

MONTAJE DE UN EXTRACTOR DE FLUIDOS PRESURIZADOS

Antonio Pasquel

Doctor en Ingeniería de Alimentos por la UNICAMP (Brasil). MSc. Ingeniero. Docente de la Facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias de la Universidad Nacional de la Amazonía Peruana. Iquitos.

antoniopasquel@universia.edu.pe

Abel del Castillo; Dante Linares

Tesistas para optar el título de Ingeniero de la Facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias de la Universidad Nacional de la Amazonía Peruana. Iquitos.

RESUMEN

Se ha instalado un extractor de fluidos presurizados con la finalidad de evaluar otras opciones tecnológicas tendientes a otorgar un mayor valor agregado a productos de la biodiversidad amazónica de evidente o probable potencial comercial. El equipo de extracción tiene como componentes fundamentales una célula de extracción de 60.5 cm de largo y 2.16 cm de diámetro, fabricada en acero inoxidable 316; dos manómetros digitales; un medidor de flujo; dos termopares; una válvula micrométrica que junto a un capilar se encargan de la descompresión del fluido que sale de la célula de extracción; y, un colector de los solutos. Este extractor en una primera etapa puede trabajar hasta un máximo de 80 bar, utilizando CO₂ como solvente, lo que permite evaluar el efecto de la variación de la presión y de la temperatura en las cercanías del punto crítico del solvente. En una segunda etapa, con la incorporación de una bomba de alta presión, y cambiando la célula de extracción por otra de mayor espesor y de 37.50 cm de largo y 2.83 cm de diámetro, la unidad de extracción será capaz de trabajar hasta 400 bar, lo que ciertamente permitirá testar condiciones altamente supercríticas.

Las primeras pruebas del equipo han sido realizadas utilizando semillas secas de achiote (*Bixa orellana*) y un diseño factorial completo 2⁽³⁻⁰⁾ con la presión (66 y 75 bar), la temperatura (15 y 25°C) y el período estático¹ (0 y 2h) como variables de estudio. La evaluación de los rendimientos de extracto en porcentaje másico, muestra efecto estadísticamente significativo a un 95% de nivel de significancia, de las combinaciones presión-período estático y presión-temperatura

Palabras Claves: Extracción Supercrítica, Extracción Presurizada, Fluidos Presurizados, Achiote, Bixina

1. INTRODUCCIÓN

La extracción con fluidos presurizados, especialmente en sus condiciones supercríticas o en las inmediaciones de su punto crítico, constituye hoy en día, una operación unitaria alternativa a tradicionales formas de se-

paración fisicoquímica como son la destilación o las extracciones líquido-líquido y/o sólido-líquido, con la ventaja de poder utilizar sustancias baratas y atóxicas como solventes, como por ejemplo el dióxido de carbono, que se convirtió en la vedette en las investigaciones en el campo de la industria

¹ Tiempo transcurrido entre el momento en que se alcanzan las condiciones de presión y temperatura deseadas y la apertura de las válvulas de salida del extractor (2b y 7 en la Figura 1).

de alimentos y la industria farmacéutica.

La extracción con fluidos presurizados es una tecnología que coincide con las exigencias actuales del mercado mundial, en el sentido de requerir productos industriales cada vez más limpios en términos ecológicos, lo que garantiza una opción preferente por productos naturales extraídos con un solvente atóxico como el dióxido de carbono, por ejemplo, en lugar de los tradicionales tóxicos y costosos solventes orgánicos utilizados en las separaciones fisicoquímicas convencionales, tanto a nivel industrial como a nivel de laboratorios de investigación.

Los años finales de la década de los 70's y el comienzo de los 80's pueden ser señalados como el período del *boom* de la extracción supercrítica, con investigaciones importantes tanto en Europa como en Estados Unidos, sobre todo en la entonces Alemania Occidental, sin embargo, es por esta misma época en que se observa una clara exageración en las expectativas del público con esta tecnología, al extremo de presentarla como una panacea que iría a resolver todos los problemas presentes en la destilación y en la extracción. Este exceso de optimismo derivó en una posterior etapa de desconfianza. Hoy en día las investigaciones están más esparcidas en diferentes lugares del mundo. Brasil, por ejemplo es un importante centro de referencia, sin embargo en nuestro país recién se inicia esta importante línea de pesquisa.

Si la extracción supercrítica es comparada con la extracción líquida convencional, se le observa algunas ventajas, como su mayor rapidez en la extracción y en la separación de las fases, debido a las especiales características de transferencia de masa de los fluidos supercríticos, pues según Brunner (1994) los coeficientes de difusión binaria en mezclas de un fluido supercrítico y un componente de baja volatilidad son del orden de

10-8 m²/s lo que significa alrededor de un orden de magnitud mayor que para líquidos y dos órdenes de magnitud menores que para gases. Otra ventaja importante es la facilidad de recuperación de los solventes. El empleo de bajas o moderadas temperaturas es una ventaja importante en relación a la destilación, pues posibilita la extracción de sustancias termolábiles de baja volatilidad. Una desventaja de la extracción supercrítica es la necesidad de elevadas presiones (arriba de 7.38 MPa en el caso de usar CO₂ como solvente) que encarece las instalaciones y complica la determinación y el estudio del equilibrio de fases.

McHugh & Krukoni (1994) llaman la atención sobre algunas interpretaciones distorsionadas en relación a las propiedades de los fluidos supercríticos, especialmente en cuanto se refiere a sus propiedades de transferencia de masa. Recuerdan que con frecuencia se ha leído y escuchado que la extracción supercrítica supera las limitaciones de transferencia de masa observadas en la extracción líquida. Sin embargo esta aseveración no es enteramente correcta: si la etapa limitante² de un proceso de separación es la transferencia de un soluto desde la superficie de un sólido hacia el solvente, entonces la difusividad casi gaseosa de un fluido supercrítico, ciertamente, incrementará la difusión si se compara al proceso a través de un líquido; sin embargo, si la extracción se realiza desde una fase líquida hacia un fluido supercrítico, seguramente la etapa limitante será la difusión en la fase líquida, por lo que la característica de difusión casi gaseosa del solvente supercrítico, no será determinante en la velocidad global de transferencia de masa; y, similarmente, si se extrae un soluto del interior de una partícula no porosa, como un polímero por ejemplo, donde seguramente la etapa limitante del proceso será la difusión al interior de la partícula sólida, la mayor velocidad de difusión externa

² Es decir la etapa de mayor resistencia a la transferencia de masa.

en el solvente supercrítico tendrá poca influencia en la velocidad global de transferencia de masa; pero si el solvente supercrítico altera las características internas del sólido, entonces sí habrá una influencia en la velocidad de transferencia de masa.

La literatura actual es casi unánime en cuanto se refiere a la denominación Extracción con Fluidos Supercríticos (SFE, del inglés *Supercritical Fluid Extraction*) o Extracción Supercrítica, para referirse a la extracción que usa como solvente un fluido arriba de su presión crítica (P_c) y de su temperatura crítica (T_c); sin embargo existen algunas otras definiciones que con menor frecuencia acostumban aparecer en la literatura especializada: gases supercríticos, gases densos, fluidos o gases presurizados. A partir de la consideración de que la separación por destilación se basa en las diferencias de presión de vapor de los componentes, y la separación por extracción se basa en las propiedades del soluto que determinan la interacción molecular con las moléculas del solvente, y tomando en cuenta que ambas características están presentes en la extracción supercrítica, Zosel (1978) propuso el uso del término extracción para denominar el proceso que nos ocupa.

El desconocimiento de la cinética de procesamiento de un determinado recurso natural, minimiza las posibilidades de otorgar un mayor valor agregado al mismo, pues se carecerá del referencial necesario a la hora de diseñar y proyectar los equipos necesarios para un eventual proceso industrial.

Excepto el aguaje (*Mauritia flexuosa*) que fue caracterizado por França *et al.*, (1999), y una variedad de pijuayo, caracterizado por Araújo *et al.*, (2000), ninguna otra especie vegetal amazónica, de importancia económica potencial o efectiva, ha sido estudiada mediante la técnica de extracción con fluidos presurizados.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Para el montaje del equipo se tomó como punto de partida los trabajos de Pasquel *et al.*, (1998, 1999 y 2000) y Pasquel (1999) y fueron utilizados componentes importados de Brasil y de Estados Unidos. La tubería de 1/8" y los capilares de 1/16" de acero inoxidable 316 con espesor para soportar presiones de hasta 700 bar, fueron adquiridos a la empresa Fopil de la ciudad de Campinas (SP, Brasil). La columna de extracción, el medidor de caudal, las válvulas abre-cierra, la cinta de calentamiento y los termopares también son de procedencia brasileña, en tanto que los manómetros, válvula micrométrica y baños termostáticos son de procedencia norteamericana.

Para evaluar el funcionamiento de la unidad experimental de extracción con fluidos presurizados, se utilizaron semillas enteras secas de achote procedentes de la zona del Cuzco pero compradas en la ciudad de Lima, con una humedad promedio de 4.4%, y dióxido de carbono comprado en la ciudad de Iquitos (Carbogas). El diseño experimental utilizado fue un factorial completo 2^{3-0} , de tres variables y dos niveles: 66 y 75 bar, 15 y 25°C, 0 y 2h de período estático.

El procedimiento operacional para la utilización de la unidad experimental fue el siguiente: pesar y cargar la célula extractora con la materia prima. Prender y programar el baño a la temperatura deseada; y dejar que la materia prima de la célula extractora alcance la temperatura de trabajo. Dejar transcurrir el período estático abriendo la válvula 2a. Inicio de la extracción abriendo las válvulas 2b y 7 en la Figura 1. La periodicidad de las colectas y la duración del proceso dependen del contenido de solutos extraíbles de la materia prima.

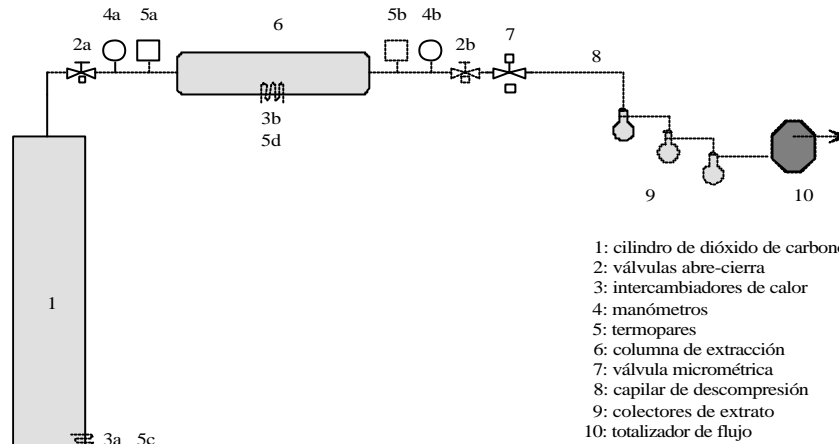


Figura 1: Unidad experimental de extracción con fluidos presurizados

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Unidad experimental

La Figura 1 muestra una visión esquemática de la unidad experimental de extracción con fluidos presurizados, motivo del presente trabajo. Con la incorporación de una bomba de alta presión, el equipo estará en condiciones de trabajar hasta una presión de 400 bar.

Tiene los siguientes componentes principales: un cilindro sifonado con capacidad de carga de hasta 30 kg de CO₂; una columna de extracción de 60.50 cm de largo y 2.16 cm de diámetro, fabricada en Brasil con acero inoxidable 316 y con resistencia mecánica comprobada hasta 80 bar y otra columna del mismo material de 37.50 cm de largo y 2.83 cm de diámetro fabricada en los talleres del

Senati-Iquitos a partir de un diseño de Pasquel (1999) para trabajar hasta 400 bar; dos manómetros digitales marca PSI-Tronix para lecturas de hasta 500 bar; dos baños termostáticos con circulación marca Polystat; un indicador de temperatura de cinco salidas marca Robert Shaw T4WM; un medidor de caudal marca LAO modelo G1; una válvula micrométrica marca Autoclave Engineers; tres válvulas abre-cierra marca Detroit modelo 1AV.

3.2 Efecto de las variables estudiadas

Para verificar el funcionamiento de la unidad de extracción descrita en el ítem precedente, se utilizó el achiote (*Bixa orellana*) como materia prima para la extracción basada en un diseño experimental que se muestra en la

Tabla 1: Condiciones experimentales y rendimiento de extracto

Nº Experimento	Presión (bar)± 1	Temperatura (°C)± 0.1	Período Estático (min) ± 1	Caudal Másico (g/min)	Extracto (%)± 0.01
2	75	25.0	0	3.3	1.89
4	75	15.0	0	3.4	1.84
7	66	15.0	120	3.4	1.63
3	75	15.0	120	3.4	1.81
6	66	25.0	0	3.3	1.74
8	66	15.0	0	3.5	1.83
5	66	25.0	120	3.4	1.54
1	75	25.0	120	3.3	1.85

Tabla 1. En esta Tabla también se muestra, además del diseño experimental utilizado, los porcentajes máxicos de extracto obtenidos por cada experimento debidamente aleatorizado, luego de diez horas de extracción de las semillas del achiote a un caudal máxico constante del CO₂ de 3.4 ± 0.1 g/min

En la Tabla 2 se observa el análisis estadístico de los resultados, realizados utilizando el módulo Experimental Design del software Statistica 5.0. Se observa que al pasar de 66 bar y cero de período estático a 75 bar y 2h de período estático existe efecto estadísticamente significativo importante (p = 0.0304); del mismo modo que cuando se pasa de 66 bar y 15°C a 75 bar y 25°C (p = 0.0369). Por otro lado, la combinación de temperatura y período estático, en los rangos evaluados en este estudio, no presenta diferencia significativa (p = 0.5424), así como

tampoco la temperatura sola (p = 0.10301). La Figura 2 permite visualizar mejor estos efectos.

3.3 Cinética de la extracción

La Figura 3 muestra el comportamiento cinético de la extracción en cada uno de los 8 experimentos realizados. Las curvas siguen el comportamiento padrón de los procesos de extracción con fluidos presurizados, y se observa que para cada uno de los casos, la primera hora fue siempre la de mayor cantidad de masa extraída, variando ésta entre el 44% del total en el experimento 4 al 31% en el experimento 2. Se observa también, de manera general, que a partir de la cuarta hora hay una tendencia hacia la estabilización de la curva de extracción.

Tabla 2: Efectos estimados de las variables estudiadas

	Efecto	Error Normal	p	Significancia Estadística al 95%
Media	1.766	0.002	0.0007	
(1) Presión	0.1585	0.004	0.0160	Sí
(2) Temperatura	-0.0245	0.004	0.1030	No
(3) Período Estático	-0.1170	0.004	0.0218	Sí
1 by 2	0.0690	0.004	0.0369	Sí
1 by 3	0.0835	0.004	0.0304	Sí
2 by 3	-0.0035	0.004	0.5424	No

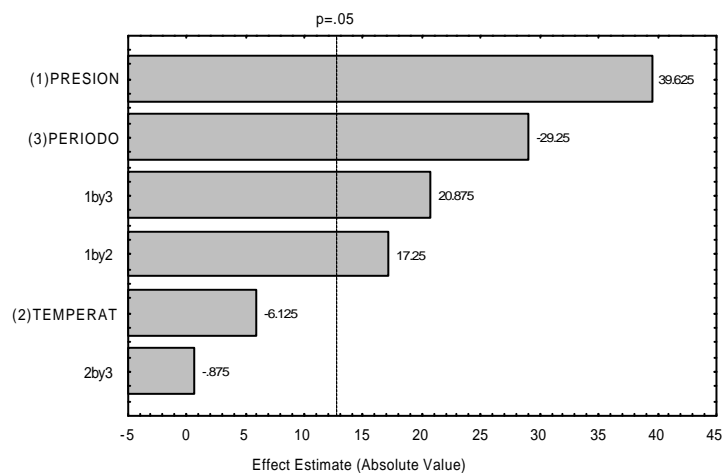


Figura 2: Diagrama Pareto de los efectos normalizados

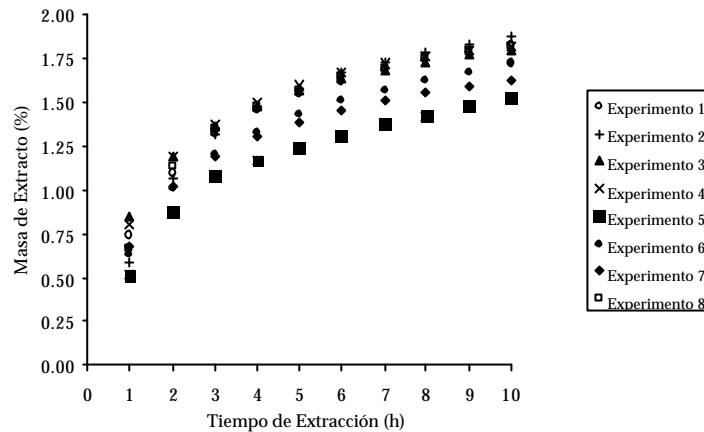


Figura 3: Curvas de extracción

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Araújo M.E.; Machado N.T.; França L.F.; Meireles, M.A.A. Supercritical extraction of pupunha (*Guilielma speciosa*) oil in a fixed bed using carbon dioxide. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v.17, n°3, September, São Paulo (2000)
- Brunner G. Gas extraction: an introduction to fundamentals of supercritical fluids and the application to separation processes. Springer, New York (1984)
- França L.F.; Reber G.; Meireles, M.A.A.; Machado, N.T.; Brunner, G. Supercritical extraction of carotenoids and lipids from buriti (*Mauritia flexuosa*) a fruit from the amazon region. *The Journal of Supercritical Fluids*, v.14, p.247 (1999)
- McHugh M.A.; Krukoni V.J. Supercritical fluid extraction-principles and practice. 2nd Ed., Butterworth-Heinemann, Boston (1994)
- Pasquel A. Extração dos glicosídeos da estévia com fluidos pressurizados. Tese para Doutor em Engenharia, Departamento de Engenharia de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, Brasil (1999).
- Pasquel A.; Marques M.O.M.; Meireles, M.A.A. Stevia (*Stevia rebaudiana* Bertoni) leaves pretreatment with pressurized CO₂: an evaluation of the extract composition. *Society for the Advancement of Supercritical Fluids. Proceedings of 6th Meeting on Supercritical Fluids*, 501-506, Nottingham, United Kingdom (1999)
- Pasquel A.; Meireles M.A.A.; Marques M.O.M.; Petenate A.J. Extraction of stevia glycosides with CO₂ + water, CO₂ + ethanol, and CO₂ + water + ethanol. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v.17, n°3, p.271-282 (2000)
- Pasquel A.; Meireles M.A.A.; Marques M.O.M. Extracción con CO₂ presurizado como etapa previa a la extracción de los glicósidos de la estévia. Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo-CYTED. *Anales del II Congreso Iberoamericano de Ingeniería de Alimentos*, CD-ROM, Bahía Blanca, Argentina, Trabajo 87 (1998)
- Zosel, K Separation with supercritical gases: practical applications. *Angewandte Chemie International*, Edition in English, v.17, n°10, p.702-709 (1978)