



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
ZARAGOZA**

**PROPUESTA DE DISEÑO E INSTRUMENTACIÓN  
DE UN RECIPIENTE A PRESIÓN A ESCALA  
PILOTO PARA EXTRACCIÓN CON FLUIDOS  
SUPERCÍTICOS**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE**

**INGENIERO QUÍMICO**

**P R E S E N T A**

**ALMA AURORA RUIZ JUÁREZ**



**DIRECTOR DE TESIS:**

**M. en E. EDUARDO VAZQUEZ ZAMORA**

**Ciudad de México**

**2016**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## ***DEDICATORIA***

*HASTA AHORA ESTE HA SIDO MI MAYOR LOGRO, CONCLUIR UN PROYECTO QUE EN UN PRINCIPIO PARECIA INTERMINABLE, PERO GRACIAS A USTEDES QUE CON SU APOYO Y MOTIVACION CONSTANTE ME ALENTARON A SEGUIR ADELANTE. CON TODO MI CARIÑO ESTA TESIS SE LAS DEDICO A USTEDES, PÍEZA FUNDAMENTAL EN MI VIDA*

- *A MIS PADRES (BERTHA Y DAVID)*
- *A MIS ABUELITOS*
- *Y A TI MI GRAN COMPAÑERO L. EDUARDO SALAS.*

# Agradecimientos

Ante todo, le agradezco a dios por darme la oportunidad de vivir y ser mi guía en cada momento, por protegerme y darme fuerzas para superar obstáculos y dificultades a lo largo de esta trayectoria y alcanzar lo que antes creía que solo sería un sueño.

Les doy gracias a mis padres primero que nada por darme la oportunidad de estudiar y estar con migo en todo momento

Mi mamá (Bertha): Por esperarme todos los días durante mi estancia en la universidad con un “¿cómo te fue?”, con la mesa servida y lista para comer, cuando notaba que llegaba fastidiada o en época de exámenes me exoneraba de toda responsabilidad para dedicar de lleno mi tiempo al estudio. Estos pequeños detalles hicieron más amena mi trayectoria escolar y me motivaron para superarme cada día más.

Mi papá (David): Por ser el sustento de la familia y mi gran ejemplo a seguir, por comprender mis arranques cuando ya no encontraba salida y con sus palabras tan sabias me motivaba a resistir las batallas y ser mejor cada día. Sin ustedes dos esto nunca hubiera sido posible. ¡¡Muchas gracias!!

A mi abuelita (Isabel): Por echarme porras cada que iba a presentar un examen, y apoyarme en todo momento, de no ser por ella quizá me hubiera visto en la necesidad de truncar mis estudios cuando mis familia paso por una mala racha.

A ti mi compañero (Eduardo Salas): Por estar siempre conmigo en las buenas y en las malas, por siempre tomarme la mano y no dejarme caer en los momentos más difíciles, pero sobre todo por tu comprensión, paciencia y amor incondicional.

A mi asesor de tesis (Eduardo Vázquez): Por orientarme en todas mis dudas y la paciencia para explicarme cada una de ellas, también le agradezco la confianza que deposito en mi y los vasitos de café cada que me tocaba entregarle avances.

A los profesores Sandra y Juvenal les agradezco el apoyo y la dedicación así como el haberme compartido sus conocimientos.

A Eduardo Hernández Orozco: Por compartir sus conocimientos y la paciencia para explicarme cada detalle y motivarme a seguir adelante a pesar de no tener idea de que era lo que seguía. Con este proyecto nuestra amistad creció y me dio la oportunidad de conocer al verdadero estudiante que ha demostrado ser.

A mis amigos, que a pesar de no ser muchos tenía a los mejores, a los que siempre estaban cuando más necesitaba. Me llevo de cada uno de ustedes un recuerdo muy especial.

## Resumen

El presente proyecto relacionado con el diseño de un recipiente a presión a escala piloto, tiene como principal objetivo la obtención de aceite esencial de nuez pecanera libre de residuos originados por el uso habitual de disolventes, por lo cual el recipiente tiene un diseño apto para la sustitución del uso de dichos disolventes, por el uso de  $CO_2$  a condiciones supercríticas, para determinar el diseño, se llevo a cabo un estudio detallado de comportamiento que el  $CO_2$  tendrá dentro del recipiente, esto con la finalidad de determinar el material adecuado para soportar una presión superior a 80 atmosferas y 30 °C. En base a los resultados obtenidos, el material empleado para el cuerpo del recipiente consta de acero inoxidable 316, con un espesor de  $\frac{1}{4}$  de pulgada y capacidad de 1.25 litros.

Para mayor eficiencia y seguridad dentro de la operación del sistema se llevo a cabo el diseño de la instrumentación requerida por el proceso, lo cual facilita su manejo y da mayor seguridad al operador.

Para comprobar la eficiencia del recipiente se llevaron a cabo diversas ecuaciones, las cuales arrojaron como resultado que el diseño del recipiente soporta las condiciones de operación requeridas para que el  $CO_2$  haga su función como disolvente, para que esto suceda, se debe introducir la cantidad de 714 g de  $CO_2$  en fase gas y elevar la temperatura a 32 °C, para alcanzar las 80 atm de presión.

Para que el calentamiento sea uniforme dentro del recipiente se sugiere el uso de una chaqueta de calentamiento, la cual tiene como función regular la temperatura requerida por la operación.

El recipiente está diseñado para soportar hasta un 50% más de las condiciones óptimas de operación, así como la instalación de una válvula de alivio, dando así mayor seguridad al operador.

El recipiente al soportar las condiciones de operación, el  $CO_2$  se comportara como disolvente, logrando así la extracción de aceite esencial libre de impurezas, lo cual ante la FDA será considerado un producto tipo GRAS, elevando la calidad del producto y satisfacción del consumidor

# Contenido

	<b>PÁG.</b>
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1. GENERALIDADES.....	3
1.1 FLUIDOS SUPERCRÍTICOS.....	3
1.1.1 CARACTERÍSTICAS GENERALES DE LOS FLUIDOS SUPERCRÍTICOS.....	5
1.2 PRODUCCION DE NUEZ PECANERA.....	5
1.2.1 PROPIEDADES DE LA NUEZ.....	7
1.2.2 BENEFICIOS DEL ACEITE ESENCIAL.....	8
1.3 RECIPIENTES A PRESIÓN.....	8
1.3.1 TIPOS DE RECIPIENTES.....	9
1.3.2 MATERIALES EN RECIPIENTES A PRESIÓN.....	12
CAPÍTULO 2. PROPUESTA DE DISEÑO.....	13
2.1. PROPIEDADES Y COMPORTAMIENTO DEL $CO_2$ .....	16
2.2. CANTIDAD DE $CO_2$ REQUERIDO PARA ALCANZAR LAS CONDICIONES SUPERCRÍTICAS.....	17
2.3. IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA.....	19
2.3.1. DIAGRAMA DEL PROCESO.....	20
2.3.2. EQUIPO A UTILIZAR DENTRO DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN.....	20
2.4. PROPUESTA DE DISEÑO DEL RECIPIENTE A PRESIÓN A ESCALA PILOTO.....	21
CAPÍTULO 3. DISEÑO DEL RECIPIENTE.....	23

3.1. DISEÑO DEL CILINDRO.....	23
3.2. DISEÑO DE LAS BRIDAS.....	24
3.3. ANÁLISIS DE ESFUERZOS.....	25
3.3.1. CÁLCULO DE ESFUERZOS DE LA SOLDADURA.....	26
3.3.2. ELONGACIÓN.....	27
3.3.3. ESFUERZOS EN LAS TAPAS.....	27
3.3.4. DIMENSIONAMIENTO.....	28
3.4. DISEÑO EN SOLIDWORKS.....	28
3.5. INSTRUMENTACIÓN.....	31
3.5.1. MICRO CONTROLADOR (ATMEGA 328).....	32
3.5.2. TERMOPAR.....	32
3.5.3. SENSOR DE PRESIÓN.....	32
3.5.4. DISPLAY PARA INTERFAZ HUMANA.....	33
3.5.5. PROGRAMA INTEGRADOR.....	33
3.5.6. SOFTWARE (LABVIEW).....	33
CONCLUSIONES.....	35
BIBLIOGRAFÍA.....	37



# Lista de figuras

	Pág.
<b>Figura 1.</b> Diagrama de fases	4
<b>Figura 2.</b> Punto crítico del $CO_2$ . (Air Liquide)	17
<b>Figura 3.</b> Proceso de extracción para obtener aceite esencial de nuez pecanera	19
<b>Figura 4.</b> Propuesta de diseño	22
<b>Figura 5.</b> Tornillo y sus componentes para el apriete de las bridas	24
<b>Figura 6.</b> Patrón de apriete cruzado	25
<b>Figura 7.</b> Diseño y Dimensionamiento del recipiente	28
<b>Figura 8.</b> Cilindro y bridas soldables	28
<b>Figura 9.</b> Vista lateral del cilindro y bridas soldables	29
<b>Figura 10.</b> Brida soldable con orificios para 6 tornillos con espiga de $\frac{1}{4}$ , cuerda estándar, grado 8 y diámetro de $\frac{3}{8}$ de pulgada	29
<b>Figura 11.</b> Brida ciega con espacio para el o-ring de viton	30
<b>Figura 12.</b> Boquilla de entrada con conexión para el tubing por medio de ferrules	31
<b>Figura 13.</b> Brida ciega con espesor de $\frac{3}{4}$ de pulgada con boquilla de salida	31

# Lista de tablas

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla 1.</b> Propiedades de algunos disolventes	4
<b>Tabla 2.</b> Producción nacional de nuez. Fuente: SIAP - SAGARPA.	6
<b>Tabla 3.</b> Composición química de la nuez. Fuente: Hand book of the Nutritional Contents Of Foods preparado por el U.S.Department of Agriculture, 1975	7
<b>Tabla 4</b> Principales ácidos grasos del aceite de nuez por cada 100 gr	7
<b>Tabla 5.</b> Comparación del uso de FSC y el uso de disolventes	14
<b>Tabla 6.</b> Aspectos favorables y desfavorables de algunos de los FSC más usuales	15
<b>Tabla 7.</b> Propiedades críticas del $CO_2$ obtenidas de la página del libro del web de Química NIST	16

# Lista de Símbolos y abreviaturas

## Símbolos con letras latinas

Símbolo	Término	Unidad	Definición
$A$	Constante de la ecuación de Peng-Robinson		$\frac{aP}{RT^2}$
$a$	Constante de la ecuación de Peng-Robinson		$0.45724 * \frac{(RTc)^2}{Pc}$
$B$	Constante de la ecuación de Peng-Robinson		$\frac{bP}{RT}$
$b$	Constante de la ecuación de Peng-Robinson		$0.07780 * \frac{RTc}{Pc}$
$D_i$	Diámetro interior	in	$(D_o - (2 * t))$
$E$	Eficiencia		
$E$	Esfuerzo máximo permisible	$\frac{lb}{in^2}$	
$h$	Altura del cilindro	in	$\frac{v}{\pi * r^2}$
$n$	Número de moles	mol	$\frac{V}{Vm}$
$R$	Constante de los gases	$\frac{latm}{molK}$	0.082058
$S_n$	Esfuerzo normal paralelo a la línea de soldadura	$\frac{lb}{in^2}$	$S_{prom} + R \cos(50^\circ)$
$S_w$	Esfuerzo normal perpendicular a la línea de soldadura	$\frac{lb}{in^2}$	$S_{prom} - R \cos(50^\circ)$
$S_1$	Esfuerzo máximo al centro de las tapas	$\frac{lb}{in^2}$	$\frac{3}{8} * \frac{a^2}{t}$
$S_2$	Deflexión al centro del plato bajo presión	in	$\frac{(3Pa)^2 (5 + \nu)(1 - \nu)}{(16 * E * t)^3}$
$t$	espesor	in	
$V_m$	Volumen molar	$\frac{l}{mol}$	$\frac{zRT}{P}$

## Símbolos con letras griegas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
$\delta$	Elongación tangencial	in	$\left(\frac{Pa^2}{2Et}\right) * (2 - \nu)$
$\xi$	Elongación longitudinal	in	$\left(\frac{Pa}{2Et}\right) * (1 - 2\nu)$
$\sigma_1$	Esfuerzo anular	$\frac{lb}{in^2}$	$\frac{P(b^2 + a^2)}{b^2 - a^2}$
$\sigma_2$	Esfuerzo longitudinal	$\frac{lb}{in^2}$	$\frac{Pa^2}{b^2 - a^2}$
$\sigma_3$	Esfuerzo radial	$\frac{lb}{in^2}$	$-P$

## Subíndices

Subíndice	Término
l	litro
$\rho$	densidad
K	kelvin

## Abreviaturas

Abreviatura	Término
ASME	Sociedad Americana de Ingenieros Químicos
atm	atmosfera
$CO_2$	Bióxido de Carbono
FDA	Administración de Alimentos y Fármacos
FSC	Fluidos SuperCríticos
GRAS	Generalmente reconocido como seguro
lb	libras
$\frac{lb}{in^2}$	psi
Pc	Presión critica
Tc	Temperatura critica



# Introducción

A lo largo de los años el tema de la degradación y destrucción de la capa de ozono es un problema que se ha venido agravando con el paso del tiempo, este problema no sólo es local sino a nivel mundial, esta contrariedad es causada en cierta parte por el uso de solventes, como sabemos no es el único conflicto que derivan del uso de éstos, de forma general también contribuyen a la formación de ozono ambiental o troposférico (es decir, en las capas bajas de la atmósfera) en presencia de la luz solar, causando efectos nocivos tanto para la salud humana (provoca afecciones en la capacidad respiratoria) como para el medio ambiente (interfiere en el crecimiento de la vegetación y cultivos, aumenta su sensibilidad a plagas, sequías y heladas, y produce smog).

Otro problema que presentan las industrias al llevar a cabo la extracción con disolventes es el alto precio, así como riesgos de toxicidad, incendio o explosión, pérdidas por evaporación e impurezas presentes a causa de los disolventes.

Hoy en día la necesidad de productos de alta calidad, es de gran demanda en la sociedad, cuando se habla de calidad muchas veces hacemos referencia a la pureza de lo que se está produciendo, por lo cual han surgido nuevas técnicas que proveen a los productos de la pureza necesaria y sin los contaminantes que dejan presentes los procesos de extracción.

Dentro de las clasificaciones de los productos de alta pureza podemos remarcar la existencia de los tipo "GRAS" que es un acrónimo de la frase "*generalmente reconocido como seguro*" (Generally Recognized As Safe) Conforme a los artículos 201 (s) y 409 de la Ley Federal de Alimentos, Medicamentos y Cosméticos (de la Ley Estadounidense), cualquier sustancia que se agrega intencionalmente a los alimentos, es un aditivo alimentario que está sujeta a revisión y aprobación de la FDA "Administración de Alimentos y Fármacos" por sus siglas en inglés (Food

and Drug Administration), a menos que la sustancia se reconozca generalmente, entre los expertos cualificados, como si hubieran sido demostrados adecuadamente para ser seguro en las condiciones de su uso previsto, o que el uso de las sustancias estén excluidas de la definición de un aditivo alimentario.

Haciendo un análisis sobre la problemática que genera el uso de disolventes y la demanda de productos tipo GRAS, la extracción con fluidos supercríticos es una posible solución a este tipo de problemas. Considerando además que la extracción con este tipo de fluidos es amigable con el medio ambiente y nos da la pureza que se requiere para que el producto sea de tipo GRAS, el diseño de un recipiente a presión a escala piloto para llevar a cabo este proceso, facilitara la obtención así como también el tiempo y los costos de producción.

El principal objetivo de este proyecto es la pureza con la que se obtendrá el producto y optimizar los costos de producción ya que el consumidor lo que busca de este es su calidad y los precios bajos, lo cual hace más rentable el proceso de producción así como dar a conocer la importancia de productos de alta pureza que son utilizados en un amplio campo de aplicaciones y que normalmente se encuentran en el área de alimentos y medicamentos, por lo cual es necesario generar y garantizar la calidad y pureza de los mismos.

Para llevar a cabo el diseño del recipiente a presión en escala piloto se debe tomar en cuenta la presión interna para así determinar el material que soporte dicha condición y en base a cálculos matemáticos determinar el tamaño y el espesor que debe tener dicho recipiente para alcanzar y soportar las condiciones del  $CO_2$  por encima del punto crítico.

# Capítulo 1 GENERALIDADES

## 1.1 FLUIDOS SUPÉRCRITICOS

Un fluido supercrítico (FSC) es cualquier sustancia que se encuentre en condiciones de presión y temperatura superiores a su punto crítico que se comporta como “un híbrido entre un líquido y un gas”, es decir, puede difundir como un gas (efusión), y disolver sustancias como un líquido (disolvente).

En un diagrama de fases clásico, las curvas de fusión, sublimación y vaporización muestran las zonas de coexistencia de dos fases. Tan solo hay un punto de coexistencia de tres fases, el llamado punto triple (PT). El cambio de fase se asocia a un cambio brusco de entalpía y densidad. Pero por encima del punto crítico ( $P_c$ ) este cambio no se produce, por tanto, podríamos definir este punto como aquel por encima del cual no se produce licuefacción al presurizar, ni gasificación al calentar; y por ende un fluido supercrítico es aquel que se encuentra por encima de dicho punto.

Las propiedades de los fluidos supercríticos son expresadas frecuentemente en términos reducidos más que en absolutos. Un valor reducido se define como el cociente entre el valor absoluto considerado y el valor correspondiente al punto crítico. Por tanto, si la presión y temperatura reducidas ( $P_r$  y  $T_r$ ) son superiores a la unidad, la sustancia en cuestión se haya sometida a condiciones supercríticas.

Cuando se aumenta la presión y la temperatura al mismo tiempo siguiendo la línea de coexistencia gas-líquido, llegara un momento (condiciones  $P_c$  y  $T_c$ ) en que el gas esta tan comprimido y el liquido tan expandido que  $\rho_{liq} = \rho_{gas}$ , evitando diferenciar las fases que se involucran en el sistema, como se puede observar en la siguiente figura.



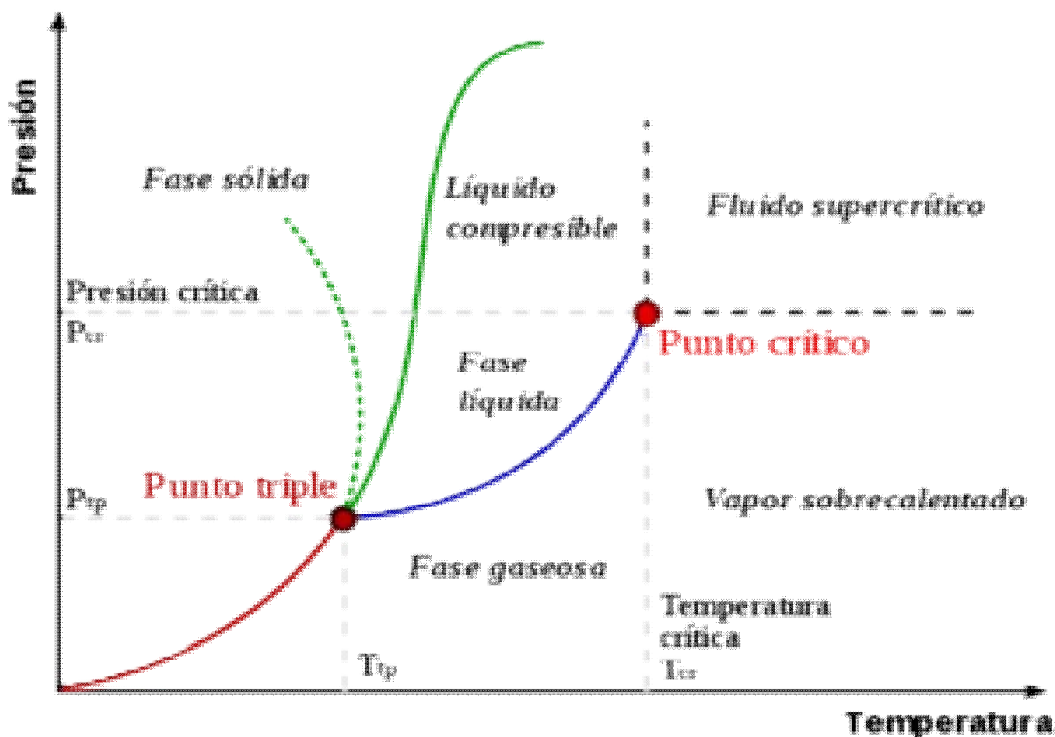


Figura 1. Diagrama de fases

A continuación se muestra una tabla con las propiedades de algunos compuestos usados comúnmente como fluidos supercríticos.

Solvente	Peso molecular	T° crítica	Presión crítica	Densidad crítica
	g/mol	K	MPa (atm)	g/cm <sup>3</sup>
Dióxido de carbono (CO <sub>2</sub> )	44,01	304,18	7,38 (72,83)	0,469
Agua (H <sub>2</sub> O)	18,02	647,3	22,12 (218,3)	0,348
Metano (CH <sub>4</sub> )	16,04	190,4	4,60 (45,4)	0,162
Etano (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> )	30,07	305,3	4,87 (48,1)	0,203
Propano (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> )	44,09	369,8	4,25 (41,9)	0,217
Etileno (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	28,05	282,4	5,04 (49,7)	0,215
Propileno (C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> )	42,08	364,9	4,60 (45,4)	0,232
Metanol (CH <sub>3</sub> OH)	32,04	512,6	8,09 (79,8)	0,272
Etanol (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	46,07	513,9	6,14 (60,6)	0,276
Acetona (C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O)	58,08	508,1	4,70 (46,4)	0,278

Tabla 1. Propiedades de algunos disolventes

### **1.1.1 Características generales de los Fluidos Supercríticos**

- Baja viscosidad
- Tensión superficial muy baja, lo cual facilita la penetrabilidad en materiales porosos
- No son gases ni líquidos, pero tienen propiedades de estos  
Gases (difusividad)  
Líquidos (solvatación)
- Alta difusividad
- Compresibilidad
- Poder solubilizante variable
- En extracción poseen características de eficacia y rapidez

Propiedades ideales para un FSC

- No toxico
- No corrosivo
- Condiciones críticas moderadas
- Bajo costo
- Gas en condiciones ambientales
- No inflamable alta pureza
- Capacidad de disolvente

## **1.2 PRODUCCIÓN DE NUEZ PECANERA**

El árbol de pecan es el único nogal de origen americano, nativo del norte de México y sur de Estados Unidos, su conocida nuez pecanera es la semilla de su fruto, que se encuentra dentro de una cáscara indehisciente o endocarpio leñoso, formada de dos lóbulos carnosos comestibles. A diferencia de otras nueces, la nuez pecanera puede distinguirse por su cáscara delgada, denominada también “cáscara de papel”, misma que facilita el proceso de “quebrado”, esta nuez se caracteriza por un sabor y aroma agradable. México era el segundo productor mundial de Nuez Pecanera después de Estados Unidos, se cosecha entre octubre y diciembre con las variedades Western, Wichita y criollas, principalmente.

## CAPÍTULO 1 GENERALIDADES

---

Las variedades de nueces Western, Wichita, son nueces de tamaño mediano a grande, de cáscara delgada y blanda. Las nueces “criollas” denominadas así aquellas que provienen de arboles que no son injertados, o bien, injertados con material vegetativo identificado como nativo, generalmente son nueces pequeñas y medianas, de cáscara gruesa y dura comparadas con las variedades antes mencionadas

La exportación e importación de nuez pecanera se da principalmente por Estados Unidos; la nuez mexicana es apreciada por China y Estados Unidos por su alto nivel de calidad y sanidad, así como por la pureza de su contenido comestible. China junto con Estados Unidos, se han convertido en los principales compradores de la producción nacional de nuez pecanera por sus altos niveles de calidad y sanidad, así como por la pureza de su contenido comestible.

La producción de nuez en México ha aumentado en cerca de un 80% en los últimos trece años, alcanzando actualmente alrededor de 110 mil toneladas, distribuidas aproximadamente como se muestra en la siguiente tabla

### Producción Nacional de nuez por entidad en el 2012

Estado	Volumen	
	miles de toneladas	participación
Chihuahua	60	54.30%
Sonora	17.1	15.50%
Coahuila	15	13.60%
Durango	6.5	5.90%
Nuevo León	6.1	5.50%
Resto del país	5.8	5.20%
total nacional	110.6	100%

Tabla 2. Producción nacional de nuez. Fuente: SIAP - SAGARPA.

### 1.2.1. Propiedades de la nuez pecanera

Composición química de la nuez (por cada 100 gr)

Nutriente	cantidad
Calcio (mg)	73
Fósforo (mg)	289
Hierro (mg)	2.4
Potasio (mg)	603
Magnesio (mg)	142
sodio (mg)	trazas
Tiamina B1 (mg)	0.86
Riboflavina B2 (mg)	0.13
Niacina B3 (mg)	0.9
Vitamina C (mg)	2
Vitamina A	130
Proteínas totales	9.20%
Total de carbohidratos	14.60%
Fibras	2.30%
Aceites	73.20%
Agua	3.40%
Calorías	687.00%

Tabla 3. Composición química de la nuez. Fuente: Handbook of the Nutritional Contents of Foods preparado por el U.S.Department of Agriculture, 1975.

Principales ácidos grasos del aceite de nuez por cada 100 gr

ácidos grasos	cantidad
grasas saturadas	9.1
acido palmítico	7
acido esteárico	2
grasas monosaturadas	22.8
acido oleico	22.2
acidogadoleico	0.4
grasas poliinsaturadas	63.3
acidolinoleico	52.9
acidolinoléico	10.4

Tabla 4 Principales ácidos grasos del aceite de nuez por cada 100 gr

### **1.2.2 Beneficios del aceite esencial**

En base a esta información, la nuez posee un amplio contenido de nutrientes benéficos para la salud, a continuación se muestra una lista de dichos beneficios

- Salud

- Mejora la circulación sanguínea
- Ayuda a combatir el estreñimiento
- Ayuda a reforzar el sistema inmunológico y nervioso
- Ayuda a regular colesterol y triglicéridos
- Previene la arterioesclerosis
- Mejora el funcionamiento cerebral
- Previene la anemia
- Favorece la eliminación de paracitos

- Cosmética

- Ayuda a hidratar la piel
- Previene el envejecimiento de la piel
- Ayuda a calmar y resolver afecciones como dermatitis
- Ayuda a mantener sanas las uñas y el cabello

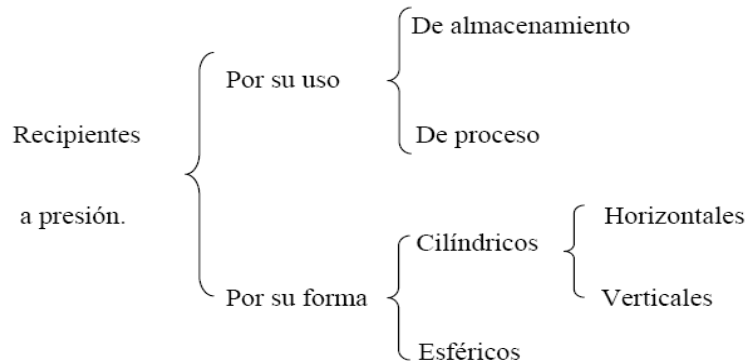
- Alimenticia

### **1.3. RECIPIENTES A PRESIÓN**

Se considera como un recipiente a presión cualquier vasija cerrada que sea capaz de almacenar un fluido a presión manométrica, ya sea presión interna o presión externa, independientemente de su forma y dimensiones.

### 1.3.1. Tipos de recipientes

Los diferentes tipos de recipientes a presión que existen se clasifican de la siguiente manera:



- **POR SU USO**

Por su uso se dividen en recipientes de almacenamiento y en recipientes de proceso. Los primeros nos sirven únicamente para almacenar fluidos a presión, y de acuerdo con su servicio son conocidos como tanques de almacenamiento, tanques de día, tanques acumuladores, etc. Los recipientes a presión de proceso tienen múltiples y muy variados usos, entre ellos podemos citar los cambiadores de calor, reactores, torres fraccionadoras, torres de destilación, etc.

- **POR SU FORMA**

Por su forma, los recipientes a presión, pueden ser cilíndricos o esféricos. Los primeros pueden ser horizontales o verticales, y pueden tener, en algunos casos, chaquetas para incrementar o decrecer la temperatura de los fluidos según el caso. Los recipientes esféricos se utilizan generalmente como tanques de almacenamiento, y se recomiendan para almacenar grandes volúmenes a altas presiones. Puesto que la forma esférica es la forma "natural" que toman los cuerpos al ser sometidos a presión interna, ésta sería la forma más económica para almacenar fluidos a presión, sin embargo, la fabricación de este tipo de recipientes es mucho más cara en comparación con los recipientes cilíndricos.

- **TIPOS DE TAPAS**

Para “cerrar” recipientes cilíndricos, existen varios tipos de tapas, entre otras tenemos las siguientes: Tapas planas, planas con ceja, únicamente abombadas, abombadas con ceja invertida, toriesféricas, semielípticas, semiesféricas, tapas 80-10, tapas cónicas, toricónicas, etc.

- **SOLDADURAS EN RECIPIENTES A PRESIÓN**

El procedimiento más utilizado actualmente en la fabricación de recipientes a presión es el de soldadura, el cual eliminó el sistema de remachado que se usó hasta hace algunos años.

Todas las soldaduras serán aplicadas mediante el proceso de arco eléctrico sumergido, el cual puede ser manual o automático, En cualquiera de los dos casos, deberá tener penetración completa y se deberá eliminar la escoria dejada por un cordón de soldadura, antes de aplicar el siguiente. Con el fin de verificar si una soldadura ha sido bien aplicada se utilizan varias formas de inspección, entre ellas está el de radiografiado, la prueba de líquidos penetrantes y algunas veces se utiliza el ultrasonido.

- **BOQUILLAS EN LOS RECIPIENTES A PRESIÓN**

Todos los recipientes a presión deberán estar provistos de boquillas y conexiones de entrada y salida del producto, válvula de seguridad, entrada de hombre, venteo, etc; A continuación se enlistan algunas de las boquillas que se deben instalar en los recipientes a presión:

- A.- Entrada (s) de producto.
- B.- Salida (s) de producto.
- C.- Drene.
- D.- Venteo.
- E.- Entrada (s) de hombre.
- F.- Conexión para válvula de seguridad.
- G.- Conexión para manómetro.
- H.- Conexión para termómetro (termopar).
- I.- Conexiones para indicadores de nivel.
- J.- Conexiones para control de nivel, etc.

- **SELECCIÓN DE BRIDAS PARA BOQUILLAS**

Se recomienda que las boquillas de 1-1/4" de diámetro y menores sean instaladas por medio de coples roscados de 3,000 y 6,000 libras/pulgada<sup>2</sup>. Las boquillas de 1 - 1/2" y mayores deberán ser bridadas. De acuerdo a la forma de unir las bridas a los cuellos de las boquillas, existen los siguientes tipos de bridas:

- 1.- Brida de cuello soldable.
- 2.- Brida deslizable.
- 3.- Brida de traslape.

- Bridas de cuello soldable.

Se distinguen de las demás por su cono largo y por su cambio gradual de espesor en la región de la soldadura que las une al tubo. El cono largo suministra un refuerzo importante a la brida desde el punto de vista de resistencia. La ligera transición desde el espesor de la brida hasta el espesor de la pared del tubo, efectuada por el cono de la brida, es extremadamente benéfico bajo los efectos de flexión repetida, causada por la expansión de la línea u otras fuerzas variables y produce una resistencia de duración equivalente a la de una unión soldada entre tubos. Por lo anterior, este tipo de brida se prefiere para todas las condiciones severas de trabajo, ya sea que esto resulte de altas presiones o de temperaturas elevadas o menores de cero, ya sea también para condiciones de carga que sean sustancialmente constantes o que fluctúen entre límites amplios. Las bridas de cuello soldable se recomiendan para el manejo de fluidos explosivos, inflamables o costosos, donde una falla puede ser acompañada de desastrosas consecuencias.



### **1.3.2. MATERIALES EN RECIPIENTES A PRESIÓN**

En la etapa de diseño de recipientes a presión, la selección de los materiales de construcción es de relevante importancia, para lo cual, necesitamos definir una secuencia lógica en la selección de éstos. Cabe hacer la aclaración que éste es un tema muy amplio y complejo, por lo cual, será difícil llegar a dar recetas para la selección adecuada de los materiales a usar, en recipientes a presión.

## Capítulo 2

## PROPUESTA DE DISEÑO

En la actualidad el uso de disolventes empleados para la extracción, trae consigo una serie de problemáticas relacionadas con el medio ambiente y la salud humana, así como impurezas dentro del producto obtenido, por lo cual el uso de FSC es una alternativa para la obtención de productos tipo GRAS.

Entre los fluidos supercríticos existentes el más usado es el  $CO_2$  por las propiedades críticas que posee ( $T_c$  de 31.2 °C y  $P_c$  de 73.8 bar), por lo cual una posible solución a la problemática de contaminación y demanda de productos gras, se llevara a cabo el diseño de un recipiente a presión a escala piloto para extracción con fluidos supercríticos, que soporte las condiciones supercríticas a las cuales el  $CO_2$  se comporte como disolvente.

- **Eficiencia de los Fluidos Supercríticos**

Una alternativa para sustituir el uso de disolventes es el uso de fluidos supercríticos (FSC) los cuales son considerados disolventes con propiedades ajustables que están a una Temperatura y Presión por encima del punto crítico termodinámico, poseen tensión superficial baja, lo cual permite penetrar en materiales porosos logrando así hacer el trabajo del disolvente dentro de un proceso.

La extracción con fluidos supercríticos, resulta una alternativa interesante para la extracción y fraccionamiento de aceites vegetales, ya que no posee los inconvenientes de los disolventes orgánicos tradicionales, algunas ventajas que ofrece el uso de fluidos supercríticos son el no ser tóxico, ni dejar residuos en sus productos, así como su capacidad selectiva para extraer ciertas sustancias al realizar pequeños cambios de presión y temperatura.

A continuación se muestra una tabla de comparación entre un fluido supercrítico y el uso de disolventes.

FLUIDO SUPERCRÍTICO	USO DE DISOLVENTES
No tóxico	tóxico
No inflamable	inflamable
Ambientalmente benigno	Nocivo para el medio ambiente
Altamente disponible con un alto nivel de pureza	
Bajo costo	Alto costo
Los materiales biológicos son termolábiles	Se evaporan con facilidad
Costes de instalación y operación moderados	

Tabla 5. Comparación del uso de FSC y el uso de disolventes

- **Selección del Fluido Supercrítico adecuado para la extracción de aceite esencial de nuez**

La selección de un fluido supercrítico para la extracción está muy limitada por la necesidad de una temperatura y presión críticas razonables, así como su estado gaseoso en condiciones normales. La estabilidad térmica del compuesto extraído a la temperatura necesaria para operar es uno de los factores que determina la elección del fluido supercrítico. Por esto, y especialmente en el caso de analitos termolábiles, es preferible una presión crítica baja.

En algunas ocasiones el uso de un fluido supercrítico está vedado por limitaciones instrumentales asociadas con la elevada presión crítica de ciertos fluidos supercríticos y el poder corrosivo que algunos de ellos presentan. Por este motivo siempre se prefieren disolventes con presiones críticas moderadas. Cuando la  $P_c$  del fluido es muy alta la instrumentación se complica por las elevadas presiones a las que se trabaja. Además, la corrosividad de algunos fluidos supercríticos puede verse aumentada por las altas presiones y temperaturas de trabajo

En la tabla 6 se muestran las ventajas y desventajas de los FSC más comunes en para la extracción

INORGÁNICOS							
propiedades	CO <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	N <sub>2</sub> O	CFC	HC	MeOH
toxicidad	+	-	+		+	+	-
inflamabilidad	+	-	+		+	-	-
bajo coste	+	-	+		+	+	-
reactividad	+	-	-	-	+	+	-
facilidad para alcanzar las condiciones críticas	+	-	-	+	+	+	-
agresividad con el medio ambiente	+		+		-		
gas en condiciones ambientales	+		-	+	+	+	-
compatibilidad con el detector	+					-	
polaridad	-	+		+	+	-	+

Favorable +  
Desfavorable -

CFC=clorofluorocarbonos

HC= hidrocarburos

MeOH= metanol

Tabla 6. Aspectos favorables y desfavorables de algunos de los FSC más usuales (Valcárcel Cases 1993)

El CO<sub>2</sub> supercrítico, que no es tóxico ni inflamable, es útil para procesar productos naturales y de grado alimenticio, los cuales requieren tratamientos suaves en estos procesos para preservar sus características nutritivas y organolépticas. La ausencia de toxicidad, así como las condiciones moderadas de trabajo cuando se usa CO<sub>2</sub> supercrítico, además de que la extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico permite su fácil recuperación por procesos de reciclaje o liberación al medio ambiente lo cual lo convierte en el disolvente ideal para la industria agroalimentaria.

Otro aspecto muy importante que se debe tener en cuenta para la elección del fluido supercrítico que se usara para llevar a cabo la extracción es el costo.

Teniendo en cuenta las características que debe poseer un fluido supercrítico para ser seleccionado en el proceso, el CO<sub>2</sub> es el que se empleara para llevar a cabo la extracción de aceite de nuez, ya que su precio es relativamente bajo, no es corrosivo, posee una temperatura crítica baja, la cual no descompone el aceite a extraer.

## 2.1. Propiedades y comportamiento del $CO_2$

En la siguiente tabla se muestran las condiciones críticas del  $CO_2$

Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
$T_c$	304.18	K	N/A	Suehiro, Nakajima, et al., 1996	Uncertainty assigned by TRC = 0.04 K; TRC
$T_c$	304.1	K	N/A	Weber, 1989	Uncertainty assigned by TRC = 0.1 K; TRC
$T_c$	304.35	K	N/A	Li and Kiran, 1988	Uncertainty assigned by TRC = 0.4 K; TRC
$T_c$	304.200	K	N/A	Morrison, 1981	Uncertainty assigned by TRC = 0.02 K; TRC
$T_c$	304.23	K	N/A	Efremova and Shvarts, 1972	Visual, agreement with literature evidence of sample purity; TRC
Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
$P_c$	73.80	bar	N/A	Suehiro, Nakajima, et al., 1996	Uncertainty assigned by TRC = 0.15 bar; TRC
$P_c$	73.40	bar	N/A	Li and Kiran, 1988	Uncertainty assigned by TRC = 0.50 bar; TRC
$P_c$	73.825	bar	N/A	Angus, Armstrong, et al., 1976	Uncertainty assigned by TRC = 0.005 bar; TRC
Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
$V_c$	0.0919	l/mol	N/A	Li and Kiran, 1988	Uncertainty assigned by TRC = 0.001 l/mol; TRC
Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
$\rho_c$	10.6	mol/l	N/A	Suehiro, Nakajima, et al., 1996	Uncertainty assigned by TRC = 0.05 mol/l; TRC
$\rho_c$	10.590	mol/l	N/A	Angus, Armstrong, et al., 1976	Uncertainty assigned by TRC = 0.007 mol/l; TRC
$\rho_c$	10.8	mol/l	N/A	Andrzhievskii and Chernova, 1970	Uncertainty assigned by TRC = 0.2 mol/l; TRC
$\rho_c$	10.64	mol/l	N/A	Lowry and Erickson, 1927	Uncertainty assigned by TRC = 0.034 mol/l, from a plot of $(DN(lq) + DN(g))/2$ based on exp. measurement and extrapolated to 31.0 deg C; TRC

Tabla 7. Propiedades críticas del  $CO_2$  obtenidas de la página del libro del web de Química NIST

Representación grafica del Punto crítico del  $CO_2$

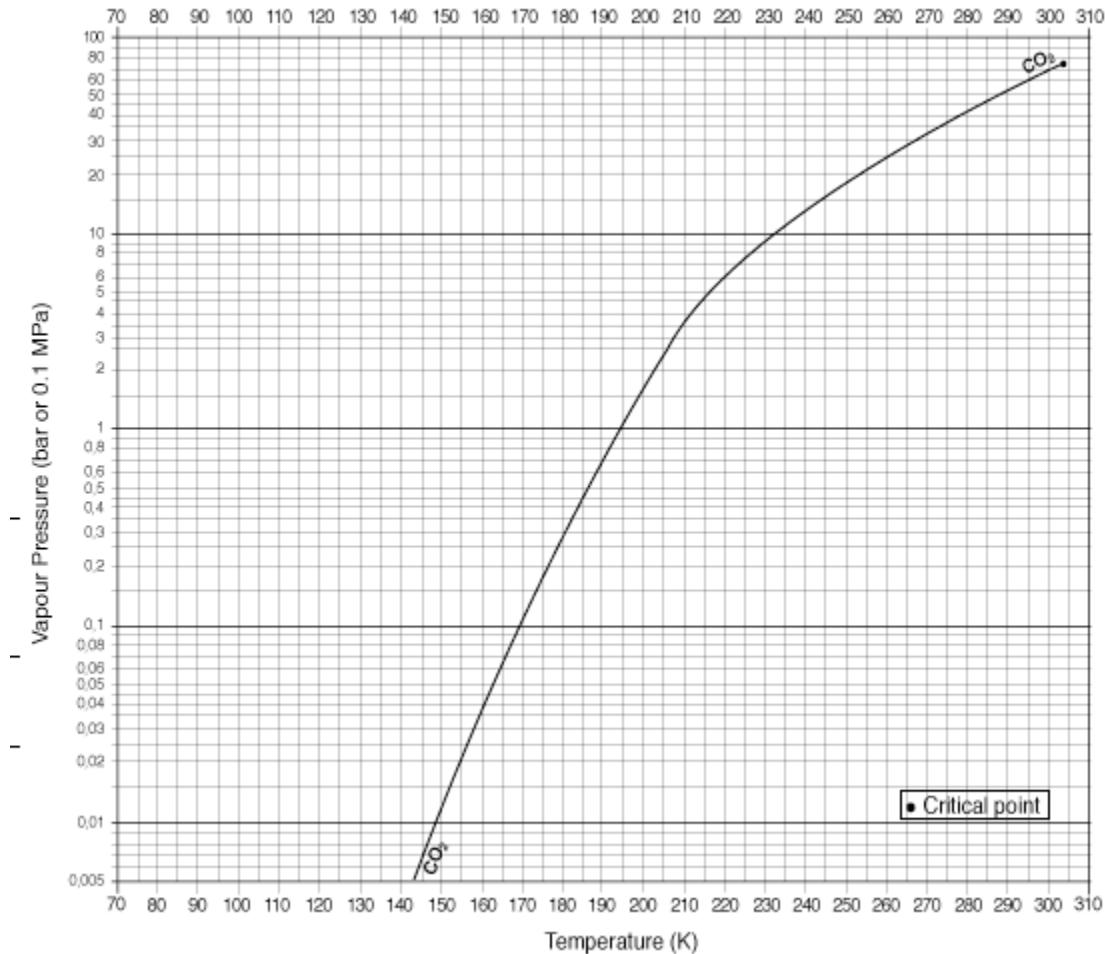


Figura 2. Punto crítico del  $CO_2$ . (Air Liquide)

En la figura 2 se puede apreciar que las condiciones de operación están por encima del punto crítico.

**2.2 Cantidad de  $CO_2$  requerido para alcanzar las condiciones supercríticas**

Para que el recipiente a presión alcance las condiciones supercríticas, se debe introducir una cantidad determinada de  $CO_2$ , para determinar dicha cantidad se usará la ecuación de Peng-Robinson, a continuación se presentan los cálculos que se deben llevar a cabo para obtener el resultado.

- Ecuación de peng-Robinson

$$P = \frac{RT}{V_m - b} - \frac{a\alpha}{Vm^2 + 2bVm - b^2}$$

- Ecuación para el cálculo de  $z^3$

$$z^3 - (1 - B)z^2 + (A - 3B^2 - 2B)z - (AB - B^2 - B^3) = 0$$

$$R = 0.082058 \frac{\text{latm}}{\text{molK}}$$

$$T = 305.15 \text{ K}$$

$$T_c = 304.18 \text{ K}$$

$$P = 80 \text{ atm.}$$

$$P_c = 72.8349 \text{ atm.}$$

$$a = 0.45724 * \frac{(RT_c)^2}{P_c} = 0.45724 * \frac{(0.082058 \frac{\text{latm}}{\text{molK}} * 304.18 \text{ K})^2}{72.8349 \text{ atm}} = 3.911133$$

$$b = 0.07780 * \frac{RT_c}{P_c} = 0.07780 * \frac{0.082058 \frac{\text{latm}}{\text{molK}} * 304.18 \text{ K}}{72.8349 \text{ atm}} = 0.026662$$

$$A = \frac{aP}{RT^2} = \frac{3.911133 * 80 \text{ atm}}{(0.082058 \frac{\text{latm}}{\text{molK}} * 305.15 \text{ K})^2} = 0.499033$$

$$B = \frac{bP}{RT} = \frac{0.026662 * 80 \text{ atm}}{0.082058 \frac{\text{latm}}{\text{molK}} * 305.15 \text{ K}} = 0.085182$$

$$z^3 - (1 - 0.085182)z^2 + (0.499033 - (3 * 0.085182^2) - (2 * 0.085182))z - ((0.499033 * 0.085182) - 0.085182^2 - 0.085182^3) = 0.236315$$

- Para el cálculo del volumen molar

$$V_m = \frac{zRT}{P} = \frac{0.236315 * 0.082058 \frac{\text{latm}}{\text{molK}} * 305.15 \text{ K}}{80 \text{ atm}} = 0.073966 \frac{\text{l}}{\text{mol}}$$

- Numero de moles

$$n = \frac{V}{V_{mol}} = \frac{1.2l}{0.073966 \frac{l}{mol}} = 16.22361 mol$$

Peso molecular del  $CO_2 = 44.01 \frac{g}{mol}$

$$m = n * PM = 16.22361 mol * 44.01 \frac{g}{mol} = 714.0011g$$

En base a las ecuaciones calculadas, para alcanzar las condiciones supercríticas se debe introducir una cantidad de 714.0011g de  $CO_2$

### 2.3. Implementación del sistema

Para efectuar la extracción por medio de fluidos supercríticos a escala piloto se pretende implementar un sistema de extracción por lotes, es decir tipo batch.

Esta modalidad de procesamiento se aplica a procesos de extracción sólido líquido, por ejemplo en descafeinado de café o en extracción de lúpulos, aromas y sabores de especias de hierbas aromáticas. La desventaja de este tipo de extracción es que se requiere compresión y descompresión continua, cabe mencionar que el único objetivo es el diseño del recipiente a presión a escala piloto que se adapte a dicho proceso. A continuación se muestra el proceso que se propone para llevar a cabo la extracción de aceite esencial, usando como disolvente el  $CO_2$  supercrítico.

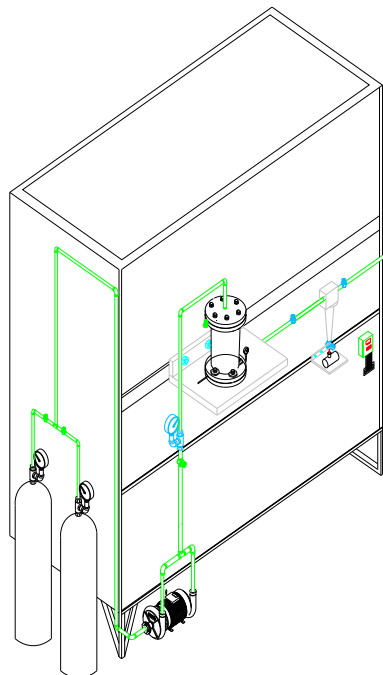


Figura 3. Proceso de extracción para obtener aceite esencial de nuez pecanera



### 2.3.1. Diagrama del proceso

El  $CO_2$  sale del cilindro contenedor, pasa a través del tubing. Luego el  $CO_2$  es comprimido mediante una bomba de membrana. Posteriormente, el  $CO_2$  supercrítico comprimido pasa al recipiente a presión. Una camisa termostatazada cubrirá dicho recipiente que permitirá controlar la temperatura de operación, hasta alcanzar la presión de 80 atmosferas. La presión a la cual sale del recipiente el  $CO_2$  supercrítico junto con el extracto disuelto pasan a un separador, en esta etapa el  $CO_2$  pasa a estado gaseoso, siendo así liberado a la atmosfera y el extracto precipita en un recipiente de almacenamiento.

### 2.3.2 Equipo a utilizar dentro del sistema de extracción

De este sistema se lista el equipo utilizado:

#### BOMBA

Para las grandes extracciones las bombas de diafragma son las más comunes. Las cabezas de la bomba por lo general requieren de refrigeración, y el  $CO_2$  también se enfriará antes de entrar en la bomba

#### RECIPIENTE A PRESIÓN

Es el recipiente donde se mezclan la materia prima y el fluido supercrítico, en las condiciones determinadas de temperatura y presión. Este recipiente es capaz de resistir las elevadas presiones de operación, y cabe la posibilidad de hacer reciclar el fluido supercrítico. El producto que queda en el recipiente es refinado, mientras que el fluido supercrítico sale conjuntamente con el extracto hacia el separador.

#### SEPARADOR

Es el recipiente donde se modifican las condiciones con respecto al extracto, normalmente se reduce la presión, con el fin de disminuir el poder disolvente del fluido supercrítico, y así el extracto y el fluido quedan separados.

## EQUIPOS DE CONTROL Y SEGURIDAD

Estos son fundamentales en unas plantas de alta presión y temperatura para asegurar un buen funcionamiento de la instalación, evitar accidentes, facilitar el trabajo de los operarios y obtener así el máximo rendimiento del equipo, en el siguiente capítulo se enlistan los componentes de este sistema.

### **2.4. Propuesta de diseño del recipiente a presión a escala piloto**

Se propone el diseño de un recipiente a presión que soporte más de 120 atmósferas de presión, tomando en cuenta el sobrediseño para mayor seguridad del operador, el cual incluya una válvula de alivio para reforzar la seguridad, así como un indicador de presión y temperatura, para monitorear dichas condiciones dentro del recipiente.

Se sugiere que el recipiente este conformado por un par de bridas soldables y un par de bridas ciegas con cavidad para introducir el  $CO_2$  en fase gaseosa. La entrada será por la parte superior, permitiendo que la salida sea por la parte inferior, esto con la finalidad de obtener la mayor cantidad de aceite posible. Las bridas serán atornilladas para que sea más fácil desmontar el equipo entre cada descarga, las cuales contarán con empaques para tener mayor fuerza de sellado, en el siguiente capítulo se da la especificación del empaque a utilizar.

Para el caso de la tubería, se usará tubing de acero inoxidable, ya que las condiciones de presión a las cuales operará el sistema son bastante altas.

Para evitar disturbios dentro del sistema, relacionados a que el recipiente pudiera ser movido durante su operación, se sugiere el uso de dos cinturones que sujeten el cuerpo del cilindro, dando así mayor seguridad al operador.

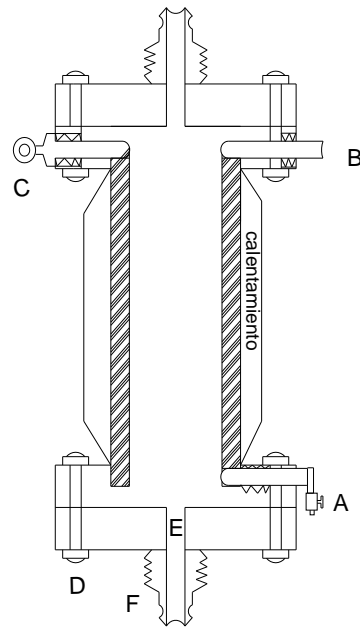


Figura 4. Propuesta de diseño

- A.- Válvula de alivio
- B.- Termopar
- C.- Manómetro
- D.- Tornillo
- E.- Tubing
- F.- Ferrul

## Capítulo 3 DISEÑO DEL RECIPIENTE

Para llevar a cabo el diseño del recipiente a presión, se llevó a cabo un análisis muy detallado del comportamiento del  $CO_2$  supercrítico, y en base a eso se determinaron las siguientes características necesarias para que el recipiente trabaje de una manera eficiente

### 3.1 diseño del cilindro

Datos

Material del cuerpo	acero inoxidable 316
Presión de operación	$1175.68 \text{ lb/in}^2$
Presión de diseño	$1763.51 \text{ lb/in}^2$
Temperatura de diseño	$35^\circ\text{C}$
Temperatura de operación.....	$32^\circ\text{C}$
Esfuerzo de trabajo	$16700 \text{ lb/in}^2$
Eficiencia	0.85
Diámetro interior	3 in

El punto óptimo de eficiencia de soldaduras, por experiencia para los cuerpos cilíndricos, lo tenemos cuando  $E = 0.85$ , es decir, el espesor no es muy grande y el costo del radiografiado es relativamente bajo.

- Espesor del recipiente

Fórmula para determinar el espesor del recipiente

$$t = \frac{PR}{SE - 0.6P} = \frac{1763.51 \text{ lb/in}^2 \times 1.5 \text{ in}}{(16700 \text{ lb/in}^2 \times 0.85) - (0.6 \times 1763.51 \text{ lb/in}^2)} = 0.2014 \text{ in}$$

Sacando la medida comercial =  $\frac{1}{4}$  pulgada

- Longitud del recipiente

$$v = \pi * r^2 h$$

$$h = \frac{v}{\pi * r^2} = \frac{76.27968 \text{ in}^3}{\pi * 1.5 \text{ in}^2} = 10.791342 \text{ in}$$

### 3.2 Diseño de las bridas

El recipiente a presión estará conformado por dos bridas de cuello soldable con un diámetro exterior de 7 pulgadas y 3 pulgadas de diámetro interior (cuello soldable), así como dos bridas ciegas que tendrán un diámetro exterior de 7 pulgadas, ambas con un espesor de  $\frac{3}{4}$  de pulgada, se usará como empaque orin-g de viton, el cual soporta las condiciones de operación.

- Tornillos

Para el diseño de estas bridas se requiere de 12 tornillos con espiga de  $\frac{1}{4}$ , cuerda estándar, grado 8 y diámetro de  $\frac{3}{8}$  de pulgada, así como 12 tuercas y 24 arandelas para dichos tornillos. Cabe mencionar que para cada operación del sistema se deben reemplazar, ya que pueden sufrir deformaciones y disminuir su eficiencia.

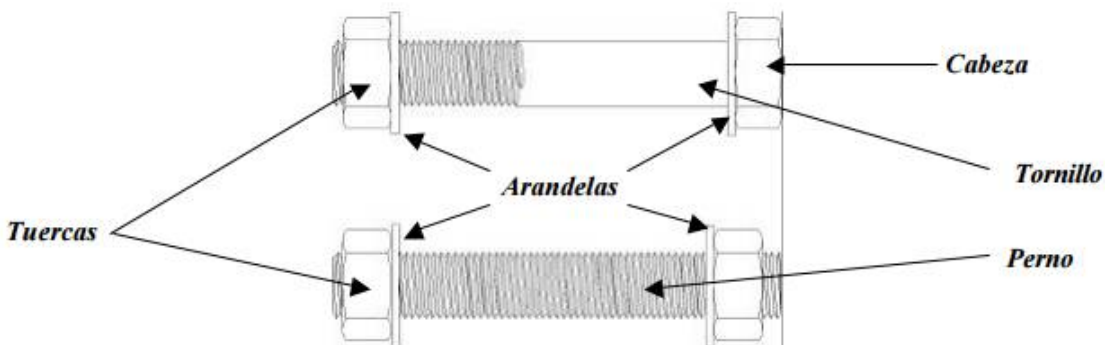


Figura 5. Tornillo y sus componentes para el apriete de las bridas

- Patrón de apriete de tornillos

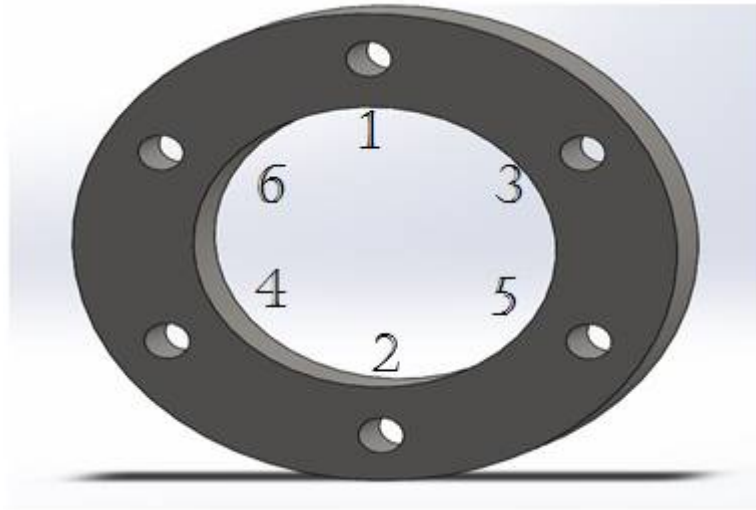


Figura 6. Patrón de apriete cruzado

### 3.3 Análisis de esfuerzos

Datos

$$E = 16700 \frac{lb}{in^2} \text{ (código ASME VIII-1)}$$

$$\text{Presión de operación} = 1175.68 \frac{lb}{in^2}$$

$$\text{Presión de diseño} = 1763.51 \frac{lb}{in^2}$$

$$\text{Volumen del recipiente} = 1.25 \text{ litros } (76.27968 in^3)$$

$$D_o = 3.5 \text{ in}$$

$$b = 1.75 \text{ in}$$

$$t = 0.25 \text{ in}$$

$$D_i (D_o - (2 \cdot t)) = 3 \text{ in}$$

$$a = 1.5 \text{ in}$$

$$D_m \left( \frac{D_o + D_i}{2} \right) = 3.25 \text{ in}$$

$$\frac{Dm}{t} = 13$$

$$\text{Módulo de elasticidad} = 28000000 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$$

Como  $\frac{Dm}{t}$  es menor a 20 se considera de pared gruesa

- Esfuerzo longitudinal ( $\sigma_2$ )

$$\sigma_2 = \frac{Pa^2}{b^2 - a^2} = \frac{1763.51 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2} * 1.5 \text{in}^2}{(1.75 \text{in})^2 - (1.5 \text{in})^2} = 4883.566154 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$$

$\sigma_2 <$  módulo de elasticidad por lo tanto es seguro

- Esfuerzo anular ( $\sigma_1$ )

$$\sigma_1 = \frac{P(b^2 + a^2)}{b^2 - a^2} = \frac{1763.51 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2} ((1.75 \text{in})^2 + (1.5 \text{in})^2)}{(1.75 \text{in})^2 - (1.5 \text{in})^2} = 11530.64231 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$$

$\sigma_1 <$  módulo de elasticidad por lo tanto es seguro

- Esfuerzo radial ( $\sigma_3$ )

$$\sigma_3 = -P = -1763.51 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$$

### 3.3.1 Cálculo de esfuerzos de la soldadura

- esfuerzo normal perpendicular a la línea de soldadura (sw)

$$R = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} = \frac{11530.64231 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2} - 4883.566154 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}}{2} = 3323.5381 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$$

$$S_{prom} = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} = \frac{11530.64231 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2} + 4883.566154 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}}{2} = 8207.1042 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$$

$$sw = S_{prom} - R \cos(50^\circ) = 8207.1042 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2} - \left( 3323.5381 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2} (\cos 50^\circ) \right) = 6070.7751 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$$

- esfuerzo normal paralelo a la línea de soldadura (sn)

$$sn = Sprom + R\cos(50^\circ) = 8207.1042 \frac{lb}{in^2} + \left( 3323.5381 \frac{lb}{in^2} (\cos 50^\circ) \right) = 10343.4333 \frac{lb}{in^2}$$

### 3.3.2 Elongación

- Elongación tangencial

$$\delta = \left( \frac{Pa^2}{2Et} \right) * (2 - \nu) = \left( \frac{1763.51 \frac{lb}{in^2} * (1.5in)^2}{2 * 28000000 \frac{lb}{in^2} * 0.25in} \right) * (2 - 0.3) = 0.0004818in$$

- Elongación longitudinal

$$\xi = \left( \frac{Pa}{2Et} \right) * (1 - 2\nu) = \left( \frac{1763.51 \frac{lb}{in^2} * 1.5in}{2 * 28000000 \frac{lb}{in^2} * 0.25in} \right) * (1 - (2 * 0.3)) = 0.0000756in$$

### 3.3.3 Esfuerzos en las tapas

- Esfuerzo máximo al centro de la tapa plana

$$S1 = \frac{3}{8} * \frac{a^2}{t} * (1 + \nu)P = \frac{3}{8} * \left( \frac{1.5in}{0.75in} \right)^2 * (1 + 0.3) * 1763.51 \frac{lb}{in^2} = 13755.378 \frac{lb}{in^2}$$

- Deflexión al centro del plato bajo presión

$$S2 = \frac{(3Pa)^2(5 + \nu)(1 - \nu)}{(16 * E * t)^3} = \frac{\left( 3 * 1763.51 \frac{lb}{in^2} * 3 \right)^2 (5 + 0.3)(1 - 0.3)}{(16 * 28000000 \frac{lb}{in^2} * 0.75in)^3} \\ = 6.21x10^{-9}in$$



### 3.3.4 Dimensionamiento

En base a las ecuaciones realizadas, se determinaron las siguientes medidas para que el recipiente a presión trabaje de una manera más eficiente.

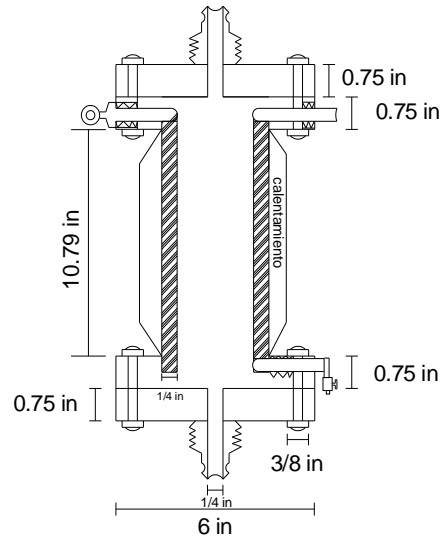


Figura 7. Diseño y Dimensionamiento del recipiente

### 3.4 Diseño en solidWorks

- Cilindro



Figura 8. Cilindro y bridas soldables

### Boquillas

- Conexión para válvula de seguridad.
- Conexión para manómetro.
- Conexión para temperatura(termopar)

### Vista lateral

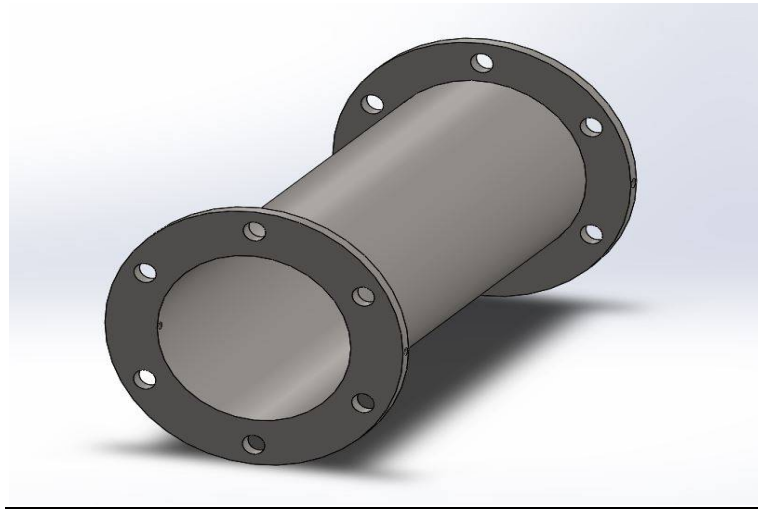


Figura 9. Vista lateral del cilindro y bridas soldables

- Brida soldable (1 par)

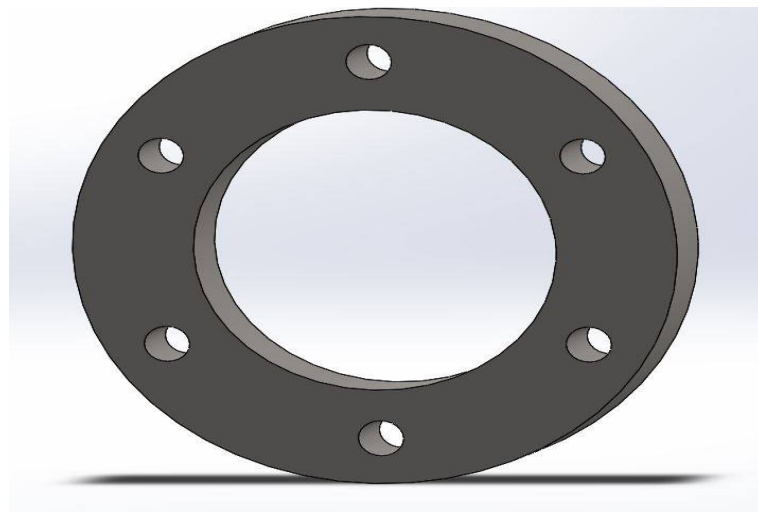


Figura 10. Brida soldable con orificios para 6 tornillos con espiga de  $\frac{1}{4}$ , cuerda estándar, grado 8 y diámetro de  $\frac{3}{8}$  de pulgada

- Tapa (1 par)

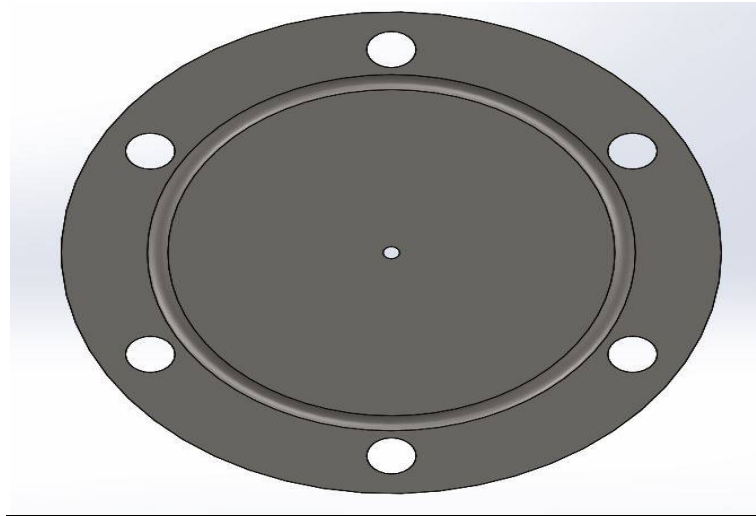


Figura 11. Brida ciega con espacio para el o-ring de viton

Se seleccionó el o-ring de viton ya que las características que posee, se adaptan a las condiciones de operación.

- Aguanta temperaturas altas de entre  $-25^{\circ}\text{C}$  a + de  $220^{\circ}\text{C}$
- Tiene buena resistencia a la deformación
- Posee una excelente retención a la fuerza de sellado
- Excelente retención a la dureza original del diseño
- Alta resistencia a aceites, lubricantes y combustibles
- Ofrece compatibilidad con agentes ácidos y alcalinos

### Boquilla de entrada y salida

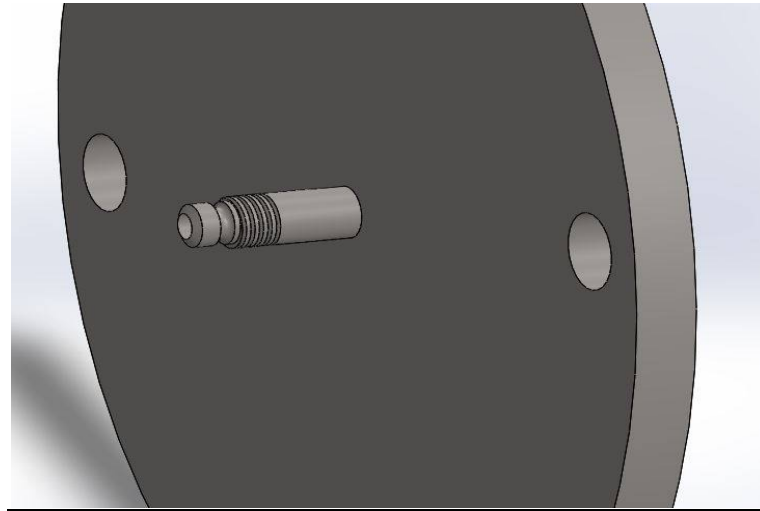


Figura 12. Boquilla de entrada con conexión para el tubing por medio de ferrules

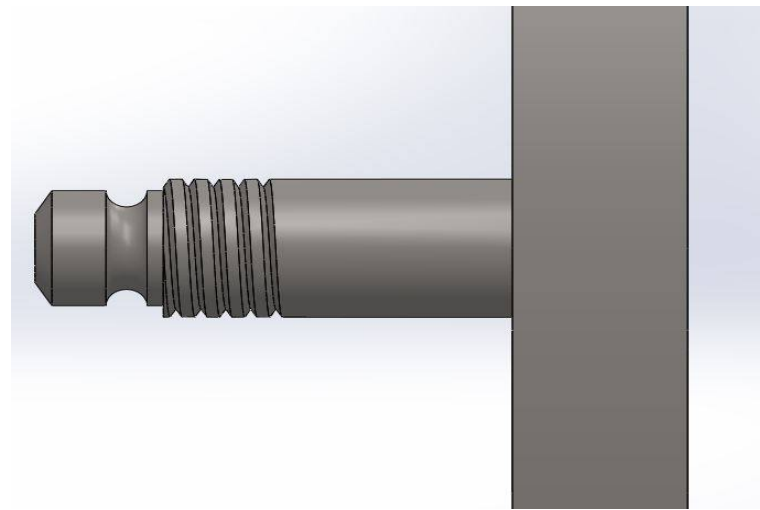


Figura 13. Brida ciega con espesor de  $\frac{3}{4}$  de pulgada con boquilla de salida

## 3.5 Instrumentación

Para llevar a cabo el manejo óptimo del recipiente a presión es necesaria la implementación de la instrumentación, ya que el manejo de altas presiones es sumamente arriesgado para el operador del sistema, por lo cual se sugiere instrumentos para que el proceso sea monitoreado y automatizado de una

manera más segura, para lo cual se propone el uso de un manómetro, que indicara en todo momento la presión que se maneje dentro del recipiente, con la ayuda de una resistencia, se calentara el centro del acero para así alcanzar la temperatura supercrítica del  $CO_2$ , la cual será medida por un termopar.

El recipiente contara con una válvula de alivio, que estará conectada a un motor que abrirá en caso de que el recipiente presente fallas en cuanto a la presión; en caso de que la presión de operación se eleve, la válvula abrirá para liberar dicha presión. Cabe mencionar que se tomo el diseño de instrumentación de Eduardo Hernández Orozco (20015)

### **3.5.1 micro controlador (ATMEGA 328)**

- 32 KBde memoria flash para programación
- Tamaño de datos. RAM 2KB
- Interfaz 2-wire, SPI y USART
- Velocidad 20 MHz
- Puertos de entrada/salida programables 23
- Temporizadores 3
- Canales de ADC, 6 canales de 10 bits
- Empaquetado PDIP-28

### **3.5.2 Termopar**

Para los requerimientos de este proceso, se recurrió a la versión del amplificador para termopar max6675, que está en presentación de modulo, el cual solo necesita ser conectado al termopar (AD597A), que ya tiene integradas las salidas que van al micro controlador.

### **3.5.3 Sensor de presión**

Ya que las presiones de operación serán bastante elevadas, se recomienda el uso de un sensor para el monitoreo constante dentro del recipiente.

### **3.5.4 Display para interfaz humana**

Para esta instrumentación se tomo en cuenta la interacción con el usuario, por lo cual se sugiere el uso de un display, para reportar la temperatura a la que se ha llevado el centro de acero inoxidable, que deberá transferir esa carga térmica, al  $CO_2$

Al alcanzar la temperatura crítica del  $CO_2$ , el display alerta al usuario con un mensaje de texto, que se ha alcanzado el estado deseado.

### **3.5.5 Programa integrador**

El programa que se sugiere para la integración es el I.D.E de Arduino, basado en processing, es recomendado ya que se puede escalar a recipientes de uso industrial.

### **3.5.6 Software (Labview)**

Para la seguridad del operador, ya que las presión requerida para alcanzar las condiciones por encima de su punto crítico son muy elevadas, se sugiere el uso de un software que permita el monitoreo de las variables involucradas en el proceso.

Para la selección de dicho software se eligió el que sea compatible con el Atmega 328, lo cual hace posible el control remoto, además de ser una plataforma que permite diseñar sistemas de programación grafica, es recomendado para sistemas de hardware y software de pruebas, control y diseño simulado o real ya que acelera la productividad.

La interfaz se diseñara para reportar fecha y hora de cada carga del recipiente, contara con botones de inicio y paro del proceso, medidor de temperatura que reportara el termopar, así como un medidor de presión que reportara un sensor de presión.

La interfaz se diseñó para que reportara la fecha y hora del experimento, además de contar con botones de inicio y paro para el proceso, medidor de temperatura que reporta el valor censado por el termopar y la opción de conectar un medidor de presión que reporte el valor medido.

El software contará con un botón de paro de emergencia, el cual tendrá la función de abrir la válvula en su totalidad liberando así el  $CO_2$ , lo cual hace más seguro el manejo del proceso.

## CONCLUSIONES

Para llevar a cabo el diseño del recipiente a presión se llevaron a cabo diversas ecuaciones, las cuales demuestran que el diseño del recipiente soporta las condiciones de operación que el  $CO_2$  requiere para hacer su función como disolvente y así obtener el aceite esencia del nuez pecanera. Para llegar a la presión y temperatura supercrítica se debe introducir una cantidad de 714.0011g de  $CO_2$  en fase gas, el recipiente debe contener previamente las partículas de nuez, y elevar la temperatura dentro del recipiente hasta 32 °C, lo cual permite que la presión aumente a 80 atm.

Para introducir el  $CO_2$ , el recipiente se diseño con una boquilla de entrada en la parte superior de la brida, ya que la liberación del producto será por la parte inferior, esto con la finalidad de hacer mas eficiente la extracción, para tener un calentamiento uniforme dentro del recipiente, se sugiere el uso de una chaqueta de calentamiento capaz de regular la cantidad de temperatura requerida por el proceso. Al alcanzar dichas condiciones el  $CO_2$  se comporta como un hibrido entre liquido y gas, logrando así la extracción del aceite esencial

El recipiente a presión está diseñado para soportar hasta 120 atmosferas de presión, 50 % más que la presión a la cual debe operar el sistema, dando así mayor seguridad al operador.

Al llevar a cabo un proceso de extracción sin el uso de un disolvente el aceite esencial de nuez se obtiene con un alto grado de pureza, siempre y cuando se mantenga la higiene adecuada dentro del recipiente así como en todo el proceso, por lo cual el diseño del recipiente cuenta con bridas para hacer más viable la limpieza en cada descarga.

El diseño de este recipiente está dirigido únicamente para la extracción en estado sólido que al ponerse en contacto con el  $CO_2$  en estado supercrítico, es posible llevar a cabo la extracción del aceite esencial, este proceso puede ser empleado en procesos de separación, como por ejemplo compuestos grasos, o compuestos contaminantes, como puede ser la descafeinización de los granos



de café y té, eliminación de nicotina del tabaco, eliminación de grasa de alimentos, por ejemplo desgrasado de cacao, desgrasado de frutos secos y desgrasado de cereales, obtención de extractos herbales y extractos aromáticos, obtención de extracto de lúpulo para la elaboración de cerveza, así como la obtención de aceites a partir de semillas oleaginosas, la obtención de antioxidantes naturales a partir de la extracción de plantas tales como salvia y romero.

Aparentemente es un proceso pequeño, pero tiene un amplio campo de aplicación, además de obtener productos libres de impurezas, favoreciendo al productor y al consumidor.

## Bibliografía

- [1] Mott, R. (2009). Resistencia de Materiales (5° edición). México: Pearson Educación
- [2] Institute, E. I. (2006). Manual de diseño para acero inoxidable estructural
- [3] Megyesy, E. F. (1992). Manual de recipientes a presión, diseño y cálculo. México: Limusa.
- [4] Código A.S.M.E. Sección VIII División 1
- [5] MURGA, R., RUIZ, R., BELTRÁN, S., CABEZAS, J. (2000). Extraction of natural complex phenols and tannins from grape seeds by using supercritical mixtures of carbon di-oxide and alcohol. *J. Agric. FoodChem.*
- [6] BOCKISH, M. (1988). Extraction of vegetable oils. En: Fats and oils handbook. USA: Ed. AOCS Press.
- [7] LUQUE DE CASTRO, M.D & VALCÁRCEL, M. (1993). Extracción con Fluidos Supercríticos en el Proceso Analítico. Barcelona: Ed. Reverté, S. A.
- [8] BRUNNER, G. (2005) supercritical fluids: technology and application to food processing, *Journal of Food Engineering.*
- [9] BURNNER, G. (1994). Gas Extraction An Introduction to Fundamentals of Supercritical Fluids and the Application to the Separation Processes, Springer, New York, USA.