseño de una planta piloto de extracción con fluidos supercríticos.

3.4 Elección del solvente y separación de materiales

La elección del solvente en la extracción está influenciada por el problema de separación de materiales. Los factores que influyen incluyen la polaridad de la sustancia, su estabilidad térmica y el nivel de toxicidad aceptable para su uso en diferentes sectores, como el farmacéutico y alimentario. Además, se sugiere la utilización de sustancias abundantes en el medio ambiente, como agua, nitrógeno, oxígeno o dióxido de carbono, como alternativas a los solventes orgánicos líquidos.

El uso de CO₂ como solvente permite obtener extractos y refinados sin necesidad de tratamientos posteriores.

Disolventes inmiscibles con el agua, los disolventes orgánicos con baja polaridad, como el diclorometano, éter dietílico, acetato de etilo, hexano y tolueno, son comúnmente utilizados en la extracción. Se recomienda disminuir sus propiedades y riesgos asociados.

3.5 Consideraciones para el diseño de una planta piloto de extracción con fluidos supercríticos

El objetivo de la planta piloto es evaluar el procedimiento de extracción a alta presión. Se planea utilizar un sistema con volumen de extracción de 5 litros, equipado con un dispositivo extractor y un caudal máximo de disolvente de alrededor de 20 kg/h. Se propone el uso de CO₂ como solvente debido a su versatilidad para extraer sustancias naturales de diversas aplicaciones.

El aumento de la contaminación ambiental y la creciente concentración de residuos de disolventes en el medio ambiente han generado una mayor concienciación sobre el uso de disolventes orgánicos en diversos ámbitos de aplicación. Los efectos de los diferentes disolventes en el medio ambiente deben evaluarse de manera exhaustiva, ya que algunos se biodegradan relativamente rápido al ser liberados al medio ambiente, mientras que otros, como los hidrocarburos clorados, son extremadamente estables y pueden detectarse incluso décadas después. Esta persistencia ha llevado a su dispersión en todo el mundo y a la presencia de estos compuestos incluso en pingüinos de la Antártida (COMISIÓN EUROPEA, 2006)

3.6 Concepto para el diseño de plantas SFE

Se consideran cuatro grupos de parámetros principales para el diseño de sistemas SFE, datos básicos del producto, condiciones termodinámicas en el equipo de extracción y separación, transferencia de masa de sustancias y proceso SFE en el diagrama T-s. También se mencionan los problemas con la separación y otros parámetros relevantes para el proceso global.

3.7 Uso de solventes.

Se aborda principalmente el uso de solventes en la tecnología de extracción de productos naturales, y se analizan los puntos para mejorar su selección y criterios técnicos de selección.

3.8 Los siguientes criterios serán analizados.

- a) Uno de los factores que influye en la elección del solvente es el problema de separarse del extracto con la mayor facilidad posible (Gomis, 1998).
- b) Aumentar la temperatura o reducir la presión hasta alto vacío.
- c) Procesos especiales como separación por membranas o adsorción sobre carbón activado o intercambiadores de iones.
- d) Utilizar sustancias que ya se encuentran en abundancia en el medio ambiente como alternativa a los solventes orgánicos líquidos como agua, nitrógeno, oxígeno y dióxido de carbono, o con solventes con generaciones de experiencia en su uso y sus efectos en humanos (por ejemplo, etanol).

La elección del solvente está fuertemente influenciada por el problema de separación de materiales. Los factores que influyen son, por ejemplo, la polaridad de la sustancia, su estabilidad térmica, el nivel de toxicidad aceptable del solvente según el sector de aplicación farmacéutico, alimentario (Nichols, s.f.).

Además, si se puede utilizar un gas fisiológicamente inocuo como el CO₂, si el proceso lo permite, el extracto y el refinado se obtienen sin necesidad de un tratamiento posterior al proceso de extracción. Estas ventajas de un proceso de extracción han convencido a muchos científicos a observar más de cerca este aspecto del proceso (Sovova, 2011).

Aunque las primeras observaciones de solubilidades en gases supercríticos tienen más de cien años, el primer trabajo fundamental sobre un proceso de extracción aplicable solo se llevó a cabo a principios de la década de 1960.

Para extraer selectivamente un componente de una mezcla disuelta en un determinado disolvente, se puede añadir otro disolvente que cumpla las siguientes condiciones (lack, 1985).

- a)** Que no sea miscible con el otro disolvente. El agua o una disolución acuosa suele ser uno de los disolventes implicados. El otro disolvente es un disolvente orgánico.
- b)** Que el componente deseado sea mucho más soluble en el disolvente de extracción que en el disolvente original.
- c)** Que el resto de componentes no sean solubles en el disolvente de extracción.
- d)** Que sea suficientemente volátil, de manera que se pueda eliminar fácilmente del producto extraído mediante destilación o evaporación.
- e) Que no sea tóxico ni inflamable, aunque, desgraciadamente hay pocos disolventes que cumplan los dos criterios: hay disolventes relativamente no tóxicos pero inflamables como el hexano, otros no son inflamables, pero sí tóxicos como el diclorometano o el cloroformo, y otros son tóxicos e inflamables como el benceno.

Tabla 1 de disolventes de extracción comúnmente utilizados (lack, 1985)

Nombre	Fórmula	Densidad (g/mL) ¹	Punto de ebullición (°C)	Peligrosidad
Disolventes de extracción menos densos que el agua				
Éter dietílico	(CH ₃ CH ₂) ₂ O	0,7	35	Muy inflamable, tóxico
Hexano	C ₆ H ₁₄	≈ 0,7	> 60	Inflamable
Benceno	C ₆ H ₆	0,9	80	Inflamable, tóxico, carcinógeno
Tolueno	C ₆ H ₅ CH ₃	0,9	111	Inflamable
Acetato de etilo	CH ₃ COOCH ₂ CH ₃	0,9	78	Inflamable, irritante

3.9 Disolventes inmiscibles con el agua.

- a) Disolventes utilizados con mayor frecuencia
- b) Cuanto más polar es el disolvente orgánico, más miscible (soluble) es con el agua.
- c) Por ejemplo, disolventes polares como el metanol, el etanol o la acetona son miscibles con el agua, y por lo tanto, no son adecuados para extracciones líquido-líquido.
- d) Los disolventes orgánicos con baja polaridad como el diclorometano, el éter dietílico, el acetato de etilo, en hexano o el tolueno son los que se suelen utilizar como disolventes orgánicos de extracción (lack, 1985).

Tabla 2 Disolventes de extracción más densos que el agua (lack, 1985)

Disolventes de extracción más densos que el agua				
Nombre	Fórmula	Densidad (g/mL) ¹	Nombre	Fórmula
Diclorometano	CH ₂ Cl ₂	1,3	41	Tóxico
Cloroformo	CHCl ₃	1,5	61	Tóxico
Tetracloruro de carbono	CCl ₄	1,6	77	Tóxico

Los disolventes con densidad menor a la del agua como, Éter dietílico, Hexano, Benceno, Tolueno, y Acetato de etilo resulta ser muy inflamable, tóxico como se resalta en la tabla 1 los disolventes de extracción más densos que el agua presenta problemas de tóxicos, hay que tener en cuenta que entonces disolventes de extracción pueden dejar trazas de contaminación en las matrices extraídas.

La eliminación de residuos de disolventes se complica y encarece, a medida que disminuyen las concentraciones de residuos. Cuando las concentraciones son bajas, no solo el equilibrio termodinámico, sino también los fenómenos de transferencia de masa, tales como el espesor de la capa, la difusión y la viscosidad, influyen más en el proceso de separación.

Las modificaciones en las propiedades del material debido al aumentar la temperatura suelen estar limitadas por la estabilidad térmica del extracto.

La operación al vacío permite trabajar a temperaturas más bajas, pero tiene el inconveniente de que las sustancias volátiles, que son componentes importantes de los

extractos de aroma, se destilan también y disminuyen el valor del extracto, que son componentes importantes de los extractos de aroma, también se destilan y, por lo tanto, se reduce el valor del extracto.

3.10 Producción actual de extractos de sustancias naturales y aceites esenciales.

Para obtener los componentes de bajo peso molecular a partir de una biomasa, normalmente se separan del material de soporte polimérico (celulosa, lignina) mediante extracción con disolventes. Los disolventes se eligen según la polaridad de la sustancia a extraer. Se puede realizar una extracción fraccionada, es decir, ciertas sustancias se extraen selectivamente de una matriz. O también puede aspirar a una extracción total de los componentes solubles, como ocurre en la producción de extracto de lúpulo. Entre las técnicas de trabajo para la elaboración de preparados de productos naturales se distinguen las siguientes (villaverde, 2018):

- a) Maceración
- b) Digestión
- c) Percolación
- d) Extracción Sóxhlet.

3.11 Criterios en el diseño de la planta piloto de extracción con fluidos supercríticos.

El objetivo es someter a los numerosos resultados de investigación sobre extracción a alta presión, que han sido publicados en varios institutos y los resultados de nuestro propio trabajo de investigación, a un análisis más detallado desde el punto de vista procedimental y desarrollar a partir de ellos un concepto de diseño. Se planeó utilizar los resultados de la literatura y las experiencias con el diplomado en fluidos de la facultad de ingeniería.

Para ello, se tomó la decisión de diseñar un sistema de volumen de extracción de 5 l, que este equipado con un dispositivo extractor y regulación de caudal máximo de disolvente de alrededor de 20 kg/h. Sin embargo, debido a los altos costos del sistema de extracción a

alta presión, se modificaron los objetivos y se optó por trabajar solo en el diseño (Ochoa Espinoza, 2017).

El CO₂ fue seleccionado como solvente. El sistema debe ser tan universalmente utilizable como sea posible. Debido a la variedad de productos de entrada que se pueden extraer a alta presión, se diseñó el extractor en forma de tanque. Esto hace posible extraer sustancias naturales de una amplia variedad de aplicaciones, tales como hojas, raíces, flores, tallos o tubérculos.

Como se mencionó al inicio, el objetivo es utilizar los resultados de la planta piloto, entre otros aspectos, para evaluar el procedimiento de extracción a alta presión trabajados por muchos institutos o departamentos de investigación que anteriormente se han ocupado de la extracción a alta presión por que estos, han examinado los problemas de procedimiento solo de forma marginal. La gran variedad de organismos de investigación que se ocupan de este tema depende en gran medida de su interés particular. Por ejemplo, numerosos laboratorios compraron un sistema de extracción a alta presión de CO₂, listo para usar con la esperanza de poder aumentar sus tasas de producción cuando se usa industrialmente. Por otro lado, estos especialistas, que se interesaban principalmente por la ingeniería mecánica, realizaron un importante trabajo de desarrollo en la construcción de piezas para aparatos de alta presión.

Otro grupo investigación del campo de la tecnología de productos naturales. Por ejemplo, producían extracto de lúpulo, café descafeinado, entre otros, utilizando un proceso que se conocía desde hacía décadas y esperaban obtener un mejor producto mediante la extracción a alta presión, para reducir los costos de energía o solucionar sus problemas de aguas residuales o aire de escape, usando, por ejemplo, hidrocarburos clorados como solvente (Salcedo, 2009).

La posibilidad de extraer sustancias naturales y productos farmacéuticos sin residuos de disolventes también motivó a los fabricantes de productos farmacéuticos, farmacias y empleados de institutos de farmacognosia a producir sus preparados con este método o al menos a realizar experimentos básicos en el ámbito de la extracción a alta presión. Sin embargo, actualmente no es técnicamente posible lograr una entrada y salida continua de

sólidos en los extractores a alta presión. Cualquier idea que ayude a solucionar este problema, contribuiría mucho al desarrollo de la extracción a alta presión. Un sistema continuo podría mejorar significativamente la rentabilidad de un proceso, sobre todo cuando se tienen grandes rendimientos en masa y tiempos de extracción cortos. Este suele ser el caso en los sistemas pequeños.

3.12 Planificación de la instalación de prueba.

Como se indicó anteriormente, se especificaron las áreas de aplicación de la instalación de prueba. El sistema a planificar debe cumplir con los siguientes requisitos:

- a) El extractor debe estar diseñado de tal manera que pueda ser utilizado para casi todas las sustancias naturales.
- b) El extractor debe poder llenarse y vaciarse fácilmente, especialmente con los distintos productos sólidos de entrada.
- c) Debe ser posible utilizar todos los codisolventes a fines al CO₂ cuyos datos críticos están ventajosamente dentro de los datos de diseño del extractor.
- d) Datos de diseño del extractor: temperatura 0–80°C, presión máxima de trabajo 325 bar.
- e) El consumo de disolvente y energía debe ser lo más bajo posible.
- f) Debe ser posible la limpieza del extractor.

3.13 Diferencia de presión.

Para superar la diferencia de presión entre la presión de separación y la presión de extracción, se requiere una bomba o un compresor. Para el sistema planificado, se optó por una bomba por las siguientes razones:

- a) Una bomba solo cuesta alrededor del 30% del precio que habría que pagar por un compresor de la misma capacidad.
- b) Un compresor consume más energía eléctrica y el control del caudal de los compresores es mucho más difícil y costoso.

- c) Una bomba se puede controlar mejor. Cuando se utiliza una bomba dosificadora, el caudal se puede ajustar perfectamente con el variador de velocidad del 20% al 100%.

Las desventajas de una bomba son:

- a) Si no es posible condensar con agua de refrigeración por razones relacionadas con el proceso o debido a la ubicación, entonces se requiere una bomba de calor para optimizar el proceso.
- b) Problemas de cavitación. Dado que el solvente en el tanque de almacenamiento tiene temperatura de ebullición, se debe realizar un subenfriamiento suficiente frente a la bomba para evitar que ocurra la cavitación.
- c) En el proceso de bombeo, la presión de separación no se puede reducir a voluntad, ya que la temperatura de condensación del solvente también cae con la presión de separación.
- d) Las temperaturas de -30°C requerirían máquinas de refrigeración potentes y de gran consumo energético.
- e) Se utiliza una bomba dosificadora de diafragma para generar la presión de extracción.

3.14 Extractor.

Se eligió como material para el extractor acero inoxidable 316. El volumen máximo del extractor es de 5 litros, la presión máxima de funcionamiento es de 325 bar; y la temperatura máxima de funcionamiento es de 85°C . La tapa está sellada por una junta metálica de doble cono, siendo la diferencia de ángulo de inclinación de los dos conos de 2° . Los dos conos se tocan a lo largo de un círculo cuando el recipiente está cerrado. El extractor móvil está embridado a la tapa fija con 8 tornillos de expansión.

Todas las aberturas de entrada y salida, accesorios y dispositivos de seguridad están unidos a la estructura del extractor y son:

- a) El de entrada de disolvente, donde se enrosca un tubo de inmersión en el interior, que llega hasta el fondo del extractor.
- b) El de salida del extractor, estando todavía atornilladas las dos válvulas de aguja de alta presión en la tapa.
- c) La de la línea al manómetro y a la válvula de seguridad.

También se proporciona una rosca para un tubo de inmersión para medir la temperatura. Asimismo, el extractor tiene forma de cilindro, para hacer que la brida de cubierta sea más pequeña y delgada y, por lo tanto, también más económica. La sección transversal de la brida es más pequeña que la sección transversal del extractor.

Para contrarrestar el difícil trabajo de soldadura, todo el extractor se fabricó con un material sólido. El cálculo del sello de la línea y los contenedores se muestran en el detalle de construcción. El espesor de pared de los contenedores y la sección transversal de los tornillos, así como el espesor de las bridas se calculan de acuerdo con la información en las hojas de especificaciones (Ainia, 2022) (Ainia, 2022). Como se mencionó, todos los sujetadores están montados en la tapa. El extractor se puede abrir sin desmontar líneas.

La parte inferior del extractor se soporta a la estructura. Si el extractor está abierto, puede tirar hacia arriba la canastilla para vaciar el material extraído y se puede llenar con material de carga nuevo; después se vuelve a colocar en la posición de tapa y se cierra con los ocho tornillos.

Se propone que el extractor también esté equipado con una doble camisa, que se mantiene a la temperatura establecida por un termostato. Este termostato también alimenta el precalentador.

3.15 Separador.

El separador está diseñado para condiciones más bajas: presión máxima de trabajo: 100 bar; temperatura máxima de trabajo: 85°C. Aquí, también, todas las líneas de suministro y descarga están unidas a la cubierta. La mezcla de extracto y disolvente se conduce a través de un tubo hasta el fondo del separador. Este tubo está doblado de tal forma que el flujo de disolvente entra tangencialmente. Este efecto ciclónico da como resultado una recolección

mucho mejor del extracto en el fondo del separador, ya que si la mezcla se introdujera directamente en el separador, una parte considerable del extracto se pegaría a las paredes y al serpentín. Entonces, el extracto solo se podría obtener abriendo el separador.

Cuando se abre la válvula de fondo, el extracto acumulado es expulsado por la presión interna del separador; por lo tanto, no se requiere una bomba adicional.

3.16 Bomba.

Se utiliza una bomba dosificadora de diafragma para generar la presión de extracción. El caudal efectiva de CO_2 se puede ajustar la velocidad de 10 a 25 kg/h dependiendo del proceso.

3.17 Otros componentes del sistema.

Los intercambiadores de calor del sistema son de tipo serpentín, ya que este diseño es más adecuado para las pequeñas superficies de intercambio y las altas presiones que se manejan, y resulta menos costoso e innecesario que el de placa de tubos. El flujo del solvente se dirige por el interior del serpentín y el del líquido termostático por el exterior. La presión se mide con un manómetro mecánico, que tiene una precisión especificada del 1%. La temperatura se mide con 3 sensores Pt 100 (uno en cada recipiente a presión), un conmutador de punto de medición y una pantalla digital de temperatura, que muestra los valores con una precisión de 0,1 °C. Los componentes del sistema se montaron sobre un armazón de perfil. Las tuberías y válvulas se conectan mediante elementos de unión modulares.

3.18 Parámetros Principales

Para el diseño de sistemas SFE se han considerado cuatro grupos de parámetros principales, que son:

- a) Los datos básicos del producto.
- b) Las condiciones termodinámicas en el equipo de extracción y separación
- c) La transferencia de masa de la sustancia extraída desde el producto de entrada al solvente
- d) El proceso SFE en el diagrama T-s

Además, hay parámetros de seguimiento que son relevantes para el proceso global, como los problemas con la separación.

- a) Los dos primeros grupos se relacionan principalmente con el tamaño y diseño del equipo, es decir, los costos de inversión.
- b) La transferencia de masa y el ciclo en el diagrama T-s, se refieren principalmente al consumo de solvente y de energía.

Los datos básicos dados son:

- a) La capacidad deseada de una planta
- b) El nivel de sustancia extraíble
- c) La preparación de la materia prima para la extracción
- d) El volumen específico del medio de entrada procesado
- e) El control del proceso, continuó o discontinuo cascada.

3.19 Capacidad predeterminada.

La capacidad de una planta se refiere al rendimiento requerido o planificado del material de entrada. Conociendo los demás parámetros, esta capacidad determina el contenido y la forma del extractor.

3.20 Contenido de sustancia extraíble.

Aquí se distinguen dos grupos diferentes de extracciones de sustancias naturales.

En el primero, se extrae una sustancia muy específica de una materia prima. Ejemplos de esta extracción son:

- a) Triglicéridos de semillas oleaginosas
- b) Cafeína de café verde
- c) Cafeína del té
- d) Piperina de pimienta
- e) Nicotina del tabaco

La cantidad de sustancia extraíble depende de la concentración de esta sustancia en la materia prima. Esta concentración se puede determinar mediante análisis (por ejemplo, HPLC) antes y después de la extracción. Por lo tanto, es posible especificar una eficiencia de extracción. Esto también se puede comparar con otras extracciones con solventes. Con una extracción muy selectiva, como es el caso de la descafeinación del café verde, es posible entonces una comparación muy precisa del grado de extracción en función del tiempo de extracción y de la relación solvente-producto (Iack, 1985).

La situación es completamente diferente en la extracción de oleorresinas. Como cada solvente disuelve distintas sustancias o grupos de sustancias, el rendimiento del extracto en una extracción total depende principalmente del solvente. Los extractos obtenidos con diferentes solventes también varían en sus propiedades, como el color, el olor, la viscosidad, las posibilidades de procesamiento posterior. Como no hay criterios objetivos (como el análisis) para determinar la calidad de los extractos totales, se evalúan mediante sensores. Esta circunstancia dificulta la comparación de los extractos individuales. Esto también explica el escepticismo de los usuarios a la hora de utilizar extractos de alta presión. No solo se enfrentan a un producto distinto, sino que también tienen problemas para valorar el impacto en su producto final vendible. Los rendimientos de extracto con solventes convencionales se determinan usando el aparato Soxhlet. Con la extracción a

alta presión, el rendimiento máximo de extracción se puede determinar en una prueba a largo plazo.

Sin embargo, si se quiere comparar los extractos de los solventes comunes con los extractos de alta presión, se utiliza el método de exclusión. Se parte de una materia prima que actualmente se extrae con agua, etanol y diclorometano, y que produce un producto comercializable. Primero se extrae la materia prima con estos tres solventes. Luego se somete a extracción con CO_2 . Después de la extracción con CO_2 , el residuo extraído se vuelve a extraer con los tres solventes. Una comparación de los rendimientos del extracto antes y después de la extracción con CO_2 muestra qué solventes producen extractos similares al CO_2 y qué grupos de sustancias se extraen.

Las extracciones comparativas muestran que el CO_2 alcanza rendimientos de extracción similares a los del diclorometano. La alta proporción de sustancias polares del árnica y la caléndula, que se extraen con etanol, apenas se disuelven con el CO_2 . La apariencia de los extractos también cambia.

Los extractos de diclorometano son negros y alquitranados.

Los extractos de etanol son de color marrón oscuro y los extractos de CO_2 son de color rojo claro a rojo oscuro (lack, 1985).

3.21 Preparación de materia prima.

Por otro lado, el contenido de agua tampoco debe ser demasiado bajo, ya que entonces las células y las membranas celulares se retraen considerablemente. Esto debería dificultar mucho la difusión del solvente en las células. Las biomembranas o membranas celulares juegan un papel importante como barreras a la difusión. Las biomembranas son semipermeables, muy permeables al agua y menos o nada permeables a las sustancias orgánicas o inorgánicas disueltas. Las sustancias solubles en lípidos sin carga, por ejemplo, pueden penetrar bien. Las sustancias orgánicas polares como la glucosa o los aminoácidos son poco o nada permeables. Si se pierde esta función de barrera selectiva, la célula muere.

Para la ruptura celular, también es importante saber dónde se encuentran las sustancias almacenadas que se van a extraer. Suelen estar localizadas en el citoplasma o en las vacuolas, y el jugo celular también contiene hidratos de carbono, grasas, proteínas y, en algunos casos, sales poco solubles que se han cristalizado, como la cafeína.

Para mantener los caminos de difusión lo más cortos posible, se puede triturar las materias primas vegetales. Antes de hacerlo, se debe aclarar dónde se encuentran los ingredientes activos. En el caso de muchas flores, como la manzanilla, el ingrediente activo está en la superficie, por lo que moler las flores no acelera mucho el proceso de extracción. Sin embargo, el proceso de molienda puede influir positivamente en otros factores, como el volumen específico. El follaje, las raíces y la corteza se suelen triturar con máquinas cortadoras. Si el material extraído se va a usar posteriormente, también se utilizan máquinas de corte cuadrado o cúbico, que tienen cualidades especialmente bajas en polvo. También es deseable que el tamaño de las partículas sea uniforme para el proceso de extracción.

3.22 Influir en el intercambio de sustancias por difusión.

La difusión es un factor importante que influye en el intercambio de sustancias durante la extracción de sólidos. Esta extracción se puede dividir en dos áreas: la zona de lavado y la zona de difusión. En ambas partes, la transferencia de masa depende de la difusión. En la zona de lavado, la sustancia extraída está en contacto directo con el solvente y el proceso de difusión se asemeja al de una extracción líquido-líquido. Un ejemplo es la extracción de aceite de colza o aceite de canola, donde una gota de aceite está en contacto directo con el solvente CO_2 en una celda rota y el aceite se difunde a través de la capa límite de aceite- CO_2 hacia el solvente. En la zona de difusión, el contacto directo entre el aceite y el CO_2 desaparece y la difusión tiene que ocurrir a través de las membranas celulares de la materia prima.

Esta transición puede ser más o menos gradual, dependiendo de la naturaleza de la materia prima y de la hidrodinámica del extractor. La difusión celular comienza desde que el solvente entra en el extractor, pero al principio es menos relevante que la transferencia de masa en la zona de lavado.

3.23 Experiencia.

Se inició el diseño del sistema teniendo como referencia estos requerimientos y luego de un estudio detallado de la literatura. Además, se pudo utilizar como base los resultados de un sistema de extracción de 7 litros que ya estaba en funcionamiento en la Universidad Nacional de Colombia.

3.24 Características principales.

Es un sistema de producción equipado con dos extractor de 7 L. Está disponible con 3 o más separadores para el fraccionamiento del extracto. Provisto de una bomba de diafragma y un marco de acero inoxidable para cumplir con las pautas HACCP y GMP . Voltaje 460V/3ph o 400V/3ph, frecuencia 60Hz o 50Hz, Potencia instalada 8 kW, Corriente 13.8 A. PLC a bordo y pantalla táctil de 7". El mismo software que una máquina más.

3.25 Configuraciones de extractor de CO₂ supercrítico.

Esta máquina está diseñada para trabajar con una o dos bombas, una para CO₂ y otra para codisolvente (opcional), un recipiente de extracción, dos/tres recipientes de separación y un enfriador y calentador separados. Puede alcanzar una presión máxima (Pmax) de 350 bar y una temperatura máxima (Tmax) de 85 °C. Hay dos puntos de ajuste de presión: el primero es para recipientes de extracción y el segundo para recipiente de separación. Hay 5 manómetros y el voltaje se puede elegir bajo pedido.

El dióxido de carbono se recicla continuamente con un circuito cerrado para la recirculación de fluidos. Está completamente automatizado.

Hay dos bombas, la más importante es la bomba de CO₂ , el dióxido de carbono es el principal solvente para la extracción de compuestos químicos apolares; y la bomba

secundaria o bomba de codisolventes , que se utiliza para la liberación contemporánea en el proceso de codisolventes polares o medio apolares, útiles para la extracción de compuestos químicos con diferentes grados de polaridad. En condiciones de máxima presión, estas bombas pueden garantizar un caudal de CO₂ de 25 kg/h y un caudal de codisolvente de 2,5 kg/h.

3.26 Otras especificaciones.

Válvula de seguridad certificada ASME o PED para cada recipiente en tubería aislada del recipiente.

Microprocesador PLC y pantalla táctil de 7"

Presión de aire comprimido 100 psi o 7 bar

Flujo de aire comprimido 1 CFH o 28 L/hr

2 Válvulas piloto automáticas de contrapresión

2 Válvulas automáticas de contrapresión

3.27 Conclusiones.

La elección adecuada de solventes y el diseño óptimo de las plantas de extracción son fundamentales para mejorar la eficiencia y sostenibilidad de la tecnología de extracción de productos naturales. Al utilizar disolventes inmiscibles con el agua y gases fisiológicamente inocuos como CO₂, se pueden reducir los impactos ambientales y los riesgos para la salud humana. Además, el diseño adecuado de las plantas piloto permite evaluar de manera más efectiva los procedimientos de extracción y mejorar la producción de extractos de alta calidad.

3.28 Bibliografía.

COMISIÓN EUROPEA. (2006). Prevención y control integrados de la contaminación. España: Instituto de Estudios Tecnológicos Prospectivos.

Gomis, A. M. (1998). Introducción a las Operaciones de Separación. Universidad de Alicante, 19-22.

Lack, E. A. (1985). Kriterien zur Auslegung von Anlagen für die Hochdruckextraktion von Naturstoffen. Institut für Verfahrenstechnik Der Technischen Universität Graz, 15.

Nichols, L. (s.f.). Determinar qué solvente usar. Obtenido de Las bibliotecas de LibreTexts: [https://espanol.libretexts.org/Quimica/Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica/T%C3%A9cnicas_de_Laboratorio_de_Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica_\(Nichols\)/03%3A_Cristalizaci%C3%B3n/3.03%3A_Elecci%C3%B3n_de_Solvente](https://espanol.libretexts.org/Quimica/Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica/T%C3%A9cnicas_de_Laboratorio_de_Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica_(Nichols)/03%3A_Cristalizaci%C3%B3n/3.03%3A_Elecci%C3%B3n_de_Solvente)

Ochoa Espinoza, J. C. (2017). Diseño de una planta piloto de extracción bio-botánica utilizando dióxido de carbono supercrítico. Perú: Pontificia Universidad Católica .

Salcedo, F. Ó. (2009). Aplicación de la tecnología de fluidos supercríticos. Instituto de Fermentaciones Industriales, 21-30.

Sovova, H. (2011). Supercritical fluid extraction from vegetable materials. Reviews in Chemical Engineering, 81-82.

Villaverde, I. c. (2018). Optimización de la extracción de aceites esenciales . Madrid: Politécnica.

4 CAPÍTULO 4

4.1 Cálculos de Componentes de Planta de Fluidos Supercríticos

4.2 Introducción.

Los equipos utilizados en procesos de extracción supercrítica son relativamente escasos y suelen consistir en recipientes de alta presión con cierres herméticos, algunos de los cuales son diseñados específicamente por la empresa especializadas o están protegidos por patentes.

Este capítulo se centra en los pasos para diseñar un extractor, separador y tanques de almacenamiento como los parámetros necesarios para dimensionar el equipo. El diseño del separador se enfoca en seleccionar un cilindro adecuado para aislar la mezcla gas-líquido como sustancias disueltas o incluidas dentro de una matriz, que se efectúa por encima del punto crítico del solvente, basada en la capacidad que tienen determinados fluidos en estado supercrítico de modificar su poder de disolución.

Además, para la operación eficiente de la planta de extracción supercrítica, será esencial contar con tanques que faciliten el almacenamiento de disolventes, productos finales y material reciclado, porque en algunos casos, es necesario agregar un codisolvente, lo que implica la separación de la disolución de extracto-codisolvente del disolvente. En este capítulo, se desarrollará el procedimiento de cálculo adecuado para el diseño de los tanques de proceso, donde se almacenará el CO₂ condensado, el pulmón de recuperación y el codisolvente. Estos tanques serán fundamentales para garantizar la correcta manipulación y gestión de los componentes del proceso de extracción.

4.3 Generalidades.

El sistema de extracción supercrítica se basa en un extractor que opera por lotes. En este proceso, la materia prima se carga en una canasta que luego se introduce en el extractor. Una vez que la materia prima está en el extractor, el CO₂ supercrítico se hace circular durante un tiempo determinado. Después de transcurrido ese tiempo, se cierra el flujo de disolvente hacia el extractor. El CO₂ con el soluto disuelto (extracto) abandona los extractores a través de un filtro para eliminar posibles sólidos arrastrados. El diseño de los extractores dependerá de las características de sobredimensionamiento acordadas para garantizar una operación óptima.

Por otro lado, un separador líquido-gas consta de dos secciones básicas. En la sección superior, el gas fluye hacia arriba y las gotas de líquido caen hacia la fase líquida. La sección inferior permite que las burbujas de gas en el líquido emerjan y pasen a la fase gaseosa. Un separador bien dimensionado tendrá el espacio adecuado en cada sección para permitir que estas funciones se lleven a cabo con cierta eficiencia mínima. En este contexto, se presenta el método propuesto por PDVSA (Petróleos de Venezuela S.A) para el diseño de separadores gas-líquido horizontales (Marcías, 1997). Se sobredimensionará el separador para separar el máximo caudal de líquido, considerando un 20% de codisolvente. Además, se tomará como referencia el codisolvente de mayor gravedad relativa (el agua) para garantizar una separación eficiente de todos los demás componentes.

En ciertos casos, puede ser conveniente añadir un codisolvente al proceso de extracción supercrítica para mejorar su eficacia. Sin embargo, la cantidad de

codisolvente añadida se mantendrá lo más baja posible para evitar fases posteriores de separación entre el producto extraído y el codisolvente. Por esta razón, es útil que la planta cuente con un depósito para el codisolvente, facilitando su adición cuando sea necesario. En relación a los tanques para el CO₂, ambos son tanques de proceso. El primero almacena CO₂ condensado a 60 bar y 5°C, preparándolo para entrar en el proceso de extracción. El segundo tanque, al que llega el CO₂ recuperado y el CO₂ del sistema de recepción (cuando sea necesario), actúa como un colchón en la recepción del CO₂, permitiendo su posterior trasvase en las condiciones adecuadas al tanque de proceso. Estos tanques son fundamentales para garantizar un adecuado almacenamiento y manejo de los componentes del proceso de extracción.

4.4 Procedimiento de cálculo.

4.4.1 Relación masa alimentación/ volumen útil extractor.

La relación entre el tamaño de molienda y el método de extracción se simplifica en gran medida al considerar el tiempo de contacto y el rendimiento de extracción como factores clave.

En términos generales, los tamaños de molienda más gruesos implican tiempos de extracción más prolongados debido a la menor área superficial de las partículas. Por otro lado, los tamaños de molienda más finos tienen una mayor área superficial, lo que exige una extracción en un período de tiempo más corto. Esta diferencia en áreas superficiales influye en la duración de los tiempos de extracción.

De acuerdo con la bibliografía de (Navarro, 2011) tras la trituración previa de la materia prima, se recomienda las siguientes características: Producto el hollejo de uva, específicas promedio Densidad 0,6815g/ml, Peso molecular 676 g/ml y densidad aparente 0.31g/ml. estas serán usadas como referencia aunque pueden variar dependiendo del producto.

El valor de densidad aparente nos proporciona la relación entre la masa de materia vegetal y el volumen útil del extractor, que es de 0,31 kg de materia vegetal por cada litro de volumen del extractor, en cuanto a la capacidad del extractor, considerando un procesamiento diario de 9.3 kg y una operación continua de 24 horas al día, se requiere un sistema capaz de procesar 1.5 kg de materia vegetal por carga.

Para determinar el volumen necesario y el tiempo de extracción disponible, se debe procesar un total de 1.5 kg de materia vegetal cada 4 horas. Con base en la relación entre masa y volumen del extractor mencionada previamente, esto equivale a un volumen necesario de aproximadamente 1.25 L por hora.

Sin embargo, para asegurar altos rendimientos en una amplia gama de extracciones supercríticas y brindar versatilidad a la planta, se optará por un tiempo de operación de 4 horas. Esto lleva a que el extractor debe tener un volumen útil de al menos 5 L. En casos donde el tiempo óptimo de extracción exceda las 4 horas, será necesario considerar la posible extensión de la operación según la cantidad diaria de materia prima a tratar.

En esta etapa, cabe mencionar que se podría plantear como mejora el pretratamiento de la materia prima mediante una peletizadora, lo que aumentaría la densidad del sólido y permitiría trabajar con volúmenes más reducidos en los extractores. Sin embargo, sería esencial realizar un estudio detenido de la cinética de extracción supercrítica en esta situación antes de implementar cualquier cambio.

4.4.2 Dimensiones de la canasta.

El volumen útil del extractor se establecerá en 5 litros. El término "volumen útil" se refiere al espacio en el que se puede cargar la materia prima en la canasta antes de introducirla en el extractor.

De acuerdo con la referencia bibliográfica (KING & LIST, 1996), la relación entre longitud y diámetro de un extractor cilíndrico varía entre 3 y 5 para extractores de alta presión, dependiendo del volumen. Para un volumen de 5 litros, que es relativamente alto, se estima una relación longitud/diámetro de 3. Trabajar con una relación más alta favorece un flujo homogéneo a lo largo del extractor, evitando gradientes de concentración y temperatura en su interior.

Por lo tanto, podemos estimar la longitud y el diámetro de la canasta utilizando la ecuación que define el volumen de un cilindro:

$$V = L * \pi * R^2$$

Sustituyendo los datos, con

R=6.7 cm:

$$V = 40.8 * \pi * 6.7^2$$

Volumen $V = 5669 \text{ cm}^3$

En consecuencia, el volumen útil del extractor será de 5 L. El diámetro interno de la canasta se calcula con la fórmula, D=13.4 cm. La longitud de la canasta se puede hallar dividiendo el volumen entre la sección transversal, es decir,

$$L = 5000 / (\pi * (D/2)^2)$$

L corregido

L= 35.5 cm

Dado el tamaño de la canasta, las capas de materia prima cercanas a la base podrían compactarse y reducir la eficacia del proceso de extracción. Por esta razón, se sugiere el uso de dos canastas de 35.5cm de altura y diámetro de 13.4cm. por motivos de operación considerando que mientras una está en extracción la otra se está llenando.

4.4.3 Espesor de la canasta

El espesor de la canasta debe ser adecuado para resistir el peso de la materia prima sin sufrir deformaciones. En este cálculo, consideraremos una tapa plana, y el espesor resultante para esta tapa se extenderá a todo el contorno de la canasta. La fórmula empleada para determinar el espesor de una tapa plana es la siguiente:

$$t = (d * \sqrt{C' * p/SE}) + C$$

Donde:

- a) t es el espesor de la tapa (in).
- b) d es el solape (in).
- c) P es la presión ejercida por la masa de la materia prima (lb/in²).
- d) SE es el máximo esfuerzo permisible obtenido de la tabla de especificación del material (lb/in²).
- e) C ' es una característica del tipo de tapa.
- f) C es la corrosión permisible según el Reglamento de Aparatos a Presión (in).
- g) Dado que la densidad es baja, asumiremos un valor conservador para la densidad aparente (0.6815 kg/L) para garantizar la robustez de la planta.
- h) Primero, calcularemos la masa de la materia prima cargada en la canasta:

$$M = V * \rho$$
$$M = 5L * 0.6815 \text{ kg/L}$$

Masa 3.4 Kg

Para calcular la fuerza que ejerce esta masa sobre la tapa de la canasta y, dividiéndola por el área de la tapa, obtendremos la presión ejercida:

$$P = \frac{F}{A} = \frac{M * g}{A} = \frac{3.4 * 9.81}{\pi * 0.067^2}$$

$$F = 3.4 \text{ Kg} * 9.81 \text{ ms}^2$$

$$A = \pi r^2$$

$$A = \pi * 6.7 \text{ cm}^2 = 141 \text{ cm}^2$$

$$P = 0.2365 \text{ K}_f \text{ cm}^2$$

$$P = 0.23 \text{ bares}$$

Sustituyendo en la ecuación

$$t = (d * \sqrt{C' * P/SE}) + C$$

$$P = 0.23 \text{ bar} = 3.34 \text{ lb} * \text{in}^2$$

$$SE = 20000 \text{ lb/in}$$

$$d = 6.7 \text{ cm} = 2.6378 \text{ in}$$

$$C' = 0.13$$

$$C = 0.059 \text{ in}$$

Sustituyendo los valores en la ecuación del espesor de la tapa plana:

$$t = 0.060 \text{ in} = 0.1524 \text{ cm} = 1.524 \text{ mm}$$

Equivalente a un calibre 16 en Laminas Austeníticas al Cromo Níquel Molibdeno: Ref. 316

Con los valores dados:

En resumen, para garantizar la resistencia de la canasta, se recomienda un espesor de tapa de aproximadamente 1.52 mm, que se aplicará a toda la envolvente de la canasta.

4.4.4 Dimensiones del extractor.

Por consiguiente, el cálculo de las dimensiones del extractor se realizará una vez que se haya definido las dimensiones de la canasta que será colocada en el extractor, se procederá a determinar las dimensiones apropiadas para el extractor, con el objetivo de garantizar un funcionamiento adecuado y prevenir cualquier obstáculo ocasionado por posibles deformaciones de la canasta y se incluirá un margen de espacio tanto en el diámetro como en la altura del extractor, de la siguiente manera:

Altura del extractor = Altura de la canasta + Margen de holgura en la altura.

Esta aproximación asegurará que las dimensiones del extractor sean lo suficientemente amplias para permitir introducir y extraer la canasta.

Con las consideraciones anteriores el diámetro interno será 14.6 cm de y longitud interna será 36.8 cm

4.4.5 Espesor del extractor.

El diseño del espesor del extractor supercrítico se basará en los principios empleados en el diseño de recipientes sometidos a presión. La determinación del espesor adecuado se realizará mediante la utilización de la siguiente expresión, que está definida para recipientes cilíndricos sometidos a presión:

$$t = \frac{P * D}{2 * (SE + PY)} + C$$

Donde:

- a) t espesor del cuerpo cilíndrico (in).
- b) P presión de diseño (lb/in²).
- c) D diámetro del recipiente cilíndrico (in).
- d) SE esfuerzo máximo permisible, obtenido (Sonelastic, s.f.)(lb/in²).
- e) C Sobre espesor de corrosión, según el Reglamento de Aparatos a Presión (in).

- f) Coeficiente cuyos valores se encuentran en para Aceros comunes y aceros de baja aleación 0.3

Sustituyendo los valores proporcionados:

$$P = 300\text{bar} + 20\% = 360\text{ bar} = 5290,54\text{ lb/in}^2$$

$$D = 14.6\text{ cm} = 5.75\text{ in}$$

$$SE = 20000\text{ lb/in}^2$$

$$Y = 0.3$$

$$C = 0.059\text{ in}^2$$

Calculamos el espesor:

$$t = \frac{5290.54 * 5.75}{2 * (20000 + 5290.54 * 0.3)} + 0.059$$

$$t = 0.7635$$

Por lo tanto, el espesor del cuerpo cilíndrico del extractor será aproximadamente de 1.94 Centímetros.

4.5 Sistema de cierre.

Como se ha detallado en los capítulos previos relacionados con el diseño, es importante destacar que los extractores estarán equipados con un sistema de cierre tipo "clamp" o abrazadera, un diseño característico desarrollado por la empresa especializada en este tipo de equipos.

En relación con los fluidos supercríticos, resulta fundamental mencionar que su comportamiento a altas presiones y temperaturas juega un papel crucial en el diseño de los sistemas y equipos destinados a la extracción supercrítica. Investigaciones científicas, como las llevadas a cabo por diversos investigadores, han profundizado en la comprensión de las propiedades y el comportamiento de los fluidos supercríticos en condiciones extremas. Estos estudios han permitido mejorar significativamente la eficiencia y la seguridad en los procesos de extracción en la industria.

En este contexto, el diseño de los cierres automatizados y herméticos para los extractores se ha basado en la experiencia acumulada a través de investigaciones y desarrollos

tecnológicos de innovación en sistemas de cierre para equipos de alta presión utilizados en aplicaciones supercríticas. Estos avances contribuyen de manera significativa a la optimización de los equipos y a la garantía de una operación segura y eficiente en el proceso de extracción supercrítica.

Operando en la ecuación para expresarla de forma adimensional:

$$t = \frac{P * D}{2 * (SE + PY)} + C$$

Donde:

t espesor del cuerpo cilíndrico del sistema de cierre (in).

P presión de diseño (lb/in²).

D diámetro del recipiente cilíndrico (in).

SE esfuerzo máximo permisible, obtenido (Sonelastic, s.f.)(lb/in²).

C Sobre espesor de corrosión, según el Reglamento de Aparatos a Presión (in).

d) Y: Coeficiente cuyos valores se encuentran en para Aceros comunes y aceros de baja aleación 0.3

Sustituyendo los valores proporcionados:

$$P = 300\text{bar} + 100\% = 600\text{ bar} = 8702.26\text{ lb/in}^2$$

$$D = 18.6\text{ cm} = 7.32\text{ in}$$

$$SE = 20000\text{ lb/in}^2$$

$$Y = 0.3$$

$$C = 0.059\text{ in}^2$$

Calculamos el espesor:

$$t = \frac{8702.26 * 7.32}{2 * (20000 + 8702.26 * 0.3)} + 0.059$$

$$t = 1.4086385\text{ in}$$

Por lo tanto, el espesor del cuerpo cierre del extractor será aproximadamente de 3.58 Centímetros.

4.6 Diseño del separador.

Un recipiente con dimensiones adecuadas debe garantizar el espacio proporcional requerido en cada sección para que estas funciones se realicen con eficiencia teniendo en consideración que un separador bifásico líquido-gas está compuesto por dos secciones fundamentales en la sección superior, el gas asciende mientras las pequeñas gotas de líquido descienden hacia la fase líquida, en la parte inferior, las burbujas de gas presentes en el líquido emergen y pasan a la fase gaseosa.

A continuación, se presenta el enfoque propuesto por (Zamora, 2017) para el diseño de separadores vertical gas-líquido. Para el diseño del separador en cuestión, se considerará un tamaño excedente para permitir la separación del caudal máximo de líquido, incluyendo un 20% de codisolvente. Dado que es posible trabajar con diversos codisolventes, se tomará como referencia aquel con mayor gravedad relativa, en este caso, el agua. Esto asegurará un tiempo de residencia suficiente para la separación eficiente de todos los demás codisolventes.

4.7 Velocidad de diseño del gas.

La determinación de la velocidad de diseño del gas en el separador se puede realizar mediante la siguiente ecuación, derivada de:

Donde:

$$V_g = K \sqrt{\frac{(\rho_l + \rho_g)}{\rho_g}}$$

Donde: La Ecuación es denominada la Souders – Brown

ρ_l : densidad del líquido (lb/ft³).

ρ_g : densidad del gas (lb/ft³).

K: constante.

Valores “K” para el cálculo del tamaño del recipiente.

El valor de la constante K es uno de los parámetros de relevancia que se tienen en el momento de predecir el comportamiento de los fluidos dentro de un recipiente. En cierto modo, es el valor que acerca o aleja las predicciones del funcionamiento real del sistema.

En el caso de los separadores horizontales, la selección de la constante de (Souders, 1934) se basa en la relación longitud/diámetro del recipiente, considerada de costura a costura.

Existen varias fuentes en donde uno puede informarse sobre el valor de los K_s referente a distintas aplicaciones. En las siguientes secciones nos dedicaremos a discutir tres fuentes (Institute, 2022).

El API 12J recomienda rangos de los valores.

K_s para separadores verticales y horizontales. Éstos se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3 Fuente: Parámetros de Dimensionamiento Separadores Gas- Líquido (Brunner, 2018)

Type	Height or Length, ft (m)	Typical K_s range, ft/sec	Typical K_s range, m/s
Vertical	5 (1.52)	0.12 to 0.24	0.037 – 0.073
	10 (3.05)	0.18 to 0.35	0.055 – 0.107
Horizontal	10 (3.05)	0.40 to 0.50	0.122 to 0.152
	Other Lengths	0.40 to 0.50 $(L/10)^{0.56}$	0.122 to 0.152 $(L/3.05)^{0.56}$

En el proceso de cálculo, la constante k , será tomada teniendo en cuenta la tabla anterior, en este caso se obtiene que $k=0,5$
Finalmente, se puede calcular la ecuación.

$$V_g = 0.5 \text{ ft/s} * \sqrt{\frac{(62.173 \text{ lb/ft}^3 - 0.78957 \text{ lb/ft}^3)}{0.78957 \text{ lb/ft}^3}}$$

$$V_g = 4.961 \text{ ft/s} = 1.5121128 \text{ m/s}$$

ρ_l : densidad del líquido 62.173 (lb/ft³).

ρ_g : densidad del gas 0.78957 (lb/ft³).

K : constante 0.5 ft/s.

La velocidad de diseño del gas en el separador S-1 es de aproximadamente 4.96 ft/s (1.51 m/s)

4.8 Tasa del flujo volumétrico del gas.

La determinación de la tasa del flujo volumétrico del gas en las condiciones de operación del separador se aborda a través de dos enfoques: la aplicación de la ley combinada de los gases o la división de la tasa másica entre la densidad del gas en esas mismas condiciones.

Este aspecto técnico es crucial para el diseño y funcionamiento del sistema de extracción. Investigaciones en la literatura científica, como el estudio realizado por (Bernardo-Gil, 2007), han explorado la relación entre el flujo volumétrico del gas y la eficiencia de la extracción supercrítica. El diseño y la consideración de esta tasa de flujo volumétrico del gas está respaldada por la comprensión de la importancia de una estimación precisa. La selección del método adecuado para calcularla se fundamenta en las investigaciones científicas que demuestran su impacto en la eficiencia y el rendimiento del proceso de extracción supercrítica.

Realizando los cálculos, obtenemos:

$$Q_s = \frac{W_g}{\rho_g}$$

$$Q_s = \frac{V_g * \pi r^2}{\rho_g}$$

$$Q_s = \frac{1.51 \text{ m/s} * \pi * 0.073 \text{ m}}{1976 \text{ m}^3}$$

$$Q_s = 0.00175 \text{ m}^3/\text{s}$$

Para calcular el área de la sección transversal que permite el flujo normal del gas dentro del separador, utilizamos la siguiente fórmula:

Sustituyendo los valores:

$$A_s = \frac{Q_s}{V_g}$$

$$A_s = \frac{0.00175 \text{ m}^3/\text{s}}{1.51 \text{ m/s}}$$

$$A_s = 0.0001158 \text{ m}^2$$

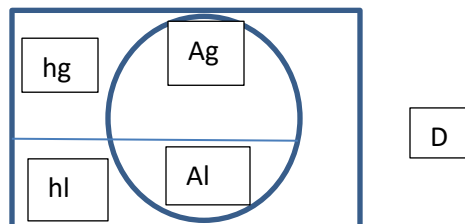
Por lo tanto, el área de la sección transversal que permite el flujo normal del gas dentro del separador es aproximadamente 0.0001158 metros cuadrados.

4.9 Diámetro del recipiente:

Al emprender el diseño de un separador, es esencial considerar tanto las ventajas como las desventajas de los equipos disponibles, ya sean verticales u horizontales, y analizar la cantidad de fluidos a manejar. Si se trata de grandes volúmenes, un separador horizontal sería más adecuado debido a su capacidad superior para llevar a cabo la separación. La secuencia de cálculos y una comparación de costos entre los diferentes tipos de recipientes son factores que determinarán la viabilidad de emplear un recipiente específico.

El proceso de determinar el diámetro del recipiente horizontal se fundamenta en la relación h_g/D , que se ilustra en la figura 1 de los separadores horizontales. Inicialmente, se asigna la mitad de la sección transversal al gas ($h_g/D = 0.5$) y la otra mitad al líquido. Sin embargo, se establece una altura mínima de vapor por encima del nivel de líquido, la cual es al menos el 20% del diámetro del recipiente o 15 cm, eligiendo el valor más grande entre ambos criterios.

Figura 4 Separador horizontal.



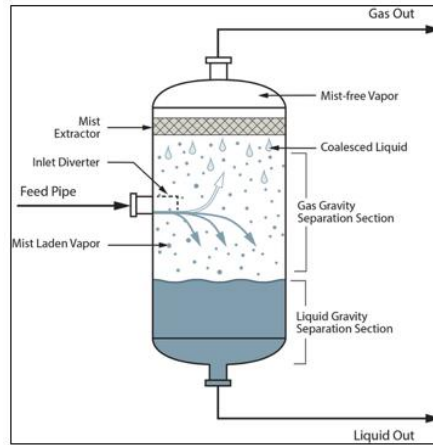
En el diseño de separadores verticales, surge una dimensión constante conocida como "R", que establece la relación entre la longitud de la sección superior (L_{ss}) y el diámetro (D) del separador. Esta constante desempeña un papel crucial en la determinación de un diseño óptimo y rentable. En este sentido, se elige un valor para "R" que se encuentre en

En el diseño de separadores verticales: Existe una constante dimensional llamada R, que permite establecer la relación entre la longitud de la sección superior (L_{ss}) y el diámetro (D) del separador. Esta constante es crucial para determinar el diseño más eficiente y económico, y se selecciona un valor de R dentro del rango entre 3 y 4. Es importante destacar que, en casos específicos de diseño de separadores verticales, la altura del líquido puede generar restricciones y permitir valores de relación longitud/diámetros más bajos, lo que también debe ser considerado en el proceso de diseño el diseño de estos elementos en términos más amplios determinan la cantidad de líquido arrastrado que permanece en la fase gaseosa. Los diseños más comunes para estos componentes son los de tipo malla (fibras metálicas) y rejillas, seguidos por los diseños de ciclones axiales depuradores. La Figura 2 ilustra la ubicación y la función típica de un extractor en un separador vertical.

Estas consideraciones alinean el criterio vertical con las perspectivas científicas como ideal en el funcionamiento, para el análisis y cálculos se realiza de manera horizontal presentes en la literatura especializada sobre separadores y fluidos supercríticos.

Este proceso implica una iteración para encontrar el valor adecuado de h_g/D que cumpla con los requisitos de altura de vapor y proporción L/D . En este caso, se determina $h_g/D = 0.73$ como resultado del análisis.

Figura 5. de los separadores horizontales (Campbell, 2014)



Para la determinación de la longitud del cilindro (L), se supone una longitud de sección a costura del recipiente de 39.56 cm y se evalúan varias longitudes

$$L = 1.29 \text{ ft} = 39.5656 \text{ cm} = 0.3956 \text{ m}$$

El volumen de retención del líquido (V_l) se calcula multiplicando el área transversal (A) por la longitud (L) del recipiente, lo que da como resultado V_l = 0.0069 m³ y A = 0.0176.71 m².

El flujo volumétrico del líquido (Q) se determina a partir del caudal másico (W_l), la longitud (l) y la densidad (ρ), obteniendo Q = 2.22 × 10⁻⁵ m³/s.

$$Q_l = \frac{0.0069 \text{ m}^3/\text{s} * 1.51}{468 \text{ kg/m}^3}$$

El tiempo de retención del líquido (tr_l) se calcula dividiendo el volumen de retención (V_l) entre el flujo volumétrico del líquido (Q_l) y multiplicando por 60 para obtener minutos. Esto nos proporciona tr_l = 5.1 min.

$$t_r = \frac{v_l}{60 * Q_l}$$

$$t_r = \frac{0.0069 \text{ m}^3}{60 * 2.22 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}}$$

$$t_r = 5.1 \text{ m}$$

La relación L/D se verifica para asegurar un diseño adecuado del separador. En este caso, $L/D = 39,56/15 = 2.63$, lo que indica que el valor inicial asumido de $K = 2.63$ al inicio del cálculo es insatisfactorio.

Finalmente, para acomodar indicadores de nivel y controles, se agrega un mínimo de 7.5 cm adicionales a las dimensiones obtenidas para lograr la separación requerida obteniendo una $L = 47,06$ lo que indica que el valor inicial asumido de $K = 3.13$ al inicio del cálculo es válido y satisfactorio.

Estas consideraciones y cálculos están en línea con los enfoques científicos presentes en los estudios de fluidos supercríticos, como los artículos de referencia citados en la bibliografía (García E. I., 200).

Con las consideraciones anterior el diámetro interno será 15 cm de y longitud interna será 47.06 cm y Caso prácticos estos valores se dividirán por dos para el cálculo posteriores.

4.10 Diámetro de la boquilla de entrada:

El dimensionamiento adecuado de la boquilla de entrada es esencial para asegurar un flujo fluido en el separador. Para esto, nos basamos en las fórmulas propuestas por (MEDINA, 2014).

$$D_{boquilla} = \sqrt{\frac{4 * (Q_l + Q_g)}{V_{boquilla} * \pi}}$$

Primero, calculamos la densidad de la mezcla formada por el líquido y el gas, lo cual nos permite determinar la velocidad del fluido en la entrada del recipiente. La densidad se calcula como:

$$\rho_m = \frac{W_l + W_g}{Q_l + Q_g}$$

Se halla la densidad de la mezcla formada por el líquido y el gas y con ella se determina la velocidad del fluido en la entrada del recipiente. Para calcular la densidad de la mezcla se procede así:

$$\rho_m = \frac{W_l + W_g}{Q_l + Q_g} = 213.4 \text{ Kg/m}^3$$

$$Q_l = 2.22 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}.$$

$$Q_g = 0.00175 \text{ m}^3/\text{s}$$

ρ_l : densidad del líquido 62.173 (lb/ft³).

ρ_g : densidad del gas 0.78957 (lb/ft³).

$$W_g = 1.51 \text{ m/s} * \pi * 0.073 \text{ m} = 0.3462$$

$$W_l = 1.51 \text{ m/s} * \pi * 0.0069 \text{ m} = 0.032$$

Donde $\rho = 0.985 \text{ lb/ft}^3$ (valor hipotético).

Luego, calculamos la velocidad del gas en la boquilla:

$$V_{boquilla} = \frac{80}{\sqrt{213.4}} = 5.47 \text{ m/s}$$

$$\rho_m = 213.4 \text{ Kg/m}^3$$

$$V_{boquilla} = 5.47 \text{ m/s}$$

Aplicamos la fórmula que define la velocidad admisible en la boquilla para permitir la entrada de la mezcla en el separador. Esta velocidad está establecida en un 80% de la velocidad de erosión correspondiente al flujo continuo.

Es relevante resaltar que existe un límite superior para la velocidad real del fluido en la boquilla. A pesar de que la fórmula podría indicar un valor por encima de 9,1 m/s, hemos establecido un límite conservador de 9,1 m/s para prevenir problemas operativos.

4.11 Dimensionamiento de los tanques

Con el propósito de garantizar el funcionamiento eficiente de la planta de extracción supercrítica, resulta de suma importancia disponer de tanques adecuados para el almacenamiento de disolventes, productos finales y material reciclado. En esta sección, se proporcionará un procedimiento detallado de cálculo necesario para diseñar los tanques de

proceso. Estos tanques incluyen el destinado al almacenamiento del CO₂ condensado, el pulmón de recuperación al que llega el CO₂ recuperado y el tanque de almacenamiento del codisolvente.

En ciertos casos, resulta beneficioso agregar un codisolvente al proceso de extracción supercrítico para mejorar el rendimiento del proceso. Sin embargo, esta adición suele ser mínima, con el propósito de evitar etapas adicionales de separación entre el producto extraído y el codisolvente.

En relación a los tanques destinados al almacenamiento de CO₂, ambos cumplen la función de ser tanques de proceso. El primer tanque se encarga de retener CO₂ condensado a una presión de 60 bar y una temperatura de 5°C, preparándolo para su introducción en el proceso de extracción. Por otro lado, el segundo tanque, al cual llegan tanto el CO₂ recuperado como el CO₂ proveniente del sistema de recepción (este último siempre que sea necesario), opera como un colchón durante la etapa de recepción del CO₂. Esta función consiste en facilitar su transferencia posterior en las condiciones adecuadas hacia el tanque de proceso.

4.12 Diseño del tanque de proceso.

Bases de diseño. Clasificación del producto.

Dióxido de carbono, CO₂: Punto de sublimación: -79°C

Presión de vapor a 20°C: 58,33 kg/cm²

Punto de fusión: -56,6°C a 5,2 atm.

Tipo de almacenamiento.

La determinación de la capacidad del depósito es crucial en su diseño, y esto se basa en la cantidad de CO₂ condensado que deberá contener. Para lograrlo, se realiza una estimación fundamentada en el volumen de todos los equipos de la planta: el extractor, separadores y un incremento del 20% para el volumen que contenido en la línea de tubería y en los equipos de intercambio de calor. Esta cifra, claramente sobredimensionada, servirá como

punto de referencia para el diseño del tanque de proceso. Sin embargo, es imperativo recordar que el dióxido de carbono almacenado en el tanque de proceso estará en estado líquido condensado bajo condiciones de 5°C y 60 bar.

$$V_{total} = V_{extractor} + V_{separador} + 20\%$$

$$V_{total} = 537cm^2 + 352cm^2 + 178cm^3$$

$$V_{total} = 1067cm^3$$

$$V_{total} 1,07 \times 10^{-3} m^3$$

El depósito de almacenamiento se construirá utilizando un material apropiado que sea compatible tanto con las condiciones de almacenamiento como con la naturaleza del producto almacenado. Por este motivo, se ha optado por el uso de acero SS-316. El diseño se llevará a cabo de acuerdo con las reglamentaciones técnicas vigentes sobre la materia y con códigos o normas de reconocida. Para el desarrollo del presente proyecto se utilizará el Código ANSI/ASME

Los datos de inicio que se conocen para el tanque de proceso son los siguientes:

Volumen: $1,07 \times 10^{-3} m^3$

Presión de diseño: 74,39 kg/cm²

Temperatura de diseño: 20 °C

Material: Acero SS-316

Tensión máxima admisible: 1406,2 kg/cm²

Margen de corrosión: 3mm

Dimensiones: diámetro 0.18 m Alto 0.59 m

4.13 Altura de la columna de líquido.

La altura del nivel de líquido en el depósito se establecerá de manera que se disponga de un espacio libre equivalente al 20% del nivel del líquido. Por lo tanto, tenemos: $H_{total} = H_{liquido} + 0.20 * H_{liquido} = 1.20 * H_{liquido}$

$$H_{total} = 0.708 \text{ m}$$

4.14 Cálculo de espesores.

El cálculo mecánico del tanque consiste, básicamente, en el cálculo de los espesores, tanto de la envolvente como de los fondos que constituyen el recipiente. Se realiza esta determinación siguiendo el código ASME Sección VIII División I, que indica los métodos de cálculo para dichos espesores. Para comenzar el cálculo se deben disponer de los datos básicos del proyecto como: Presión y temperatura del proyecto, las cargas debidas al viento, coeficiente sísmico, tipo de material, dimensiones del equipo, margen de corrosión.

Se despreciará la carga o presión ejercida por el viento, ya que el depósito se encuentra emplazado dentro de un recinto; por este mismo hecho, se considerará que la instalación no está sometida a presión externa. Por otro lado, tampoco se considerará el efecto sísmico dada la localización geográfica de la zona de implantación.

$$t = \frac{P * D}{2 * (SE + PY)} + C$$

Donde:

- a) t espesor del cuerpo cilíndrico (in).
- b) P presión de diseño (lb/in²).
- c) D diámetro del recipiente cilíndrico (in).
- d) SE esfuerzo máximo permisible, obtenido (Sonelastic, s.f.)(lb/in²).
- e) C Sobre espesor de corrosión, según el Reglamento de Aparatos a Presión (in).
- f) Coeficiente cuyos valores se encuentran en para Aceros comunes y aceros de baja aleación 0.3

Sustituyendo los valores proporcionados:

$$P= 1058.1 \text{ lb/in}^2$$

$$D= 18 \text{ cm} = 7.09 \text{ in}$$

$$SE= 20000 \text{ lb/in}^2$$

$$Y= 0.3$$

$$C= 0.059 \text{ in}^2$$

Calculamos el espesor:

$$t = \frac{1058.1 * 7.09}{2 * (20000 + 1058.1 * 0.3)} + 0.059$$

$$t= 0.24 \text{ in} = 0.61 \text{ cm}$$

4.15 Diseño del pulmón de recuperación.

El tanque pulmón de recuperación es aquel que recibe el CO₂ recuperado del proceso de extracción y el CO₂ del sistema de recepción, este tanque actúa como un colchón que recibe CO₂ y lo envía de forma continua al tanque de proceso. En la figura se puede visualizar un esquema de esta parte del proceso.

Figura 6. Diagrama de procesos (Brunner, 2018)

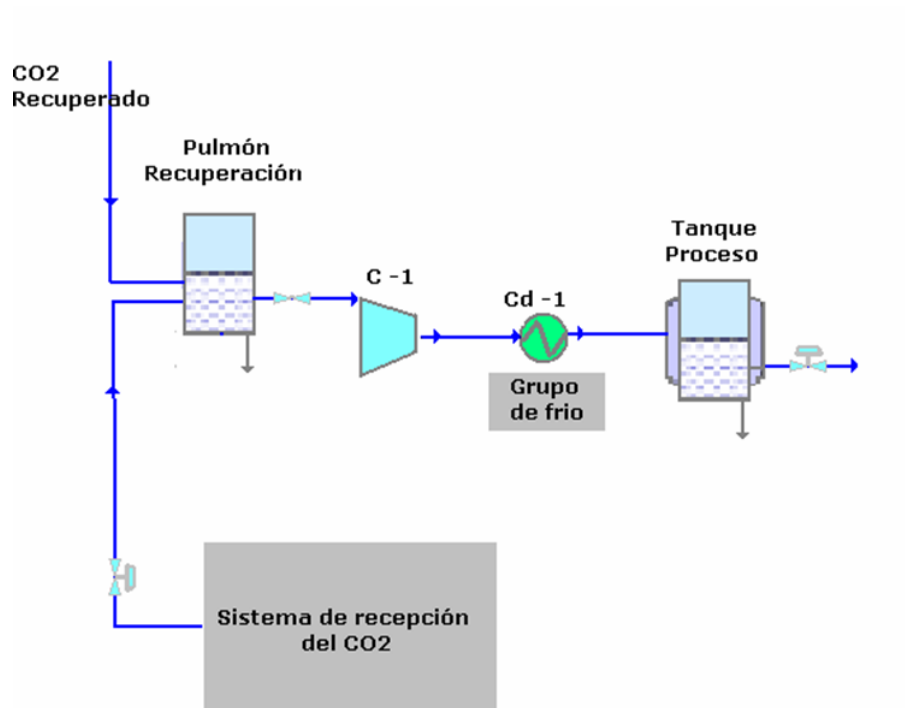


Figura 3. Diagrama de procesos

Los datos de inicio que se conocen para el tanque de proceso son los siguientes:

Volumen $1,07 \times 10^{-3} \text{ m}^3$

Presión de diseño kg/cm^2 74,39

Temperatura de diseño $^{\circ}\text{C}$ 20

Material SS-316

Tensión máxima admisible kg/cm^2 1406,2

Margen de corrosión mm 3

Dimensiones diámetro 0.18 m Alto 0.59 m

4.16 Altura de la columna de líquido.

La altura del nivel de líquido en el depósito se establecerá de manera que se disponga de un espacio libre equivalente al 20% del nivel del líquido. Por lo tanto, tenemos: $H_{total} = H_{liquido} + 0.20 * H_{liquido} = 1.20 * H_{liquido}$

$$H_{total} = 0.708 m$$

4.17 Cálculo de espesores.

El cálculo mecánico del tanque consiste, básicamente, en el cálculo de los espesores, tanto de la envolvente como de los fondos que constituyen el recipiente. Se realiza esta determinación siguiendo el código ASME Sección VIII División I, que indica los métodos de cálculo para dichos espesores. Para comenzar el cálculo se deben disponer de los datos básicos del proyecto como: presión y temperatura del proyecto, las cargas debidas al viento, coeficiente sísmico, tipo de material, dimensiones del equipo, margen de corrosión. Se despreciará la carga o presión ejercida por el viento, ya que el depósito se encuentra emplazado dentro de un recinto; por este mismo hecho, se considerará que la instalación no está sometida a presión externa. Por otro lado, tampoco se considerará el efecto sísmico dada la localización geográfica de la zona de implantación.

$$t = \frac{P * D}{2 * (SE + PY)} + C$$

Donde:

- g) t espesor del cuerpo cilíndrico (in).
- h) P presión de diseño (lb/in²).
- i) D diámetro del recipiente cilíndrico (in).
- j) SE esfuerzo máximo permisible, obtenido (Sonelastic, s.f.)(lb/in²).
- k) C Sobre espesor de corrosión, según el Reglamento de Aparatos a Presión (in).
- l) Y: Coeficiente cuyos valores se encuentran en para Aceros comunes y aceros de baja aleación 0.3

Sustituyendo los valores proporcionados:

$$P = 300\text{bar} + 20\% = 360\text{ bar} = 5290,54\text{ lb/in}^2$$

$$D = 18\text{ cm} = 7,09\text{ in}$$

$$SE = 20000\text{ lb/in}^2$$

$$Y = 0.3$$

$$C = 0.059\text{ in}^2$$

Calculamos el espesor:

$$t = \frac{5290.54 * 7.09}{2 * (20000 + 5290.54 * 0.3)} + 0.059$$

$$t = 0.92\text{ in} = 2,34\text{ cm}$$

4.18 Cálculo de los intercambiadores de calor.

Las dimensiones de un intercambiador de calor no se determinan únicamente por consideraciones de transferencia de calor. Para establecer las dimensiones generales y el número de tubos en el intercambiador, es esencial tener en consideración los problemas usuales de diseño de intercambiadores de calor que consisten en idear una unidad con un rendimiento dado, en cuanto a transferencia de calor, es decir, efectividad dada sujeto a ciertas restricciones, como, por ejemplo: bajo costo de capital, bajo costo de operación, limitaciones en cuanto a tamaño, forma, peso y facilidad de mantenimiento.

4.19 Bases de diseño.

Previo a los extractores, recibe la corriente de disolvente previamente bombeada. Se considerará la etapa de bombeo del fluido como un proceso isentrópico y mediante el diagrama se determinará el aumento de temperatura que supone (20°C).

Este resultado se validará consultando la base de datos del NIST.

El cambiador de calor CC-1 será capaz de aumentar la temperatura del disolvente hasta 80 °C. Los datos de partida que se conocen para el cambiador CC-1 son los siguientes:

Intercambiador CC-1 CO2 Vapor Sat.

T entrada 20 °C a 111,35 P(bar)

T salida 80 °C 111,35 P(bar)

P 300 1,5(bar)

Q 30 (Kg/h)

Realizando el balance de entalpías correspondiente, podremos determinar el caudal necesario de vapor saturado. El calor intercambiado se puede definir como la capacidad de intercambio del equipo, y es igual al calor cedido por el fluido caliente o absorbido.

$$Q = M * (H_1 - H_2) = m * (h_2 - h_1)$$

Las mayúsculas se emplean para el fluido caliente (Vapor saturado) y las minúsculas para el frío (CO2), y siendo 1 y 2 la entrada y salida, respectivamente. En primer lugar, calcularemos el calor intercambiado cedido por el CO2:

$$Q = m * (h_2 - h_1) = 30 * (0,084 - 0,056) = 0.84 \text{ }^{kcal}/kg$$

$$h_1 = 0.056 \text{ }^{Kcal}/kg$$

$$h_2 = 0.084 \text{ }^{kcal}/kg$$

Calcular entonces la cantidad de vapor saturado necesario

$$Q = M_{vapor} * (H_{V sat} - H_{L sat})$$

$$M_v = \frac{0.84}{643.37 - 111.65} = 0.0015 \text{ }^{kcal}/kg$$

4.20 Diseño del cambiador de calor cc-2.

Justo antes de llegar al separador S-1, la corriente de cartuchos pasa por una reducción de presión en el BPR-1. En este proceso, se considera que la disminución de presión del fluido es:

El intercambiador de calor CC-2 tiene la función de elevar la temperatura del cartucho hasta 30°C, antes de ingresar al separador S-1. Los datos inician con:

Entrada de CO₂: -49,37 °C

Entrada de vapor saturado: 111,35 °C

Salida de CO₂: 30 °C

Presión: 7 bares

Caudales: 30 Kg/h

$$Q = m * (h_2 - h_1) = 30 * (0.121 - 0.084) = 1.11 \text{ kcal/kg}$$

$$h_1 = 0.084 \text{ kcal/kg}$$

$$h_2 = 0.121 \text{ kcal/kg}$$

Calcular entonces la cantidad de vapor saturado necesario

$$Q = M_{\text{vapor}} * (H_{V \text{ sat}} - H_{L \text{ sat}})$$

$$M_v = \frac{1.11}{643.37 - 111.65} = 0.00208 \text{ kcal/kg}$$

$$h_{l \text{ sat}} = 111.65 \text{ kcal/kg}$$

$$h_{v \text{ sat}} = 643.37 \text{ kcal/kg}$$

4.21 Cálculo del espesor

Para calcular el espesor de los tubos se utilizará la siguiente expresión la cual es válido para los dos intercambiados

$$t = \frac{P * D}{2 * (SE + PY)} + C$$

Donde:

- g) t espesor del cuerpo cilíndrico (in).
- h) P presión de diseño (lb/in²).
- i) D diámetro del recipiente cilíndrico (in).
- j) SE esfuerzo máximo permisible, obtenido (Sonelastic, s.f.)(lb/in²).
- k) C Sobre espesor de corrosión, según el Reglamento de Aparatos a Presión (in).
- l) Y: Coeficiente cuyos valores se encuentran en para Aceros comunes y aceros de baja aleación 0.3

Sustituyendo los valores proporcionados:

$$P = 1058.1 \text{ lb/in}^2$$

$$D = 1.27 \text{ cm} = 0.5 \text{ in}$$

$$SE = 20000 \text{ lb/in}^2$$

$$Y = 0.4$$

$$C = 0.059 \text{ in}^2$$

Calculamos el espesor:

$$t = \frac{1058.1 * 0.5}{2 * (20000 + 1058.1 * 0.4)} + 0.059$$

$$t = 0.0129 \text{ in} = 0.03 \text{ cm} \quad \text{Tubing de } \frac{1}{2} \text{ acero inoxidable AISI 316}$$

4.22 Elección de las bombas.

Dado el requisito de alta presión en el sistema y basándonos en la experiencia adquirida en plantas industriales similares, ambas bombas serán de desplazamiento positivo o volumétrico. Atendiendo a las condiciones que debe facilitar cada una de ellas puede especificarse que la bomba B-1 será de tipo diafragma y la bomba B-2 de tipo pistón.

Datos de partida

Los pasos a seguir en el proceso de cálculo de las bombas son los siguientes:

- a) Determinación de la presión de aspiración.
- b) Determinación de la presión de impulsión.
- c) Altura total de aspiración.
- d) Altura total de impulsión.
- e) Altura total diferencial.
- f) Potencia absorbida por la bomba.
- g) Potencia absorbida por el motor.

En primer lugar, será necesario caracterizar perfectamente las líneas de impulsión y aspiración, así como las propiedades de los fluidos que circulan por ellas.

Debe tenerse en cuenta que se considerará a la etapa de bombeo del fluido como un proceso isentrópico.

Este resultado se validará consultando la base de datos del NIST. DATOS DE PARTIDA.

Caudal: $0.00175 \text{ m}^3/\text{s}$

Temperatura E/S: 5/ 22 °C

Velocidad de aspiración: 1,595 m/s.

Velocidad de impulsión: 1,496 m/s.

Densidad E/S: 917,16/ 977,48 kg/m³.

4.23 Cálculo de la potencia absorbida por la bomba.

$$P_b = \frac{Q * \rho * g * H_{TOTAL}}{\eta}$$
$$P_b = \frac{0.00175 \text{ m}^3/\text{s} * 213.4 \text{ Kg}/\text{m}^3 * 9.81 \text{ m}/\text{s}^2 * 3461 \text{ m}}{0.7}$$

$$p_b = 1810 \text{ w}$$

$$p_b = 2.43 * 0.25\% = 3 \text{ hp}$$

La potencia de bombeo a sustituir en la expresión será un 25% superior al calculado, esto es debido a que las bombas suelen sobredimensionarse respecto al caudal.

4.24 Cálculo de la potencia absorbida por el motor.

Motor acople Bomba Motor

$$P_M = \frac{p_b}{\eta_m * \eta_{acople}}$$

$$P_M = \frac{3}{0.8 * 0.9} = 4.1 \text{ hp}$$

Es habitual aplicar un factor de seguridad al motor siguiendo las recomendaciones de acuerdo con la tabla, se empleará un 15% de factor seguridad:

$$P_M = 4.1 \text{ hp} * 0.15\% = 4.79 \text{ hp}$$

4.25 Cálculos para la bomba b-2.

Se procede del mismo modo que para la bomba anterior. No obstante, dado que el aumento de presión no es demasiado elevado se supondrá que el aumento de temperatura en la corriente puede despreciarse.

DATOS DE PARTIDA.

Caudal: 1 kg/h.

Temperatura: 20°C.

Velocidad de aspiración: 1,404m/s.

Velocidad de impulsión: 1,404m/s.

Densidad: **797** kg/m³ 0,797 g/cm³

4.26. Cálculo de la potencia absorbida por la bomba.

$$P_b = \frac{Q * \rho * g * H_{TOTAL}}{\eta}$$

$$P_b = \frac{= 0.00175 \text{ m}^3/\text{s} * 797 \text{ Kg}/\text{m}^3 * 9.81 \text{ m}/\text{s}^2 * 3461 \text{ m}}{0.7}$$

$$p_b = 1810 \text{ w}$$

$$p_b = 2.43 * 0.25\% = 3 \text{ hp}$$

La potencia de bombeo a sustituir en la expresión será un 25% superior al calculado, esto es debido a que las bombas suelen sobredimensionarse respecto al caudal.

4.27 Cálculo de la potencia absorbida por el motor.

Motor acople Bomba Motor

$$P_M = \frac{p_b}{\eta_m * \eta_{acople}}$$

$$P_M = \frac{3}{0,8 * 0,9} = 4.1 \text{ hp}$$

Es habitual aplicar un factor de seguridad al motor siguiendo las recomendaciones de acuerdo con la tabla, se empleará un 15% de factor seguridad:

$$P_M = 4.1 \text{ hp} * 0.15\% = 4.79 \text{ hp}$$

4.28 Conclusiones

En el ámbito de la extracción supercrítica, la selección y diseño de equipos son aspectos críticos para garantizar la eficiencia y el éxito del proceso. Los equipos utilizados, como los extractores, separadores y tanques de almacenamiento, desempeñan un papel fundamental en el manejo y procesamiento de los componentes involucrados.

El diseño del separador es crucial para asegurar la separación adecuada de las fases gas-líquido y mantener la eficiencia de la extracción. La elección de un cilindro adecuado para aislar la mezcla y la consideración de parámetros como el punto crítico del solvente contribuyen a la optimización del proceso de separación.

La determinación de la relación entre masa alimentación y volumen útil del extractor, así como la consideración de la granulometría de la materia prima, son pasos esenciales en el diseño del equipo extractor.

Bibliografía

- Ainia. (2022). *Encuentro Ibérico de Fluidos Supercríticos (EIFS2022)*. Obtenido de <https://www.ainia.es/ainia-news/procesos-fluidos-supercriticos-herramienta-innovacion/>.
- Andres, H. b. (2002). Estudio del proceso de extracción de componentes minoritarios de aceite de oliva con CO₂ supercrítico en contracorriente. *UAM_Biblioteca*, 45-65.
- Aquino, R. C. (207). Diseño de la automatización para una planta piloto de extracción por fluido supercrítico utilizando co₂ como solvente. *Pontificia Universidad Católica Del Perú*, 24-26.
- Bernardo-Gil, M. E. (1993). El uso de fluidos supercríticos en la industria de aceites alimentarios. *Lisboa Codex. PORTUGAL*, 1-5.
- Bernardo-Gil, M. E. (1993). El uso de fluidos supercríticos en la industria de aceites alimentarios. *1096 Lisboa Codex*.
- Bernardo-Gil, M. G. (2007). Modeling the Supercritical Fluid Extraction of Hazelnut and Walnut Oils. *Centre for Biological and Chemical Engineering*, 2980-2984 .
- Brunner, G. (2018). Calculation of phase equilibria and their relation to separation with supercritical fluids. *Universidad Tecnológica de Hamburgo*, 2-11.
- Campbell, J. (2014). *Gas Conditioning and Processing, Norman, , 2014*. Oklahoma: Editors Hubbard, R. and Snow–McGregor,.
- Capuzzo, A. (2013). Extracción de fluidos supercríticos de sabores y fragancias vegetales. *Molecular*.
- Castro, L. d. (199). *Extracción con Fluidos Supercríticos en el proceso de análisis*. Barcelona: Reverte.S:A.
- Comisión Europea. (2006). Prevención y control integrados de la contaminación. *Instituto de Estudios Tecnológicos Prospectivos*, 41-42.
- Comisión Europea . (2006). *Prevención y control integrados de la contaminación*. España: Instituto de Estudios Tecnológicos Prospectivos.
- Contreras, J. L. (2015). Las plantas de extractos. Bases para un plan de desarrollo del sector. *Universidad De Almería*, 13-15.
- David, S. D. (2019). Viabilidad Técnica para el almacenaminto del Co₂. *Instituto Politécnico Nacional*, 23-24.
- Dean W. Matson, J. L. (1987). Rapid expansion of supercritical fluid solutions. *Date Print*, 11-26.
- Domínguez, L. (2019). Tecnologías para la Industria Alimentaria. *Alimentos Argentinos – MinAgri*, 1-12.
- Dorado, D. J. (2016). Extracción con CO₂ Supercrítico de Aceite de Semillas . *Información Tecnológica*, 37-48.
- Effi, M. (s.f.). <http://www.pidengtech.com/products-and-services/microactivity-effi>. Obtenido de <http://www.pidengtech.com/products-and-services/microactivity-effi>.
- Fernando, C. M. (2004). Introducción a la obtención de aceite . *Universidad del Centro Educativo Latinoamericano Rosario*.
- García, E. I. (200). *Diseño de una planta multifuncional para la extracción de hollejo de uva tinta mediante disolventes a alta presión*. Cádiz España: universidad Cádiz.
- García, E. L. (2007). *Diseño de una planta multifuncional para la extracción de hollejo de uva tinta mediante disolvente a alta presión*. Cádiz de España de Andalucía: Universidad de Cádiz .
- Goli, A. H. (2005). Antioxidant activity and total phenolic compounds of pistachio . (*Pistachia vera*) hull extracts, *Food Chemistry*,, 92, 521-525.

- Gomis, A. M. (1998). INTRODUCCIÓN A LAS OPERACIONES DE SEPARACIÓN. *Universidad de Alicante*, 19-22.
- Gomis, A. M. (1998). *INTRODUCCIÓN A LAS OPERACIONES DE SEPARACIÓN*. Alicante: Universidad de Alicante.
- Grigonis, D. P. (2005). Comparison of different extraction techniques for isolation of antioxidants from sweet grass. *J. Supercrit. Fluids*, , 33, 223-233.
- Helmuetter, S. C. (2018). Mass Balance Analysis for Batch CO₂ Cannabis Sativa. *chromatography*, 52-56.
- Hidalgo Quinga, P. M. (2022). *Extracción mediante CO₂ supercrítico de compuestos bioactivos de la hoja de ortiga*. Quito: *Urtica leptophylla* Kunth.
- Iberfluid. (s.f.). *Plantas de fluidos supercríticos*. Obtenido de <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>.
- Institute, A. P. (2022). Norma API 12J. *Instituto Estadounidense del Petróleo*.
- Jhon Alexander Posada. (s.f.). Fluidos supercríticos. Un fluido supercrítico. En *Avances de investigación en la producción de biocombustibles* (págs. 1-34). bogota: Universidad nacional de colombia .
- Kankala, R. K. (2017). Tecnología de fluidos supercríticos: énfasis en la administración de fármacos y aplicaciones biomédicas relacionadas. *Materia de Salud Avanzada*, 16-22.
- KING, J., & LIST, G. “. (1996). Supercritical Fluid Technology in Oil and Lipid . *Chemistry” OACS Press (Illinois)* .
- lack, E. A. (1985). Kriterien zur Auslegung von Anlagen für die Hochdruckextraktion von Naturstoffen. *Institut für Verfahrenstechnik Der Technischen Universität Graz*, 15.
- Martínez, J. A. (2003). Multicomponent model to describe extraction of ginger oleoresin with supercritical carbon dioxide. *Ind. Eng. Chem.* , 42, 1057-1063.
- Medina, N. (2014). *Diseño de un Separador Vertical*. Bolivia: Universidad Autónoma .
- Mukhopadhyay, M. (2000). Natural Extracts Using Supercritical Carbon Dioxide. *Editorial CRC Press LLC*, 337.
- Nausa, C. A. (2022). Modelamiento y Simulación del Proceso de Extracción de Cannabinoides con CO₂. *Fundación Universidad de América*, 130-135.
- Navarro, L. M. (2011). Aplicación de procesos de separación con CO₂ supercrítico a la producción. *CONSEJO ECONÓMICO Y SOCIAL DE ARAGÓN*, 45.
- Nichols, L. (s.f.). *Determinar qué solvente usar*. Obtenido de Las bibliotecas de LibreTexts : [https://espanol.libretexts.org/Quimica/Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica/T%C3%A9cnicas_de_Laboratorio_de_Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica_\(Nichols\)/03%3A_Cristalizaci%C3%B3n/3.03%3A_Elecci%C3%B3n_de_Solvente](https://espanol.libretexts.org/Quimica/Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica/T%C3%A9cnicas_de_Laboratorio_de_Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica_(Nichols)/03%3A_Cristalizaci%C3%B3n/3.03%3A_Elecci%C3%B3n_de_Solvente)
- Ochoa Espinoza. (2017). Diseño de una planta piloto de extracción bio-botánica utilizando dióxido de carbono supercrítico. *Pontificia Universidad Católica del Perú*), 13.
- Ochoa Espinoza, J. C. (2017). *Diseño de una planta piloto de extracción bio-botánica utilizando dióxido de carbono supercrítico*. Perú: PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATOLICA .
- Pavlović, N. (2016). Supercritical CO₂ Extraction of Sea Buckthorn . *Food in Health and Disease*, 55-61.
- Pol. Ind. Alcobendas C/ Francisco Gervás. (s.f.). <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>. Obtenido de <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>.

- Procesos especiales como separación por membranas o adsorción sobre carbón activado o intercambiadores de iones. (2004). *Universidad autonoma de barcelona* , 19-22.
- Ram b.guptu, J.-j. s. (2007). Solubility in supercritical carbon dioxide . *crc press*, 50-58.
- Ramírez, P. F. (2004). Separation of rosemary antioxidant compounds by supercritical fluid chromatography . *J. Chromatogr. A*, 1057, 241-245.
- Reinaldo J. Velasco*, H. S. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos. *Información Tecnológica*, 53-56.
- Reinaldo J. Velasco*, H. S. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria. *SciELO Analytics*.
- Reverchon, E. &. (2006). Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter. . Reverchon, E., & De Marco, I. (2006). *Supercritical fluid extraction and frThe Journal of Supercritical Fluids.*, 146-166.
- Rodrigues, V. M.-F. (2002). Determination of the solubility of extracts from vegetable raw material in pressurized CO₂. *a pseudoternary mixture formed by cellulosic structure + solute + solvent, J. Supercrit. Fluids.*, 22, 21-36.
- Román, M. R. (2016). Guía de extracción por fluidos supercríticos: fundamentos y aplicaciones. *In Servicio* .
- Romero, A. H. (2017). Modelización de la extracción de aceites vegetales. *Escuela Técnica Superior*, 15-34.
- Rui P.F.F. da Silvaa*, T. A.-S. (2015). Supercritical fluid extraction of bioactive compounds. *CESAM - Center for Environmental and Marine Studies*, 1-26.
- Salcedo, F. Ó. (2009). Aplicación de la tecnología de fluidos supercriticos purificación de carbohidratos. *Universidad autonoma* , 12-22.
- Salcedo, F. Ó. (2009). Aplicación de la tecnología de fluidos supercriticos. *INSTITUTO DE FERMENTACIONES INDUSTRIALES*, 21-30.
- sanchez, J. I. (2003). Procesos con fluidos supercriticos . *Real sociedad española de quimica* , 1-9.
- Sancho, J. L. (2008). Procesos con fluidos supercriticos . *Real academia de españa*, 15-23.
- Sastre, A. A. (2015). Diseño de un sistema para coevaporación física en una cámara de alto vacío. *E.T.S. de Ingeniería Industrial*, 12-15.
- SEPRECO. (20 de 07 de 2021). <https://separeco.com/systems-families/>. Obtenido de <https://separeco.com/systems-families/>: <https://separeco.com/supercritical-co2-extraction-automation/>
- sermarnat. (s.f.). *Tratamiento de Residuos Peligrosos*. Mexico: https://apps1.semarnat.gob.mx:8443/retc/guias/g_trat.pdf.
- Soh, S. H. (2021). Techno-economic and profitability analysis of extraction of patchouli oil using supercritical carbon dioxide. *Journal of Cleaner Production*.
- Sonelastic. (s.f.). <https://www.sonelastic.com/es/fundamentos/tablas-propiedades-materiales/metales-ferrosos.html>. Obtenido de ATCP Ingeniería Física: <https://www.sonelastic.com/es/fundamentos/tablas-propiedades-materiales/metales-ferrosos.html>
- Sosa-Hernández, J. E. (2018). Metodologías de extracción de vanguardia para compuestos bioactivos del bioma de algas para enfrentar los desafíos y oportunidades de la bioeconomía. *Tecnológico de Monterrey*, <https://www.mdpi.com/1420-3049/23/11/2953>.
- Souders, M. a. (1934). Design of Fractionating Columns-Entrainment and Capacity. *Industrial and Engineering Chemistry*, 98-103.

- sovova, h. (2011). Extracción de fluidos supercríticos a partir de materiales vegetales. *AUTHOR'S COPY*, 3--4.
- Sovova, H. (2011). Supercritical fluid extraction from vegetable materials. *Reviews in Chemical Engineering*, 81-82.
- Tecnologías, A. d. (2021). <https://anditecnica.com/laboratorio/equipos-de-fluidos-supercriticos/>.
Obtenido de <https://anditecnica.com/laboratorio/equipos-de-fluidos-supercriticos/>.
- Vargas, J. R. (2018). Extracción con Fluidos Supercríticos. *Universidad de Sevilla*, 21-22.
- Vargas, J. R. (2018). *EXTRACCIÓN CON FLUIDOS SUPERCRTICOS*. Sevilla: UNIVERSIDAD DE SEVILLA.
- Velasco, R. J. (2007). *Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos*. Popayan: Información Tecnológica.
- Velasco, R. J. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria. *Informacion tecnologica* , 53-63.
- villaverde, I. c. (2018). *Optimizacion de la extracción de aceites esenciales* . Madrid: Politecnica.
- Yépez, B. M. (2020). Producing antioxidant fractions from herbaceous matrices by supercritical fluid extraction . *Fluid Phase Equilibri*, 194, 879 - 884.
- Zamora, J. d. (2017). Análisis, diseño y requerimientos de fabricación de un separado bifásico de modulo FA-100. *Instituto Politécnico Nacional*, 9-11.

5 CAPÍTULO 5

5.1 Criterios de Procesos y Operación de Equipo de Extracción Supercrítica

5.2 Introducción.

En la actualidad, el interés global por la obtención de extractos naturales mediante tecnologías innovadoras ha crecido significativamente. Estas tecnologías buscan asegurar la calidad superior de los productos y minimizar los riesgos para la salud. A menudo, las técnicas convencionales emplean solventes orgánicos, los cuales presentan riesgos debido a su toxicidad, inflamabilidad y la presencia de residuos en los extractos resultantes. En contraste, en los últimos años ha surgido un aumento considerable en el uso de fluidos supercríticos para la extracción. Estos fluidos poseen la capacidad de extraer selectivamente sustancias de interés, sin dejar ningún rastro de solvente en el extracto, ofreciendo así una alternativa más segura y eficiente. (Contreras, 2015).

La abundancia de dióxido de carbono (CO_2) en el entorno, incluyendo su generación como subproducto en diversas industrias, ha dirigido la atención hacia su potencial utilización en proyectos beneficiosos para la sociedad. Su aplicación como solvente en condiciones supercríticas no solo ofrece una solución para este gas, sino que también contribuye al avance de la industria nacional y su desarrollo sostenible (David, 2019).

La búsqueda de fuentes no convencionales de aceites vegetales ha aumentado debido a la demanda en sectores alimentarios y no alimentarios, impulsada por la necesidad de reemplazar aceites minerales y satisfacer nuevas aplicaciones. En este contexto, la obtención de aceites a partir de residuos de frutas como la papaya, guanábana y tomate de árbol se presenta como una alternativa valiosa, mediante la tecnología de extracción con fluidos supercríticos, adicional se busca determinar el perfil de ácidos grasos,

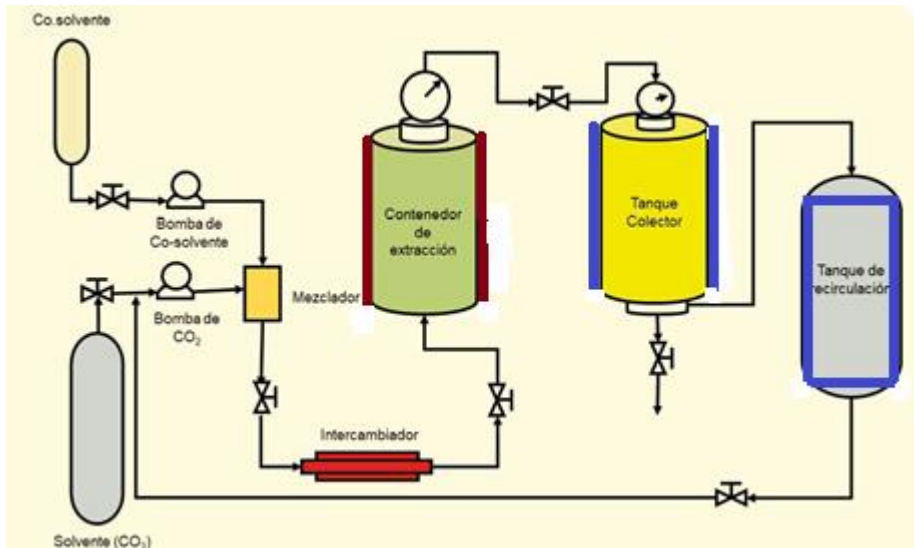
esteroles, tocoferoles y antioxidantes en estos aceites, aprovechando una metodología respetuosa del medio ambiente y adecuada para productos de alto valor en el mercado (Aquino, 207).

El proceso comienza en un tanque de almacenamiento de CO₂ líquido, que actúa como fuente para la bomba de presurización. A la salida, un intercambiador de calor eleva la temperatura del CO₂ hasta el estado supercrítico, permitiendo la extracción del extracto de la materia prima. Luego, el CO₂ atraviesa un tanque de separación donde se obtiene el extracto libre del solvente. Finalmente, a través de un condensador, se recupera (Nausa, 2022).

5.3 Proceso de Extracción con Fluido Supercrítico (SFC)

La Figura1. presenta de manera esquemática el proceso de extracción utilizando fluidos supercríticos (SFC). Este proceso se compone de cuatro etapas principales: extracción, expansión, separación y acondicionamiento del disolvente. Los componentes esenciales para llevar a cabo estas etapas son un extractor de alta presión, una válvula de reducción de presión, un separador de baja presión y una bomba para incrementar la presión del cartucho reciclado. Para el apoyo, se utilizan equipos auxiliares como intercambiadores de calor, condensadores, recipientes de almacenamiento y una fuente de reposición de fluidos, entre otros.

Figura 6 Proceso de Extracción con Fluido Supercrítico tomada de <https://www.sabermas.umich.mx/archivo/articulos/562-numero-63/1112-extraccion-por-fluidos-supercriticos-una-alternativa-verde.html>



La separación de compuestos solubles en un Fluido Supercrítico (FSC) puede lograrse mediante la modificación de las propiedades termodinámicas del solvente supercrítico o a través de la intervención de un agente externo. En el primer enfoque, se regula la eficacia de la extracción mediante el control de la presión o la temperatura de operación. En el segundo caso, la separación se logra mediante procesos de absorción o adsorción. La metodología más utilizada implica la reducción de la presión de operación mediante una expansión isoentálpica. Este proceso resulta en la disminución de la densidad del fluido, lo que, a su vez, reduce el poder solvente del FSC. cuando la separación se realiza mediante la manipulación de la temperatura, pueden presentarse dos escenarios según la solubilidad de los compuestos disueltos: si la solubilidad aumenta con la temperatura a presión constante, una disminución de temperatura reducirá la solubilidad y resultará en la separación de los compuestos disueltos en el solvente supercrítico. Por otro lado, si la solubilidad disminuye con un aumento de la temperatura o presión, un aumento en temperatura separa los compuestos del fluido supercrítico solvente. Para realizar una extracción selectiva o separar compuestos específicos de una mezcla, se puede emplear un proceso de extracción fraccionada. En este enfoque, la extracción se divide en dos

etapas. Durante la primera etapa, se utiliza un fluido de baja densidad que permite extraer los compuestos solubles a bajas presiones. Posteriormente, el residuo se somete a una extracción adicional utilizando un fluido de alta densidad para recuperar los compuestos más pesados.

Otra forma de extracción fraccionada implica la eliminación de fracciones no polares en la primera etapa utilizando un solvente supercrítico, seguido por la eliminación de fracciones más polares del residuo en la segunda etapa mediante la adición de un cosolvente (Ochoa Espinoza, 2017)

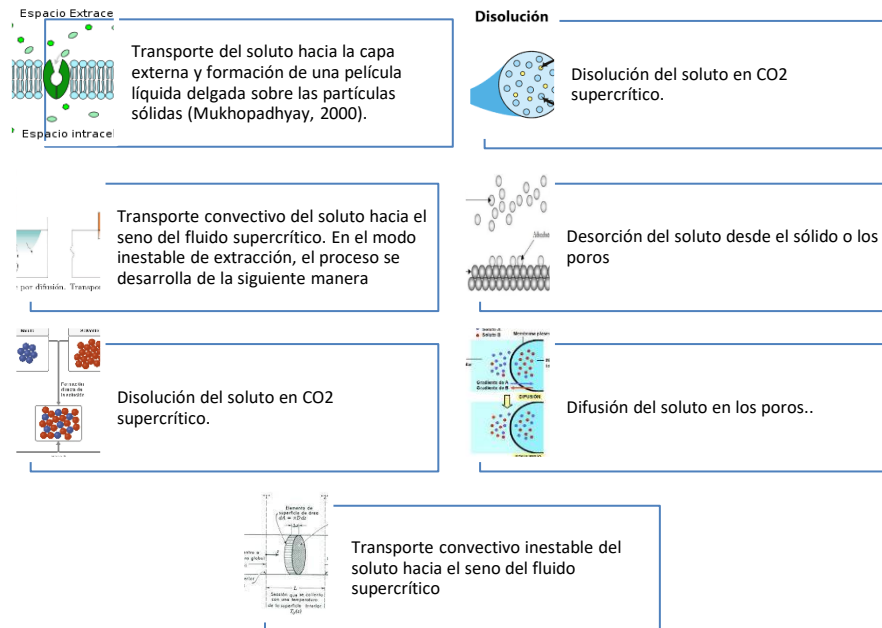
Otro método para la extracción selectiva o separación de compuestos específicos de una mezcla es el proceso de despresurización secuencial. En este enfoque, ambas fracciones (pesadas y ligeras) se extraen de manera simultánea utilizando un fluido de alta densidad. Luego, tanto el solvente supercrítico como el extracto atraviesan múltiples etapas de despresurización, lo que posibilita la separación fraccionada (Fernando, 2004).

Mecanismo de Transporte de Sólidos.

Cuando un lecho de sólidos en posición fija se encuentra en contacto con un flujo de CO₂ supercrítico, el proceso de transporte de masas implica una combinación de difusión y adsorción del solvente supercrítico, seguida de la desorción del soluto. Luego, ocurre la difusión a través de los poros y el transporte convectivo a lo largo del flujo del solvente supercrítico a través de la altura del lecho. Sin embargo, el factor esencial es la distribución inicial de la sustancia extraíble en la matriz sólida. Esta puede estar en estado adsorbido en la superficie externa o en los poros, o disuelta en el citoplasma o vacuolas dentro de las células de la planta. La resistencia a la transferencia de masa a través de las membranas celulares no es un problema si el material natural se tritura y se rompe la estructura celular.

Se presenta un esquema del proceso de extracción con los siguientes pasos paralelos y secuenciales en el modo constante de extracción:

Figura 7 del proceso de extracción.



Transporte del soluto hacia la capa externa y formación de una película líquida delgada sobre las partículas sólidas (Mukhopadhyay, 2000).

Disolución del soluto en CO₂ supercrítico.

Transporte convectivo del soluto hacia el seno del fluido supercrítico. En el modo inestable de extracción, el proceso se desarrolla de la siguiente manera:

Desorción del soluto desde el sólido o los poros

Disolución del soluto en CO₂ supercrítico.

Difusión del soluto en los poros.

Transporte convectivo inestable del soluto hacia el seno del fluido supercrítico

5.4 Propuesta de metodología de preparación:

Determinar la humedad (X), composición y otras características fundamentales de la materia prima.

5.4.1 Determinar la humedad.

La determinación de la humedad puede considerarse uno de los análisis más cruciales en la evaluación previa a la extracción, aunque al mismo tiempo, puede resultar ser uno de los más desafiantes en términos de obtener resultados precisos. Los sólidos totales, es decir, la materia seca que permanece en el alimento después de eliminar el agua, representa un componente esencial en esta medición. El contenido de humedad desempeña un papel fundamental en la calidad y conservación de muchos productos, ya que influye en su estabilidad. Es importante tener en cuenta que el agua constituye uno de los elementos primordiales en la composición de la mayoría de los productos alimenticios.

5.4.2 Determinación de tamaño de partícula.

La determinación del tamaño de partícula es un factor crítico en la eficiencia del proceso de extracción supercrítica. La materia prima debe someterse a una etapa de trituración o molienda previa, aunque es fundamental evitar que esto se reduzca a polvo fino. En su lugar, se recomienda que las partículas tengan un tamaño recomendado que se encuentre en un tamaño de partícula dentro del rango de 0,25 a 1,8 mm.

La importancia de mantener un tamaño de partícula específica radica en su influencia directa en la eficiencia del proceso de extracción. Varios estudios científicos respaldan esta afirmación. Por ejemplo, (Contreras, 2015) señalan que el tamaño de partícula tiene un impacto significativo en la eficiencia de la extracción supercrítica. Asimismo, investigaciones realizadas por (Fernando, 2004) respaldan la relación entre el tamaño de partícula y la eficiencia de extracción.

No obstante, es importante destacar que un tamaño de partícula inadecuado puede resultar en problemas operativos, como la obstrucción de las tuberías o la formación de depósitos,

lo que podría comprometer el rendimiento general del proceso (Nausa, 2022) Por lo tanto, la preparación adecuada de la materia prima, incluida la atención al tamaño de partícula, es un paso esencial para garantizar el éxito de la extracción supercrítica. (Román, 2016).

5.4.3 La capacidad solvente.

La capacidad solvente de un fluido supercrítico se refiere a su habilidad para disolver un soluto específico bajo condiciones particulares, siendo influenciada por propiedades fisicoquímicas como la polaridad y propiedades termodinámicas como la temperatura y la presión [Márquez, 2003]. Esta capacidad puede ajustarse para lograr versatilidad y selectividad dependiendo de las condiciones.

Las diferencias en solubilidad de sustancias en fluidos supercríticos se deben a las interacciones entre el soluto y el solvente. En moléculas polares, predominan las fuerzas dipolo-dipolo, donde las moléculas se alinean formando un campo eléctrico. Los fluidos supercríticos también disuelven sustancias lipofílicas, que no son polares. En moléculas no polares, se mantienen unidas mediante fuerzas de dispersión de London, donde una nube electrónica crea un dipolo aparente, influenciando a átomos vecinos y generando dipolos.

La capacidad de extracción de compuestos en condiciones supercríticas con CO₂ depende de factores como los grupos funcionales, pesos moleculares y polaridad de la materia prima. La Tabla N.º 4 clasifica la solubilidad de compuestos específicos en CO₂ [Mukhopadhyay, 2000].

5.5 Caracterización de aplicación

Las aplicaciones de los fluidos supercríticos son diversas y versátiles, especialmente cuando se utiliza dióxido de carbono en condiciones supercríticas, que se considera "generalmente reconocido como seguro" (GRAS) debido a su naturaleza y propiedades asociadas al estado supercrítico. Esta tecnología ofrece alternativas viables a procesos que emplean cartuchos orgánicos, lo que la hace atractiva en diversas industrias.

En el sector agroalimentario, su principal aplicación ha sido la extracción y fraccionamiento de componentes, pero debido a las crecientes preocupaciones sobre el uso de químicos

nocivos, la generación de residuos y la demanda de productos más naturales y saludables, esta tecnología está ganando terreno en otros campos. Algunas de las aplicaciones claves de los fluidos supercríticos incluyen:

Obtención de extractos naturales: Permiten la extracción de compuestos beneficiosos de materias primas vegetales y otros materiales naturales de una manera eficiente y respetuosa con el medio ambiente.

Fraccionamiento de productos naturales: Facilitan la separación y purificación de componentes específicos de productos naturales, lo que es valioso en la industria farmacéutica y de alimentos.

Procesos de purificación: Son útiles para purificar sustancias y eliminar impurezas, lo que es esencial en la producción de productos farmacéuticos y químicos de alta pureza.

Eliminación de compuestos no deseados: Pueden utilizarse para eliminar disolventes, limpiar, desodorizar y descontaminar una variedad de matrices, desde materias primas vegetales hasta materiales textiles y compuestos porosos orgánicos e inorgánicos.

Generación y diseño de partículas: Se emplean en procesos de cristalización y microencapsulación, lo que permite la producción de partículas con propiedades específicas.

Tratamiento de materiales: Facilitan la modificación de propiedades de materiales como nanoarcillas y polímeros, así como la impregnación de matrices con sustancias activas.

Reducción de actividad biológica: Se utilizan para desinfectar, desinsectar e inactivar enzimas, lo que es relevante en aplicaciones de conservación y procesamiento de alimentos.

Medio de reacción: En procesos químicos como reacciones enzimáticas u oxidación supercrítica, los fluidos supercríticos pueden servir como un medio de reacción único.

Algunos ejemplos de aplicaciones industriales incluyen la extracción de lúpulo, el desgrasado de cacao, la obtención de cafeína y café descafeinado, la obtención de té sin teína y la extracción de aceites de semillas, entre otros. Estas aplicaciones han dado lugar a la construcción de grandes plantas extractivas en países desarrollados y han impulsado el desarrollo de nuevas aplicaciones, como la descontaminación de matrices vegetales, la esterilización de productos naturales y la impregnación de matrices con sustancias activas, para ello se relacionan algunas especificaciones de operación y producto a extraer.

Tabla 4. Rangos de operación para aplicaciones industriales productos agroindustriales
Tomada de Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria (Reinaldo J. Velasco*, Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria, 2007)

Materia Prima	Principio Activo	Condiciones de Extracción		Referencias
		T (0C)	P (bar)	
Lúpulo (<i>Humulus lupulus</i> L.)	Ácidos- alfa	40 - 60	120 - 280	Del Valle et al.
Nuez Moscada (<i>Myristica fragans</i> H.)	Aceite	23	90	Spricigo et al. (2001)
Hinojo (<i>Foeniculum vulgare</i> M.)	Aceite	40 - 50	200 - 900	Reverchon et al. (1999)
	Triglicéridos			
Avellana	Aceite	40-60	300-600	Ozkal et al.

Diseño de Planta de Fluidos Supercríticos.

Nuez Moscada	Aceite	50-70	150-300	Rodrigues et al. (2005)
Hinojo	Triglicéridos	40	300	Moura et al.
Salvado de Arroz	Ácidos grasos libres	50-60	100-400	Danielski et al. (2005)
Pimienta	Triglicéridos	35-65	220-500	Del Valle et al. (2003a)
Cacao	Triglicéridos	70	200-400	Saldaña et al. (2002)
Pimienta	Triglicéridos	40	120-200	Del Valle et al. (2003b)

La extracción y fraccionamiento de lípidos es una aplicación destacada de la tecnología de Fluidos Supercríticos (EFS). Esta técnica presenta varias ventajas en comparación con los disolventes orgánicos convencionales. Entre sus beneficios se incluyen la no toxicidad, la ausencia de residuos y la capacidad de extracción selectiva al ajustar la presión y la temperatura. Sin embargo, la ventaja más significativa radica en la obtención de aceites de alta calidad, exentos de fosfolípidos y glicolípidos, con bajo contenido de hierro, y que son transparentes y desodorizados (Tilly et al., 1990).

La Tabla 5. proporciona ejemplos ilustrativos de la aplicación exitosa de Fluidos Supercríticos en la extracción de aceites y lípidos.

Tabla 5 Rangos de operación para extracción y fraccionamiento de lípidos

Tomada de Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria (Reinaldo J. Velasco*, 2007)

Materia Prima	Principio Activo	Condiciones de Extracción	
		T (°C)	P (bar)
Anís (<i>Pimpinella anisum</i> L.)	Aceite esencial	30	80 - 180
Bulbo de Clavo (<i>Eugenia caryophyllus</i>)	Aceite esencial	50	90 - 120
Limoncillo (<i>Cymbopogon citratus</i>)	Aceite esencial	40	90
Eucalipto (<i>Eucalyptus tereticornis</i>)	Aceite esencial	10 – 25	66.7-78.5
Manzanilla (<i>Chamomilla recutita</i> L.)	Aceite esencial	30 – 40	100 - 200
Pimienta Negra (<i>Piper nigrum</i> L.)	Aceite esencial	30 – 50	150 - 300
Romero (<i>Rosmarinus officinalis</i> L.)	Aceite esencial	38 – 48	100 - 160
Tomillo (<i>Thymus vulgaris</i>)	Aceite esencial	40	200
Stevia (<i>Stevia rebaudiana</i> B.)	Glúcidos	30	200 - 250
Caléndula	Aceite	20 – 40	120 - 200

Cebolla Cabezona	Aceite	37 – 50	207 - 287
------------------	--------	---------	-----------

Los Fluidos Supercríticos tienen una amplia gama de aplicaciones en la industria farmacéutica, a incluir una variedad de procesos que incluyen la ingeniería de partículas y cristales. (Brunner, 2018), Incluyen la formación de complejos con ciclodextrinas (CD), el revestimiento, la ingeniería de tejidos, las reacciones enzimáticas en medios. (Sancho, 2008), las separaciones en anti selectivas (Kankala, 2017) Y, por supuesto, la extracción y purificación de principios activos a partir de materias primas y medios de reacción sintéticos. A continuación, se presenta la Tabla 6 que resume estas aplicaciones en la industria farmacéutica, basada en el artículo "Aplicaciones de farmacéuticas (Reinaldo J. Velasco*, Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria, 2007)

Tabla 6 Aplicaciones en la industria farmacéutica,

Materia Prima	Principio Activo	Condiciones de Extracción		Referencias
		T (0C)	P (bar)	
Cascara de pistacho (Pistachia vera)	Antioxidante	35 - 60	101 - 355	(Goli, 2005)
Rizomas de Ginger (Zingiber officinale R.)	Gingerol	20 - 40	150 - 200	(Martínez, 2003)
Rizomas de Ginger (Zingiber officinale R.)	Gingerol	20 - 40	100 - 300	(Rodrigues, 2002)

Diseño de Planta de Fluidos Supercríticos.

Rizomas de Ginger (<i>Zingiber officinale</i> R.)	Gingerol	20 - 35	200 - 250	Zancan et al. (2002)
Romero (<i>Rosmarinus officinalis</i> L.)	Antioxidante	40 - 60	100 - 400	(Ramírez, 2004)
Semillas de Cilantro (<i>Coriander sativum</i>)	Antioxidante	58 - 85	116 - 280	(Yépez, 2020)
Yerba Buena (<i>Hierochloe Odorata</i>)	Antioxidante	40	250 - 350	(Grigonis, 2005)

En términos generales, el uso principal de los Fluidos Supercríticos en la industria farmacéutica se relaciona con la extracción de compuestos bioactivos de una mezcla, que incluye la purificación de reacciones, la cuantificación de enantiómeros activos, extracción de matrices naturales, o con la extracción de la matriz misma (consulte la Tabla 6 para más detalles).

Tabla 7 Aplicaciones extracción de compuestos bioactivos

Compuestos bioactivos y de interés extraídos con CO₂ supercrítico (Fernando, 2004)

Materia prima	Componente de interés	Actividad	Condiciones de extracción	
			T(° C)	P(Bar)
Cynanchum paniculatum	Paeonol	Antiinflamatorio antidiabético	55	150
Cucscuta reflexa	Cumarina	Antifúngico	55	248
Zingiber corallinum	Aceite esencial	Antipirético	30	100
Matricaria chamomilla	Aceite esencial	Antiinflamario Antiespasmódico	40	250
Nigella sativa	Aceite esencial	Antimicrobiano	40	400
Viscum album	Cito tóxico	Anticanceroso	35	350
Hippophae rhamnoides	Componentes relacionados con la coagulación	Antitrombótico	60	450
Valeriana officinalis	Acido valerénico	Tranquilizante	37	360
Spirulina platensis	Vitamina E	Antioxidante	83.3	220
	Acido γ- linolénico	Antimicrobiano	40	400

La obtención de ingredientes como alcaloides, aromas y especias destinados a la agroindustria, perfumería y cosmética es uno de los campos más avanzados a nivel industrial esto son tomados como referencias para la el diseño y operación de la planta de fluidos supercríticos.

Diagrama de proceso de fluidos supercríticos

El diagrama de proceso para fluidos supercríticos representa las etapas fundamentales de un proceso de extracción utilizando dióxido de carbono (CO₂) en su estado supercrítico como solvente.

Aquí está una descripción de las principales partes de este diagrama:

- Tanque de Almacenamiento de CO₂ Líquido: Este tanque almacena el CO₂ en su forma líquida. Es la fuente inicial de CO₂ para el proceso y proporciona el medio para iniciar la extracción.
- Bomba de Presurización: El CO₂ líquido se bombe al extractor.

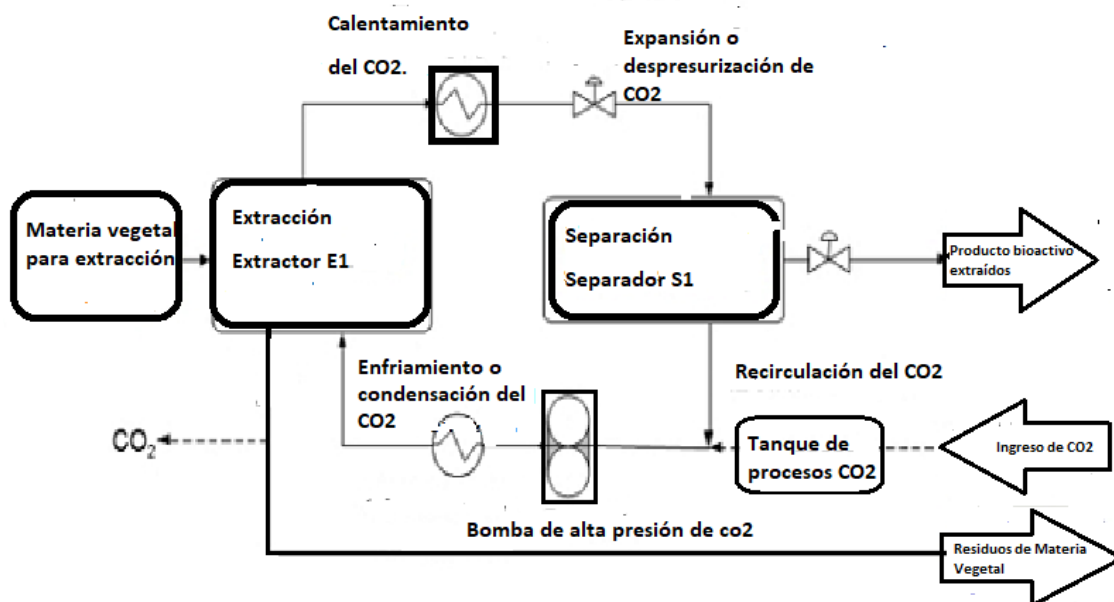
- c) Intercambiador de Calor: El CO₂ presurizado pasa a través de un intercambiador de calor para ajustar la temperatura deseada.
- d) Extractor de Alta Presión: El CO₂ en estado supercrítico se introduce en el extractor de alta presión. En este extractor, se lleva a cabo la extracción de los componentes deseados de la materia prima. Aquí, el CO₂ supercrítico actúa como un disolvente selectivo, retirando los productos ansiados de acuerdo a la presión y temperatura programada.
- e) Válvula de Reducción de Presión: Después de la extracción, se realiza un cambio de presión lo que permitirá la separación entre los productos deseados y el CO₂.
- f) Tanque de Separación: En este tanque, el CO₂ y el extracto se separan. El extracto, que contiene los compuestos deseados, se recoge aquí. Es importante destacar que el extracto está libre de cualquier residuo de solvente, ya que el CO₂ no contamina.

Condensador: El CO₂ gaseoso es enfriado para pasar a líquido.

En resumen, este diagrama de proceso para fluidos supercríticos representa el ciclo de extracción utilizando CO₂ supercrítico.

Principio del formulario se representa en el siguiente diagrama:

Figura 8 Diagrama de procesos Fluidos supercríticos



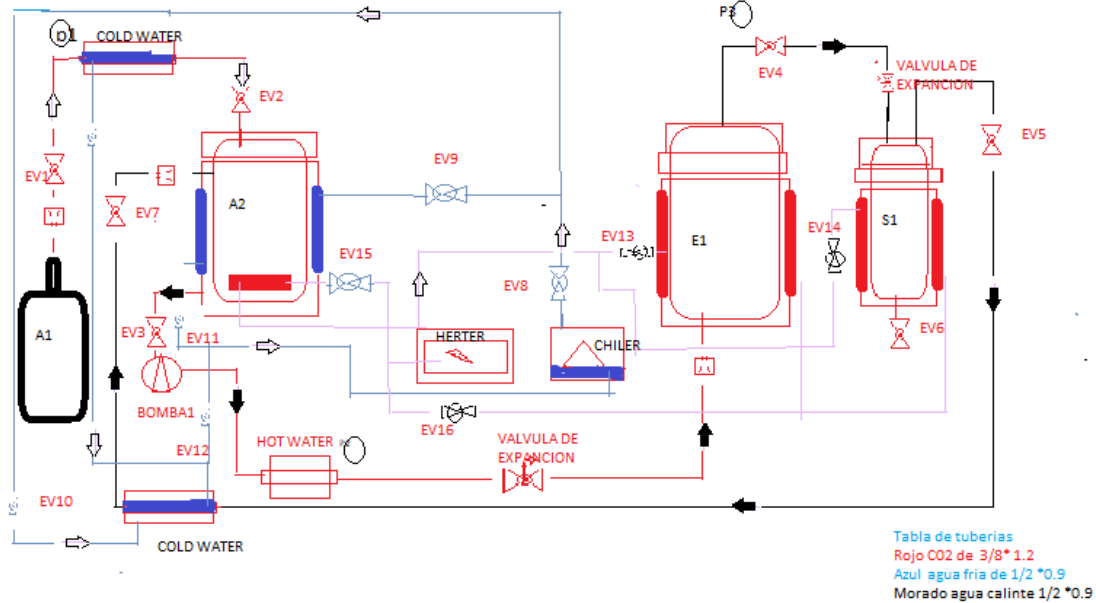
5.6 Operación de equipo de fluidos supercríticos

Operación del equipo de fluidos supercríticos en la operación del proceso de extracción con fluidos supercríticos sigue los siguientes pasos iniciales:

- a) Comprobar que el sistema no está presurizado mediante el uso de los manómetros P2 y P3. Lea la presión indicada en ellos, y en condiciones de despresurización, estos manómetros deben mostrar 0 psi. P2 y P3, luego se lee la presión que indican, éstos deben indicar 0 psi en condiciones despresurizadas. Si el sistema está presurizado (presión > 0 psi) o se necesita despresurizar la sección de extracción, proceda a descargar el sistema utilizando el venteo manual. Para ello, cierre la válvula EV3 y, de manera gradual, abra la válvula EV0. Continúe con este proceso de venteo hasta que los indicadores de presión marquen 0 psi.
- b) Verificar que todas las válvulas del equipo se encuentren cerradas.
- c) Retire la tapa del extractor E1 después de desactivar el sistema de cierre correspondiente. A continuación, coloque la muestra en la canasta de carga de la materia vegetal y cargue las muestras para la extracción del producto bioactivo.
- d) Coloque nuevamente la tapa en el extractor E1."
- e) Abra la válvula EV1 de la bombona que contiene el dióxido de carbono A1 de manera gradual y luego abra EV2. Esto permitirá cargar el recipiente de presurización A2. Espere hasta que la presión en el recipiente de alimentación A2 se estabilice.
- f) Establezca las temperaturas de funcionamiento y comience el proceso de calentamiento encendiendo el sistema de control del extractor E1.
- g) Encender el calentamiento y el chiler para fijar la temperatura a la cual se operará el sistema durante el proceso de extracción.

- h) Espere hasta que la presión en el sistema se estabilice, según las necesidades de la experiencia que se va a llevar a cabo. Luego, introduzca el solvente en el extractor ajustando la válvula de acuerdo al diagrama de operación. Verifique la presión en la sección de extracción-separación utilizando el medidor P3, ya que esta será la presión a la que se realizará el proceso de extracción.
- i) Registre y controle esta temperatura, así como las presiones de funcionamiento del E1 y S1 durante todo el proceso de extracción, de acuerdo al tiempo estimado.
- j) Realice el procedimiento de descarga y limpieza del sistema del extractor y separador.

figura 9 diagrama de proceso planta de fluidos supercríticos fuente Actor



5.7 Conclusión:

En la búsqueda de métodos más seguros y eficientes para la obtención de extractos naturales, la tecnología de extracción supercrítica utilizando dióxido de carbono (CO₂) como solvente ha surgido como una alternativa prometedora. A diferencia de los solventes orgánicos convencionales, los fluidos supercríticos ofrecen la capacidad

El uso de CO₂ como solvente supercrítico es especialmente atractivo debido a su abundancia en el entorno y su potencial contribución al desarrollo sostenible. Al utilizar CO₂ en condiciones supercríticas, no solo se aprovecha este

Un ejemplo concreto de la aplicabilidad de esta tecnología es la obtención de aceites vegetales a partir de residuos vegetales.

El proceso de extracción con fluidos supercríticos es simple de operar.

En resumen, la tecnología de extracción supercrítica con CO₂ está revolucionando la obtención de extractos naturales, ofreciendo una alternativa segura y eficiente que satisface la creciente demanda de productos de alta calidad y respetuosos con el medio ambiente en diversos sectores industriales.

5.8 Bibliografía

- Ainia. (2022). *Encuentro Ibérico de Fluidos Supercríticos (EIFS2022)*. Obtenido de <https://www.ainia.es/ainia-news/procesos-fluidos-supercriticos-herramienta-innovacion/>.
- Andres, H. b. (2002). Estudio del proceso de extracción de componentes minoritarios de aceite de oliva con CO₂ supercrítico en contracorriente. *UAM_Biblioteca*, 45-65.
- Aquino, R. C. (207). Diseño de la automatización para una planta piloto de extracción por fluido supercrítico utilizando co₂ como solvente. *Pontificia Universidad Católica Del Perú*, 24-26.
- Bernardo-Gil, M. E. (1993). El uso de fluidos supercríticos en la industria de aceites alimentarios. *Lisboa Codex. Portugal*, 1-5.
- Bernardo-Gil, M. E. (1993). El uso de fluidos supercríticos en la industria de aceites alimentarios. *1096 Lisboa Codex*.
- Bernardo-Gil, M. G. (2007). Modeling the Supercritical Fluid Extraction of Hazelnut and Walnut Oils. *Centre for Biological and Chemical Engineering*, 2980-2984 .
- Brunner, G. (2018). Calculation of phase equilibria and their relation to separation with supercritical fluids. *Universidad Tecnológica de Hamburgo*, 2-11.
- Campbell, J. (2014). *Gas Conditioning and Processing, Norman, , 2014*. Oklahoma: Editors Hubbard, R. and Snow–McGregor,.
- Capuzzo, A. (2013). Extracción de fluidos supercríticos de sabores y fragancias vegetales. *Molecular*.
- Castro, L. d. (199). *Extracción con Fluidos Supercríticos en el proceso de análisis*. Barcelona: Reverte.S:A.
- Comisión Europea. (2006). Prevención y control integrados de la contaminación. *Instituto de Estudios Tecnológicos Prospectivos*, 41-42.
- Comisión Europea . (2006). *Prevención y control integrados de la contaminación*. España: Instituto de Estudios Tecnológicos Prospectivos.
- Contreras, J. L. (2015). Las plantas de extractos. Bases para un plan de desarrollo del sector. *Universidad De Almería*, 13-15.
- David, S. D. (2019). Viabilidad Técnica para el almacenaminto del Co₂. *Instituto Politécnico Nacional*, 23-24.
- Dean W. Matson, J. L. (1987). Rapid expansion of supercritical fluid solutions. *Date Print*, 11-26.
- Domínguez, L. (2019). Tecnologías para la Industria Alimentaria. *Alimentos Argentinos – MinAgri*, 1-12.
- Dorado, D. J. (2016). Extracción con CO₂ Supercrítico de Aceite de Semillas . *Información Tecnológica*, 37-48.
- Effi, M. (s.f.). <http://www.pidengtech.com/products-and-services/microactivity-effi>. Obtenido de <http://www.pidengtech.com/products-and-services/microactivity-effi>.
- Fernando, C. M. (2004). Introducción a la obtención de aceite . *Universidad del Centro Educativo Latinoamericano Rosario*.
- García, E. I. (200). *Diseño de una planta multifuncional para la extracción de hollejo de uva tinta mediante disolventes a alta presión*. Cádiz España: universidad Cádiz.
- García, E. L. (2007). *Diseño de una planta multifuncional para la extracción de hollejo de uva tinta mediante disolvente a alta presión*. Cádiz de España de Andalucía: Universidad de Cádiz .
- Goli, A. H. (2005). Antioxidant activity and total phenolic compounds of pistachio . (*Pistachia vera*) *hull extracts, Food Chemistry*,, 92, 521-525.

- Gomis, A. M. (1998). Introducción a las operaciones de separación. *Universidad de Alicante*, 19-22.
- Gomis, A. M. (1998). *Introducción a las operaciones de separación*. Alicante: Universidad de Alicante.
- Grigonis, D. P. (2005). Comparison of different extraction techniques for isolation of antioxidants from sweet grass. *J. Supercrit. Fluids*, 33, 223-233.
- Helmüller, S. C. (2018). Mass Balance Analysis for Batch CO₂ Cannabis Sativa. *chromatography*, 52-56.
- Hidalgo Quinga, P. M. (2022). *Extracción mediante CO₂ supercrítico de compuestos bioactivos de la hoja de ortiga*. Quito: Urtica leptophylla Kunth.
- Iberfluid. (s.f.). *Plantas de fluidos supercríticos*. Obtenido de <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>.
- Institute, A. P. (2022). Norma API 12J. *Instituto Estadounidense del Petróleo*.
- Jhon Alexander Posada. (s.f.). Fluidos supercríticos. Un fluido supercrítico. En *Avances de investigación en la producción de biocombustibles* (págs. 1-34). bogota: Universidad nacional de colombia .
- Kankala, R. K. (2017). Tecnología de fluidos supercríticos: énfasis en la administración de fármacos y aplicaciones biomédicas relacionadas. *Materia de Salud Avanzada*, 16-22.
- KING, J., & LIST, G. “. (1996). Supercritical Fluid Technology in Oil and Lipid . *Chemistry” OACS Press (Illinois)* .
- lack, E. A. (1985). Kriterien zur Auslegung von Anlagen für die Hochdruckextraktion von Naturstoffen. *Institut für Verfahrenstechnik Der Technischen Universität Graz*, 15.
- Martínez, J. A. (2003). Multicomponent model to describe extraction of ginger oleoresin with supercritical carbon dioxide. *Ind. Eng. Chem.* , 42, 1057-1063.
- Medina, N. (2014). *Diseño de un Separador Vertical*. Bolivia: Universidad Autónoma .
- Mukhopadhyay, M. (2000). Natural Extracts Using Supercritical Carbon Dioxide. *Editorial CRC Press LLC*, 337.
- Nausa, C. A. (2022). Modelamiento y Simulación del Proceso de Extracción de Cannabinoides con CO₂. *Fundación Universidad de América*, 130-135.
- Navarro, L. M. (2011). Aplicación de procesos de separación con CO₂ supercrítico a la producción. *Consejo Económico y Social de Aragón*, 45.
- Nichols, L. (s.f.). *Determinar qué solvente usar*. Obtenido de Las bibliotecas de LibreTexts : [https://espanol.libretexts.org/Quimica/Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica/T%C3%A9nicas_de_Laboratorio_de_Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica_\(Nichols\)/03%3A_Cristalizaci%C3%B3n/3.03%3A_Elecci%C3%B3n_de_Solvente](https://espanol.libretexts.org/Quimica/Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica/T%C3%A9nicas_de_Laboratorio_de_Qu%C3%ADmica_Org%C3%A1nica_(Nichols)/03%3A_Cristalizaci%C3%B3n/3.03%3A_Elecci%C3%B3n_de_Solvente)
- Ochoa Espinoza. (2017). Diseño de una planta piloto de extracción bio-botánica utilizando dióxido de carbono supercrítico. *Pontificia Universidad Católica del Perú*, 13.
- Ochoa Espinoza, J. C. (2017). *Diseño de una planta piloto de extracción bio-botánica utilizando dióxido de carbono supercrítico*. Perú: PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATOLICA .
- Pavlović, N. (2016). Supercritical CO₂ Extraction of Sea Buckthorn . *Food in Health and Disease*, 55-61.
- Pol. Ind. Alcobendas C/ Francisco Gervás. (s.f.). <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>. Obtenido de <https://www.iberfluid.com/producto/plantas-de-fluidos-supercriticos>.
- Procesos especiales como separación por membranas o adsorción sobre carbón activado o intercambiadores de iones. (2004). *Universidad autonoma de barcelona* , 19-22.
- Ram b.guptu, J.-j. s. (2007). Solubility in supercritical carbon dioxide . *crc press*, 50-58.

- Ramírez, P. F. (2004). Separation of rosemary antioxidant compounds by supercritical fluid chromatography . *J. Chromatogr. A*, 1057, 241-245.
- Reinaldo J. Velasco*, H. S. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos. *Información Tecnológica*, 53-56.
- Reinaldo J. Velasco*, H. S. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria. *SciELO Analytics*.
- Reverchon, E. &. (2006). Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter. .
Reverchon, E., & De Marco, I. (2006). Supercritical fluid extraction and frThe Journal of Supercritical Fluids., 146-166.
- Rodrigues, V. M.-F. (2002). Determination of the solubility of extracts from vegetable raw material in pressurized CO₂. *a pseudoternary mixture formed by cellulosic structure + solute + solvent, J. Supercrit. Fluids., 22, 21-36.*
- Román, M. R. (2016). Guía de extracción por fluidos supercríticos: fundamentos y aplicaciones. *In Servicio* .
- Romero, A. H. (2017). Modelización de la extracción de aceites vegetales. *Escuela Técnica Superior*, 15-34.
- Rui P.F.F. da Silva*, T. A.-S. (2015). Supercritical fluid extraction of bioactive compounds. *CESAM - Center for Environmental and Marine Studies*, 1-26.
- Salcedo, F. Ó. (2009). Aplicación de la tecnología de fluidos supercriticos purificación de carbohidratos. *Universidad autonoma* , 12-22.
- Salcedo, F. Ó. (2009). Aplicación de la tecnología de fluidos supercriticos. *Instituto de Fermentaciones Industriales*, 21-30.
- sanchez, J. I. (2003). Procesos con fluidos supercriticos . *Real sociedad española de química* , 1-9.
- Sancho, J. L. (2008). Procesos con fluidos supercriticos . *Real academia de españa*, 15-23.
- Sastre, A. A. (2015). Diseño de un sistema para coevaporación física en una cámara de alto vacío. *E.T.S. de Ingeniería Industrial*, 12-15.
- SEPARECO. (20 de 07 de 2021). <https://separeco.com/systems-families/>. Obtenido de <https://separeco.com/systems-families/>: <https://separeco.com/supercritical-co2-extraction-automation/>
- sermarnat. (s.f.). *Tratamiento de Residuos Peligrosos*. Mexico: https://apps1.sernat.gob.mx:8443/retc/guias/g_trat.pdf.
- Soh, S. H. (2021). Techno-economic and profitability analysis of extraction of patchouli oil using supercritical carbon dioxide. *Journal of Cleaner Production*.
- Sonelastic. (s.f.). <https://www.sonelastic.com/es/fundamentos/tablas-propiedades-materiales/metales-ferrosos.html>. Obtenido de ATCP Ingeniería Física: <https://www.sonelastic.com/es/fundamentos/tablas-propiedades-materiales/metales-ferrosos.html>
- Sosa-Hernández, J. E. (2018). Metodologías de extracción de vanguardia para compuestos bioactivos del bioma de algas para enfrentar los desafíos y oportunidades de la bioeconomía. *Tecnológico de Monterrey*, <https://www.mdpi.com/1420-3049/23/11/2953>.
- Souders, M. a. (1934). Design of Fractionating Columns-Entrainment and Capacity. *Industrial and Engineering Chemistry*, 98-103.
- sovova, h. (2011). Extracción de fluidos supercríticos a partir de materiales vegetales. *AUTHOR'S COPY*, 3--4.

- Sovova, H. (2011). Supercritical fluid extraction from vegetable materials. *Reviews in Chemical Engineering*, 81-82.
- Tecnologías, A. d. (2021). <https://anditecnica.com/laboratorio/equipos-de-fluidos-supercriticos/>.
Obtenido de <https://anditecnica.com/laboratorio/equipos-de-fluidos-supercriticos/>.
- Vargas, J. R. (2018). Extracción con Fluidos Supercríticos. *Universidad de Sevilla*, 21-22.
- Vargas, J. R. (2018). *Extracción con Fluidos Supercríticos*. Sevilla: Universidad de Sevilla.
- Velasco, R. J. (2007). *Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos*. Popayan: Información Tecnológica.
- Velasco, R. J. (2007). Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria. *Informacion tecnologica* , 53-63.
- villaverde, I. c. (2018). *Optimizacion de la extracción de aceites esenciales* . Madrid: Politecnica.
- Yépez, B. M. (2020). Producing antioxidant fractions from herbaceous matrices by supercritical fluid extraction . *Fluid Phase Equilibri*, 194, 879 - 884.
- Zamora, J. d. (2017). Análisis, diseño y requerimientos de fabricación de un separado bifásico de modulo FA-100. *Instituto Politécnico Nacional*, 9-11.

