

# **ESCUELA POLITÉCNICA DEL EJÉRCITO**

## **CARRERA DE INGENIERÍA EN MECATRÓNICA**

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN EQUIPO  
HIDROSOLUBILIZADOR AUTOMATIZADO DE  
EXTRACTOS BOTÁNICOS PARA EL MANEJO  
AGRONÓMICO POR MEDIO DE LIOFILIZACIÓN PARA EL  
LABORATORIO DE FITOQUÍMICA DEL IASA 1**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO EN  
MECATRÓNICA**

**PEDRO JAVIER LÓPEZ MARTÍNEZ**

**DIEGO XAVIER PADILLA GALARZA**

**DIRECTOR: ING. ROBERTO GUTIÉRREZ**

**CODIRECTOR: ING. CARLOS CÁRDENAS**

**Sangolquí, 2012-12-17**

## **CERTIFICACIÓN DE LA ELABORACIÓN DEL PROYECTO**

**El proyecto “DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN EQUIPO HIDROSOLUBILIZADOR AUTOMATIZADO DE EXTRACTOS BOTÁNICOS PARA EL MANEJO AGRONÓMICO POR MEDIO DE LIOFILIZACIÓN PARA EL LABORATORIO DE FITOQUÍMICA DEL IASA 1” fue realizado en su totalidad por Pedro Javier López Martínez y Diego Xavier Padilla Galarza, como requerimiento parcial para la obtención del título de Ingeniero Mecatrónico.**

---

**Ing. Roberto Gutiérrez**  
**DIRECTOR**

---

**Ing. Carlos Cárdenas**  
**CODIRECTOR**

**Sangolquí, 2012-12-17**

## **LEGALIZACIÓN DEL PROYECTO**

**"DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN EQUIPO HIDROSOLUBILIZADOR  
AUTOMATIZADO DE EXTRACTOS BOTÁNICOS PARA EL MANEJO  
AGRONÓMICO POR MEDIO DE LIOFILIZACIÓN PARA EL LABORATORIO  
DE FITOQUÍMICA DEL IASA 1"**

**ELABORADO POR:**

---

**Pedro Javier López Martínez**

---

**Diego Xavier Padilla Galarza**

**CARRERA DE INGENIERÍA MECATRÓNICA**

---

**Ing. Hernán Lara**

**DIRECTOR DE CARRERA**

**Sangolquí, 12-12-17**

## DEDICATORIA

A mi padre,  
Por ser el ejemplo más grande en mi vida.

***Pedro López Martínez***

## DEDICATORIA

Dedico este proyecto en primer lugar a Dios por brindarme la fortaleza y guía, a mis padres Flavio y Elsa, quienes me supieron comprender, respaldaron en todas las decisiones, de ellos aprendí el coraje que es necesario en el día a día y claramente son un modelo a seguir.

A mis hermanos Darío y Santiago, al igual que a mis cuñadas Johana y Maite, quienes siempre estuvieron pendientes de mi en todo momento, a mis sobrinos Melissa, Darío y Juan Diego, que tengan presente que nada en la vida es fácil.

A mi abuelito Jorge que me ha acompañado en toda mi vida universitaria y a mi abuelita América, con quien compartí los primeros pasos de mi carrera y que desde el cielo siempre guió y veló por mí.

***Diego Xavier Padilla Galarza***

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a mis padres por el apoyo brindado a lo largo de mi vida estudiantil, a mi familia por ser el soporte incondicional de mi vida. A Daniela, por acompañarme a lo largo de este trayecto con tanto cariño e interés.

Gracias a mis amigos que han estado presentes para cumplir este objetivo personal y a todos quienes formaron parte de este proyecto tanto en la dirección como en la construcción del mismo.

***Pedro López Martínez***

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a Dios por ser la guía en toda mi vida. A mi padre Flavio por todo el trabajo y sacrificio demostrado, ha sabido darme las herramientas necesarias para forjar mi propio camino. A mi madre Elsa por ser la persona que siempre ha estado junto a mí, por ser la guía y consejera en cada momento de mi vida. A mis hermanos Darío y Santiago por ser amigos incondicionales, que me brindan su apoyo y consejo en todo momento. A mis cuñadas Johana y Maite por formar parte de mi vida y permitirme ser parte de las suyas, por darme los regalos más hermosos como son mis sobrinos Melissa, Darío y Juan Diego.

A mi abuelito Jorge por acompañarme en esta etapa de mi vida y a mi abuelita Dolores, un claro ejemplo de trabajo y sacrificio hacia sus hijos.

A toda mi familia por apoyarme y guiarme en esta etapa de mi vida.

A todos los amigos y profesores que han dejado huella en toda mi vida universitaria.

A mis profesores Ing. Roberto Gutiérrez e Ing. Carlos Cárdenas por guiarme durante todo este proyecto.

A mi compañero de tesis y mejor amigo Pedro por ser un gran apoyo durante todo éste proyecto.

A la empresa SICAL Ingeniería, por darnos todo el apoyo para la ejecución del proyecto y al laboratorio de fitoquímica del IASA I por creer en el equipo de trabajo.

***Diego Xavier Padilla Galarza***

## ÍNDICE DE CONTENIDOS

<b>CERTIFICACIÓN DE LA ELABORACIÓN DEL PROYECTO.....</b>	<b>II</b>
<b>LEGALIZACIÓN DEL PROYECTO .....</b>	<b>III</b>
<b>DEDICATORIA .....</b>	<b>IV</b>
<b>AGRADECIMIENTOS.....</b>	<b>VI</b>
<b>ÍNDICE DE CONTENIDOS .....</b>	<b>VIII</b>
<b>LISTADO DE TABLAS .....</b>	<b>XVI</b>
<b>LISTADO DE CUADROS .....</b>	<b>XVII</b>
<b>LISTADO DE FIGURAS .....</b>	<b>XVIII</b>
<b>LISTADO DE ANEXOS .....</b>	<b>XXVI</b>
<b>RESUMEN .....</b>	<b>XXVII</b>
<b>CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
1.1. ANTECEDENTES .....	2
1.2. JUSTIFICACIÓN .....	4
1.3. OBJETIVOS .....	6
1.3.1. GENERAL.....	6
1.3.2. ESPECÍFICOS.....	6
1.4. ALCANCE DEL PROYECTO .....	6
<b>CAPÍTULO 2: DISEÑO DE LA MÁQUINA .....</b>	<b>8</b>
2.1. CONSIDERACIONES GENERALES DE DISEÑO.....	8
2.1.1. PROCEDIMIENTO DE LIOFILIZACIÓN PARA SUSTANCIAS LÍQUIDAS.....	8
2.1.2. PARÁMETROS DE FUNCIONAMIENTO DE LIOFILIZADORAS .....	9
2.2. DESCRIPCIÓN DE LIOFILIZADORAS EXISTENTES EN EL MERCADO.....	11

2.3.	ANÁLISIS DE MÁQUINAS LIOFILIZADORAS EXISTENTES EN EL MERCADO .....	16
2.3.1.	ANÁLISIS DE MODELOS DE LIOFILIZADORAS EXISTENTES. ....	16
2.3.2.	ANÁLISIS DE PARÁMETROS DE CONTROL EN LIOFILIZADORAS EXISTENTES. ....	18
2.4.	DISEÑO, DESCRIPCIÓN Y CONSTRUCCIÓN DEL MODELO LIOFILIZADOR A IMPLEMENTARSE.....	19
2.4.1.	DESCRIPCIÓN Y DISEÑO DEL MODELO ESCOGIDO PARA EL DESARROLLO DEL PROYECTO.....	19
2.4.2.	ESTUDIO Y ANÁLISIS MECÁNICO DEL MODELO ESCOGIDO.....	21
2.4.3.	ESTUDIO Y ANÁLISIS TERMODINÁMICO DEL MODELO ESCOGIDO. ....	24
2.4.4.	ESTUDIO Y ANÁLISIS ELECTRÓNICO DEL MODELO ESCOGIDO. ....	25
2.5.	DISEÑO DEL SISTEMA MECÁNICO DEL MODELO ESCOGIDO .....	26
2.5.1.	CONSIDERACIONES DE PARÁMETROS PREVIOS DE DISEÑO ..	27
2.5.2.	SELECCIÓN DE MATERIALES PARA EL LIOFILIZADOR.....	28
2.5.2.1.	Aceros inoxidables .....	28
2.5.2.2.	Clasificación de los aceros inoxidables .....	28
2.5.2.2.1.	Aceros inoxidables martensíticos.....	29
2.5.2.2.2.	Aceros inoxidables ferríticos .....	30
2.5.2.2.3.	Aceros inoxidables austeníticos.....	31
2.5.3.	DISEÑO DEL SISTEMA HERMÉTICO.....	33
2.5.3.1.	Cálculo del espesor de la tapa torisférica.....	34
2.5.3.2.	Cálculo del espesor del cuerpo del cilindro .....	39
2.5.3.3.	Cálculo del espesor de las bridas .....	41
2.5.4.	DISEÑO DEL SISTEMA DE ACOPLA DE MUESTRAS A LIOFILIZAR.....	44
2.5.4.1.	Selección del material para el sistema de acople .....	44
2.5.4.1.1.	Nylon (Poliamidas).....	45
2.5.4.2.	Estructura y dimensiones del sistema de acople .....	46

2.5.5.	DISEÑO DE ACOPLES PARA SENSORES DE PRESIÓN Y TEMPERATURA.....	47
2.5.5.1.	Sensor de Presión.....	47
2.5.5.2.	Sensores de Temperatura.....	49
2.5.6.	SELECCIÓN DE MANGUERAS Y ACOPLES PARA LA BOMBA DE VACÍO .....	50
2.5.7.	SELECCIÓN DE LA BOMBA DE VACÍO .....	53
2.5.7.1.	Tipos de Bombas .....	53
2.5.7.1.1.	Aspas Rotatorias de Aceite Sellado.....	53
2.5.7.1.2.	Bombas Secas.....	53
2.5.7.1.3.	Extractor Mecánico (Rotary Lobe Booster) .....	54
2.5.7.2.	Parámetros.....	54
2.5.8.	MODELO CAD DEL SISTEMA MECÁNICO.....	55
2.5.8.1.	Modelo CAD de la tapa torisférica.....	56
2.5.8.2.	Modelo CAD del cuerpo del cilindro .....	57
2.5.8.3.	Modelo CAD del ensamblaje final de la cámara de liofilización .....	58
2.5.9.	SIMULACIÓN Y PRUEBAS EN SOFTWARE DE DISEÑO .....	59
2.5.9.1.	Método de los elementos finitos.....	59
2.5.9.2.	Pasos para el análisis de los elementos finitos .....	59
2.5.9.3.	Resultados obtenidos de la simulación .....	60
2.5.9.3.1.	Propiedades volumétricas de la cámara de liofilización.....	61
2.5.9.3.2.	Configuración de parámetros para la simulación en el software .....	61
2.5.9.3.3.	Propiedades del material .....	61
2.5.9.3.4.	Resultados de tensiones del estudio .....	62
2.5.9.3.5.	Resultados de desplazamiento del estudio.....	63
2.5.9.3.6.	Resultados de deformaciones unitarias del estudio.....	63
2.6.	DISEÑO DEL SISTEMA DE REFRIGERACIÓN. ....	64
2.6.1	ESTABLECIMIENTO DE PARÁMETROS PREVIOS DE DISEÑO....	70
2.6.1.1.	Trabajo de compresión.....	70
2.6.1.2.	El calor cedido del refrigerante al medio condensante.....	71
2.6.1.3.	Efecto refrigerante.....	71
2.6.1.4.	Flujo másico .....	72

2.6.1.5.	Coeficiente de desempeño.....	72
2.6.1.6.	Potencia teórica .....	73
2.6.1.7.	Calidad.....	73
2.6.1.8.	Carga térmica.....	74
2.6.1.8.1.	Carga de transmisión.....	75
2.6.1.8.2.	Carga del producto. ....	76
2.6.1.8.3.	Carga por infiltración de aire.....	76
2.6.1.8.4.	Carga interna. ....	76
2.6.2	AISLAMIENTO TÉRMICO .....	77
2.6.2.1.	Clases de Aislamientos Térmicos. ....	77
2.6.2.2.	Selección de materiales .....	78
2.6.2.3.	Propiedades.....	80
2.6.2.4.	Cálculo del Espesor Óptimo.....	81
2.6.3.	CÁLCULO DE CARGA TÉRMICA.....	86
2.6.3.1.	Carga de transmisión.....	86
2.6.3.2.	Cálculo de la carga del producto.....	88
2.6.4.	CÁLCULO DEL CICLO DE REFRIGERACIÓN .....	88
2.6.4.1.	Temperatura de evaporación. ....	89
2.6.4.2.	Temperatura de condensación.....	90
2.6.4.3.	Trazado del ciclo de refrigeración. ....	90
2.6.4.4.	Cálculo de parámetros del ciclo de refrigeración. ....	92
2.6.4.4.1.	Trabajo de compresión. ....	92
2.6.4.4.2.	Calor total cedido por el refrigerante al medio condensante. ...	92
2.6.4.4.3.	Efecto refrigerante. ....	92
2.6.4.4.4.	Flujo másico.....	92
2.6.4.4.5.	Coeficiente de desempeño. ....	92
2.6.4.4.6.	Potencia teórica. ....	93
2.6.4.4.7.	Calidad.....	93
2.6.5	SELECCIÓN DE ELEMENTOS. ....	94
2.6.5.1.	Refrigerante. ....	94
2.6.5.1.1.	Propiedades.....	95
2.6.5.1.2.	Seguridad. ....	96
2.6.5.2	Unidad condensadora. ....	96
2.6.5.3.	Evaporador.....	99

2.6.5.3.1. Dimensionamiento de la tubería. ....	99
2.6.5.4 Filtro. ....	100
2.6.5.5 Válvula de expansión. ....	101
2.6.5.6 Visor. ....	102
2.7. DISEÑO DE LAS PLACAS DE CALENTAMIENTO .....	102
2.7.1. MATERIAL.....	102
2.7.2. DIMENSIONES.....	102
2.7.3. TOPOLOGIA.....	103
2.7.3.1. Fluido térmico.....	103
2.7.3.2. Resistencias.....	103
2.7.3.3. Cálculo de potencia.....	105
2.8. DISEÑO DEL SISTEMA ELÉCTRICO Y DE CONTROL.....	106
2.8.1. DISEÑO DEL SISTEMA ELÉCTRICO.....	106
2.8.1.1. Establecimiento de parámetros previos de diseño. ....	107
2.8.1.1.1. Breaker o interruptor termomagnético.....	107
2.8.1.1.2. Temporizador .....	108
2.8.1.1.3. Contactor.....	109
2.8.1.2. Selección de componentes para el sistema eléctrico.....	110
2.8.1.2.1. Selección de interruptores termomagnéticos .....	110
2.8.1.2.2. Selección de temporizadores .....	112
2.8.1.2.3. Selección de contactores .....	112
2.8.2. DISEÑO DEL SISTEMA DE CONTROL.....	112
2.8.2.1. Consideraciones de parámetros previos de diseño. ....	113
2.8.2.1.1. Ambiente.....	114
2.8.2.1.2. Variable de entrada.....	114
2.8.2.1.3. Variable de salida .....	114
2.8.2.1.4. Perturbaciones.....	114
2.8.2.1.5. Variables de control .....	115
2.8.2.1.6. Topología.....	115
2.8.2.2. Selección del control. ....	116
2.8.2.2.1. Microcontrolador. ....	116
2.8.2.2.2. Control Lógico Programable (PLC).....	117
2.8.2.2.3. Controladores electrónicos. ....	118

2.8.2.3.	Selección de sensores de temperatura.....	119
2.8.2.4.	Selección de sensores de presión. ....	120
2.8.2.5.	Selección de elementos para comunicación RS-485 con PC. .	122
2.8.2.5.1.	Especificaciones técnicas.....	123
2.8.2.6.	Diseño del Sistema electrónico de control. ....	123
2.8.3.	INTERFAZ HMI PARA CONTROL POR PC.....	124
2.8.3.1.	Establecimiento de parámetros de la interfaz HMI. ....	125
2.8.3.2.	Programación de recetas de la interfaz HMI. ....	128
<b>CAPÍTULO 3: CONSTRUCCIÓN Y MONTAJE DEL EQUIPO</b>		
<b>HIDROSOLUBILIZADOR ..... 130</b>		
3.1	FABRICACIÓN DE LA CÁMARA DE LIOFILIZACIÓN Y MESA DE SOPORTE.....	130
3.1.1	PROCESO DE CORTE.....	130
3.1.2	PROCESO DE BAROLADO. ....	131
3.1.3	PROCESO DE DOBLADO.....	132
3.1.4	PROCESO DE OXICORTE.....	132
3.1.5	PROCESO DE TORNEADO Y RECTIFICADO.....	133
3.1.6	PROCESO DE PERFORACIÓN. ....	134
3.1.7	PROCESO DE SOLDADURA. ....	134
3.1.8	PROCESO DE PINTADO. ....	136
3.1.9	FIJACIÓN A LA MESA. ....	137
3.2	MONTAJE DEL SISTEMA DE ACOPLAMIENTO PARA LAS MUESTRAS DE LABORATORIO. ....	138
3.3	ENSAMBLAJE Y ACOPLAMIENTO DEL SISTEMA DE REFRIGERACIÓN. ....	139
3.3.1.	SOLDADURA DE TUBERÍA PARA EL EVAPORADOR.....	139
3.3.2.	MONTAJE DEL EVAPORADOR.....	139
3.3.2.1.	Elaboración del serpentín.....	139
3.3.2.2.	Acoplamiento en la cámara de condensación.....	140
3.3.2.3.	Suelda de tomas de entrada y salida. ....	140
3.3.3.	APLICACIÓN DE AISLAMIENTO. ....	141
3.3.4.	FIJACIÓN DE UNIDAD CONDENSADORA.....	142

3.3.5.	MONTAJE DEL FILTRO. ....	142
3.3.6.	MONTAJE DEL VISOR LÍQUIDO. ....	143
3.3.7.	MONTAJE DE LA VÁLVULA DE EXPANSIÓN. ....	143
3.3.8.	CONEXIÓN EVAPORADOR - COMPRESOR. ....	144
3.4	ACOPLAMIENTO DEL SISTEMA DE VACIADO. ....	145
3.5	MONTAJE DEL PANEL ELÉCTRICO Y PANEL DE CONTROL. ....	146
3.6	MONTAJE DE LOS SENSORES EN LA ESTRUCTURA. ....	150
3.7	AJUSTES Y CORRECCIONES DE POSIBLES ERRORES MECÁNICOS. ....	151
<b>CAPÍTULO 4: PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO Y OPERACIÓN</b> .....		<b>156</b>
4.1.	PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO DEL SISTEMA MECÁNICO.....	156
4.1.1.	PRUEBA DE HERMETICIDAD. ....	156
4.1.1.1.	Ensayo de tintas penetrantes.....	156
4.1.1.2.	Hermeticidad por aire comprimido.....	159
4.1.2.	PRUEBA DE RESISTENCIA Y CONTROL DE VACÍO.....	161
4.2.	PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO DEL SISTEMA DE REFRIGERACIÓN. ....	162
4.2.1.	PRUEBA DE FUGAS. ....	162
4.2.2.	PRUEBA DE CONTROL DE TEMPERATURA. ....	164
4.3.	PRUEBA DEL SISTEMA DE CALENTAMIENTO.....	166
4.4.	PRUEBA DEL SISTEMA ELÉCTRICO Y DE CONTROL.....	170
4.4.1.	PRUEBAS DE CORTOCIRCUITO.....	171
4.4.2.	PRUEBA DE CONTROL DE MANDOS DE OPERACIÓN.....	172
4.5.	PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO CONJUNTO. ....	174
4.5.1.	PRUEBA DE LIOFILIZACIÓN DE UNA MUESTRA.....	175
4.5.2.	RESULTADOS DE LIOFILIZACIÓN DE MUESTRAS REALIZADAS. ....	182
4.6.	AJUSTES Y CALIBRACIÓN DEL EQUIPO.....	199

<b>CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....</b>	<b>202</b>
5.1. CONCLUSIONES.....	202
5.2. RECOMENDACIONES .....	204
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	206

## LISTADO DE TABLAS

Tabla 2. 1	Contenido de humedad para almacenamiento seguro.....	11
Tabla 2. 2	Valores del Factor M .....	35
Tabla 2. 3	Especificaciones técnicas de la bomba Quality.....	55
Tabla 2. 4	Diversos coeficiente de conductividad térmica.....	79
Tabla 2. 5	Propiedades Poliuretano Expandido. ....	80
Tabla 2. 6	Coeficiente para tuberías en recintos internos .....	85
Tabla 2. 7	Diferencia de temperatura del evaporador y espacio refrigerado.....	89
Tabla 2. 8	Propiedades Físicas.....	95
Tabla 2. 9	Datos consignados del circuito de control .....	111
Tabla 2. 10	Datos consignados del circuito de potencia .....	111
Tabla 2. 11	Ponderación de los criterios y controles.....	119
Tabla 2. 12	Especificaciones Técnicas del Controlador MT-512Ri plus.....	123
Tabla 4. 1	Vacío con respecto al funcionamiento de la bomba .....	161
Tabla 4. 2	Simulación del sistema de calentamiento por barras de cobre .....	168
Tabla 4. 3	Tabla de valores de simulación sistema de calentamiento directo.	170
Tabla 4. 4	Absorbancia de muestras de laurel .....	195
Tabla 4. 5	Comparación entre extracto madre vs extracto liofilizado .....	198

## LISTADO DE CUADROS

Cuadro 2. 1	Diagrama del modelo liofilizador.....	20
Cuadro 2. 2	Tapa torisférica.....	22
Cuadro 2. 3	Diseño estructural básico de la liofilizadora.....	23
Cuadro 2. 4	Liofilización del extracto según el diagrama de fases del agua.....	24
Cuadro 2. 5	Red de módulos Full Gauge con conexión a PC .....	26
Cuadro 2. 6	Factores para el cálculo del espesor de la tapa torisférica.....	34
Cuadro 2. 7	Factores para el cálculo del espesor del cilindro .....	39
Cuadro 2. 8	Factores para el cálculo de la brida.....	42
Cuadro 2. 9	Pasamuros utilizado para la liofilizadora .....	50
Cuadro 2. 10	Diagrama p-v de refrigeración con compresión de vapor .....	66
Cuadro 2. 11	Diagrama T-s para ciclos ideales de refrigeración.....	67
Cuadro 2. 12	Diagrama P-h para ciclos de refrigeración. ....	68
Cuadro 2. 13	Refrigeración por Compresión Mecánica .....	69
Cuadro 2. 14	Diagrama Presión - Entalpía ciclo real .....	70
Cuadro 2. 15	Temperatura en un elemento cilíndrico multicapa.....	81
Cuadro 2. 16	Distribución multicapa entre acero y poliuretano. ....	83
Cuadro 2. 17	Cilindro del cuerpo interno.....	87
Cuadro 2. 19	Diagrama de Bloques del Sistema de Control.....	113
Cuadro 2. 20	Parámetros del Sistema. ....	114
Cuadro 2. 21	Control de lazo abierto. ....	115
Cuadro 2. 22	Control de lazo cerrado. ....	116
Cuadro 2. 23	Estructura de PLCs. ....	117
Cuadro 2. 24	Sensor de temperatura Full Gauge. ....	120
Cuadro 2. 25	Elementos de comunicación Full Gauge y cableado. ....	122
Cuadro 2. 26	Informe escrito a tiempo real Sitrad.....	127

## LISTADO DE FIGURAS

Figura 2. 1	Gama de Liofilizadoras LABCONCO .....	12
Figura 2. 2	Gama de Liofilizadoras CHRIST .....	13
Figura 2. 3	Liofilizador Industrial LyoStar II .....	14
Figura 2. 4	Liofilizadora GMP Configurable.....	15
Figura 2. 5	Liofilizadora piloto SMH-15 .....	16
Figura 2. 6	Brida con canal para empaque .....	22
Figura 2. 7	Soporte para bandejas de nylon o duralón .....	46
Figura 2. 8	Diseño final del sistema de acople para bandejas .....	47
Figura 2. 9	Sensor de vacío o vacuómetro utilizado .....	48
Figura 2. 10	Ubicación del vacuómetro en la liofilizadora .....	49
Figura 2. 11	Acoples de mangueras en bombas de vacío .....	51
Figura 2. 12	Recorrido de manguera para la conexión con la bomba.....	51
Figura 2. 13	Acople para la cámara de vacío.....	52
Figura 2. 14	Válvula solenoide.....	52
Figura 2. 15	Vista isométrica superior de la tapa torisférica.....	56
Figura 2. 16	Vista isométrica inferior de la tapa torisférica.....	56
Figura 2. 17	Vista frontal de la tapa torisférica .....	56
Figura 2. 18	Vista isométrica superior del cilindro.....	57
Figura 2. 19	Corte frontal del cilindro .....	57
Figura 2. 20	Corte frontal del ensamblaje de la cámara de liofilización .....	58
Figura 2. 21	Vista isométrica frontal de la cámara de liofilización.....	58
Figura 2. 22	Comportamiento del cilindro a tensiones aplicadas .....	62
Figura 2. 23	Desplazamiento en el cilindro por tensión externa aplicada .....	63
Figura 2. 24	Deformaciones unitarias del cilindro por la presión externa.....	64
Figura 2. 25	Refrigerante R - 404A .....	94
Figura 2. 26	Compresor Hermético .....	96
Figura 2. 27	Unidad condensadora CAE2424Z.....	98
Figura 2. 28	Rollo de Tubería de Cobre Diámetro 3/8" .....	100
Figura 2. 29	Filtro tipo TGM - 052 .....	101
Figura 2. 30	Válvula de expansión marca DANFOSS y orificio de válvula....	101
Figura 2. 31	Visor líquido .....	102
Figura 2. 32	Distribución térmica - simulación 1.....	104

Figura 2. 33	Distribución térmica - simulación 2.....	104
Figura 2. 34	Distribución térmica - simulación 3.....	105
Figura 2. 35	Breaker de dos polos marca Schneider .....	108
Figura 2. 36	Temporizador on delay marca Camsco .....	109
Figura 2. 37	Comportamiento de un temporizador on delay .....	109
Figura 2. 38	Contactador trifásico marca LG .....	110
Figura 2. 39	Microcontroladores.....	117
Figura 2. 40	Controlador de temperatura Full Gauge MT-512Ri plus. ....	118
Figura 2. 41	Interfaz de Sitrad con controlador MT-512Ri plus. ....	124
Figura 2. 42	Ventana de parámetros del controlador MT-512Ri plus.....	126
Figura 2. 43	Informe gráfico a tiempo real Sitrad. ....	126
Figura 2. 44	Alarma de temperatura baja.....	127
Figura 2. 45	Ventana de editor de recetas. ....	128
Figura 2. 46	Selección de recetas.....	129
Figura 3. 1	Cortadora NIAGRA. ....	131
Figura 3. 2	Roladora .....	131
Figura 3. 3	Dobladora NIAGRA.....	132
Figura 3. 4	Oxicorte en forma de brida.....	133
Figura 3. 5	Brida en proceso de torneado.....	133
Figura 3. 6	Perforación para el acople del evaporador .....	134
Figura 3. 7	Soldadora TIG.....	135
Figura 3. 8	Suelda del cuerpo interno. ....	135
Figura 3. 9	Suelda del acople para bomba de vacío. ....	136
Figura 3. 10	Limpieza del equipo antes de la pintura.....	136
Figura 3. 11	Pintado del equipo .....	137
Figura 3. 12	Montaje de la cámara en la mesa. ....	137
Figura 3. 13	Superficie de contacto cámara – mesa. ....	138
Figura 3. 14	Fabricación de bandejas. ....	138
Figura 3. 15	Ensamblaje del portabandejas .....	138
Figura 3. 16	Suelda de tuberías. ....	139
Figura 3. 17	Manipulación del evaporador. ....	139
Figura 3. 18	Manipulación del evaporador. ....	140
Figura 3. 19	Suelda de entrada y salida del evaporador.....	140
Figura 3. 20	Poliuretano en la cámara. ....	141

Figura 3. 21	Poliuretano en la división. ....	141
Figura 3. 22	Aislante térmico superior de la cámara de condensación .....	142
Figura 3. 23	Unidad condensadora CAE2424Z.....	142
Figura 3. 24	Conexión del filtro. ....	143
Figura 3. 25	Conexión del visor líquido. ....	143
Figura 3. 26	Ubicación válvula de expansión. ....	144
Figura 3. 27	Soldadura de tubería de cobre a la salida del evaporador. ....	144
Figura 3. 28	Conexión de tubería de cobre a la entrada del compresor. ....	145
Figura 3. 29	T de bronce acoplada a la cámara de vacío. ....	145
Figura 3. 30	Válvula de 1/2" ajustada a la T de bronce.....	146
Figura 3. 31	Gabinete de tol 40 x 40cm. ....	146
Figura 3. 32	Gabinete perforado .....	147
Figura 3. 33	Ubicación canaletas y rieles DIN.....	147
Figura 3. 34	Instalación y cableado del sistema eléctrico .....	148
Figura 3. 35	Presentación final interior del tablero de control .....	148
Figura 3. 36	Presentación final exterior del tablero de control .....	149
Figura 3. 37	Ensamblaje final de los elementos de la máquina .....	149
Figura 3. 38	Perforación para tubería de sensores .....	150
Figura 3. 39	Soldadura de tubería para sensores.....	150
Figura 3. 40	Pasamuros para sensores de temperatura .....	151
Figura 3. 41	Conexión inicial cámara - bomba de vacío .....	152
Figura 3. 42	Conexión final cámara - bomba de vacío.....	153
Figura 3. 43	Punto de fuga en unión movible.....	153
Figura 3. 44	Solución epóxica y silicona en unión movible. ....	154
Figura 3. 45	Acople hexagonal para vacuómetro.....	154
Figura 3. 46	Acople NPT junto a vacuómetro final.....	155
Figura 4. 1	Líquido penetrante en costuras externas del cilindro .....	157
Figura 4. 2	Aplicación del líquido penetrante en costuras internas .....	157
Figura 4. 3	Aplicación del revelador en costuras internas del cilindro.....	158
Figura 4. 4	Manchas formadas por la presencia de poros en la costura .....	158
Figura 4. 5	Prueba de hermeticidad por aire comprimido .....	159
Figura 4. 6	Presencia de burbujas en el acople para el vacuómetro.....	160
Figura 4. 7	Vacío máximo alcanzado de la cámara después de una hora ..	162
Figura 4. 8	Prueba de fugas para el sistema de refrigeración.....	163

Figura 4. 9	Presión alcanzada del nitrógeno seco dentro de las tuberías...	163
Figura 4. 10	Fugas en acoples de tubería de la válvula de expansión.....	164
Figura 4. 11	Prueba de temperatura del sistema de refrigeración. ....	165
Figura 4. 12	Valor máximo alcanzado en la prueba de temperatura.....	166
Figura 4. 13	Barras de cobre acopladas a las niquelinas.....	166
Figura 4. 14	Sistema de calentamiento por barras de cobre.....	167
Figura 4. 15	Ensamble del sistema de calentamiento por barras de cobre...	167
Figura 4. 16	Simulación del sistema de calentamiento por barras de cobre .	168
Figura 4. 17	Despiece del sistema de calentamiento directo .....	169
Figura 4. 18	Simulación del sistema de calentamiento directo .....	169
Figura 4. 19	Multímetro seleccionado en modo de continuidad .....	171
Figura 4. 20	Pruebas de continuidad en el circuito eléctrico y de control.....	172
Figura 4. 21	Verificación del voltaje de alimentación al tablero.....	173
Figura 4. 22	Pruebas de control de mandos de operación.....	173
Figura 4. 23	Simulación del proceso de liofilización.....	175
Figura 4. 24	Extracto botánico congelado en envases plásticos.....	176
Figura 4. 25	Extracto botánico fragmentado .....	176
Figura 4. 26	Preparación final previo a ingresar a la cámara .....	177
Figura 4. 27	Extracto granizado en la bandeja.....	177
Figura 4. 28	Tapón siendo retirado de la cámara de condensado .....	178
Figura 4. 29	Estado de aceite con impurezas y estado recomendado .....	179
Figura 4. 30	Preparación de la cámara antes del proceso de liofilización.....	179
Figura 4. 31	Posicionamiento de las válvulas previo al inicio del proceso ....	180
Figura 4. 32	Computadora portátil con el software SITRAD .....	180
Figura 4. 33	Colocación del producto en el portabandejas .....	181
Figura 4. 34	Portabandejas con producto y niquelinas .....	181
Figura 4. 35	Sellado de la cámara de liofilización .....	182
Figura 4. 36	Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 1. ....	184
Figura 4. 37	Extracto deshidratado obtenido de la prueba 1.....	185
Figura 4. 38	Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 2 .....	186
Figura 4. 39	Extracto deshidratado obtenido de la prueba 2.....	187
Figura 4. 40	Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 3 .....	188
Figura 4. 41	Extracto deshidratado obtenido de la prueba 3.....	189
Figura 4. 42	Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 4 .....	190

Figura 4. 43	Extracto de laurel obtenido de la prueba 4.....	191
Figura 4. 44	Escarcha de la humedad del producto en el serpentín .....	191
Figura 4. 45	Peso final del producto de la bandeja 1 .....	192
Figura 4. 46	Solución de extracto de laurel diluida totalmente .....	193
Figura 4. 47	Diferentes concentraciones de extracto de laurel .....	193
Figura 4. 48	Cápsulas con concentraciones de extracto de laurel .....	194
Figura 4. 49	Colocación de cápsula en el espectrofotómetro.....	194
Figura 4. 50	Equipo espectrofotómetro .....	195
Figura 4. 51	Perillas de regulación para los temporizadores .....	200
Figura 4. 52	Selección de la pestaña “Parámetros” en el software SITRAD .	200
Figura 4. 53	Configuración de setpoint en el software SITRAD .....	201
Figura 4. 54	Configuración manual de setpoint.....	201

## LISTADO DE NOMENCLATURA

### Símbolo

$S_2$	[ <i>lb/pulg<sup>2</sup></i> ]	Esfuerzo longitudinal
$P$	[ <i>lb/pulg<sup>2</sup></i> ]	Presión externa de diseño
$D$	[ <i>pulg</i> ]	Diámetro medio del recipiente
$t$	[ <i>pulg</i> ]	Espesor del casco
$L$	[ <i>pulg</i> ]	Radio interno del casquete
$r$	[ <i>pulg</i> ]	Radio interno de las curvaturas
$M$		Factor para cálculo del espesor de la tapa
$S$	[ <i>lb/pulg<sup>2</sup></i> ]	Esfuerzo máximo de material
$E$		Eficiencia de la junta
$Do$	[ <i>pulg</i> ]	Diámetro exterior
$Pa$	[ <i>lb/pulg<sup>2</sup></i> ]	Presión máxima de trabajo permitida
$Ro$	[ <i>pulg</i> ]	Radio externo de la cabeza
$A$		Coefficiente para cálculo de espesores
$B$		Coefficiente para cálculo de espesores
$Co$		Coefficiente para tapas empernadas
$d$	[ <i>pulg</i> ]	Diámetro entre o-rings
$h_G$	[ <i>pulg</i> ]	Distancia entre o-ring y perno desde centros
$W$	[ <i>lb</i> ]	Carga máxima para pernos
$G$	[ <i>pulg</i> ]	Diámetro del o-ring
$m$		Factor del material usado como sellante
$W_c$	[ <i>KJ/Kg</i> ]	Trabajo de compresión
$h_1$	[ <i>KJ/Kg</i> ]	Entalpía del vapor saturado

$h_2$	[KJ/Kg]	Entalpía del vapor sobrecalentado
$h_3$	[KJ/Kg]	Entalpía del líquido saturado en punto 3
$h_4$	[KJ/Kg]	Entalpía del líquido saturado en punto 4
$\dot{m}$	[Kg/s]	Flujo másico de refrigerante
$Q$	[KW]	Capacidad frigorífica requerida
$COP$		Coficiente de desempeño
$Pt$	[KW]	Potencia teórica del compresor
$x$		Calidad
$h$	[KJ/Kg]	Entalpía específica
$h_{fg}$	[KJ/Kg]	Calor de vaporización
$h_f$	[KJ/Kg]	Entalpía de líquido saturado
$h_g$	[KJ/Kg]	Entalpía de vapor saturado
$s$	[KJ/Kg]	Entropía específica
$s_f$	[KJ/Kg]	Entropía específica de un líquido saturado
$s_g$	[KJ/Kg]	Entropía específica de un vapor saturado
$q_{total}$	[W]	Carga térmica total
$q_t$	[W]	Carga de transmisión
$q_p$	[W]	Carga del producto
$q_{ia}$	[W]	Carga por infiltración de aire
$q_i$	[W]	Carga interna
$U$	[W/m <sup>2</sup> °K]	Coficiente global de transferencia de calor
$A$	[m <sup>2</sup> ]	Superficie de transferencia de calor
$\Delta T$	[°K]	Diferencia de temperaturas externa e interna.
$mp$	[Kg]	Masa del producto.
$C$	[KJ/Kg °K]	Calor específico del producto (antes de congelarse).
$t$	[s]	Tiempo de enfriamiento.
$q_1$	[W/m]	Flujo de calor
$\theta_{si}$	[°K]	Temperatura interior
$\theta_{se}$	[°K]	Temperatura exterior

$R$	$[m\text{ }^\circ K/W]$	Resistencia térmica
$R_{se}$	$[m\text{ }^\circ K/W]$	Resistencia térmica superficial
$\lambda$	$[W/m\text{ }^\circ K]$	Conductividad térmica del material
$D_{ej}$	$[m]$	Diámetro exterior de la capa
$D_{ij}$	$[m]$	Diámetro interior de la capa
$e$	$[m]$	Espesor de paredes
$h_e$	$[W/m^2\text{ }^\circ K]$	Coefficiente superficial de transferencia de calor
$T_{evap}$	$[^\circ K]$	Temperatura de evaporador.
$T_R$	$[^\circ K]$	Temperatura de espacio refrigerado.
$D_T$	$[^\circ K]$	Diferencia de temperatura
$T_{cond}$	$[^\circ K]$	Temperatura de condensación.
$T_m$	$[^\circ K]$	Temperatura del medio ambiente.
$\Delta T$	$[^\circ K]$	Incremento de temperatura.
$P_{evap}$	$[MPa]$	Presión de evaporador.
$P_{cond}$	$[MPa]$	Presión de condensador.
$A_t$	$[m^2]$	Área de transferencia $[m^2]$
$\rho$ :	$[Kg/m^3]$	Densidad $[Kg/m^3]$ .
$v$ :	$[m/s]$	Velocidad $[m/s]$
$\rho_a$	$[Kg/m^3]$	Densidad del acero.
$m_a$	$[Kg]$	Masa de la placa de calentamiento.
$v_a$	$[m^3]$	Volumen de la placa de calentamiento.
$As$		Absorbancia de la sustancia.
$a$		Coefficiente propio de la sustancia.
$b$		Coefficiente de acuerdo a la cápsula utilizada.
$Cs$	$[gr/lt]$	Concentración de la sustancia.
$m_x$	$[g]$	Cantidad de extracto madre.

## LISTADO DE ANEXOS

ANEXO A	VALORES DEL FACTOR B
ANEXO B	VALORES DEL FACTOR A
ANEXO C	TIPOS DE BRIDAS Y TAPAS PLANAS PARA CILINDROS A PRESIÓN
ANEXO D	FACTORES DE EFICIENCIA SEGÚN EL TIPO DE JUNTA PARA BRIDAS POR SOLDADURA
ANEXO E	FACTOR M PARA MATERIALES UTILIZADOS COMO EMPAQUES EN BRIDAS
ANEXO F	CALOR ESPECÍFICO DEL AGUA DE 0°C A 100°C
ANEXO G	PROPIEDADES EN ESTADO DE SATURACIÓN R-404A
ANEXO H	DIAGRAMA P-H DEL R-404A
ANEXO I	APLICACIÓN DE REFRIGERANTES MÁS COMUNES
ANEXO J	MODELOS DE UNIDADES CONDENSADORAS
ANEXO K	PLANOS MECÁNICOS
ANEXO L	PLANOS ELÉCTRICOS
ANEXO M	PROTOCOLOS DE LIOFILIZACIÓN
ANEXO N	LISTA DE GASTOS MÁQUINA LIOFILIZADORA

## RESUMEN

El proceso de hidrosolubilización consiste en la deshidratación de extractos o sustancias líquidas a sólidas, (normalmente se lo realiza en la industria farmacéutica y alimenticia) con el fin de mantener sus propiedades químicas y biológicas, cambiando su aspecto físico, para lograr una mejor manipulación y tratamiento de los fluidos. Para el presente estudio, se hidrosolubilizará extractos de plantas.

La deshidratación por congelación es el proceso de extraer el agua u otro solvente de un producto congelado por sublimación. La sublimación ocurre cuando una muestra congelada pasa directamente a la fase gaseosa sin pasar por la fase líquida. Cuando el hielo se sublima, deja huecos o vacíos en el material residual seco lo que facilita su rehidratación. El producto deshidratado por congelación se dice que está liofilizado y el proceso se conoce como liofilización.

La liofilización se la realiza en varias aplicaciones industriales y para la conservación; como por ejemplo:

- Utilizado principalmente en la industria alimenticia para conservación de los alimentos.
- En la industria farmacéutica para conservar medicamentos.
- Usado para hacer más conveniente el transporte de productos por reducción del peso.
- En la industria agronómica para preservación de sustancias agroquímicas y agrobiológicas como extractos botánicos.

Es extensamente usada en productos orientados a la exportación tales como vegetales estacionales (cebollas roja y blanca, tomate, arvejas, habichuela, maíz fresco, pimentones y pimientos, ajo, champiñón, etc.), frutas (banano, fresa, frambuesa, mora, mango, manzana, pera, papaya, etc.), frutos del mar (calamares, camarones, langostinos, pescado, etc.), carne, pollo, huevos, hierbas aromáticas, flores, aloe vera, té, café, enzimas, cultivos bacterianos, formulaciones farmacéuticas, alimentos de preparación instantánea, etc.

Estos materiales, empacados adecuadamente, tienen una vida útil de más de un año, sin necesidad de agregar preservantes u otros compuestos químicos.

Los alimentos secados al vacío conservan todas las propiedades deseables en ellos como: olor, sabor, gusto, color, forma y tamaño. Esta técnica permite secar productos cuyos componentes se alteran o destruyen a altas temperaturas, por lo que valiosos productos farmacéuticos, biológicos o alimenticios secados en congelamiento se conservan viables e inalterados.

El proceso de liofilización es lento y costoso, pero es el mejor método para obtener productos de calidad.

Este proceso se lo aplica en la industria desde los años 50, aunque el principio del mismo data de la época de los incas en la que colocaban sus alimentos en el frío de los Andes para que se congelen toda la noche y mediante los primeros rayos de sol y la baja presión atmosférica de las elevadas tierras andinas se producía la sublimación del agua que se congeló. A este proceso se lo denomina liofilización natural.

# **CAPÍTULO 1**

## **INTRODUCCIÓN**

La deshidratación consiste en la reducción de la actividad del agua (humedad) para restringir los procesos de deterioro posibles en un producto. Se distingue entre métodos por el porcentaje de humedad que contienen los productos al finalizar el proceso. La evaporación o la concentración, alcanza hasta el 50% de humedad, mientras que la deshidratación es un proceso en el cual se obtienen porcentajes de humedad inferiores al 10%.

Se utiliza el término deshidratación porque en el procedimiento a demás de eliminar el agua que actúa junto con el producto como disolvente, se retira la humedad que está ligada a la estructura y tejido del producto. Al momento que se deshidrata, se corre el riesgo de alterar las propiedades químicas, afectando el producto en general y por ende no es aconsejable para todos los alimentos.

Por medio del calor se elimina el agua que contienen algunos alimentos mediante la evaporación de esta. Esto impide el crecimiento de las bacterias, que no pueden vivir en un medio seco, por ejemplo a las piñas, manzanas y banano.

Los productos liofilizados mantienen gran proporción de su valor nutritivo original si el proceso se realiza en forma adecuada.

Hay varios métodos de deshidratación en la que se retira agua de un producto:

Secado por Arrastre.- La eliminación del agua se la obtiene poniendo al producto en contacto con aire seco, el cual debe ser renovado continuamente para mantener el mismo nivel de secado durante todo el proceso. Normalmente este proceso se lo realiza mediante un chorro de aire seco. En el secado por arrastre, el aire cede su calor, a la vez que se carga de humedad.

Secado por Vaporización.- Es el método más agresivo de secado. Es conocido que el agua alcanza su punto de ebullición a 100 °C a 1 atm de presión, pero el agua que está ligada al producto necesita mayor temperatura para poder evaporarse y realizar la deshidratación.

Liofilización.- Es el método más costoso pero que brinda los mejores resultados en cuanto a calidad del producto. Consiste en la eliminación de agua por sublimación, sometiendo al producto a condiciones no comunes de bajas presiones. Requiere una atmósfera de alto vacío y temperaturas bajas, obteniendo productos que se rehidratan con suma facilidad. Este medio es necesario debido a que se desea evitar el estado líquido y conseguir la sublimación del producto, provocando la deshidratación y posterior condensación del vapor de agua adquirido. Al trabajar a presiones bajas, el agua varía sus puntos de cambio de estado, por lo cual no es necesario llegar a las temperaturas normales de operación a presión ambiente (1 atm).

La liofilización es un conjunto de procesos (no solo el secado) y en ello el material resultante se presentará seco, pero con todas las características del producto original (forma, color, aroma, sabor y textura) estarán preservados en el producto seco.<sup>1</sup>

## **1.1. ANTECEDENTES**

La importancia de los equipos de laboratorio tanto en la enseñanza de las ciencias como en la investigación y en la industria es indiscutible. El trabajo práctico en laboratorio proporciona la experimentación y el descubrimiento.

Prácticamente todas las ramas de las ciencias naturales se desarrollan y progresan gracias a los resultados que se obtienen en la experimentación dentro de los laboratorios. Cabe destacar que, en especial, permiten mostrar el fenómeno y comportamiento de ciertos procesos, así como complementar las clases impartidas en las universidades; mientras que, en el terreno de la investigación, permiten avanzar el estado del conocimiento y realizar estudios de punta.

---

<sup>1</sup> <http://www.itescam.edu.mx/principal/sylabus/fpdb/recursos/r46891.PDF>, Deshidratación: secado y liofilización

Desde tiempos remotos se han utilizado los extractos de plantas para el control de ciertas plagas, pero se lo ha realizado de forma rudimentaria sin tomar en cuenta dosificación, eficacia y durabilidad de control.

La fitoquímica es una rama de la química que estudia los metabolitos extraídos de las plantas. Se interesa por el conocimiento de la historia, el comercio, la distribución, geografía y la botánica. Estudia cada grupo de la planta, desde su estructura química molecular, hasta las propiedades biológicas de los vegetales.<sup>1</sup>

El IASA en sus instalaciones cuenta con diversos laboratorios, entre ellos consta el de fitoquímica, en el cual se realizan estudios botánicos obteniendo extractos de plantas y hojas que son utilizadas como insecticidas.

El creciente interés en el campo de la investigación dentro de esta rama busca contar con equipos tecnológicos que permitan obtener de forma eficaz y eficiente extractos solidificados que ayuden en la manipulación y aplicaciones de dichos compuestos. Actualmente el Laboratorio de Fitoquímica cuenta con equipos direccionados a este objetivo pero es necesario complementarlo con una máquina liofilizadora que permita unificar todo el proceso de extracción mencionado anteriormente.

Uno de los métodos para obtener el extracto botánico deshidratado es la liofilización, el cual es ampliamente usado para la conservación de diversos productos. Detiene el crecimiento de microorganismos, inhibe el deterioro de sabor y color por reacciones químicas y pérdida de propiedades fisiológicas.<sup>2</sup>

En la actualidad, se liofilizan alimentos como la sopa, el café, las frambuesas y las frutillas. Así se evita el uso de una cadena de frío y los productos mantienen el volumen y la forma original a pesar de la pérdida de peso.

---

<sup>1</sup> <http://www.slideshare.net/LudoCiencias/fitoquimica-leonardo-montenegro>, Análisis fitoquímico de la (Malva sylvestris)

<sup>2</sup> INVAP, Diseño y construcción de plantas para la liofilización de alimentos, 13 de Agosto del 2010.

En el área de la taxidermia se está optando por dejar obsoleto el formol y mantener el secado por liofilización; de igual manera se está usando para la conservación de órganos o en animales enteros.

Los bancos de tejidos optaron por el mantenimiento de algunos tejidos por liofilización, entre ellos, membrana amniótica liofilizada como sustrato para el crecimiento de células oculares para trasplantes en oftalmología.

En el área de la estética y dermatología se liofiliza la placenta humana o bovina para la elaboración de cremas y champús.

En medicinas alternativas se utilizan enorme cantidad de productos naturales liofilizados, terapias apícolas liofilizadas, terapias celulares embrionarias de aves liofilizadas.

En cocina internacional se utilizan especias y aromáticas liofilizadas al igual que verduras y hongos.

También se utiliza esta técnica para conservar plasma sanguíneo, suero, soluciones de hormonas y productos farmacéuticos biológicamente complejos como vacunas, sueros y antídotos.<sup>1</sup>

## **1.2. JUSTIFICACIÓN**

El uso indiscriminado de sustancias sintéticas obtenidas directamente de materias químicas y de petroquímicos, ha ocasionado graves perjuicios en nuestro entorno y directamente en la salud humana. Es por esto que la industria química ha direccionado su investigación a la extracción de sustancias biológicas, provenientes de diferentes plantas que han ayudado a controlar plagas, sean estos hongos, bacterias e insectos que ocasionan daños tanto a plantas, como a animales. Por este motivo se hace de suma importancia la

---

<sup>1</sup> <http://www.revistadealimentacion.com>, La Liofilización una buena alternativa de negocio en América Latina

construcción de un equipo que agilite la obtención de material sólido para la elaboración de controladores biológicos.

Lo más importante de la elaboración del equipo es el permitir obtener un material que se pueda almacenar por más tiempo, manteniendo las características físico-químicas del material de origen, tornándose de esta manera una herramienta eficaz para el manejo en una agricultura sostenible. (Cárdenas CD, en conv pers 2012).

El proceso interno de deshidratación conlleva varios beneficios debido a que el secado convencional hace que el material se encoja o contraiga, dañando las células. Sin embargo, en el proceso de liofilización, los componentes sólidos son retenidos en su lugar por el hielo rígido. La sublimación del hielo deja vacíos, preservando así la integridad de las actividades y estructura biológica y químicas del producto. Debido a sus cualidades preservantes, la liofilización tiene muchos y variados usos en el laboratorio. Se ha convertido en un medio indispensable en muchas aplicaciones bioquímicas y farmacéuticas. Se usa para lograr la estabilidad en almacenamiento a largo plazo de los materiales biológicos tales como los cultivos microbianos, enzimas, sangre, productos farmacéuticos y botánicos.

En base al sólido obtenido de las plantas, se puede realizar una formulación apropiada para su uso y dosificación como en gránulos, polvo, soluciones concentradas y emulsiones; de esta manera el transporte del producto final se mejora.

Al construir un equipo con estas características, permitirá la obtención más eficiente de los recursos existentes en el laboratorio, y una mayor captación de conocimientos de los alumnos. A partir de la elaboración de un equipo más sofisticado, prestará servicios a la comunidad.

## **1.3. OBJETIVOS**

### **1.3.1. GENERAL**

- Diseñar y construir un equipo hidrosolubilizador automatizado de extractos botánicos para el manejo agronómico por medio de liofilización para el laboratorio de fitoquímica del IASA 1.

### **1.3.2. ESPECÍFICOS**

- Realizar un estudio, dimensionamiento y diseño de los requerimientos termodinámicos de la máquina para el correcto desarrollo del proceso de liofilización de concentrados botánicos.
- Diseñar y dimensionar el sistema mecánico que compone el equipo para la obtención del vacío necesario y obtener el proceso de sublimación para su funcionamiento.
- Diseñar el sistema eléctrico y de control que regulará y optimizará todo el proceso y sus parámetros como presión, temperatura y tiempo, monitoreados mediante una interfaz gráfica y amigable para el operario.
- Efectuar la construcción, ensamblaje y pruebas de los sistemas previamente diseñados para obtener el equipo hidrosolubilizador.

## **1.4. ALCANCE DEL PROYECTO**

Desarrollar un equipo de hidrosolubilidad con avance tecnológico para el Laboratorio de Fitoquímica del IASA, y poner en marcha un sistema de vacío. En este se construirá un dispositivo para deshidratar extractos botánicos. El sistema elimina el agua del producto para dejarlo por lo menos bajo el 10% de humedad.

La tecnología del vacío es fundamental en la industria y la investigación. Tiene numerosas aplicaciones: en conservación de productos, limpieza de conductos y tuberías, mantenimiento de sistemas de refrigeración y tratamiento de productos entre otros.

La tecnología de deshidratación no se ha desarrollado en el país y generalmente, este tipo de sistemas se adquiere con fabricantes de otros países.

Por esta razón es importante el desarrollo tecnológico que se generará para el Laboratorio de Fitoquímica del IASA. Este sistema, además de emplearse en la deshidratación de extractos, se aplica en la docencia, enseñando y capacitando a estudiantes en aspectos importantes tales como conservación de alimentos y desarrollo de extractos botánicos de calidad.

## **CAPÍTULO 2**

### **DISEÑO DE LA MÁQUINA**

#### **2.1. CONSIDERACIONES GENERALES DE DISEÑO**

Por lo general las cámaras que están trabajando a bajas presiones son elaboradas de acero inoxidable o vidrio, cumpliendo con unas de las características principales que es la resistencia a la presión atmosférica, ya que esta va a ser aplicada en toda la superficie de la cámara.

Hay que tomar en cuenta los factores a los que va a estar expuesta la máquina como los ambientales, ya que pueden variar el desenvolvimiento y resultado final del proceso.

Dependiendo del tiempo de operación y la evolución de los parámetros que son tomados en cuenta en el proceso, se puede evaluar la eficiencia de la máquina.

##### **2.1.1. PROCEDIMIENTO DE LIOFILIZACIÓN PARA SUSTANCIAS LÍQUIDAS**

Entendiendo el proceso de liofilización como la separación del agua de una sustancia, o de una disolución, mediante congelación y posterior sublimación a presión reducida del hielo formado, para dar lugar a un material esponjoso que se disuelve posteriormente con facilidad<sup>1</sup>, este proceso sigue cierto procedimiento que se lleva a cabo para la obtención de un producto de calidad.

- **Preparación** de la materia prima previo a su tratamiento. Para obtener resultados óptimos, el producto debe tener una preparación antes de ingresar a la cámara (limpiar, pelar, cortar o rallar). Los productos líquidos, como es el caso de los extractos botánicos, deben concentrarse previamente, ya sea macerándolos o usando diversos métodos para disminuir el contenido de agua, y así acelerar el proceso de liofilización.

---

<sup>1</sup> Diccionario de la Real Academia de la Lengua. Vigésima segunda Edición.

- **Congelación inicial** es un proceso previo, ajeno a esta cámara de liofilización y obligatoria. El tiempo de congelación depende de la cantidad, distribución, concentración y el tipo de producto. El resultado final del producto depende en gran medida de la congelación previa y el estado en el que ingrese el producto al proceso de liofilización. Se recomienda que el producto ingrese a temperaturas entre -10 y -15 °C para evitar el cambio de estado.
- **Sublimación o desecación primaria** es la etapa en la que las moléculas cristalizadas de agua se hace vapor. En este proceso se retira la mayor cantidad de humedad del producto. La temperatura y tiempo pueden ser modificados dependiendo del producto a tratar. Estos parámetros se los puede variar independientemente, pero siempre habrá repercusión del uno sobre el otro.
- **Desorción o desecación secundaria** es desechar los últimos rastros de humedad ligada al producto. Necesita gran cantidad de energía, para lo cual se usan fuentes externas y poder obtener humedades menores al 10%.

### 2.1.2. PARÁMETROS DE FUNCIONAMIENTO DE LIOFILIZADORAS

Las aplicaciones de las liofilizadoras son varias tanto a nivel industrial como gastronómico y en el área de conservación, pero para todas las áreas hay que tomar en cuenta los parámetros a los que se trabaja. Pueden variar para cada producto que se vaya a liofilizar debido a sus características propias, pero lo ideal es llevar el control de cada uno de ellas.

Al ser un proceso que trabaja a presiones bajas, el sistema opera en parámetros no comunes (refiriéndose a presión y temperatura).

Los servicios necesarios para este proceso incluyen el uso de bombas de vacío, así como sistemas de refrigeración y sistemas de calefacción; debido a estos sistemas se obtienen todos los parámetros necesarios.

- **Presión<sup>1</sup>**.- Magnitud física que expresa la fuerza ejercida por un cuerpo sobre la unidad de superficie. Todo cuerpo inmerso en el ambiente, está bajo una presión denominada atmosférica. Su valor normal al nivel del mar es de 760 mm Hg.

Para el proceso de liofilización la presión que es ejercida es la externa ya que dentro de la cámara se está eliminando el aire, provocando una succión uniforme mediante una bomba de vacío.

El proceso de liofilización requiere de un alto vacío para mantener las propiedades del producto, asegurando que se produzca una sublimación del producto.

- **Temperatura<sup>2</sup>**.- Magnitud física que expresa el grado o nivel de calor de los cuerpos o del ambiente.

Es uno de los parámetros que influyen más en el proceso debido a que está presente en todas las etapas, desde la preparación, hasta la desecación secundaria.

De este parámetro depende la respuesta del producto a lo largo del proceso, por ese motivo se lleva un control y registro.

Uno de los sistemas aislados pero de suma importancia es el sistema de refrigeración, ya que es el encargado de condensar el agua sublimada. Para que funcione de correcta manera, se lleva el control de la temperatura en el evaporador.

- **Humedad<sup>5</sup>**.- Es el agua de que está impregnado un cuerpo o que vaporizada, se mezcla con el aire.

---

<sup>1</sup> Según Diccionario de la Real Academia de la Lengua. Vigésima segunda Edición.

<sup>2</sup> Según Diccionario de la Real Academia de la Lengua. Vigésima segunda Edición.



de refrigeración, luces de alarma, gráficas de temperatura. Tiene la opción de llevar el control de vacío y ruptura del mismo de forma manual o automática, comunicación con pc mediante RS-232.

Tienen temperaturas de colectores que llegan a  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $-58\text{ }^{\circ}\text{F}$ ), ideales para su uso con muestras en soluciones acuosas. Estos liofilizadores requieren una cámara de secado o un secador de bandeja para operación (no incluido). Todos los modelos también requieren una bomba de vacío para el funcionamiento. Estos liofilizadores no se recomiendan para su uso con muestras que contienen acetonitrilo, metanol o etanol<sup>1</sup>.



**Figura 2. 1 Gama de Liofilizadoras LABCONCO**

Fuente: <http://www.labconco.com/>, liofilizadoras, inglés, 2012

### **Liofilizadores CHRIST.**

Son liofilizadores con capacidades del condensador del hielo entre 4 y 12 kilogramos, se diseñan especialmente para los procesos de deshidratación similares a las unidades de producción en grande. La precongelación y el secado son observados en estantes de temperatura controlados con doble compartimiento. Debido al control de la temperatura de los estantes de acero inoxidable, estos sistemas experimentales satisfacen los mayores niveles de las industrias farmacéuticas. Los liofilizadores CHRIST se pueden acoplar o modificar para cumplir los requisitos individuales para la optimización de

---

<sup>1</sup> <http://www.labconco.com/category/freezone/search/20/-/-/40/0>, liofilizadoras, inglés, 2012

proceso con una medida y control del sistema flexibles. En caso de ser necesario, se puede optar por la descontaminación con nitrógeno, así como una integración en los sistemas del aislador (guantero).<sup>1</sup>



**Figura 2. 2 Gama de Liofilizadoras CHRIST**

Fuente: <http://www.directindustry.es>, liofilizadores de producción, inglés, 2012

### **Liofilizador LyoStar II.**

Es diseñado y construido para altos niveles de producción. El LyoStar II con la "tecnología elegante en deshidratación" revoluciona la manera en que los científicos generan ciclos de deshidratación por congelación.

Cuenta con un estante superior, congelación rápida, repisa para frascos, fácil acceso a la muestra y software amigable. La tecnología ELEGANTE del liofilizador es un sistema patentado que relaciona el control del proceso automatizado de la medida manométrica y de la temperatura.

Permite a expertos y a principiantes igualmente desarrollar nuevos ciclos rápidamente, mientras que también se asegura de que esos ciclos son elegantes y eficientes. Las herramientas ELEGANTES proporcionan la regeneración inmediata en datos importantes del producto tales como

---

<sup>1</sup> <http://www.directindustry.es/prod/martin-christ/liofilizadores-pilotos>, liofilizadores de producción, inglés, 2012

resistencia del producto y flujo de calor. Fácil remoción de los estantes, sistema de condensación a  $-40^{\circ}\text{C}$  en menos de 25 minutos.<sup>1</sup>



**Figura 2.3 Liofilizador Industrial LyoStar II**

Fuente: <http://www.directindustry.es>, liofilizadores piloto, inglés, 2012

### **Liofilizadora Telstar-Lyonic**

Los liofilizadores de la serie Lyonic están concebidos para realizar procesos de secado ya sea para ensayos clínicos, plantas piloto y producción industrial a pequeña o gran escala, según las más estrictas normas GMP y FDA, así como las últimas tendencias en tecnología de liofilización.

Los sistemas de liofilización de la serie Lyonic incorporan la última tecnología y están diseñados con un concepto modular para ofrecer una amplia gama de modelos estándar y opciones.

El control de vacío, refrigeración del condensador y temperatura de las placas de la serie Lyonic se realiza mediante la lógica PID integrada a un controlador lógico programable(PLC) para obtener resultados precisos y reproducibles.<sup>2</sup>

---

<sup>1</sup> <http://www.directindustry.es/prod/sp-scientific-virtis-fts-systems-hull-gene/>, liofilizadores piloto, inglés, 2012

<sup>2</sup> <http://www.telstar-lifesciences.com/es/tecnologias/sistemas+de+liofilizacion>, serie Lyonic, español, 2012



**Figura 2. 4 Liofilizadora GMP Configurable**

Fuente: <http://www.telstar-lifesciences.com>, liofilizadores GMP de producción, español, 2012

### **Liofilizadora piloto, SMH-15, Usifroid**

El equipo cuenta con un sistema donde se pueden programar rampas de temperatura y vacío para optimizar el proceso de liofilización.

Cámara circular con dos bandejas

Superficie de enfriamiento: 0.15 m<sup>2</sup>

Capacidad nominal de hielo: 4 kg

Temperatura del condensador: -60 a 25° C

Capacidad de evaporación de agua: 84 mL/h

Vacío: 1.1 a 2 mbar<sup>1</sup>

---

<sup>1</sup> <http://www.ibt.unam.mx/ppiloto/liofilizadoras.html>, liofilizadoras, español



**Figura 2. 5 Liofilizadora piloto SMH-15**

Fuente: <http://www.ibt.unam.mx>, liofilizadoras, español

## **2.3. ANÁLISIS DE MÁQUINAS LIOFILIZADORAS EXISTENTES EN EL MERCADO**

El fin de las máquinas liofilizadoras es el mismo pese a la variedad de modelos que existen, ya sea a nivel industrial o para laboratorios, el resultado a obtener es la deshidratación de cierto producto, sin alterar sus propiedades químicas. Por ello las bases de construcción y los parámetros a tomar en cuenta son similares, variando en la capacidad, el nivel de control y automatización del proceso.

### **2.3.1. ANÁLISIS DE MODELOS DE LIOFILIZADORAS EXISTENTES.**

A nivel industrial, lo más importante es la optimización tanto a nivel económico como en la calidad del proceso; por ello se toma sumo cuidado al momento del diseño de las liofilizadoras.

Para la construcción de las mismas lo primero que se define es la forma geométrica del cuerpo, el cual podría ser de diversas maneras, pero tomando en cuenta el proceso que se realiza internamente y las características propias de la liofilización, se opta generalmente por las formas cilíndricas o

rectangulares, prefiriendo en la mayoría de las máquinas el cuerpo cilíndrico debido a su capacidad de soportar altas presiones y vacío.

Uno de los puntos más críticos es el material con el cual se va a fabricar la maquina ya que se debe tomar en consideración varios aspectos como el propósito y la asepsia. Para la industria farmacéutica y alimenticia, la higiene es de sumo cuidado ya que si se usan materiales que desprenden partículas, estas pueden alterar las propiedades de los productos a deshidratar y no se obtendrá el resultado deseado. Por este motivo, la mayoría de liofilizadoras están construidas de acero inoxidable o de poliuretano.

La capacidad de liofilización es otro punto a tomar en cuenta; debido a que es un proceso costoso y conlleva un alto consumo energético, la cantidad de producto liofilizado debe justificarlo. La capacidad de la máquina está ligada al sistema de refrigeración y a su límite de condensación. Existen liofilizadoras con capacidades de condensación desde 1 kg como las de laboratorio LABCONCO, hasta 975 kg como las industriales Telstar-Lyonic.

Para realizar la transferencia de calor existen liofilizadoras que usan únicamente la radiación solar y la deshidratación se la realiza usando solo el vacío (secado primario) y por ello el tiempo del proceso se prolonga considerablemente. Otras liofilizadoras tienen placas de calentamiento (secado secundario) que aceleran el proceso de deshidratación. Estas placas pueden calentarse mediante un sistema hidráulico circulando aceite caliente o mediante niquelinas.

El nivel de control del proceso es una variante entre cada uno de los modelos. Las liofilizadoras más básicas no llevan un sistema de control ni de visualización como la LyoStar II; mientras que otras liofilizadoras como la Telstar serie Lyonic, cuenta con control PID<sup>1</sup> tanto para el vacío como para la temperatura y el sistema de refrigeración, integrado a un PLC<sup>2</sup> sensores de

---

<sup>1</sup> Proporcional Integral Derivativo, mecanismo de control por realimentación.

<sup>2</sup> Controlador Lógico Programable, dispositivo electrónico usado en la automatización.

temperatura y presión que garantizan la obtención adecuada de resultados. El sistema de supervisión, control y adquisición de datos (SCADA<sup>1</sup>) se integra al PLC del equipo para ofrecer un control fácil de usar, y maximizar el proceso y la seguridad operativa.

### **2.3.2. ANÁLISIS DE PARÁMETROS DE CONTROL EN LIOFILIZADORAS EXISTENTES.**

Se debe tener claro que los parámetros que están integrados en el proceso de liofilización son la presión, temperatura y la humedad. El llevar el control y visualización de estos parámetros es importante ya que se puede hacer un seguimiento del proceso y tomar medidas si hay alguna falla.

La presión es generada por la bomba de vacío, por ello se lleva el control sobre la bomba. Para este parámetro únicamente se lleva la visualización y registro del vacío alcanzado ya que la bomba debe estar encendida siempre para evitar el ingreso de humedad externa. En caso de que la bomba falle y se apague, las liofilizadoras cuentan con válvulas que evitan el retorno de aire, manteniendo el vacío en el interior de la cámara.

Para la visualización del vacío se suele usar un vacuómetro con la escala debida, o un controlador digital.

La temperatura es esencial en el proceso ya que tiene varios focos de transferencia de calor. El sistema de refrigeración usado para la etapa de condensación tiene temperaturas muy bajas y es necesario el tener el registro de la misma para asegurarse que el vapor se condense y evitar posibles daños de la bomba y a la vez del proceso.

Las placas de calentamiento usadas en el secado secundario, tienen tanto control como visualización ya que no puede pasar el punto máximo de calentamiento para evitar alteraciones en las propiedades del producto.

---

<sup>1</sup> Sistema que permite visualizar y controlar variables de procesos remotamente.

Para la adquisición de la temperatura se puede contar con varios tipos de sensores como PT-100, termistores o termopares

Para la humedad no existe un sensor adecuado debido a las características del proceso, por ende para tener cierta información sobre la cantidad de agua que se va eliminando, se suele poner una balanza que mida el peso del producto. A medida que se va deshidratando el producto, este pierde peso y se tiene un registro histórico.

## **2.4. DISEÑO, DESCRIPCIÓN Y CONSTRUCCIÓN DEL MODELO LIOFILIZADOR A IMPLEMENTARSE.**

Dado que la máquina a desarrollar será utilizada para un laboratorio en el cual se liofilizarán extractos botánicos en pequeñas cantidades (máximo un litro de extracto por sesión), se deben seleccionar las propiedades adecuadas para su construcción, una vez analizados los diferentes modelos y características de liofilizadoras en el mercado.

### **2.4.1. DESCRIPCIÓN Y DISEÑO DEL MODELO ESCOGIDO PARA EL DESARROLLO DEL PROYECTO.**

La liofilizadora a implementar inicia su funcionamiento una vez realizada la congelación y preparación del extracto botánico que se desee deshidratar.

El equipo debe ser inspeccionado que se encuentre listo para su funcionamiento, la purga de vacío debe estar correctamente cerrada y la cámara de condensación sin ningún residuo de posteriores sesiones de liofilización.

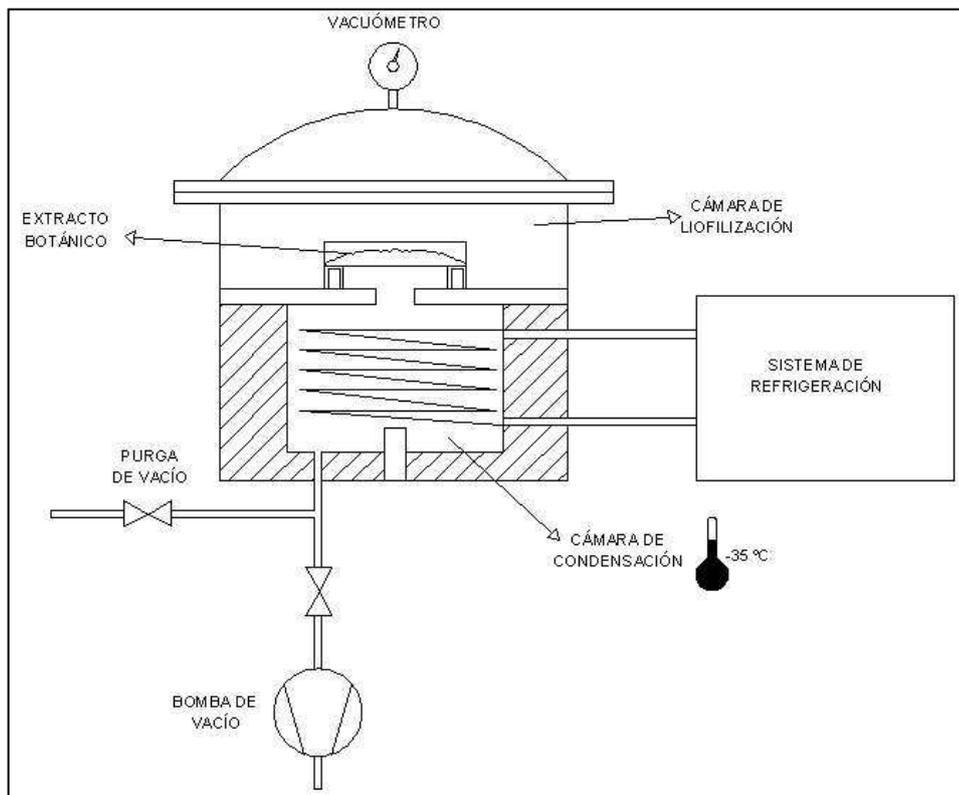
El producto es colocado en una bandeja en la cámara de liofilización (Cuadro 2.1), e inmediatamente es cerrada herméticamente para comenzar el proceso. El operador mediante el sistema de control enciende el equipo, el cual se

encuentra programado para cumplir las diferentes etapas del proceso automáticamente.

La bomba de vacío al igual que el sistema de refrigeración, se encienden durante todo el proceso de liofilización, incluyendo ambas etapas de secado, ya que el vacío debe ser continuo dentro de la cámara y la condensación del vapor constante.

El vacuómetro indica cuando se ha alcanzado el vacío deseado, la duración del secado primario durará varias horas.

**Cuadro 2.1 Diagrama del modelo liofilizador**



Fuente: Propia

Para la segunda etapa del proceso, se encienden unas niquelinas ubicadas a pocos centímetros de la bandeja donde se encuentra el extracto y se aumenta la temperatura del producto a 80 °C, proporcionando calor adicional al producto para transformar en vapor los restos de humedad que se encuentran atrapada

por la capa seca de producto que se produce durante la primera etapa de secado, este proceso tarda igualmente algunas horas dependiendo del producto.

En la cámara de condensación se retiene el vapor debido a la baja temperatura del mismo, este se convierte en escarcha de hielo que se pega a las paredes del serpentín del sistema de refrigeración, así la bomba de vacío extrae solamente el aire de la cámara.

Una vez finalizado completamente el proceso y apagados tanto la bomba de vacío como el sistema de refrigeración, la válvula para la purga del vacío se abre lentamente hasta presurizar internamente la cámara con presión atmosférica.

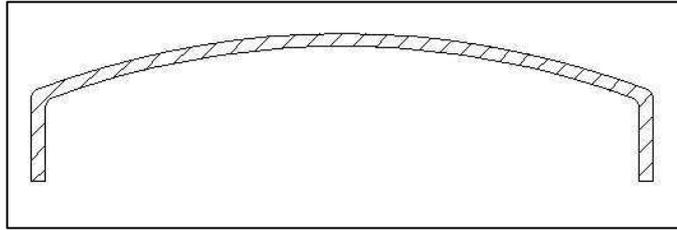
Se abre la cámara, y se extrae el producto liofilizado para realizar una limpieza del equipo retirando la escarcha acumulada en el condensador.

#### **2.4.2. ESTUDIO Y ANÁLISIS MECÁNICO DEL MODELO ESCOGIDO.**

La forma de la máquina es el paso inicial para definir su desarrollo, y debido a que el vacío que se generará dentro de la liofilizadora es alto se busca implementar una geometría resistente a este tipo de cargas a presión externa, siendo la forma cilíndrica la más adecuada para estas aplicaciones ya que con esta se reduce la formación de esquinas en su diseño, las cuales son susceptibles a deformaciones e implican la utilización de más material para reforzarlas, y su fabricación es más económica con respecto a recipientes esféricos.

Los recipientes cilíndricos están formados en sus extremos por “cabezas”, los cuales pueden tener formas cilíndricas, elipsoidales, torisféricas, etc. En el caso de la máquina liofilizadora se implementará una cabeza torisférica (Cuadro 2.2) como tapa del cilindro, y una base plana como fondo para soportar el cuerpo.

## Cuadro 2. 2 Tapa torisférica



Fuente: Propia

Para la unión entre el cuerpo cilíndrico y la cabeza torisférica, es necesario el diseño de una brida. Una brida (Figura 2.6) es un elemento de unión mecánica entre dos piezas, que consta de dos placas circulares con orificios las cuales se empernan entre sí para sujetar las piezas a las cuales se encuentran unidas.

La brida de unión para la liofilizadora necesita de un empaque que asegure la hermeticidad del sistema ya que la más mínima fuga crea pérdidas en el vacío que pueda desarrollar la bomba, traduciéndose en pérdida de eficiencia del proceso.

Un empaque es un elemento generalmente blando y deformable, puede ser caucho, asbesto, etc. que se coloca dentro de una ranura o canal trazado en la tapa de contacto de una sola brida y sobresale ligeramente para el momento de la unión con la otra brida, este se deforme ligeramente creando un sello uniforme alrededor de la unión evitando fugas del sistema.



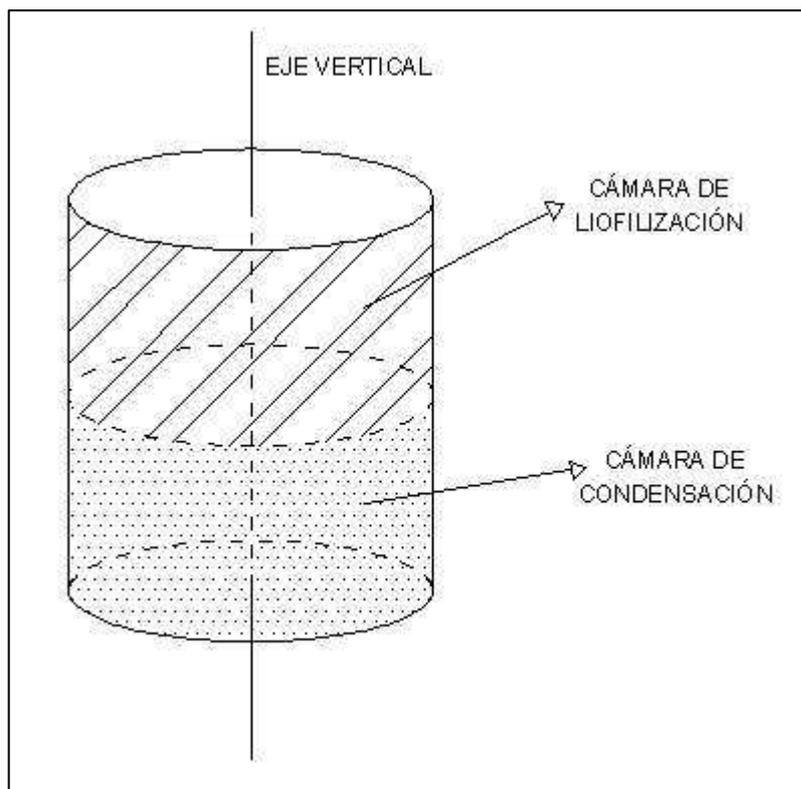
**Figura 2. 6 Brida con canal para empaque**

Fuente: <http://www.famexval.com.mx>, español, Catálogo FAMEXVAL, 2008

Además de su forma, es preciso definir el eje principal de la máquina, y en relación con los modelos analizados anteriormente la distribución de elementos más común por la facilidad de manipulación del equipo es vertical (Cuadro 2.3), contando con la cámara de liofilización en la parte superior y la sección de condensación en la parte inferior de la máquina, lo que se definirá con más detalle posteriormente.

Se concluye del análisis mecánico que el diseño debe soportar presiones externas altas, lo que implica una selección correcta del material y un grosor de la pared mínimo tanto para el cilindro como para sus extremos o cabezas, así como un grosor adecuado para la brida y el canal del empaque el cual brinda la hermeticidad, primordial en el sistema.

**Cuadro 2.3 Diseño estructural básico de la liofilizadora**

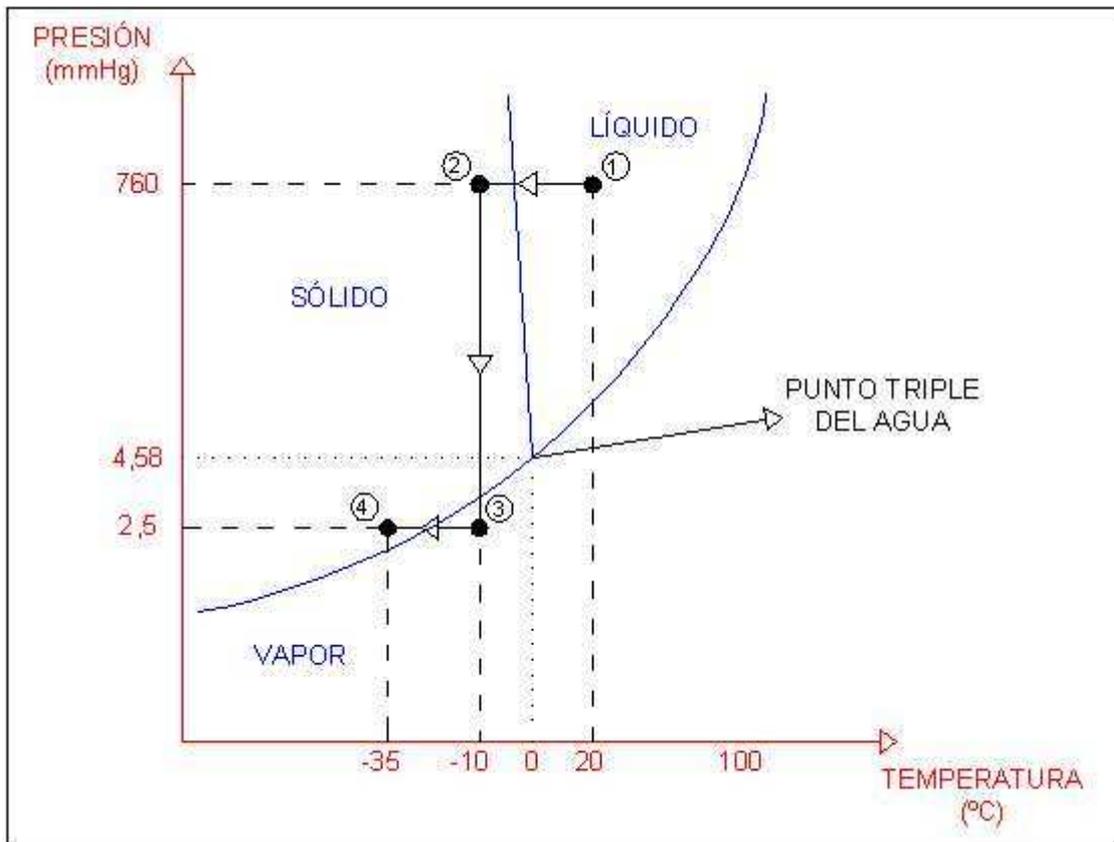


Fuente: Propia

### 2.4.3. ESTUDIO Y ANÁLISIS TERMODINÁMICO DEL MODELO ESCOGIDO.

Los parámetros que definen el proceso en sí son: presión y temperatura. Para definir los valores adecuados para cada uno de dichos factores, se analiza el proceso que debe cumplir la sustancia a liofilizar para su deshidratación correcta, la cual al ser un compuesto acuoso se basa en el diagrama de fases del agua de la cuadro 2.4.

**Cuadro 2. 4 Liofilización del extracto según el diagrama de fases del agua.**



Fuente: Propia

El primer paso es la congelación inicial (1→2), en la que el extracto será congelado a una temperatura de 10°C menor a su temperatura eutéctica y preparado (raspado y repartido uniformemente) para iniciar el proceso de liofilización.

A continuación, para la sublimación (2→3), es necesario generar un vacío de aproximadamente 2,5 mmHg para que la sustancia congelada cambie de estado sólido a vapor directamente.

Finalmente, el vapor desprendido del extracto debe recogerse en la cámara de condensación como hielo para evitar daños en la bomba de vacío y mantener una humedad nula en el sistema, por lo que la temperatura de esta cámara debe ser inferior a la del producto (3→4), así una temperatura de -35 °C satisface las condiciones necesarias para obtener dicho resultado.

Se concluye dentro de este análisis que para el diseño termodinámico se debe considerar una temperatura de -35 °C para la cámara de condensación, y que se encuentre aislada térmicamente con respecto a la cámara de liofilización para que no se transmita calor hacia la cámara y el sistema de refrigeración se vuelva menos eficiente.

#### **2.4.4. ESTUDIO Y ANÁLISIS ELECTRÓNICO DEL MODELO ESCOGIDO.**

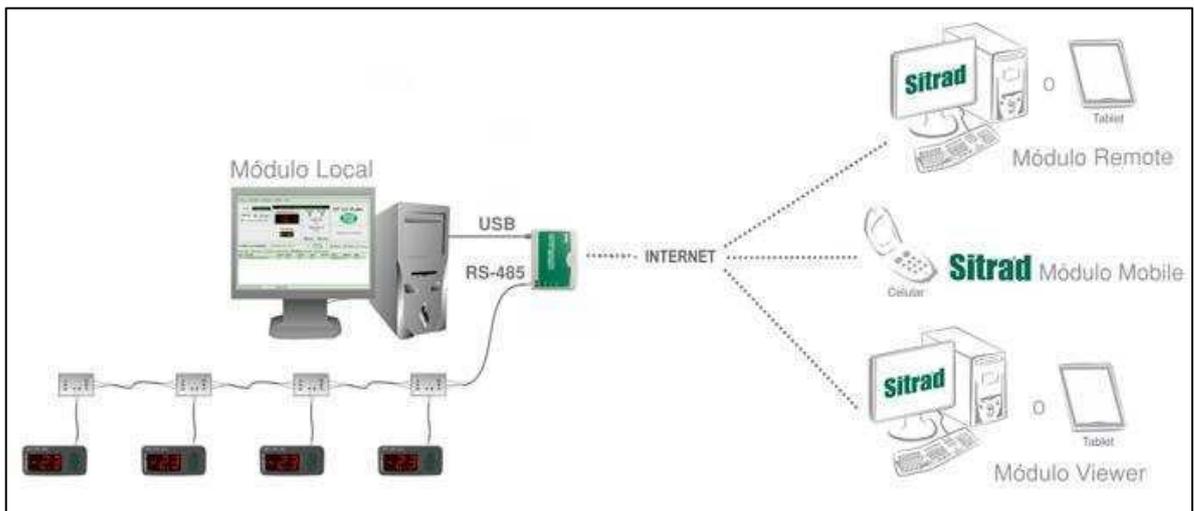
El control esencial en un sistema de liofilización es la temperatura y el tiempo de duración de cada etapa del proceso. La presión, como un factor que se mantiene en un nivel constante durante todo el proceso no necesita de un control sofisticado para su implementación y es por eso que la medición de esta magnitud puede establecerse por sensores analógicos, como un vacuómetro, tomando en cuenta que en caso de falla de la bomba de vacío, el mismo sistema de mangueras deberá contar con una protección de válvula tipo check para evitar que el aire ingrese a la cámara manteniendo el vacío en el cuerpo.

Para poder tener una idea clara de la evolución del proceso durante el período de liofilización, es necesario crear un registro histórico de datos sobre la temperatura en diferentes puntos de la máquina en relación con el tiempo, y gráficas que faciliten la lectura para el operador, las cuales se definirían en 3 puntos principales: temperatura en la cámara de liofilización, temperatura de

las niquelinas y temperatura de la cámara de condensación. Para esto, es recomendable crear una interfaz HMI para el control y supervisión del proceso por parte del operario.

Existen en el mercado módulos de medición para temperatura que incorporan salidas de relé para alarmas, accionamiento de elementos de control, conexión RS485-USB para PC con interfaces programables fáciles de diseñar y poder crear un entorno amigable para el usuario, incluyendo todas las características necesarias para el desarrollo del sistema electrónica en la máquina liofilizadora.

**Cuadro 2.5 Red de módulos Full Gauge con conexión a PC**



Fuente: <http://www.sitrad.com/es/>, Sitrad Modo de Instalación, español, 2012

## 2.5. DISEÑO DEL SISTEMA MECÁNICO DEL MODELO ESCOGIDO

El sistema mecánico en toda máquina constituye la parte fundamental en su desarrollo, en ella se establece la resistencia, el tamaño, la forma y otros factores que determinarán una u otra manera el diseño del resto de subsistemas que formen parte del proceso.

En base al análisis mecánico del sistema realizado anteriormente, se parte para diseñar todo lo que compone la estructura mecánica del sistema, que

incluye la selección del material adecuado para la máquina, el tipo de sistema para hermetizar la cámara, la base en la que se sustenta la bandeja con el producto, acoples para la unión para la bomba y para el sistema de refrigeración y una simulación mediante software para comprobar que los cálculos realizados cumplen con los requerimientos establecidos.

### **2.5.1. CONSIDERACIONES DE PARÁMETROS PREVIOS DE DISEÑO**

Los parámetros establecidos en el análisis mecánico se definieron de la siguiente manera:

- La geometría del sistema de liofilización será cilíndrica con su eje en sentido vertical, el cual contará con la cámara de liofilización en la parte superior y la cámara de condensación en la parte inferior.
- En la parte inferior de la cámara debe alcanzar temperaturas muy bajas para ser capaz de condensar el vapor.
- En la parte superior se implementará una cabeza torisférica que servirá como tapa, sellada herméticamente por un empaque acoplado a una brida.
- El sistema debe tener un nivel elevado de asepsia debido al tipo de sustancias con las que trabajará, por lo que se recomienda la construcción del mismo en acero inoxidable, como en la industria alimenticia.
- La bomba de vacío debe ser capaz de brindar el vacío necesario para producir la liofilización.

## **2.5.2. SELECCIÓN DE MATERIALES PARA EL LIOFILIZADOR**

Al ser la liofilización un proceso en el cual se trabaja ya sea con productos alimenticios, farmacéuticos o de laboratorio, es importante mantener un estándar de salubridad y asepsia en el entorno en el cual se realizará la deshidratación utilizando materiales que aseguren su durabilidad, evitando oxidaciones y desprendimiento de partículas que pueden ser perjudiciales para la calidad del producto final.

Al mismo tiempo, el material debe ser lo suficientemente resistente para soportar las cargas externas que se aplicarán al momento de generar un alto vacío en la cámara de secado, por lo que un tipo de acero inoxidable sería lo ideal para cumplir con estos requerimientos.

### **2.5.2.1. Aceros inoxidables**

Cada material tiene su forma de oxidación frente a agentes externos, produciendo cambios en su apariencia. En el caso del acero al oxidarse, su aspecto cambia a un color rojizo.

El acero inoxidable se produjo al añadir un poco más del 10% de cromo. El oxígeno actúa sobre el cromo, oxidándolo y formando una película transparente llamada capa pasiva, la cual mantiene al acero intacto sin modificar su apariencia original. Esta capa de óxido de cromo es autorreparable, asegurando el buen estado del material.

El acero inoxidable es un material resistente a la corrosión debido a su bajo nivel de carbono y su contenido de por lo menos 10,5 % de cromo.

### **2.5.2.2. Clasificación de los aceros inoxidables**

La clasificación de los aceros viene dado por las aleaciones en la estructura que sufre el material. Estas pueden ser: austenita, ferrita, martensita y dúplex.

#### 2.5.2.2.1. Aceros inoxidables martensíticos

Los martensíticos son aleaciones de cromo, con rangos del 10.5 hasta el 18% y altos niveles de carbono, llegando hasta valores del 1.2%.

Es moderado en cuanto a la resistencia a la corrosión, puede tener alta resistencia mecánica si se someten a tratamientos térmicos, son magnéticos y es difícil de soldar debido a su alta cantidad de carbono.<sup>1</sup>

Los tipos de aceros martensíticos son:

- **403:** Es utilizado en zonas críticas sometidas a altos esfuerzos y donde se requiere, además buena resistencia al calor, corrosión, desgaste abrasivo o erosión.
- **410:** Es el más utilizado por su bajo costo. Se utiliza en tuercas, tornillos, cubiertos, herramientas de cocina, partes de horno a bajas temperaturas, equipo para refinación de petróleo, vajillas, partes para turbinas a gas o vapor, etc.
- **416:** Similar al tipo 410, con la variante en que se añade azufre o selenio para mejorar la maquinabilidad, pero se reduce en cuanto a ductilidad. Se utiliza en conectores, cerraduras, cabezas de palos de golf, partes de bombas, flechas, partes para válvulas, etc.
- **420:** Similar al 410, con alto contenido de carbono. Se obtiene mayor dureza y resistencia al desgaste aunque menor resistencia a la corrosión. Se utiliza para instrumentos dentales y quirúrgicos, hojas de cuchillos, moldes, herramientas, etc.
- **422:** Utilizado en operaciones en las que se requiere de temperaturas de hasta 650 °C.

---

<sup>1</sup> <http://bonnet.es/clasificacionacerinox.pdf>, Clasificación de los aceros inoxidables, español, 2007

- **431:** Por medio de tratamientos térmicos se ha diseñado para obtener altas propiedades mecánicas de resistencia. Empleado para fabricar conectores, cerraduras, partes para transportadores, equipo marino, flechas de propelas, flechas de bombas, resoles, etc.
- **440:** Utilizados en donde se requiere una alta y extremada dureza, resistencia a la abrasión y buena resistencia a la corrosión. De baja maquinabilidad. Sus principales aplicaciones son: cuchillería, partes resistentes al secado, equipo quirúrgico, inyectores, etc.

#### 2.5.2.2.2. Aceros inoxidables ferríticos

Los Ferríticos son aleaciones con cromo. El contenido de cromo está en el rango de 10.5 a 30%. La cantidad de carbono es considerablemente menor respecto a los martensíticos (0.08%).

Dependiendo de la composición se pueden obtener diferentes características como resistencia a la corrosión, endurecidos por trabajo en frío, son magnéticos, difícil de soldar, se puede obtener mayor ductilidad y suavidad mediante un tratamiento de recocido.<sup>1</sup>

Los tipos de aceros ferríticos son:

- **405:** Se utiliza en partes resistentes al calor, equipo para refinación de calor, racks para templado de acero.
- **409:** Es un acero estructural, utilizado cuando no se requiere alta calidad de apariencia. Se usa para fabricar silenciadores y convertidores catalíticos para automóviles, cajas de trailers, tanques de fertilizantes, contenedores.
- **430:** Es dúctil y tiene buenas características de formabilidad, tiene buena resistencia a la corrosión. Es ideal para muebles y decoración

---

<sup>1</sup> <http://bonnet.es/clasificacionacerinox.pdf>, Clasificación de los aceros inoxidables, español, 2007

interior. Se utiliza para adornos y molduras automotrices, materiales de construcción, equipo químico de proceso, cremalleras, partes para quemadores, adornos interiores arquitectónicos y paneles, adornos y equipos de cocina, equipo para proceso de ácido nítrico, aparatos científicos, etc.

- **434:** Es una variación del tipo 430 que contiene molibdeno y niobio que incrementan la resistencia a la corrosión, es particularmente ventajosa para usos automotrices exteriores.
- **446:** Tiene mayor contenido de cromo, obteniendo mayor resistencia a la corrosión. Se recomienda para uso en atmósferas de comportamiento azufroso a altas temperaturas (1000° C). No debe ser utilizado en aplicaciones en donde se requiera alta resistencia mecánica. Se utiliza para la fabricación de bases para tubos de rayos X, partes de quemadores, tubos para pirómetros, válvulas y conectores, etc.

#### 2.5.2.2.3. Aceros inoxidable austeníticos

Los austeníticos se forman incluyendo níquel, manganeso o nitrógeno en el material. El contenido de cromo está entre el rango de 16 al 26% y su contenido de carbono es del rango de 0.03 al 0.08%.

Tiene buena resistencia a la corrosión, se suelda de muy buena forma, tiene buena asepsia, maleable, no es magnético y trabaja de buena forma ante temperaturas extremas. <sup>1</sup>

Los tipos de aceros Austeníticos son:

- **303:** Utilizado para maquinar, resistente a la oxidación a temperaturas de hasta 900° C. Se emplea para cortes pesados. Se usa para la fabricación de partes para bombas, bushings, partes maquinadas y flechas.

---

<sup>1</sup> <http://bonnet.es/clasificacionacerinox.pdf>, Clasificación de los aceros inoxidable, español, 2007

- **304:** Todo propósito, tiene propiedades adecuadas para gran cantidad de aplicaciones. Se recomienda para construcciones ligeras soldadas que requieran buena resistencia a la corrosión. Tiene buen desempeño en temperaturas elevadas (800 a 900 °C) y buenas propiedades mecánicas. Es recomendable cuando se requiera soldar altos espesores de material. Algunas aplicaciones son equipo químico de proceso, accesorios para aviones, remaches, equipo para hospitales, etc.
- **309:** Poseen alta resistencia mecánica, tenacidad y excelente resistencia a la oxidación en temperaturas de hasta 1000° C. Calentadores de aire, equipo químico de proceso, partes de quemadores de turbinas de gas e intercambiadores de calor son algunas de las aplicaciones más comunes fabricadas con este tipo de acero.
- **310:** Es frecuentemente usado en servicios de alta temperatura. Se utiliza para fabricar calentadores de aire, equipo para tratamiento térmico de aceros, equipo químico de procesos, etc.
- **316:** Resistente a la corrosión frente a diversos químicos agresivos, ácidos y atmósfera salina. Se utiliza para adornos arquitectónicos, equipo para el procesamiento de alimentos, farmacéutico, fotográfico, textil, etc.
- **321:** Es similar al 304, pero contiene una adición de titanio equivalente a cinco veces el contenido de carbono. Las principales aplicaciones de este acero son recipientes a presión y almacenamiento, partes de motores de jet, equipo químico de proceso, etc.

Se puede concluir que el material indicado para la construcción de la máquina liofilizadora es acero austenítico de tipo 304 por las propiedades de resistencia a la corrosión, buenas características mecánicas, facilidad de soldadura, y sus aplicaciones que generalmente son para equipos químicos u hospitales, es decir, equipos que necesitan de un alto grado de salubridad y durabilidad.

### 2.5.3. DISEÑO DEL SISTEMA HERMÉTICO

Los recipientes a presión están sujetos a diversas cargas, que causan esfuerzos de diferentes intensidades en los componentes del recipiente. El tipo e intensidad de los esfuerzos es una función de la naturaleza de las cargas, de la geometría del recipiente y de su construcción.

En un recipiente sujeto a presión externa, se debe considerar el diseño para resistir solamente la deformación circunferencial, cuando no existen otras fuerzas que sean factores importantes a considerar como viento, fuerzas sísmicas, etc. que en este caso son despreciables.

El esfuerzo a la compresión debido a presión externa se determinará de la siguiente manera, para una junta longitudinal:

$$^1 S_2 = PD/2t \quad [2.1]$$

Donde,

D = Diámetro medio del recipiente (pulg)

P = Presión externa (lb/pulg<sup>2</sup>)

S<sub>2</sub> = Esfuerzo longitudinal (lb/pulg<sup>2</sup>)

t = Espesor del casco, sin margen por corrosión (pulg)

Para realizar el cálculo del espesor del cuerpo, es necesario conocer primero el espesor de cabeza o tapa, requerido. Para lo cual se realiza el siguiente cálculo:

---

<sup>1</sup> EUGENE F. MEGYESY, Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma edición, México, México D.F., 1992,, p.14

### 2.5.3.1. Cálculo del espesor de la tapa torisférica

La cabeza seleccionada para el diseño de la liofilizadora es de tipo torisférica. El espesor y la presión máxima permitida se calculan de la misma manera para cabezas de tipo elipsoidal.

El espesor requerido para la tapa torisférica será el mayor de los siguientes espesores:

1. El espesor calculado para las fórmulas dadas para presión interna, pero usando una presión de diseño 1,67 veces la presión externa y una eficiencia de junta de  $E=1$ .

Cuando  $L/r$  sea menor que  $16\frac{2}{3}$ , donde:

$L$  = radio interno del casquete (pulg)

$r$  = radio interno de las curvaturas (pulg)

Se usan la siguiente fórmula:

$$^1 t = PLM/2SE - P(M - 0.2) \quad [2.2]$$

Donde:

$P$  = Presión de diseño o máxima presión de trabajo permitida (lb/pulg<sup>2</sup>)

$M$  = factor calculado por tablas. (Tabla 2.2)

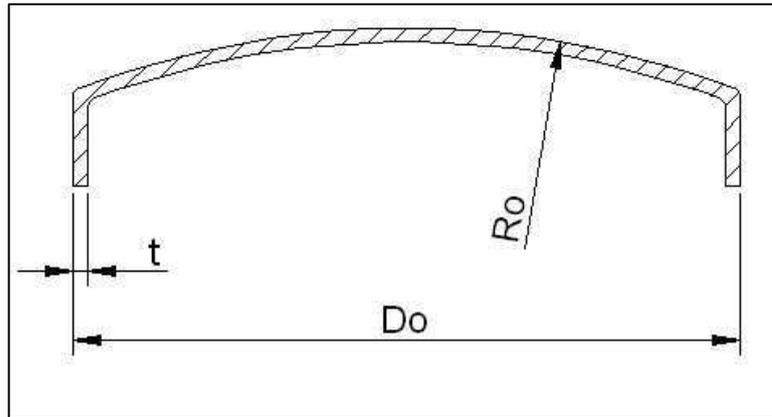
$S$  = Valor de esfuerzo del material (lb/pulg<sup>2</sup>)

$E$  = Eficiencia de la junta

### **Cuadro 2. 6 Factores para el cálculo del espesor de la tapa torisférica**

---

<sup>1</sup> EUGENE F. MEGYESY, Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma edición, México, México D.F., 1992, p.24



Fuente: Propia

Para el diseño previsto se tiene que:

$$L = D_o = 251,2 \text{ mm} = 9,86 \text{ pulg}$$

$$r = 30 \text{ mm} = 1,1811 \text{ pulg (altura de la tapa)}$$

$$L/r = 8,35 < 16 \frac{2}{3}$$

Debido al resultado obtenido, se utiliza la fórmula descrita anteriormente.

**Tabla 2. 2 Valores del Factor M**

VALORES DEL FACTOR "M"																	
L/r	1.00	1.25	1.50	1.75	2.00	2.25	2.50	2.75	3.00	3.25	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50
M	1.00	1.03	1.06	1.08	1.10	1.13	1.15	1.17	1.18	1.20	1.22	1.25	1.28	1.31	1.34	1.36	1.39
L/r	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.0	10.5	11.0	11.5	12.0	13.0	14.0	15.0	16.0	16 $\frac{2}{3}$	*
M	1.41	1.44	1.46	1.48	1.50	1.52	1.54	1.56	1.58	1.60	1.62	1.65	1.69	1.72	1.75	1.77	

Fuente: EUGENE F. MEGYESY. Manual de recipientes a presión, diseño y cálculo. Limusa,

1992

En base a la tabla 2.2, se puede calcular el valor del factor M una vez obtenida la relación L/r. Por lo que M, para este caso es: 1,48.

La presión de diseño, P, es:

$$P = 15 \text{ psi} * 1,67 = 25,05 \text{ psi}$$

Para el acero inoxidable AISI 304, el esfuerzo admisible, S, es 18800 psi.

Para el valor de la eficiencia de la junta, E, se especifica que se debe considerar como 1.

Por lo tanto, reemplazando en la fórmula tenemos que:

$$t = \frac{PLM}{2SE - P(M - 0.2)} = \frac{25,05 \text{ psi} * 9,86 \text{ pulg} * 1,48}{(2 * 18800 \text{ psi} * 1) - 25,05 \text{ psi}(1,48 - 0,2)} = 0,01 \text{ pulg}$$

Se obtiene el primer espesor:

$$t_1 = 0,01 \text{ pulg} = 0,254 \text{ mm.}$$

2. El espesor comprobado por la fórmula:

$$^1 P_a = B / \frac{R_o}{t} \quad [2.3]$$

En la cual:

$$R_o = 0,9 D_o$$

---

<sup>1</sup> EUGENE F. MEGYESY, Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma edición, México, México D.F., 1992, p.34

Donde,

$P_a$  = Presión máxima de trabajo permitida (lb/pulg<sup>2</sup>) manom.

$R_o$  = Radio exterior de la cabeza (pulg).

$B$  = Coeficiente que se calcula mediante el procedimiento indicado a continuación.

Para el cálculo de  $B$ , se supone un valor para  $t$  y se calcula el valor de  $A$  utilizando la fórmula:

$${}^1A = \frac{0,125}{\frac{R_o}{t}} \quad [\text{Ec.4}]$$

Suponiendo  $t_2$  como:

$$t = 0,5 \text{ pulg.}$$

Y teniendo que:

$$R_o = 0,9 * D_o = 0,9 * 9,86 \text{ pulg} = 8,874 \text{ pulg}$$

$$\text{Reemplazamos en la ecuación: } A = \frac{0,125}{\frac{R_o}{t}} = \frac{0,125}{\frac{8,874}{0,5}} = 0,007$$

Una vez obtenido  $A$ , se encuentra el valor del coeficiente  $B$  escogiendo la curva de la temperatura aplicable para la máquina (hasta 100 F), (Ver ANEXO A), el cual es 14000.

---

<sup>1</sup> EUGENE F. MEGYESY, Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma edición, México, México D.F., 1992, p.34

Por lo que:

$$P_a = \frac{B}{\frac{R_o}{t}} = \frac{14000}{\frac{8,874 \text{ pulg}}{0,5 \text{ pulg}}} = 788,821 \text{ psi}$$

Para que sea correcto el valor de  $t$  supuesto,  $P_a$  debe ser mayor a  $P$ . Sin embargo, la presión máxima de trabajo ( $P_a$ ) es excesivamente mayor a la presión de diseño por lo que es necesario un nuevo tanteo con un valor de  $t$  menor.

Suponiendo  $t_2$  como:

$$t = 0,08 \text{ pulg.}$$

Reemplazamos en la ecuación:

$$A = 0,125 / \frac{R_o}{t}$$

$$A = 0,001$$

Con el nuevo valor de  $A$ , según el ANEXO A, se encuentra el valor del coeficiente  $B$  escogiendo la curva de la temperatura aplicable para la máquina (hasta 100 F), el cual es ahora:  $B = 9000$ .

Con eso obtenemos:

$$P_a = \frac{B}{\frac{R_o}{t}} = \frac{9000}{\frac{8,874 \text{ pulg}}{0,5 \text{ pulg}}} = 81,136 \text{ psi}$$

Lo que es un valor más aproximado en relación a la Presión de diseño, y brinda un factor de seguridad de 3.2 para la máquina, por lo tanto el espesor  $t_2 = 0,08$  pulg. es el escogido.

### 2.5.3.2. Cálculo del espesor del cuerpo del cilindro

Para el cálculo del espesor del cuerpo, se utilizan las siguientes fórmulas:

Cuando  $D_o/t$  es igual o mayor que 10, la presión máxima permitida es:

$$^1 P_a = \frac{4B}{3\left(\frac{D_o}{t}\right)} \quad [2.5]$$

Donde,

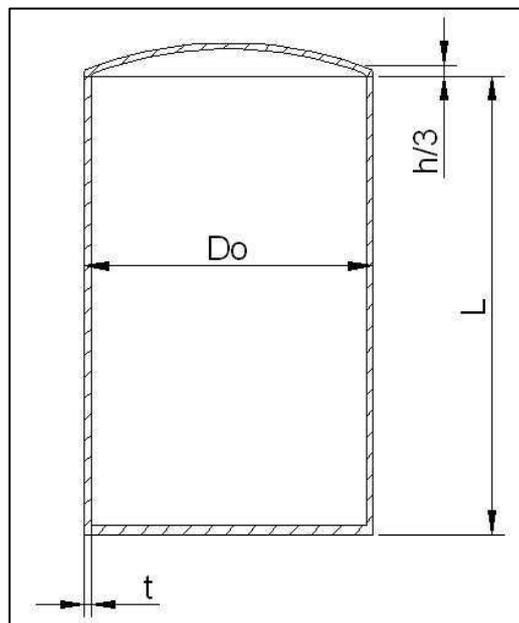
$D_o$  = Diámetro exterior (pulg)

$B$  = Valor que se debe determinar siguiendo el procedimiento a continuación

$P_a$  = Presión máxima de trabajo permitida (lb/pulg<sup>2</sup>) manom.

$t$  = Espesor de pared mínimo requerido (pulg)

**Cuadro 2.7 Factores para el cálculo del espesor del cilindro**



Fuente: Propia

Para encontrar el valor de  $B$ , se sigue el siguiente procedimiento:

<sup>1</sup> EUGENE F. MEGYESY, Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma edición, México, México D.F., 1992, p.32

1. Supóngase un valor para t, y determínese:

$${}^1L/D_o \quad [2.6]$$

$${}^2D_o/t \quad [2.7]$$

Donde,

L = Longitud desde la base hasta 1/3 de la tapa (pulg.)

Do = Diámetro exterior (pulg.)

t = espeso de pared mínimo requerido (pulg.)

Los valores establecidos son:

$$L = h_{base} + \frac{1}{3} h_{tapa} = 400 \text{ mm} + \frac{30}{3} \text{ mm} = 410 \text{ mm} = 16,14 \text{ pulg}$$

$$D_o = 9,86 \text{ pulg.}$$

Suponiendo t, como el mismo valor asignado para la cabeza torisférica de t = 0,08 pulg. Determinamos las relaciones:

$$\frac{L}{D_o} = \frac{16,14 \text{ pulg}}{9,86 \text{ pulg}} = 1,64$$

$$\frac{D_o}{t} = \frac{9,86 \text{ pulg}}{0,08 \text{ pulg}} = 123,2$$

Utilizando las relaciones halladas L/Do y Do/t, (Ver ANEXO B), se obtiene el valor del factor A, siendo para este diseño: A = 0,0006.

---

<sup>1</sup> EUGENE F. MEGYESY, Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma edición, México, México D.F., 1992, p.32

<sup>2</sup> EUGENE F. MEGYESY, Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma edición, México, México D.F., 1992, p.32

A continuación en base al factor A, se calcula el valor del factor B escogiendo la curva de la temperatura aplicable para la máquina (hasta 100 F), (Ver ANEXO A), el cual es B = 7000.

De esta forma, encontramos Pa:

$$P_a = \frac{4B}{3\left(\frac{D_o}{t}\right)} = \frac{4 * 7000}{3 * \left(\frac{9,86 \text{ pulg}}{0,08 \text{ pulg}}\right)} = 75,72 \text{ psi}$$

Así, se obtiene que la presión máxima de diseño Pa es superior a P, lo que indica que el cálculo se ha realizado correctamente, con un factor de seguridad de 3.

### 2.5.3.3. Cálculo del espesor de las bridas

En base a la norma ASME sección 8, el cálculo del espesor de bridas se define con la fórmula:

$${}^1 t = d \sqrt{\frac{CoP}{SE} + \frac{1,9 * W * h_G}{SEd^3}} \quad [2.8]$$

Donde:

d = Diámetro entre O-Rings (Valor propio de diseño).

Co = Coeficiente para tapas empernadas sobre el extremo de un recipiente. (Ver ANEXO C, modelo k).

P = Presión de diseño (lb/pulg<sup>2</sup>)

S = Valor máximo del esfuerzo permitido del material (lb/pulg<sup>2</sup>)

E = Factor de eficiencia (Ver ANEXO D, tipo 2)

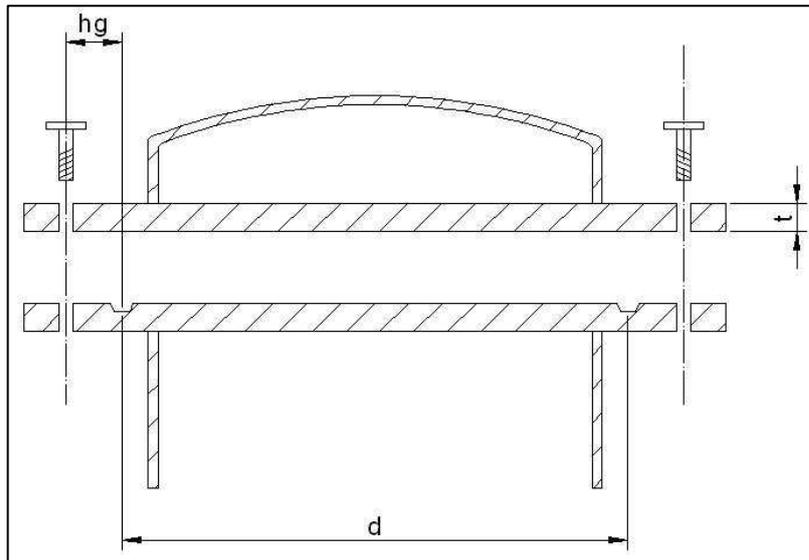
---

<sup>1</sup> NORMA ASME, Sección VIII, pag.40

$h_G$  = Distancia entre O-Ring y perno desde centros (pulg)

$W$  = Carga máxima para pernos (lb)

**Cuadro 2. 8 Factores para el cálculo de la brida**



Fuente: Propia

Para obtener  $W$ , es necesario utilizar la fórmula a continuación:

$${}^1W = 0,785G^2P + (2b * 3,14GmP) \quad [2.9]$$

En la cual:

$G$  = Diámetro del O-Ring

$m$  = Factor de material usado como sellante entre superficies. (Ver ANEXO E)

$P$  = Presión de diseño.

Los valores de estos datos son:

$$G = 415 \text{ mm} = 16,33 \text{ pulg}$$

<sup>1</sup> NORMA ASME, Sección VIII, pag. 335

$$P = 25,05 \text{ psi}$$

Utilizando como material sellante entre superficies del recipiente un O-Ring, se obtiene:

$$m = 0$$

Reemplazando en la ecuación 9:

$$W = 0,785 * 16,33^2 \text{ pulg}^2 * 25,05 \text{ psi} + 0 = 5233,37 \text{ lb}$$

Los datos, para el cálculo del espesor de la brida son:

$$d = 420 \text{ mm} = 16,53 \text{ pulg}$$

$$C_o = 0,3$$

$$P = 25,05 \text{ (lb/pulg}^2\text{)}$$

$$S = 18800 \text{ (lb/pulg}^2\text{)}$$

Ya que la suelda para la brida estará presente únicamente en la parte externa del cilindro, se obtiene una eficiencia de:

$$E = 0,65$$

$$h_G = 26,25 \text{ mm} = 1,03 \text{ pulg}$$

Reemplazando los datos:

$$t = 16,53 \text{ pulg} \sqrt{\frac{0,3 * 25,05 \text{ psi}}{18800 \text{ psi} * 0,65} + \frac{1,9 * 5233,37 \text{ lb} * 1,03 \text{ pulg}}{18800 \text{ psi} * 0,7 * 16,53^3 \text{ pulg}^3}} = 0,4638 \text{ pulg}$$
$$= 11,78 \text{ mm}$$

El espesor calculado de la brida es 11,78 mm.

#### **2.5.4. DISEÑO DEL SISTEMA DE ACOPLE DE MUESTRAS A LIOFILIZAR**

Las consideraciones de diseño para el sistema de acople de muestras o portabandejas son las siguientes:

- Ser completamente removible para facilidad del operario, en general se busca que todos los elementos de la máquina sean desmontables mejorando así la limpieza del equipo en caso de ser necesaria.
- Debe ser ligero y fácil de maniobrar, con agarraderas ergonómicas, evitando accidentes en el montaje del equipo al momento de realizar una sesión de liofilización.
- El material del que esté compuesto, debe resistir temperaturas superiores a 70 °C ya que las niquelinas que alcanzan dicha temperatura estarán asentadas sobre el portabandejas.
- Es necesario que el portabandejas sea lo suficientemente amplio para albergar 1 lt de extracto congelado para su liofilización.
- Se debe evitar que se derrame el producto al momento de ser trasladado, es por eso que se necesita de una protección para sujetar de manera firme las bandejas que contienen el extracto.

##### **2.5.4.1. Selección del material para el sistema de acople**

Como material escogido para cumplir con las necesidades de trabajo, se ha seleccionado al nylon poliamidas o duralón, que será el encargado de almacenar las bandejas y soportar a las niquelinas de calentamiento.

#### 2.5.4.1.1. Nylon (Poliamidas)

La poliamida, más conocido como duralón, es un termoplástico maleable, resistente a grasas, aceites, productos químicos y resistente a la corrosión. Además es un material que resiste deformaciones térmicas trabajando a rangos de temperaturas extremas (-50 hasta 100 °C). Por ello es usado continuamente en procesos industriales, sustituyendo a metales, madera y cristal.

Las propiedades de este material son:

- Alta resistencia y rigidez
- Buena estabilidad de forma.
- Buenas características antifricción, resistencia al desgaste y a la fatiga incluso a elevadas temperaturas
- Buena resistencia al desgaste y a la compresión
- Suficiente estabilidad térmica
- Es resistente al choque y un gran poder amortiguador.
- Gran resistencia a la abrasión.
- Grado de elasticidad elevado.
- Buena resistencia química contra aceites de maquinaria, lubricantes, combustibles, solventes, hidrógeno de carbono, disolventes orgánicos y carburantes.

#### 2.5.4.2. Estructura y dimensiones del sistema de acople

La base de nylon o duralón, (Figura 2.7) soportará a dos bandejas con extracto congelado, en cada una de ellas se colocará 500 ml del producto, para lo cual las dimensiones de cada bandeja quedan establecidas en:

Altura = 30 mm.

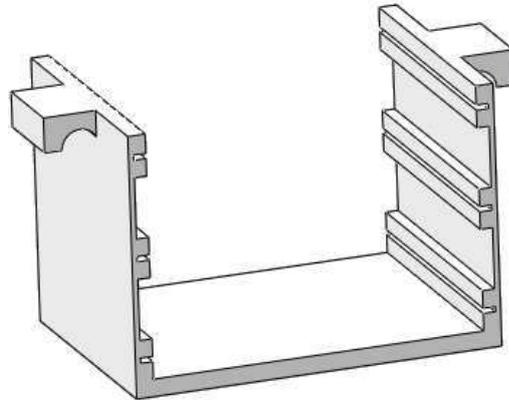
Largo = 200 mm.

Ancho = 200 mm.

Con lo que se obtiene una capacidad de almacenamiento de:

$$V = h * a * l = 30 \text{ mm} * 200 \text{ mm} * 200 \text{ mm} = 1200 \text{ ml}$$

Siendo completamente suficiente para almacenar los 500 ml por cada bandeja.



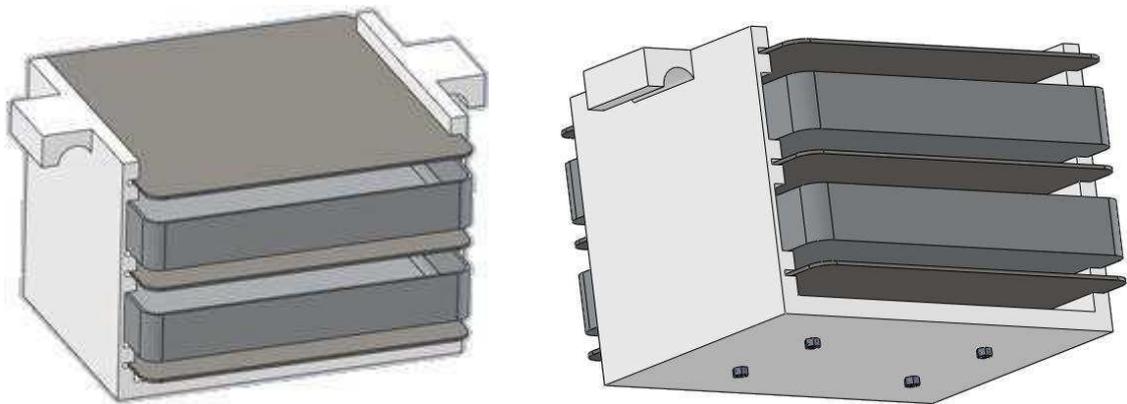
**Figura 2.7 Soporte para bandejas de nylon o duralón**

Fuente: Propia

Adicionalmente, se colocarán 3 planchas de calentamiento por medio de niquelinas, las cuales se ubicarán escalonadamente una en la parte superior del portabandejas, la segunda en la mitad y la tercera en la parte inferior, obteniendo así una disipación uniforme de calor hacia el producto para la segunda etapa de secado, estas bandejas tendrán un espesor de 1 mm.

El diseño del soporte de duralón se describe en la Figura 2.7, la cual se indica las diferentes ranuras tanto para las bandejas como para las planchas de calentamiento.

El diseño final del acople para bandejas se muestra en la Figura 2.8. Para poder elevar el soporte, únicamente se hace uso de pernos, ya que con ellos se logra dejar un paso para el producto sublimado. En la figura se ilustra a las bandejas y las planchas de calentamiento colocadas en las ranuras del soporte.



**Figura 2. 8    Diseño final del sistema de acople para bandejas**

Fuente: Propia

## **2.5.5. DISEÑO DE ACOPLES PARA SENSORES DE PRESIÓN Y TEMPERATURA**

Para el diseño de acoples de sensores, es necesario definir qué tipo de elemento de medición se utilizará para cada magnitud, es decir, qué señal envía el transductor a su salida para así definir de qué forma acoplarlo al sistema.

### **2.5.5.1. Sensor de Presión.**

En el caso de la presión, la medición que se realizará por medio de un vacuómetro analógico, el cual indica el vacío dentro de un recipiente por medio de un visor conectado al mismo sensor, es decir la salida no es eléctrica, y será

monitoreada por el operador de forma visual. Este vacuómetro posee internamente glicerina para evitar el movimiento oscilatorio de la aguja en caso de vibración del equipo al que se encuentre acoplado.



**Figura 2. 9 Sensor de vacío o vacuómetro utilizado**

Fuente: Propia

El acople para este tipo de sensores (Figura 2.9), se realiza mediante una tubería roscada del mismo tamaño del vacuómetro adquirido, el cual se suelda a la cámara de vacío en el lugar en el que se desea mostrar el visor de presión, y dentro de este se realiza una pequeña perforación para que el sensor se encuentre en contacto con la presión interna del sistema. Se envuelve con teflón la rosca del vacuómetro para asegurar que no se produzcan fugas en su conexión a la tubería y se enrosca firmemente. Para la liofilizadora, el sensor de vacío está ubicado en la parte superior de la tapa para facilidad de visualización para el operador. (Figura 2.10)



**Figura 2. 10 Ubicación del vacuómetro en la liofilizadora**

Fuente: Propia

#### **2.5.5.2. Sensores de Temperatura.**

Para el acople de los sensores de temperatura se optó por realizar una sola toma para evitar más perforaciones y asegurar la hermeticidad de la cámara. Por este deben atravesar los cables de los sensores y de las alimentaciones de las niquelinas.

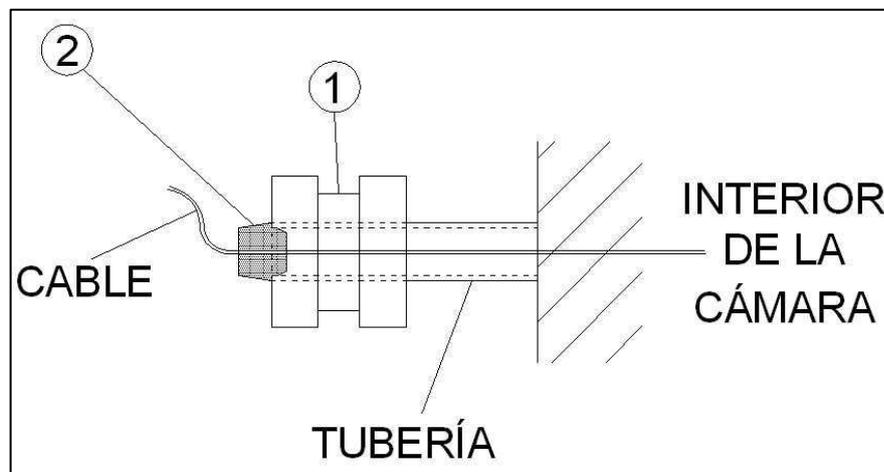
El objetivo del acople es realizar el sello hermético, evitando fugas y fallas en el vacío. Además se debe asegurar la correcta fijación de los cables, evitando movimientos bruscos y posibles rupturas. Este tipo de acople recibe el nombre de “pasamuros”.

El material utilizado para el acople fue caucho ya que es dúctil, maleable, no es un material poroso y permite realizar un ajuste hermético, embonando en la tubería soldada a la cámara.

Para la fijación de cada cable se optó por realizar canales individuales, evitando cualquier punto de fuga.

El pasamuros consta de dos partes principales (Cuadro 2.9) en su estructura: (1) un elemento de hermeticidad que se ajusta al tamaño de la tubería por la cual se atravesará el cable hacia adentro de la cámara y (2) otro elemento que se ajusta al o los cables a utilizar, con lo que se asegura la hermeticidad de todo el sistema en esta aplicación se utilizan dos sensores de temperatura por lo cual es necesario realizar dos perforaciones al elementos de unión. Ambas piezas de la estructura del pasamuros son de caucho.

**Cuadro 2. 9 Pasamuros utilizado para la liofilizadora**



Fuente: Propia

### **2.5.6. SELECCIÓN DE MANGUERAS Y ACOPLER PARA LA BOMBA DE VACÍO**

Toda bomba de vacío cuenta con un acople roscado en el cual se anexa una manguera hacia la cámara o el sistema que se desea extraer la presión. El tamaño del acople que presenta la bomba es generalmente de 1/2", para lo cual es necesario una manguera de esas características (Figura 2.11).



**Figura 2. 11 Acoples de mangueras en bombas de vacío**

Fuente: Propia

En el mercado existen una variedad de mangueras en cuanto a fabricantes se refiere, lo que infiere una diferencia económica significativa entre los diferentes modelos y su selección está en base a las altas necesidades de hermeticidad del sistema. Existen mangueras de diferentes longitudes, para el proyecto mangueras entre 90 cm y 150 cm son las adecuadas debido a la cercanía en la distribución de los elementos (Figura 2.12).



**Figura 2. 12 Recorrido de manguera para la conexión con la bomba**

Fuente: Propia

El acople que se utiliza para la cámara de vacío es una tubería de acero inoxidable de 1/2" para que tenga mejor flujo de aire. Esta tubería es soldada

directamente a la cámara de vacío para mantener le hermeticidad. Adicionalmente se acoplaron dos válvulas de bola de 1/2" para cerrar manualmente el paso a la bomba y para la purga de aire.



**Figura 2. 13 Acople para la cámara de vacío**

Fuente: Propia

Como elemento de seguridad se instaló a la salida de la bomba una válvula solenoide. Esta evitará el paso de aceite de la bomba a la cámara y la ruptura del vacío.



**Figura 2. 14 Válvula solenoide**

Fuente: Propia

## **2.5.7. SELECCIÓN DE LA BOMBA DE VACÍO**

Al momento de seleccionar la bomba de vacío se tiene como propósito remover gases no condensables y superar fugas pequeñas en la cámara de liofilización.

### **2.5.7.1. Tipos de Bombas**

Se debe tomar en cuenta las opciones de bombas usadas para cámaras liofilizadoras:

#### **2.5.7.1.1. Aspas Rotatorias de Aceite Sellado**

Este tipo de bombas están compuestos por un conjunto de paletas, cuyo movimiento es radial. Durante el movimiento, el volumen de aire aumenta hasta alcanzar un punto máximo en el que es trasladado hacia la cavidad de impulsión de la bomba. Es utilizado en pequeñas liofilizadoras destinadas para investigación.

#### **2.5.7.1.2. Bombas Secas**

Cuenta con paletas libres posicionados en las ranuras del rotor dentro de la cámara de la bomba de vacío. Al momento en que el rotor gira, dichas paletas por la fuerza centrífuga tienden a dirigirse hacia las paredes, formando múltiples cámaras. El aire ingresa a estas cámaras siendo aspiradas, posteriormente comprimidas y por último es expulsado por impulsión. Estas bombas están libres de aceite y son utilizadas para investigación y producción.

#### 2.5.7.1.3. Extractor Mecánico (Rotary Lobe Booster)

Es un dispositivo mecánico que brinda una velocidad de bombeo adicional para una evacuación mucho más rápida. Usualmente es usado en escala de producción.

Para la cámara liofilizadora se optó por utilizar la bomba de aspas rotatorias por factor económico y por la aplicación ya que es destinado para nivel de laboratorio.

#### 2.5.7.2. Parámetros.

El nivel de vacío alcanzado por la bomba es el punto crítico al momento de realizar la selección. Para sistemas liofilizadores la presión típica de operación es por lo menos de 1.3 Pa, son bombas de doble etapa, con caudal de 149 Lts/min y vacío final del orden de 20 micrones Hg.

En base a lo establecido, se ha seleccionado la bomba Quality Model QVP-500. Es un modelo compacto, rotativo de paletas, trabaja con aceite y es de dos etapas. Alcanza altos niveles de vacío y bajo nivel sonoro. Cuenta con un motor eléctrico con carcasa que lo protege y una base anti vibratoria.

Para seguridad de la máquina se ha adicionado una válvula solenoide a la salida de la bomba, evitando así retornos de aceite al prescindir de alimentación.

Para evitar sobrecalentamiento del motor, se ha acoplado ventilación extra, junto a ductos para dirigir el flujo de aire.

**Tabla 2. 3 Especificaciones técnicas de la bomba Quality.**

Modelo		QVP - 500	QVP - 800
Tipo		Bomba de Vacío de 2 ( dos ) etapas	
Voltaje		220 Voltios	
Frecuencia		50 / 60 Hz	
Capacidad de desplazamiento	L / min	138	198
	CFM	5	8
Maximo Vacío	Pa	0.3	0.3
	mbar	0.003	0.003
	Micrones	25	25
Motor		1/2 HP	3/4 HP
Instalación de Entrada		1/4"	1/4" & 3/8"
Capacidad de Aceite		340 ml	600 ml
Dimensiones ( mm )		340 x 138 x 240	395 x 145 x 260
Peso Neto ( Kgs )		11.4	16.5

Fuente: <http://lima-lima.olx.com.pe>, bomba de vacío quality, español, 2006

### 2.5.8. MODELO CAD DEL SISTEMA MECÁNICO

Una vez realizados todos los cálculos mecánicos, es preciso realizar un modelo CAD real del sistema para efectuar a continuación las pruebas de resistencia a las condiciones establecidas en primera instancia y mediante los resultados de la simulación y el análisis de elementos finitos por medio del software, determinar si está apto para su construcción.

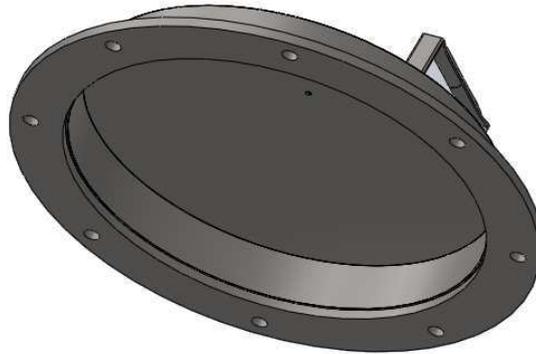
El modelo CAD transmite una idea precisa de la forma final del equipo, así como los detalles estéticos que se pueden agregar al momento de la construcción del equipo, como agarraderas para la tapa, y el lugar en el que se realicen las soldaduras para los acoples tanto del sistema de refrigeración, como el acople para la bomba de vacío.

### 2.5.8.1. Modelo CAD de la tapa torisférica



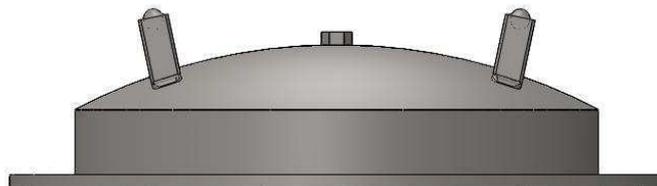
**Figura 2. 15 Vista isométrica superior de la tapa torisférica**

Fuente: Propia



**Figura 2. 16 Vista isométrica inferior de la tapa torisférica**

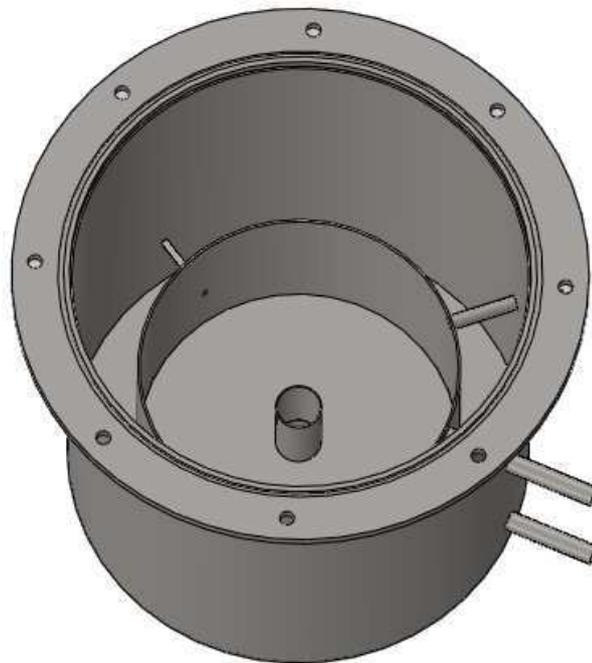
Fuente: Propia



**Figura 2. 17 Vista frontal de la tapa torisférica**

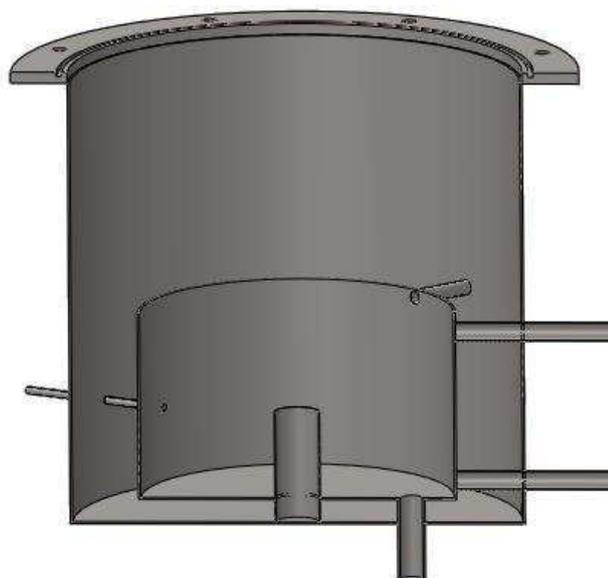
Fuente: Propia

### 2.5.8.2. Modelo CAD del cuerpo del cilindro



**Figura 2. 18 Vista isométrica superior del cilindro**

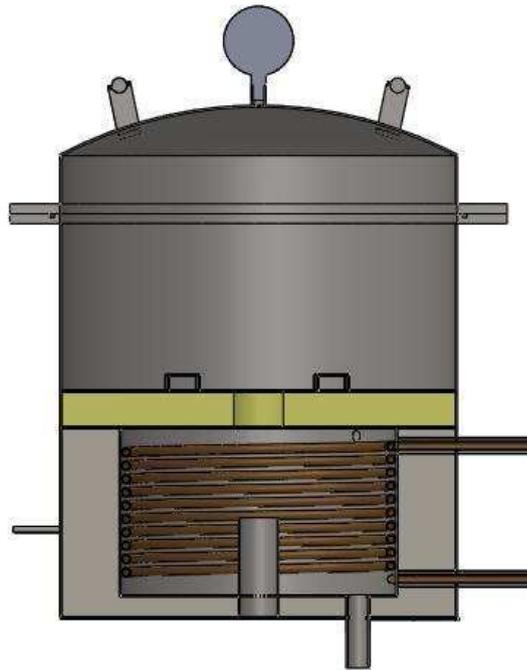
Fuente: Propia



**Figura 2. 19 Corte frontal del cilindro**

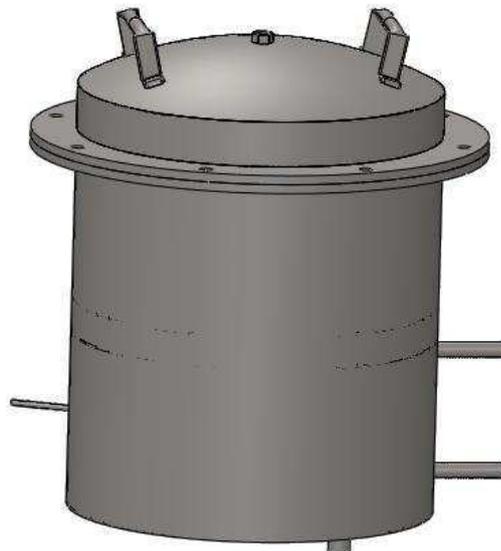
Fuente: Propia

### 2.5.8.3. Modelo CAD del ensamblaje final de la cámara de liofilización



**Figura 2. 20** Corte frontal del ensamblaje de la cámara de liofilización

Fuente: Propia



**Figura 2. 21** Vista isométrica frontal de la cámara de liofilización

Fuente: Propia

## **2.5.9. SIMULACIÓN Y PRUEBAS EN SOFTWARE DE DISEÑO**

Con el modelo CAD realizado, se procede a realizar las pruebas en el simulador del software especializado SolidWorks, en el cual se determinará la presión máxima a la cual se puede exponer el cilindro, comparando con los cálculos realizados previamente, mediante el método de los elementos finitos.

### **2.5.9.1. Método de los elementos finitos**

El método de los elementos finitos, es un procedimiento basado en técnicas computacionales, que puede ser usado para analizar estructuras y diferentes sistemas continuos. Es un método numérico versátil, y que es ampliamente aplicado para resolver problemas que cubren casi todo el espectro de análisis ingenieriles. Sus aplicaciones comunes, incluyen el comportamiento de sistemas estáticos, dinámicos y térmicos. Los avances en el hardware, han facilitado y aumentado la eficiencia del software de elementos finitos, para la solución de sistemas complejos de ingeniería sobre computadores personales.

Los resultados obtenidos con el análisis de elementos finitos, son raramente exactos. Sin embargo, una solución adecuada puede ser obtenida, si se usa un modelo apropiado de elementos finitos.

### **2.5.9.2. Pasos para el análisis de los elementos finitos**

Los pasos para realizar un análisis de un prototipo mediante el método de elementos finitos son:

1. Discretización o modelado de la estructura: La estructura es dividida en una cantidad finita de elementos, con ayuda de un preprocesador. Este paso es uno de los más cruciales para obtener una solución exacta del problema, de esta forma, determinar el tamaño o la cantidad de elementos en cierta área o volumen del elemento a analizar representa una ventaja del método, pero a la

vez implica que el usuario debe estar muy conciente de esto para no generar cálculos innecesarios o soluciones erróneas.

2. Definir las propiedades del elemento: En este paso el usuario debe definir las propiedades del elemento como el material del prototipo.

3. Aplicación de las cargas: Fuerzas externas concentradas o fuerzas uniformes y momentos son especificados en este paso.

4. Definir las condiciones de frontera: Las condiciones de apoyo deben ser dadas, por ejemplo, si el desplazamiento de ciertos nodos es conocido. Usando los elementos de la frontera se pueden determinar las reacciones en los mismos.

5. Solucionar el sistema de ecuaciones algebraicas lineales: La secuencial aplicación de los pasos descritos, conduce a un sistema de ecuaciones algebraicas simultáneas, donde los desplazamientos nodales son desconocidos.

6. Calcular los esfuerzos: El usuario puede entonces calcular los esfuerzos, reacciones, deformaciones u otra información relevante. El post-procesador ayuda a visualizar la salida en forma gráfica.

SolidWorks Simulation permite hacer pruebas sobre los prototipos antes de fabricarlos para detectar defectos, con lo que contribuye a prevenir errores en las primeras fases del proceso de diseño de una forma rápida y bastante sencilla, definiendo parámetros necesarios para que el programa realice los cálculos pertinentes y presentar resultados gráficos sobre el comportamiento del cuerpo en las condiciones de diseño iniciales. SolidWorks Simulation ayuda incluso a optimizar diseños para obtener un rendimiento y un ahorro máximos.

### **2.5.9.3. Resultados obtenidos de la simulación**

Con el modelo CAD del prototipo diseñado, el software requiere ordenar los datos para poder realizar la simulación, para lo cual se basa en las dimensiones

preestablecidas en el diseño y de otros datos que el usuario define tales como el material del cuerpo y las cargas que se aplicarán al modelo.

#### 2.5.9.3.1. Propiedades volumétricas de la cámara de liofilización

<b>Masa:</b>	24.4271 kg
<b>Volumen:</b>	0.00305338 m <sup>3</sup>
<b>Densidad:</b>	8000 kg/m <sup>3</sup>
<b>Peso:</b>	239.385 N

#### 2.5.9.3.2. Configuración de parámetros para la simulación en el software

<b>Tipo de análisis:</b>	Estático
<b>Tipo de malla:</b>	Malla sólida
<b>Opción térmica:</b>	Incluir cargas térmicas
<b>Temperatura a tensión cero:</b>	298 Kelvin
<b>Sistema de Unidades:</b>	Métrico (MKS)
<b>Longitud/desplazamiento:</b>	mm
<b>Temperatura:</b>	Kelvin
<b>Velocidad angular:</b>	Rad/seg
<b>Presión/Tensión:</b>	N/m <sup>2</sup>
<b>Presión establecida:</b>	-50 psi

#### 2.5.9.3.3. Propiedades del material

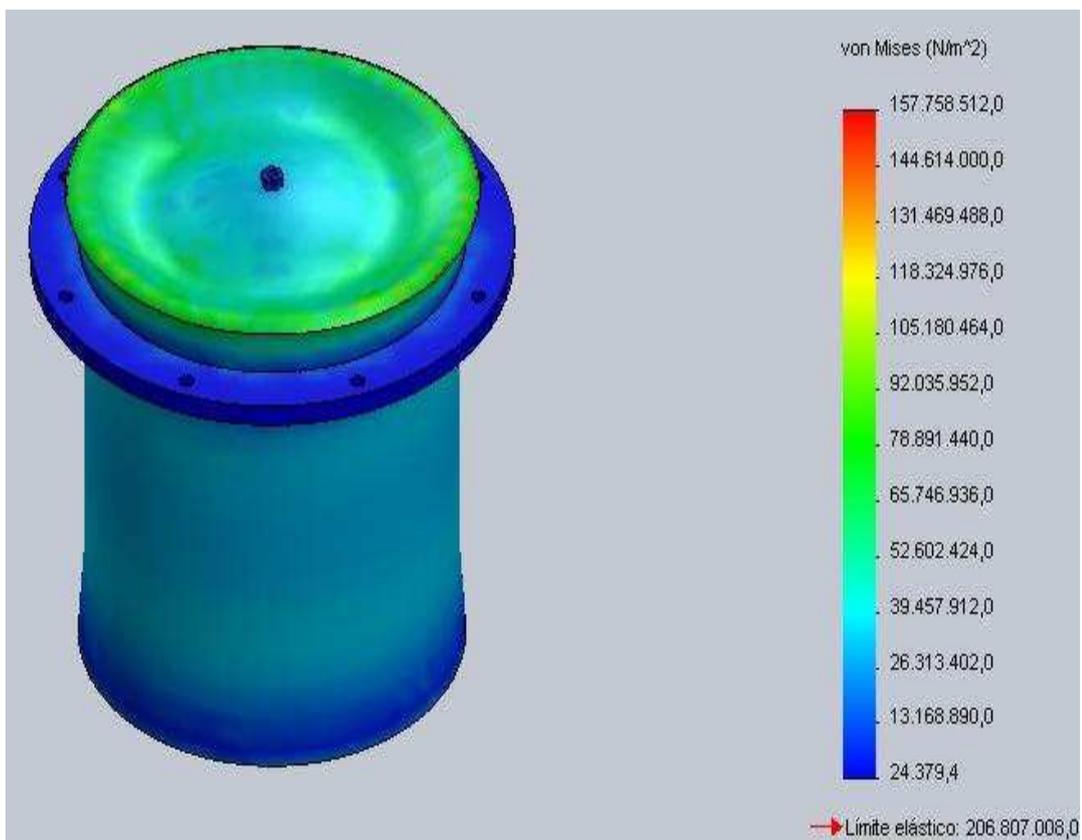
<b>Nombre:</b>	AISI 304
<b>Tipo de modelo:</b>	Isotrópico elástico lineal
<b>Límite elástico:</b>	2.06807e+008 N/m <sup>2</sup>
<b>Límite de tracción:</b>	5.17017e+008 N/m <sup>2</sup>
<b>Módulo elástico:</b>	1.9e+011 N/m <sup>2</sup>

<b>Coefficiente de Poisson:</b>	0.29
<b>Densidad:</b>	8000 kg/m <sup>3</sup>
<b>Módulo cortante:</b>	7.5e+010 N/m <sup>2</sup>
<b>Coefficiente de dilatación térmica:</b>	1.8e-005 /Kelvin

#### 2.5.9.3.4. Resultados de tensiones del estudio

Tensión máxima: 7.8891440e+007 N/m<sup>2</sup>

Tensión mínima: 24379.4 N/m<sup>2</sup>



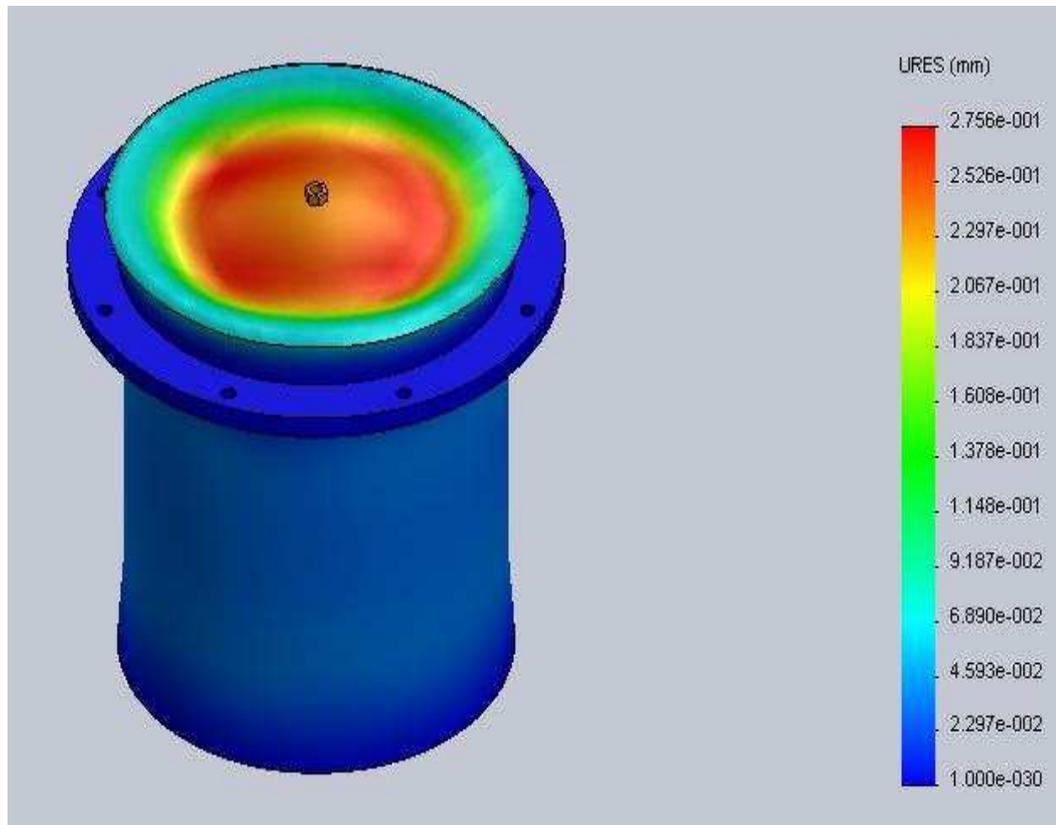
**Figura 2. 22 Comportamiento del cilindro a tensiones aplicadas**

Fuente: Propia

### 2.5.9.3.5. Resultados de desplazamiento del estudio

Desplazamiento máximo: 0.2756 mm.

Desplazamiento mínima: 0 mm



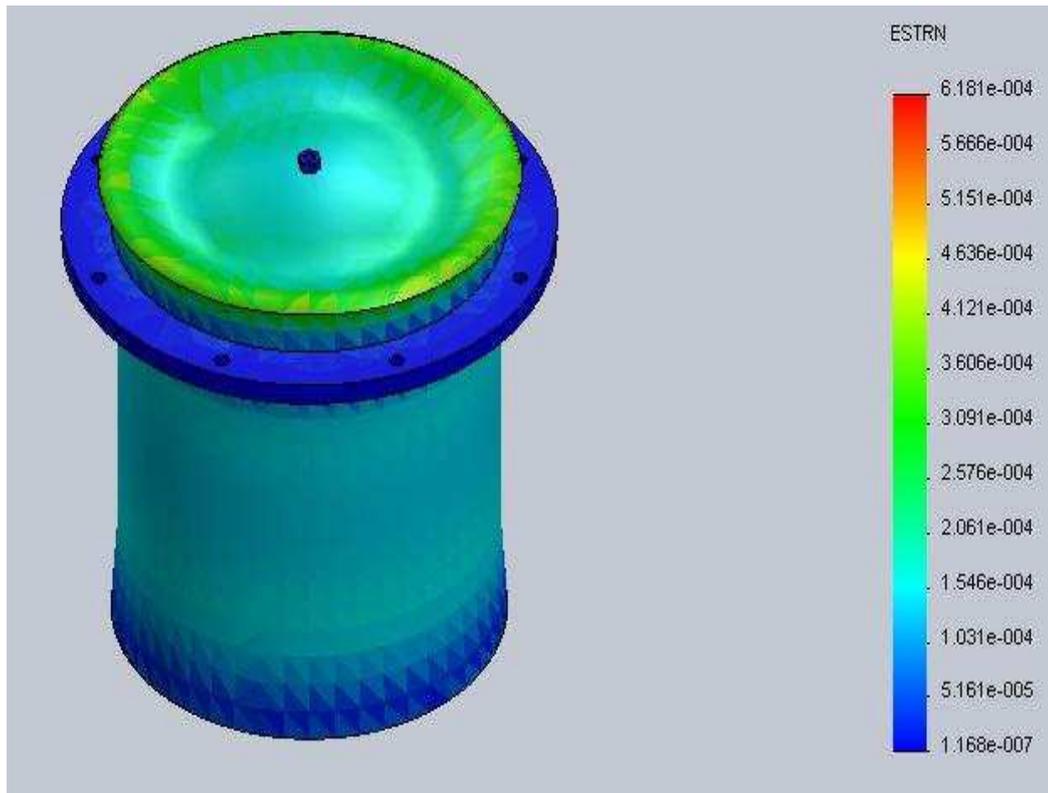
**Figura 2. 23 Desplazamiento en el cilindro por tensión externa aplicada**

Fuente: Propia

### 2.5.9.3.6. Resultados de deformaciones unitarias del estudio

Deformación unitaria máxima:  $3.091e-004$

Deformación unitaria mínima:  $1.16806e-007$



**Figura 2. 24 Deformaciones unitarias del cilindro por la presión externa**

Fuente: Propia

## 2.6. DISEÑO DEL SISTEMA DE REFRIGERACIÓN.

La refrigeración es la extracción de calor mediante un evaporador, por el cual fluye líquido refrigerante, produciendo en el producto o recinto una temperatura menor a la que hay en su entorno.

La refrigeración está estrechamente ligada al proceso de liofilización, ya que su acción permite realizar varias de las operaciones que se llevan a efecto en esta técnica. Entre las aplicaciones de la refrigeración en la liofilización tenemos:

- La congelación del producto antes de liofilizarlo.
- La condensación del vapor de agua emitida por el producto durante el proceso.

- Estabilizar el vacío necesario ligado a la temperatura durante el proceso.

El proceso de liofilización se trabaja a puntos extremos de temperatura baja (en el rango de -20 a -50 °C), parámetros que el sistema de refrigeración debe ser capaz de satisfacer.

Las liofilizadoras más sofisticadas además de tener un sistema automatizado completo, incluyen internamente un sistema de congelación previo a la deshidratación del producto. Esto implica un compartimiento adicional y un gasto considerable en cuanto a lo económico.

El laboratorio de Fitoquímica del IASA cuenta con su propio sistema de congelamiento, del cual se hará uso para el congelamiento del producto previo a introducirlo a la máquina.

### **Ciclo de Compresión de Vapor**

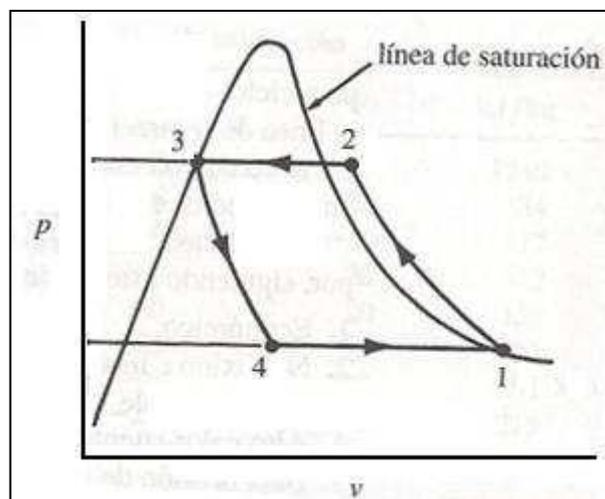
Elementos de línea blanca como refrigeradores y congeladores usan este ciclo para su funcionamiento, el cual consta de cuatro pasos principales:

- **1-2: Compresión.** El refrigerante como vapor fluye al compresor, el cual lo comprime y eleva la temperatura hasta dirigirlo al condensador mediante la tubería de presión alta para que produzca la condensación fácilmente. Idealmente este proceso se lleva a cabo con entropía constante y sin pérdidas de potencia.
- **2-3: Condensación.** A presión constante el refrigerante se condensa y forma un líquido saturado. El refrigerante sale del compresor hacia el condensador, en donde el calor absorbido por el refrigerante en el proceso de compresión es cedido al medio.
- **3-4: Expansión.** La válvula de expansión disminuye la presión y regula la cantidad de fluido refrigerante que ingresa al evaporador a entalpia constante.

- **4-1: Evaporación.** Aumenta el calor manteniendo la presión, durante el cambio de estado del refrigerante.

El cuadro 2.10 muestra el diagrama típico presión-volumen del ciclo ideal de compresión de vapor y el cuadro 2.11, el diagrama temperatura-entropía<sup>1</sup> correspondiente. La compresión de vapor se puede realizar con vapor seco (sobrecalentado), o con una mezcla de vapor saturado y líquido.

**Cuadro 2. 10 Diagrama p-v de compresión de vapor**

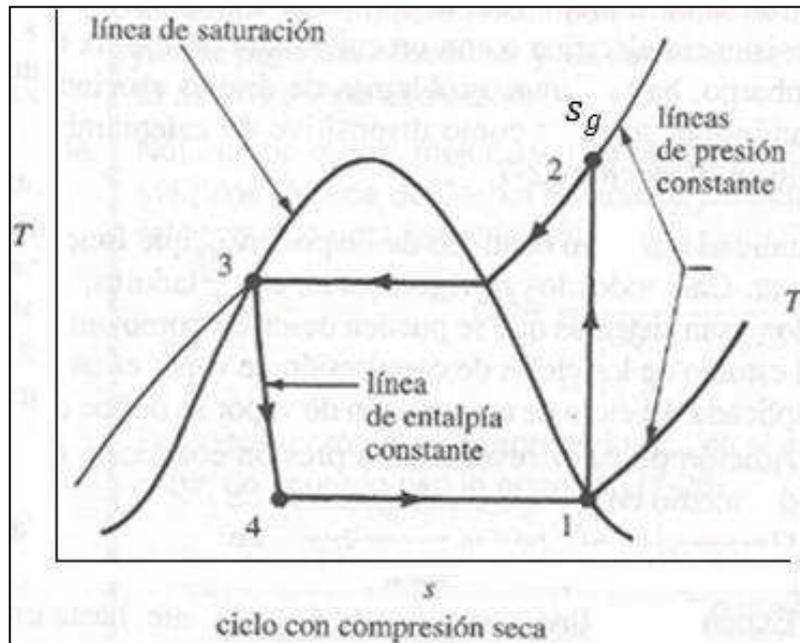


Fuente: KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.425

El ciclo de compresión seco es el más óptimo y aplicado en los sistemas de refrigeración ya que los compresores trabajan con mayor eficiencia al tratar con vapor seco, que con una mezcla de vapor y líquido.

<sup>1</sup> Magnitud física que determina la parte de la energía que no puede utilizarse para producir trabajo.

**Cuadro 2. 11 Diagrama T-s para ciclos ideales de refrigeración**

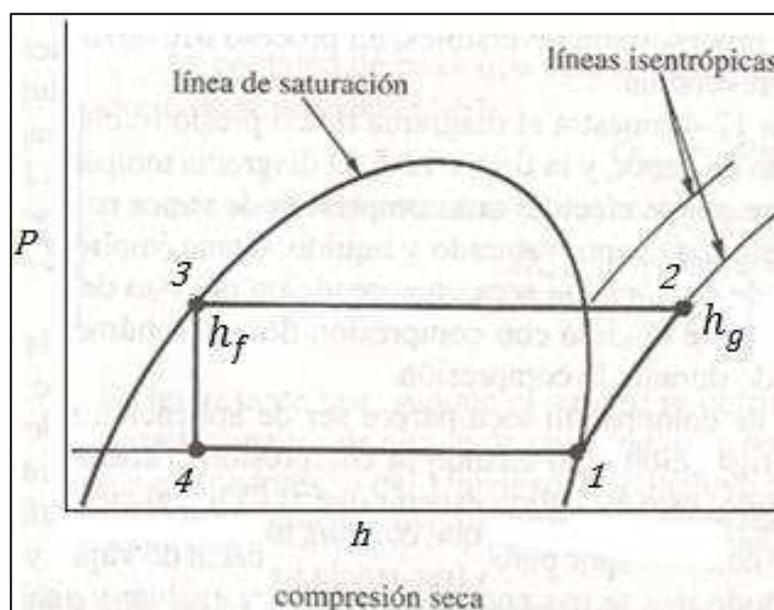


Fuente: KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.426

Otro método que se usa con frecuencia para evaluar y analizar los ciclos de compresión de vapor es el diagrama de presión-entalpía<sup>1</sup>, como muestra el cuadro 2.12 para ciclos de refrigeración con compresión de vapor. La línea de saturación determina los límites del ciclo al igual que en el diagrama T-s. Un punto crítico es la selección del refrigerante a ser utilizado y su calor latente de condensación ( $h_{fg}$ ) a la temperatura de refrigeración.

<sup>1</sup> Magnitud termodinámica que expresa una medida de la cantidad de energía absorbida o cedida por un sistema termodinámico.

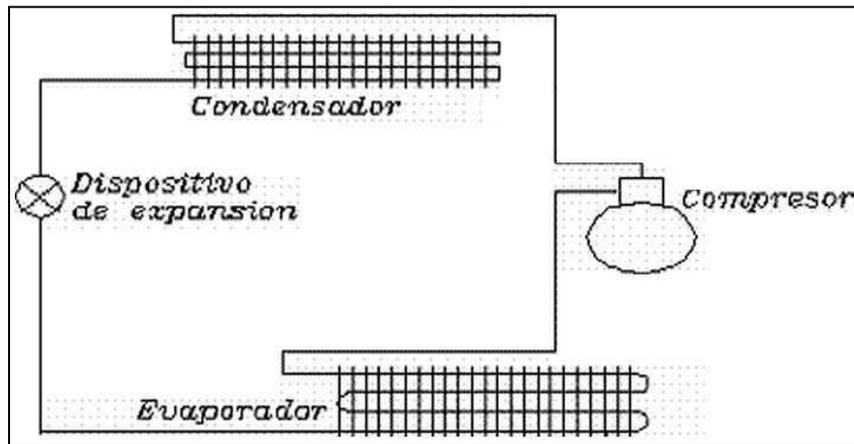
**Cuadro 2. 12 Diagrama P-h para ciclos de refrigeración.**



Fuente: KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.426

El cuadro 2.13 muestra los componentes físicos típicos que forman un ciclo de refrigeración con compresión de vapor. Un evaporador o serpentín de enfriamiento absorbe energía durante su cambio de fase. El refrigerante capta energía de tal forma que al entrar al compresor sea un vapor saturado. Por el aumento de presión y temperatura del refrigerante, el condensador permite que suelte gran parte de su energía. Después el refrigerante regresa pasando por una válvula de expansión al evaporador.

## Cuadro 2. 13 Refrigeración por Compresión Mecánica



Fuente: <http://www.herramientasingeneria.com>, Herramientas de cálculo para la Ingeniería, español.

### Ciclo de refrigeración real por compresión mecánica.

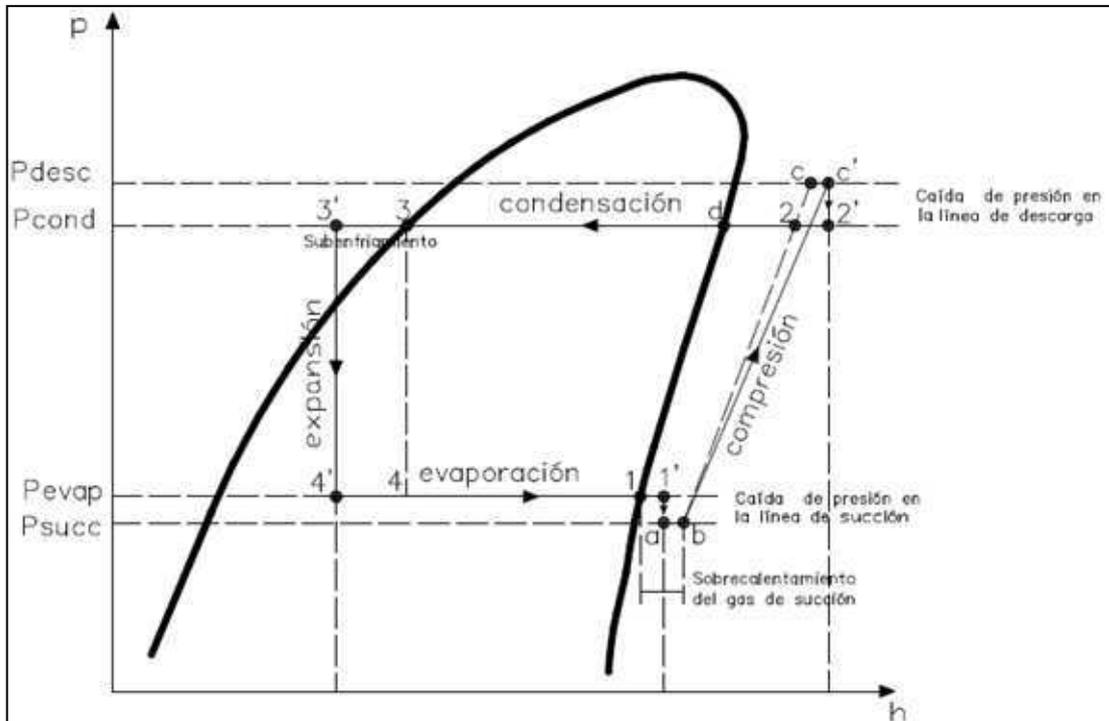
En un ciclo de refrigeración las variaciones principales se perciben en el compresor debido a las variaciones de temperatura producidos por el sobrecalentamiento, subenfriamiento y caídas de presión (cuadro 2.14).

El punto uno varía y es sustituido por el sobrecalentamiento del refrigerante (1-1'). Esto puede suceder en el evaporador o en la tubería de aspiración, además está presente la caída de presión en la línea de succión. Esta variación produce un aumento del refrigerante.

Para que el vapor salga a través de la válvula de descarga, es necesario que el vapor comprimido esté a una presión mayor que la presión de condensación. La caída de presión en este punto (c'-2') es necesaria para forzar la apertura de la válvula de descarga.

Debido al subenfriamiento, se obtiene en el punto cuatro menor temperatura y mayor concentración de refrigerante líquido.

**Cuadro 2. 14 Diagrama Presión - Entalpía ciclo real**



Fuente: BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

### 2.6.1 ESTABLECIMIENTO DE PARÁMETROS PREVIOS DE DISEÑO.

Para el diseño del sistema de refrigeración se debe tomar en cuenta el ambiente en el que va a operar y los parámetros que están inmersos en el proceso.

#### 2.6.1.1. Trabajo de compresión

Al entrar en el compresor, por medio de la energía mecánica ganada del exterior, más el aumento de la temperatura y presión, da como resultado el aumento de entalpía. El trabajo de compresión está definido por la siguiente expresión:

$${}^1W_c = h_1 - h_2 \quad [2.10]$$

Donde:

$W_c$ : Trabajo de compresión. [KJ/Kg]

$h_1$  : Entalpia del vapor saturado, en el punto de estado 1. [KJ/Kg]

$h_2$  : Entalpia del vapor sobrecalentado, en el punto de estado 2. [KJ/Kg]

### **2.6.1.2. El calor cedido del refrigerante al medio condensante**

Al salir del compresor en el punto 2, el fluido es trasladado hacia el condensador donde se enfría, gracias a otro fluido exterior, condensándose para ser evacuado bajo forma líquida hacia el punto 3. El calor cedido del refrigerante al medio condensante puede expresarse:

$${}^2Q_{cond} = h_3 - h_2 \quad [2.11]$$

Donde:

$Q_{cond}$ : Calor de condensación. [KJ/Kg]

$h_2$  : Entalpia del vapor sobrecalentado, en el punto de estado 2. [KJ/Kg]

$h_3$  : Entalpia del líquido saturado, en el punto de estado 3. [KJ/Kg]

### **2.6.1.3. Efecto refrigerante**

El fluido se evapora desde el punto 4 al 1 gracias a la aportación calorífica que proviene del exterior. Su entalpía crece constantemente en el transcurso de esta transformación. La cantidad de calor absorbida por el refrigerante en el evaporador se define como efecto refrigerante y viene definido por la siguiente expresión:

$${}^1q_0 = h_1 - h_4 \quad [2.12]$$

---

<sup>1</sup> KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.428

<sup>2</sup> KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.428

Donde:

$q_0$ : Efecto refrigerante. [KJ/Kg]

$h_1$ : Entalpia del vapor saturado, en el punto de estado 1. [KJ/Kg]

$h_4$ : Entalpia del líquido saturado, en el punto de estado 4. [KJ/Kg]

#### 2.6.1.4. Flujo másico

Para mantener la cámara a la temperatura deseada, la masa de refrigerante que circula a través del evaporador es requerida, y está dada por:

$${}^2\dot{m} = \frac{Q}{q_0} \quad [2.13]$$

Donde:

$\dot{m}$ : Flujo másico de refrigerante. [Kg/s]

$Q$ : Capacidad frigorífica requerida. [KW]

#### 2.6.1.5. Coeficiente de desempeño.

En el sistema la energía que se busca es el calor que se transfiere desde el espacio refrigerado. La energía que se necesita es el trabajo, así el coeficiente de rendimiento, expresa la efectividad de esta energía en el proceso de compresión, con relación al proceso de evaporación. Está determinado mediante la siguiente expresión:

$${}^3COP = \frac{q_0}{W_c} = \frac{h_3-h_2}{h_1-h_2} > 1 \quad [2.14]$$

---

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

<sup>2</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

<sup>3</sup> KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.429

### 2.6.1.6. Potencia teórica

Es la potencia que requiere el compresor para mantener al sistema operativo.  
Está dada por la siguiente expresión:

$${}^1P_t = \dot{m} * W_c \quad [2.15]$$

Donde:

$P_t$ : Potencia teórica requerida por el compresor.[KW]

### 2.6.1.7. Calidad

Es la proporción de vapor saturado, es decir, es la relación de la masa de vapor saturado con respecto a la masa total de una mezcla determinada en la región saturada. Está dado por la siguiente expresión.

$${}^2x = \frac{m_g}{m_T} \quad [2.16]$$

Donde:

$x$ : Calidad

$m_g$ : Masa del vapor saturado

$m_T$ : Masa total.

La calidad se puede expresar en términos de entalpía y entropía:

$${}^3h = xh_{fg} + h_f \quad [2.17]$$

---

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

<sup>2</sup> KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.429

<sup>3</sup> KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.429

$${}^1s = x s_{fg} + s_f \quad [2.18]$$

$${}^2s_{fg} = s_g - s_f \quad [2.19]$$

$$x = \frac{s - s_f}{s_g - s_f} \quad [2.20]$$

Donde:

$h$ : Entalpía específica

$h_{fg}$ : Calor de vaporización

$h_f$ : Entalpía de líquido saturado

$h_g$ : Entalpía de vapor saturado

$s$ : Entropía específica

$s_f$ : Entropía específica de un líquido saturado

$s_g$ : Entropía específica de un vapor saturado

### 2.6.1.8. Carga térmica

Es la cantidad de energía que se requiere vencer en un área para mantener determinadas condiciones de temperatura y humedad para una aplicación específica.

Las cargas frigoríficas son:

- Carga de transmisión.
- Carga del producto.
- Cargas por infiltraciones de aire.

---

<sup>1</sup> KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.429

<sup>2</sup> KURT C. ROLLE . TERMODINAMICA. 6ta ed. México, Pearson educación, 2006, p.429

- Carga interna.

Está dado por la siguiente expresión:

$${}^1q_{total} = q_t + q_p + q_{ia} + q_i \quad [2.21]$$

Donde:

$q_{total}$ : Carga térmica total

$q_t$ : Carga de transmisión

$q_p$ : Carga del producto

$q_{ia}$ : Carga por infiltración de aire

$q_i$ : Carga interna

#### 2.6.1.8.1. Carga de transmisión.

A través de la construcción de la cámara existe conducción de calor, ya sea por las paredes, piso y techo. La cantidad de calor ganado por la conducción representa la carga de transmisión. Su valor depende de la diferencia de temperatura entre el exterior e interior de la cámara, el área de su superficie y efectos de radiación solar.

La carga de transmisión viene dada por la siguiente expresión:

$${}^2q_t = U * A * \Delta T \quad [2.22]$$

---

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

<sup>2</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

Donde:

$U$ : Coeficiente global de transferencia de calor

$A$ : Superficie de transferencia de calor

$\Delta T$ : Diferencia de temperaturas externa e interna.

#### 2.6.1.8.2. Carga del producto.

El producto dentro de la cámara que se desea deshidratar tiene su propia energía (calor), y la carga del producto determina el calor que debe ser retirado del mismo, expresado de la siguiente manera:

$${}^1q_p = mp * C * \Delta T / t \quad [2.23]$$

Donde:

$mp$ : Masa del producto.

$C$ : Calor específico del producto (antes de congelarse).

$t$ : Tiempo de enfriamiento.

#### 2.6.1.8.3. Carga por infiltración de aire.

En condiciones normales de trabajo la infiltración de aire por puertas o aberturas de la cámara son comunes, pero dado que el sistema actual es hermético, se desprecia la carga que podría producirse.

#### 2.6.1.8.4. Carga interna.

Es toda posible fuente de calor dentro de la cámara como iluminación. Toda energía eléctrica interna debe ser disipada.

Ya que no existe iluminación, se desprecia la carga interna.

---

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

## **2.6.2 AISLAMIENTO TÉRMICO**

Básicamente los aislamientos térmicos son materiales que se utilizan con el fin de conservar el calor o controlar la temperatura. Termodinámicamente cuando la energía se utiliza para producir calor, el flujo de éste, es de dentro hacia fuera como en el caso de hornos y calderas, por este motivo el aislamiento térmico ayuda a ahorrar gran parte de la energía necesaria para este proceso y un óptimo aislamiento hace que los equipos sean más eficientes y trabajen con menores costos .

### **2.6.2.1. Clases de Aislamientos Térmicos.**

El aislamiento térmico se utiliza para controlar y evitar las pérdidas de calor en los procesos térmicos, su utilización se relaciona con los siguientes elementos:

- Evitar pérdidas por transferencia en equipos de proceso, y redes de distribución.
- Conservar condiciones fisicoquímicas de los fluidos.
- Proteger a los operadores y evitar la transmisión de calor a otros equipos.

Los diferentes tipos de aislantes térmicos se clasifican según:

- Tipo de material utilizado.
- Temperatura de servicio.
- Conductividad térmica.

### **2.6.2.2. Selección de materiales**

Entre las consideraciones a tener presente en la selección de un aislante térmico tenemos:

- Conservación de la energía
- Baja absorción de humedad
- Incombustibilidad superficial
- Resistencia a esfuerzos mecánicos
- Resistencia a la vibración
- Poco peso
- Facilidad de aplicación
- Baja corrosividad
- Resistencia a choques térmicos
- Economía.

Es de vital importancia que el aislante se mantenga seco y no se comprima, debido a que su efectividad está relacionada con la porosidad característica del material y si estos espacios propios originados por esa porosidad desaparecen, entonces las características aislantes se modificarán.

La espuma de poliuretano es conocida por ser un material aislante de muy buen rendimiento y es usualmente utilizado en intercambiadores de calor. Su aplicación se puede realizar desde la parte inferior o bien desde la parte superior.

**Tabla 2. 4    Diversos coeficiente de conductividad térmica**

<b>MATERIAL</b>	<b>DENSIDAD (Kg/m3)</b>	<b>CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (W/m K)</b>
Chapa de Aluminio	2700	2,04
Hormigón	2400	1,63
Vidrio plano	2500	0,81
Ladrillo macizo	1600	0,81
Tejas (plana)	1800	0,76
Yeso placa	1000	0,44
Hormigón liviano	1000	0,36
Nieve compacta	300	0,23
Madera (pino)	700	0,17
Lana de vidrio	11	0,041
Lana de vidrio	15	0,038
Lana de vidrio	35	0,038
Lana de vidrio	50	0,032
Lana de vidrio	70	0,031
Lana de vidrio	100	0,032
<b>Poliuretano rígido</b>	<b>30</b>	<b>0,02</b>

Fuente: BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

### 2.6.2.3. Propiedades.

Una de las propiedades más importante de los aislantes es la conductividad térmica, la cual varía según la temperatura. Cada aplicación de un aislante térmico tiene un requerimiento específico, se puede tener como referencia que una alta densidad del aislante térmico reduce el costo del aislamiento, adicionalmente con la temperatura de operación del aislante, cambia la importancia del mecanismo de transferencia de calor.

**Tabla 2. 5 Propiedades Poliuretano Expandido.**

		Norma	Unidad	Ensayo
Densidad		DIN 53 420	Kg/cm <sup>3</sup>	15
Coefficiente de conductividad térmica medido a + 10°		DIN 52 612	W/(m.K)	0,023
Resistencia de la compresión con un 10% de deformación instantánea		DIN 53 421	N/mm <sup>2</sup>	0,05-0,11
Esfuerzo continuado de compresión con deformación < 2%			N/mm <sup>2</sup>	0,012-0,025
Resistencia al corte		DIN 53 427	N/mm <sup>2</sup>	0,08-0,013
Resistencia a la flexión		DIN 53 423	N/mm <sup>2</sup>	0,06-0,030
Resistencia a la tracción		DIN 53 430	N/mm <sup>2</sup>	0,12-0,29
Módulo de elasticidad (ensayo compresión)		DIN 53 457	N/mm <sup>2</sup>	1,6-5,2
Estabilidad dimensional con elevadas temperaturas	breve duración	en base a la DIN 53 424	°C	100
	larga duración con 5000 N/m <sup>2</sup>	en base a la DIN 18 164	°C	80-85
	larga duración con 20000 N/m <sup>2</sup>	DIN 18 164	°C	75-80
Coefficiente de dilatación lineal			1/K	5,7 · 10 <sup>-5</sup>
Calor específico		DIN 4108	J/(kg.K)	1210
Absorción de agua con inmersión (Vol.%)	después 7 días	DIN 53 434	s <sub>1</sub> %	0,5-1,5
	después de 28 días		s <sub>1</sub> %	1,0-3,0
Permeabilidad al vapor de agua		DIN 52 615	g/(m <sup>2</sup> .d)	40

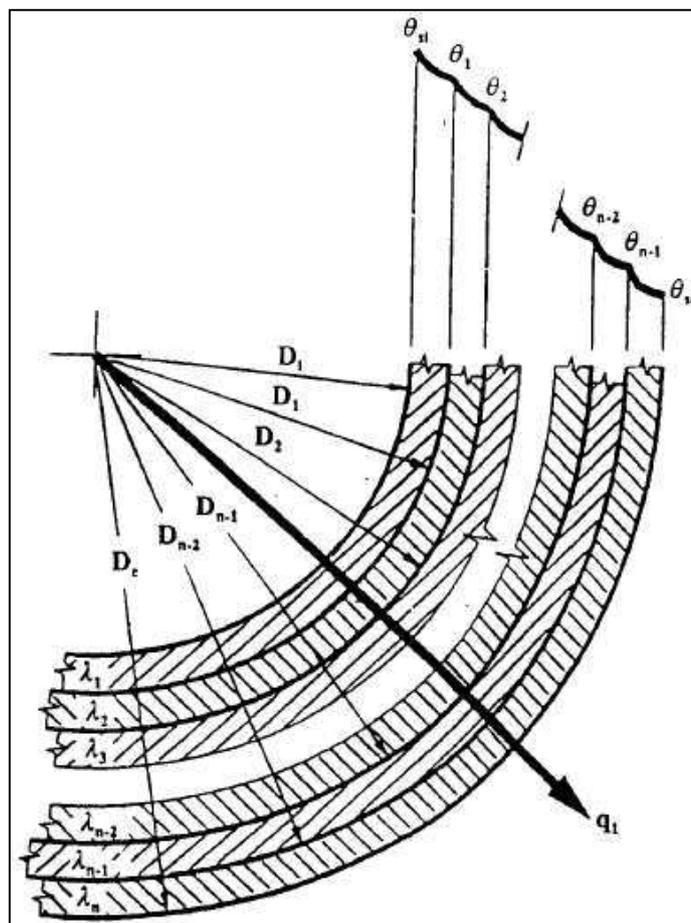
Fuente: <http://www.aape.com.ar/laboratorio.asp>, Características físicas generales, español.

#### 2.6.2.4. Cálculo del Espesor Óptimo.

En el cálculo se supone que el gradiente de temperatura existe en una sola dirección, y que la temperatura es constante en planos perpendiculares a ella.

Debido a que la cámara será de doble cuerpo, se considera un espesor multicapa y por ende los cálculos se realizan para el mismo.

**Cuadro 2. 15** Temperatura en un elemento cilíndrico multicapa.



Fuente: Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.17

Con  $D_1=D_i$  y  $D_n=D_e$

La densidad lineal de flujo de calor  $q_1$  a través de una pared cilíndrica multicapa es:

$${}^1q_1 = (\theta_{si} - \theta_{se}) / R'_1 \quad [W/m] \quad [2.24]$$

Donde:

$q_1$ : Flujo de calor [W/m]

$\theta_{si}$ : Temperatura interior [°K]

$\theta_{se}$ : Temperatura exterior [°K]

$R'_1$ : Resistencia térmica [m °K/W]

La resistencia térmica de un material representa la capacidad del material de oponerse al flujo del calor y es representada por las siguientes ecuaciones:

$${}^2R = t/\lambda \quad [2.25]$$

$${}^3R'_1 = \frac{1}{2*\pi} \sum_{j=1}^n \left( \frac{1}{\lambda_1} * \ln \frac{D_{ej}}{D_{ij}} \right) \quad [2.26]$$

Donde:

$\lambda_1$ : Conductividad térmica del material [W/m °K]

$D_{ej}$ : Diámetro exterior de la capa [m]

$D_{ij}$ : Diámetro interior de la capa [m]

---

<sup>1</sup> Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.17

<sup>2</sup> Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.15

<sup>3</sup> Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.17

La conductividad térmica varía dependiendo de la temperatura en la que se encuentra, por ello para el acero inoxidable se debe considerar su temperatura interna y externa:

Acero a -35 °C:

$$\lambda_{a-35} = 14,04 \frac{W}{m \text{ } ^\circ K}$$

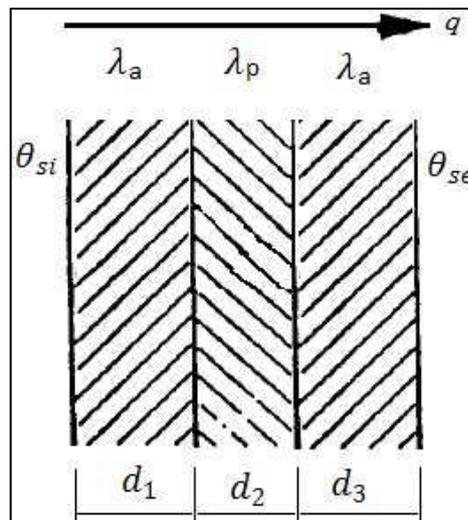
Acero a 20°C:

$$\lambda_{a 20} = 14,92 \frac{W}{m \text{ } ^\circ K}$$

Poliuretano:

$$\lambda_p = 0,023 \frac{W}{m \text{ } ^\circ K}$$

**Cuadro 2. 16** Distribución multicapa entre acero y poliuretano.



Fuente: Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.16

Para el cálculo de la resistencia térmica se toma en consideración el material que compone cada una de las capas, incluyendo el interior y ya que la

resistencia superficial interna tiene un valor muy bajo, se la desprecia de los cálculos.

$${}^1R'_1 = R_{a1} + R_p + R_{a2} + R_{se} \quad [2.27]$$

Haciendo uso de la ecuación [2.25] se obtiene la resistencia de cada capa:

$$R_{a1} = \frac{0,002}{14,05} = 1,423 \times 10^{-4}$$

$$R_{a2} = \frac{0,002}{14,92} = 1,34 \times 10^{-4}$$

$$R_p = \frac{0,396 - D_i}{0,023} = 17,21 - 43,47D_i$$

La resistencia térmica superficial  $R_{se}$  es la inversa del coeficiente superficial externo  $h_e$ , el cual se define como la cantidad de flujo de calor que pasa a través de una superficie en estado estacionario, dividida por la diferencia de temperatura entre dicha superficie y su entorno. .

Para paredes cilíndricas, la resistencia térmica superficial lineal  $R_{se}$  viene dada por:

$${}^2R_{se} = 1/h_e * \pi * D_e \quad [2.28]$$

Para el cálculo aproximado de  $h_e$  se usa la siguiente ecuación:

---

<sup>1</sup> Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.24

<sup>2</sup> Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.17

$${}^1h_e = C_B + 0,09\Delta\theta \quad [2.29]$$

Usando los coeficientes de la tabla [2.6]:

$$h_e = 3,4 + 0,09(-55) \text{ (W/m}^2 \text{ }^\circ\text{K)}$$

$$h_e = -1,55 \text{ (W/m}^2 \text{ }^\circ\text{K)}$$

**Tabla 2. 6 Coeficiente para tuberías en recintos internos**

Superficie	C <sub>A</sub>	C <sub>B</sub>
aluminio brillante	2,5	2,7
aluminio oxidado	3,1	3,3
chapa de metal galvanizado, limpio	4,0	4,2
chapa de metal galvanizado, sucio	5,3	5,5
acero austenítico	3,2	3,4
plancha de aluminio-zinc	3,4	3,6
superficies no metálicas	8,5	8,7

Fuente: Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.23

Mediante la ecuación [2.28]:

$$R_{se} = \frac{1}{-1,55 * \pi * 0,4}$$

$$R_{se} = -0,513 \text{ (m }^\circ\text{K /W)}$$

Aplicando en la ecuación [2.27]:

$$R'_1 = 16,697 - 43,47D_i \quad [2.30]$$

<sup>1</sup> Manual de Aislamiento en la Industria. ISOVER. División de aislamientos, p.23

Reemplazando los datos en la ecuación [2.26] se tiene:

$$R'_1 = \frac{1}{2*\pi} \left[ \frac{1}{14,92} \ln \left( \frac{0,4}{0,396} \right) + \frac{1}{0,023} \ln \left( \frac{0,396}{D_i} \right) + \frac{1}{14,04} \ln \left( \frac{D_i}{D_i-0,004} \right) \right] \quad [2.31]$$

Entre la ecuación [2.30] y [2.31] se tiene dos incógnitas. Resolviendo el sistema se obtiene el valor del diámetro interno de la capa de poliuretano.

$$D_i = 0,28 \text{ m}$$

Lo que da un valor de 6 cm de espesor de aislante.

### 2.6.3. CÁLCULO DE CARGA TÉRMICA

#### 2.6.3.1. Carga de transmisión.

Para obtener la carga de transmisión se hace uso de la ecuación [2.22]:

$${}^1q_t = U * A * \Delta T$$

El coeficiente global se obtiene a partir de los coeficientes individuales de los materiales utilizados y de la resistencia de cada pared expresado de la siguiente manera:

$${}^2U = \frac{1}{\frac{e_1}{\lambda_1} + \frac{1}{h_e} + \frac{e_2}{\lambda_2} + \frac{e_3}{\lambda_3}} \quad [2.32]$$

---

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

<sup>2</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

Dado que:

$$e_1 = 0,002 \text{ m}$$

$$e_2 = 0,06 \text{ m}$$

$$e_3 = 0,002 \text{ m}$$

$$\lambda_1 = 14,05 \frac{\text{W}}{\text{m} \text{ } ^\circ\text{K}}$$

$$\lambda_2 = 0,023 \frac{\text{W}}{\text{m} \text{ } ^\circ\text{K}}$$

$$\lambda_3 = 14,92 \frac{\text{W}}{\text{m} \text{ } ^\circ\text{K}}$$

$$h_e = 1,55 \text{ (W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{K)}$$

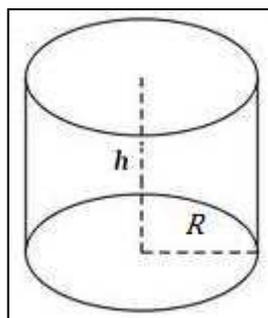
Se obtiene el valor del coeficiente global.

$$U = 0,3 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{K}$$

Para calcular la superficie del cilindro:

$${}^1A = 2 * \pi * R * h \quad [2.33]$$

**Cuadro 2. 17 Cilindro del cuerpo interno.**



Fuente: Propia

$$A = 0,25 \text{ m}^2$$

Usando todos los datos se obtiene la carga de transmisión:

$$q_t = 4,5 \text{ W}$$

<sup>1</sup> <http://www.calculararea.com/cilindro.htm>, Fórmula para el cálculo de la Superficie del Cilindro, español

### 2.6.3.2. Cálculo de la carga del producto.

Sabiendo que por cada ciclo de operación se desean deshidratar 1kg de producto, alcanzar la temperatura deseada en el lapso de 30 min, mediante la ecuación [2.23] y el ANEXO F:

$$q_p = 127,78 W$$

Haciendo uso de la ecuación [2.30] se obtiene la carga total.

$$q_{total} = 132,28 W = 10838,92 BTU/día$$

Ya que el proceso dura entre 8 y 12 horas, y usando un factor de seguridad del 10%, entonces la carga aproximada es:

$$q_{total} = 1192,28 BTU/h$$

$$q_{total} = 0.35 KW$$

### 2.6.4. CÁLCULO DEL CICLO DE REFRIGERACIÓN

Se debe tomar en cuenta varias consideraciones:

- La temperatura en el evaporador (proceso 4 - 1) debe ser menor que la temperatura de la región que se desea enfriar.
- La temperatura en el condensador (proceso 2 - 3) debe ser mayor que la temperatura de la región a la que se cede el calor.
- Las temperaturas de los focos frío y caliente determinan las presiones mínimas y máximas del ciclo (presiones en el evaporador y el condensador).

### 2.6.4.1. Temperatura de evaporación.

Es la temperatura del serpentín dentro de la cámara que se desea obtener para conseguir la condensación del vapor.

$${}^1T_{evap} = T_R - D_T \quad [2.34]$$

Donde:

$T_{evap}$ : Temperatura de evaporador.

$T_R$ : Temperatura de espacio refrigerado.

$D_T$ : Diferencia de temperatura del evaporador y espacio refrigerado.

La humedad que se desea tener en el sistema de refrigeración es de 90% para conseguir la condensación necesaria. Usando la tabla 2.7 y la ecuación [2.34]:

**Tabla 2.7 Diferencia de temperatura del evaporador y espacio refrigerado.**

DT		
Humedad Relativa	Convección Natural	Convección Forzada
%	°F	°F
95 - 91	12 - 14	8 - 10
90 - 86	14 - 16	10 - 12
85 - 81	16 - 18	12 - 14
80 - 76	18 - 20	14 - 16
75 - 70	20 - 22	16 - 18

Fuente: BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

$$T_{evap} = -35\text{ }^{\circ}\text{C} - 10\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$T_{evap} = -45\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$T_{evap} = T_1$$

#### 2.6.4.2. Temperatura de condensación.

Se debe tener en consideración el tipo de condensador a usar en el sistema de refrigeración. Este es enfriado por aire forzado por un ventilador acoplado a un motor eléctrico. Lo más importante es la diferencia entre la temperatura promedio del aire y la temperatura de condensación del refrigerante. Por la práctica, se adopta una diferencia entre 10°C y 15°C.

$${}^1T_{cond} = T_m + \Delta T \quad [2.35]$$

Donde:

$T_{cond}$ : Temperatura de condensación.

$T_m$ : Temperatura del medio ambiente.

$\Delta T$ : Incremento de temperatura.

$$T_{cond} = 20\text{ }^{\circ}\text{C} + 10\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$T_{cond} = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$T_{cond} = T_3$$

#### 2.6.4.3. Trazado del ciclo de refrigeración.

Con el valor de las temperaturas de evaporación y condensación, se obtiene la presión en cada uno de los puntos. Ver ANEXO G Y H.

---

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

$$P_{evap} = P_1 = 0,10 \text{ MPa}$$

$$P_{cond} = P_2 = 1,45 \text{ MPa}$$

Para la obtención de los puntos del ciclo se hace uso del diagrama presión-entalpía del refrigerante R-404A. El ciclo empieza en el punto de estado 1, sabiendo que el vapor entra al compresor como vapor saturado.

$$P_1 = P_{evap}$$

$$T_1 = T_{evap}$$

$$h_1 = 339,332 \text{ KJ/KG}$$

En el punto 1 inicia del ciclo, mediante la presión de condensación determinamos el punto de estado 2. En este caso el vapor se encuentra como vapor recalentado.

$$P_2 = P_{cond}$$

$$T_2 = 31,8 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$h_2 = 378,53 \text{ KJ/KG}$$

Luego de ser comprimido el refrigerante, pasa al condensador a presión constante cambiando de estado gaseoso a estado líquido, siguiendo la línea de presión del condensador se interseca y determina el punto de estado 3.

$$P_3 = P_{cond}$$

$$T_3 = T_{cond}$$

$$h_3 = 244,632 \text{ KJ/KG}$$

El refrigerante sale del punto 3 como líquido saturado, el cual se expande y la presión desciende a entalpía constante, hasta alcanzar la condición de mezcla entre líquido-vapor a la entrada del evaporador en el punto de estado 4.

$$P_4 = P_{evap}$$

$$T_4 = T_{evap}$$

$$h_4 = h_3$$

#### **2.6.4.4. Cálculo de parámetros del ciclo de refrigeración.**

##### 2.6.4.4.1. Trabajo de compresión.

De la Ec.(2.10):

$$W_c = -39,198 \text{ KJ/Kg}$$

##### 2.6.4.4.2. Calor total cedido por el refrigerante al medio condensante.

De la Ec.(2.11):

$$Q_{cond} = -133,898 \text{ KJ/Kg}$$

##### 2.6.4.4.3. Efecto refrigerante.

De la Ec.(2.12):

$$q_0 = 94,7 \text{ KJ/Kg}$$

##### 2.6.4.4.4. Flujo másico.

De la Ec.(2.13):

$$\dot{m} = 0,15 \text{ Kg/min}$$

##### 2.6.4.4.5. Coeficiente de desempeño.

De la Ec.(2.14):

$$COP = 3,41 > 1$$

#### 2.6.4.4.6. Potencia teórica.

De la Ec.(2.15):

$$P_t = 97,99 \text{ W}$$

#### 2.6.4.4.7. Calidad.

De la Ec.(2.18):

Según el cuadro 2.12:

$$h_2 = h_g = 378,53 \text{ KJ/Kg}$$

$$h_3 = h_f = 244,632 \text{ KJ/Kg}$$

En base a los ANEXOS G y H, y la imagen 2.11, a temperatura de 20 °C :

$$s_2 = 1,5969 \text{ KJ/(Kg } ^\circ\text{K)}$$

Con la ecuación [2.18] y [2.19], y conociendo que  $s_2 = s_1$ :

$$s_1 = x(s_{g1} - s_{f1}) + s_{f1} = 1,5969 \text{ KJ/(Kg } ^\circ\text{K)}$$

De igual manera, de los ANEXOS G y H a temperatura de -35 °C:

$$s_{g1} = 1,629 \text{ KJ/(Kg } ^\circ\text{K)}$$

$$s_{f1} = 0,813 \text{ KJ/(Kg } ^\circ\text{K)}$$

Con la ecuación [2.20] se obtiene la calidad:

$$x = \frac{1,5969 - 0,813}{1,629 - 0,813}$$

$$x = 0,96$$

## 2.6.5 SELECCIÓN DE ELEMENTOS.

### 2.6.5.1. Refrigerante.

El refrigerante usado para el sistema de refrigeración del presente proyecto debe cumplir con el parámetro de trabajo de obtener temperaturas inferiores a los  $-30^{\circ}\text{C}$  y ya que se trabaja para un sistema de condensación, se opta por el uso del refrigerante R-404 A. Ver ANEXO I.



**Figura 2. 25 Refrigerante R - 404A**

Fuente: Propia

### 2.6.5.1.1. Propiedades.

**Tabla 2. 8 Propiedades Físicas**

PROPIEDADES	UNIDADES	R 502	R 404A
Componentes	-	R 22, R 115	R 125, R 134a, R 134a
Composición	%masa	48,8 - 51,2	44 - 4 - 52
Masa molecular	g/mol	111,6	97,6
Temperatura de ebullición (a 1,013 bar)	°C	-45,4	-46,4
Deslizamiento de temperatura de ebullición (a 1,013 bar)	K	0	0,9
Densidad del líquido (a 25 °C)	Kg/dm <sup>3</sup>	1,217	1,04
Densidad del vapor saturado (a 1,013 bar)	Kg/m <sup>3</sup>	6,322	5,41
Temperatura crítica	°C	82,1	72
Presión crítica	bar	40,7	37,2
Calor latente de vaporación	kJ/kg	172,5	200
Calor específico a 25°C líquido (a 1,013 bar)	kJ/(kg. °K)	1,25	1,64
Calor específico a 25°C vapor (a 1,013 bar)	kJ/(kg. °K)	0,70	0,88
Inflamabilidad en el aire	%volumen	ninguna	ninguna
ODP	-	0,34	0

Fuente: [http://www.extinfrisa.es/producto\\_R404a.aspx](http://www.extinfrisa.es/producto_R404a.aspx), Catálogo de Productos

El R-404A es un refrigerante de tipo HFC formado por 3 componentes (R-125, R-143a y R-134a). Al ser un producto libre de cloro su ODP es cero, lo cual lo hace no dañino para la capa de ozono y lo convierte en un producto definitivo. Es un refrigerante de alta seguridad reconocido por todos los fabricantes de equipos y componentes.

El producto es compatible con la mayoría de materiales utilizados en la actualidad, pero de todos modos se debe consultar con el fabricante de los sistemas por si hubiera algún producto a considerar.

#### 2.6.5.1.2. Seguridad.

Toxicidad. Producto de baja toxicidad, por lo que se puede utilizar de forma segura en las aplicaciones a las que está destinado. Clasificado A1.

Inflamabilidad. Producto no inflamable según la norma ASHRAE 34, a 1 atmósfera y a 18 °C. Hay que prestar atención a las mezclas refrigerante aceite que sí podrían resultar inflamables.

Altas temperaturas pueden ocasionar la descomposición del producto.

Fugas. En caso de producirse una fuga importante de R-404A es recomendable evacuar el recinto y ventilarlo bien. Los vapores son más pesados que el aire y producen un desplazamiento de oxígeno.

#### 2.6.5.2 Unidad condensadora.

La función del compresor dentro del sistema de refrigeración es aumentar la presión del vapor recalentado que viene del evaporador para que posteriormente se pueda condensar.

En el mercado existen varios tipos de compresores como los rotativos y de tornillo, pero para los sistemas de refrigeración los más utilizados son los compresores herméticos, los cuales van acoplados a un motor eléctrico dentro de una misma envolvente de acero formando una sola unidad.



**Figura 2. 26 Compresor Hermético**

Fuente: [http://inverprimos.com/compresor-hermetico---tecumseh-brasil\\_1\\_\\_\\_835\\_\\_16\\_](http://inverprimos.com/compresor-hermetico---tecumseh-brasil_1___835__16_),  
Español, Medellín - Colombia

El fluido refrigerante al entrar en el interior de la carcasa, va llenando el espacio, por lo que está en contacto con el motor eléctrico y con el compresor, que de esta manera los refrigera.

Como el motor y el compresor se hallan acoplados directamente, el compresor trabaja a la misma velocidad del motor, que es una velocidad elevada, por lo tanto el diámetro como el recorrido del émbolo se hacen relativamente pequeños.

La unidad compresora se halla soportada por medio de resortes y toda la carcasa de acero que encierra la unidad, está cuidadosamente balanceada, para evitar la vibración al gabinete.

En lo que se refiere a la lubricación permanente de todas las partes móviles del compresor, se asegura su buen resultado haciendo circular aceite lubricante bajo presión, que se extrae de la parte inferior de la carcasa que le sirve de depósito.

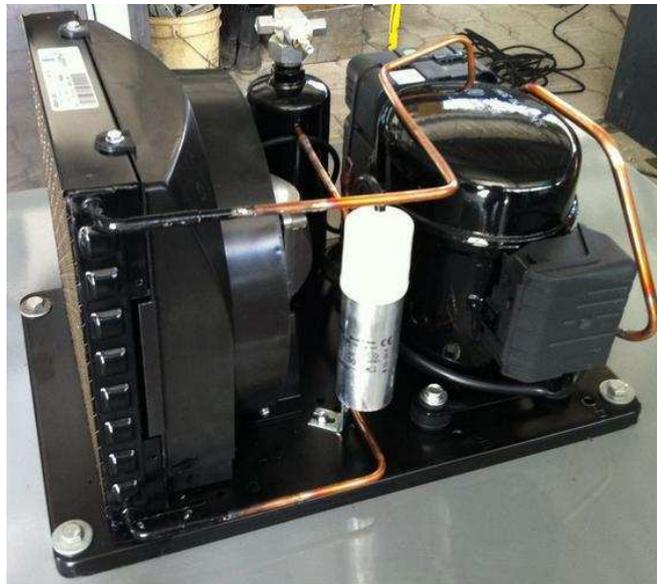
El gas a baja presión, que llena la carcasa del compresor, es arrastrado al interior del compresor a través de un silenciador, en cada golpe de succión o carrera de aspiración del émbolo y se descarga también a través de otro silenciador durante el golpe de compresión o carrera de compresión del émbolo. Estos silenciadores están proyectados para amortiguar los ruidos del compresor, contribuyendo al funcionamiento silencioso que caracteriza esta clase de equipos.

Durante el golpe o carrera de compresión del émbolo, trabaja una válvula liviana colocada en la placa de válvulas que está fijada al final del cilindro, la que cierra la abertura de entrada o succión. El vapor refrigerante comprimido en el cilindro se descarga a través de una válvula a propósito, tipo disco que se abre tan pronto como la presión dentro del cilindro es mayor que la existente en el lado de alta presión del sistema.

Después de pasar por el silenciador de descarga, el gas refrigerante comprimido, circula por una bobina espiral que forma el tubo de descarga en la parte inferior del conjunto del compresor, siguiendo luego por este tubo que sale por la base de la estructura del compresor y penetra al condensador.

La unidad condensadora se elige mediante los siguientes parámetros: (Ver ANEXO J)

- Refrigerante: R-404 A.
- Capacidad frigorífica: 0.35 KW.
- Temperatura de evaporación: -45 °C.
- Temperatura ambiente: 20 °C.



**Figura 2. 27 Unidad condensadora CAE2424Z**

Fuente: Propia

### 2.6.5.3. Evaporador.

El medio evaporador va a ser conformado por el tejido de tuberías de cobre en forma de serpentín. El dimensionamiento es de suma importancia ya que va a ser el medio de circulación del refrigerante y por ende es el agente provocador del condensamiento de la sustancia sublimada.

La tubería de cobre tiene gran ventaja de ser de peso ligero, resistente a la corrosión y de fácil instalación que el acero. La tubería de cobre vienen disponible en dos tipos: rígido o flexible. Ambos tipos de tuberías de cobre existen en el mercado en dos espesores distintos de pared, K y L. El tipo K es de pared gruesa, y el tipo L es de espesor mediano; siendo este ultimo el más utilizado en los sistemas de refrigeración.

#### 2.6.5.3.1. Dimensionamiento de la tubería.

El diseño de estas tuberías debe ser realizado que no llegue refrigerante líquido al compresor y asegure el retorno del aceite desde el evaporador al compresor.

La velocidad del refrigerante recomendada para el dimensionamiento de esta tubería es de 8 a 15 m/s

$$^1A_t = \dot{m} / \rho v \quad [2.36]$$

$$A_t = \pi r^2 \quad [2.37]$$

Donde:

$A_t$ : área de transferencia [ $m^2$  ]

$\dot{m}$ : Flujo másico [Kg/s].

$\rho$ : Densidad [Kg/ $m^3$ ].

---

<sup>1</sup> BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010

$v$ : Velocidad [m/s]

Para la obtención del diámetro de la tubería se requiere los siguientes datos:

$$\dot{m} = 0,0025729 \text{ [Kg/s].}$$

$$\rho = 5,41 \text{ [Kg/m}^3\text{].}$$

$$v = (8 - 15) \text{ m/s}$$

Aplicando la ecuación [2.36] y [2.37] se determina el diámetro de la tubería a utilizar:

$$\phi_{\text{Tubería}} = 3/8 \text{ in}$$



**Figura 2. 28 Rollo de Tubería de Cobre Diámetro 3/8"**

Fuente: <http://www.distribucioningusa.com/p/tubo-de-cobre-flexible-3-8-tipo-ug-iusa/170996/>,  
Español, 2006

#### **2.6.5.4 Filtro.**

Para la selección del filtro se han tomado en cuenta los siguientes parámetros:

- Tipo de refrigerante a utilizar: R-404 A.
- Diámetro de la tubería de conexión tanto a la entrada como a la salida.
- Capacidad del sistema: 0.30 KW.



**Figura 2. 29 Filtro tipo TGM - 052**

Fuente: Propia

### **2.6.5.5 Válvula de expansión.**

Se selecciona en base a los siguientes parámetros:

- Refrigerante a utilizar: R 404 A
- Capacidad del sistema: 0.35 KW
- Presión de evaporación: 0.10 MPa
- Presión de condensación: 1.45 MPa
- Igualación de presión: interna



**Figura 2. 30 Válvula de expansión marca DANFOSS y orificio de válvula.**

Fuente: Propia

### 2.6.5.6 Visor.

Se selecciona en base a los siguientes parámetros:

- Refrigerante a utilizar: R 404 A
- Diámetro de entrada: 1/2"
- Diámetro de salida: 3/8"



**Figura 2. 31 Visor líquido**

Fuente: Propia

## 2.7. DISEÑO DE LAS PLACAS DE CALENTAMIENTO

Las placas de calentamiento conforman el sistema que brinda la energía necesaria para realizar el secado secundario.

### 2.7.1. MATERIAL.

El cuerpo de la cámara está construido de acero inoxidable debido a la asepsia, de igual manera se ha decidido usar el mismo material para las placas de calentamiento.

### 2.7.2. DIMENSIONES.

Mientras mayor área ocupe respecto a las bandejas que contiene el producto, mayor será la transferencia de energía. Se puede visualizar en el plano 23

### **2.7.3. TOPOLOGIA.**

Existen dos métodos que se emplean para la transferencia de calor en cámaras de vacío dependiendo de su aplicación y las dimensiones de la cámara:

#### **2.7.3.1. Fluido térmico.**

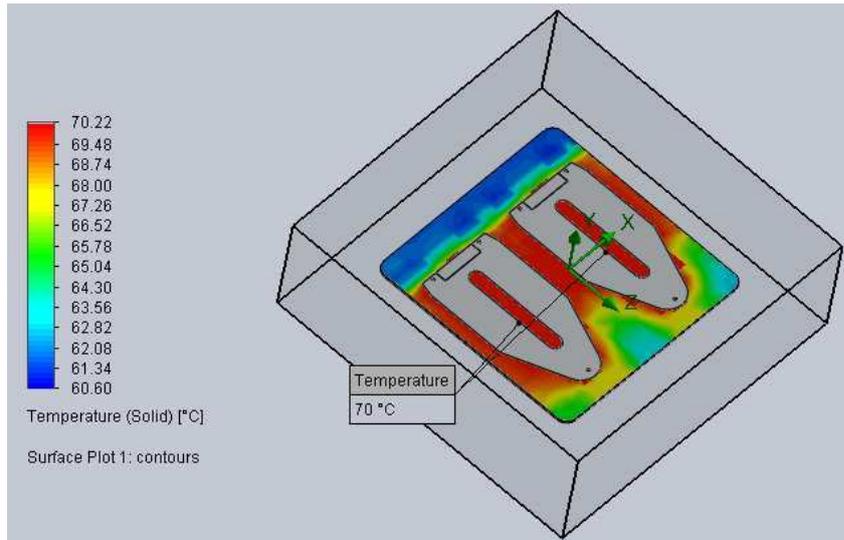
Es un tipo de calentamiento indirecto en el que se calienta un fluido de transferencia de calor de fase líquida y es bombeado hasta las placas que hacen uso de dicha energía térmica dentro de un circuito cerrado. Debe acoplarse a un sistema neumático, lo que representa mayor complejidad y gasto económico.

#### **2.7.3.2. Resistencias.**

Son elementos que se fabrican a base de níquel, donde la energía eléctrica se transforma en calor. Se ha escogido esta opción debido a las dimensiones, facilidad de instalación y por el factor económico.

Para determinar la localización más apropiadas de las resistencias en la plancha de acero inoxidable, se han realizado simulaciones que demuestran la distribución térmica a 70 °C en cada caso de diseño planteado, obteniendo los siguientes resultados:

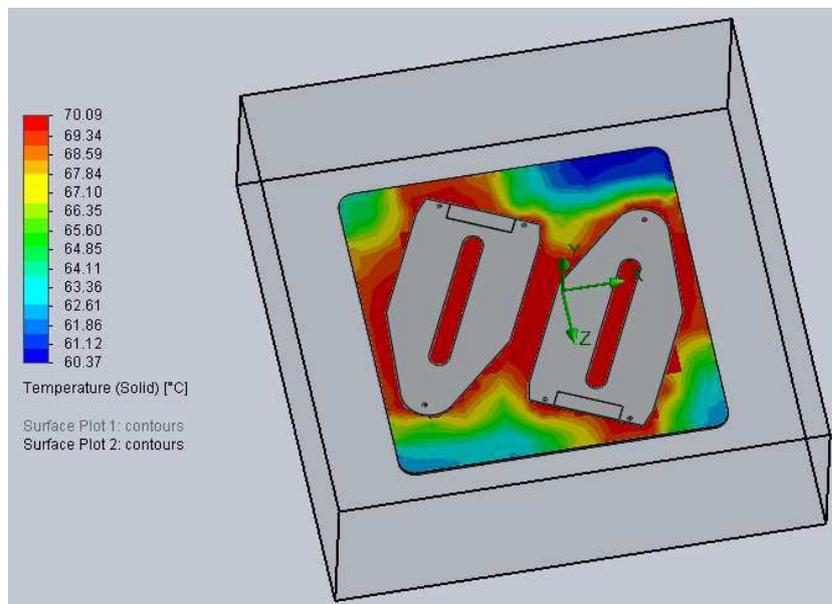
En la simulación 1 (Figura 2.32), con las níquelinas colocadas en el mismo sentido longitudinal y separadas por una distancia de 36 mm, se obtiene que la temperatura mínima en la plancha de acero inoxidable será de 60,60 °C y con una concentración del calor en la parte central de la misma.



**Figura 2. 32 Distribución térmica - simulación 1**

Fuente: Propia

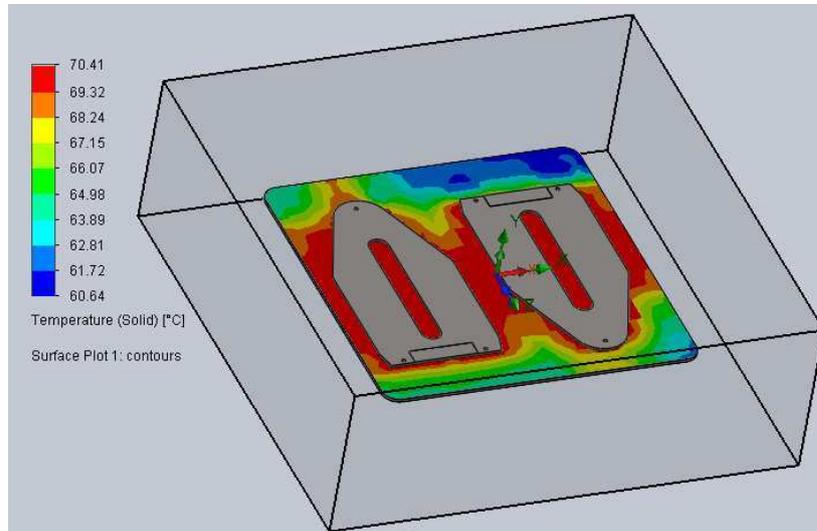
En la simulación 2 (Figura 2.33), las niquelinas se inclinaron ligeramente con el fin de concentrar el calor en un área mayor a la primera simulación, sin embargo la temperatura más baja en la placa disminuye.



**Figura 2. 33 Distribución térmica - simulación 2**

Fuente: Propia

En la simulación 3 (Figura 2.34), las niquelinas se colocaron en sentido contrario para disminuir las zonas de menor temperatura en los bordes de la placa, y se obtuvo una temperatura inferior máxima de 60,64.



**Figura 2. 34 Distribución térmica - simulación 3**

Fuente: Propia

Los resultados obtenidos de las diferentes simulaciones térmicas no presentan diferencias significativas entre las distintas configuraciones de las niquelinas, por lo que para la construcción del sistema de calentamiento sería apropiado cualquiera de las 3 localizaciones de las niquelinas en las planchas de acero inoxidable. Se ha optado por la configuración 1 que presenta mayor facilidad en el cableado eléctrico.

### 2.7.3.3. Cálculo de potencia.

Para obtener la carga necesaria se hace uso de la ecuación [2.23] y la expresión:

$$\rho_a = \frac{m_a}{v_a}$$

Donde:

$\rho_a$ : Densidad del acero.

$m_a$ : Masa de la placa de calentamiento.

$v_a$ : Volumen de la placa de calentamiento.

Sabiendo que:

$$\rho = 7850 \frac{Kg}{m^3}$$

$$v = 0,00008 m^3$$

$$C = 0,46 \frac{KJ}{Kg \text{ } ^\circ K}$$

$$\Delta T = 55 \text{ } ^\circ K$$

$$t = 40 s$$

Se obtiene el valor de la potencia de las placas de calentamiento:

$$Q = 396,73 W$$

## **2.8. DISEÑO DEL SISTEMA ELÉCTRICO Y DE CONTROL.**

### **2.8.1. DISEÑO DEL SISTEMA ELÉCTRICO**

El sistema eléctrico es la parte del equipo que alimenta y maneja elementos tanto de control tales como los controladores de temperatura electrónicos, así como la parte de potencia que involucra el accionamiento de la bomba de vacío y el sistema de refrigeración, para el funcionamiento adecuado de la máquina y el desarrollo en general del proceso de liofilización. En sí, constituye una parte fundamental para la construcción del equipo liofilizador y por tal, debe estar compuesta de los elementos adecuados para evitar algún tipo de accidente o daño de los elementos que componen la máquina.

### **2.8.1.1. Establecimiento de parámetros previos de diseño.**

El sistema eléctrico tiene como funciones principales: proteger al equipo y al resto de elementos que se encuentren externos al mismo mediante breakers o interruptores termomagnéticos en caso de cortocircuito o sobrecorriente, alimentar los actuadores eléctricos del equipo mediante un circuito de potencia y finalmente, indicar el estado de los elementos actuadores mediante luces piloto y elementos electrónicos mediante un circuito de control.

#### **2.8.1.1.1. Breaker o interruptor termomagnético**

El interruptor termomagnético es un dispositivo de protección que trabaja mediante dos tipos de acción como su nombre lo define: una acción térmica producida por un calentamiento mediante el efecto Joule a una placa bimetálica en su interior que al pasar un umbral preestablecido por el fabricante y variando según la capacidad de corriente del breaker, dispara el resorte que se encuentra dentro abriendo así el circuito que se encuentre conectado a este elemento, sucediendo este efecto en sobrecorrientes. Y por otro lado, la acción magnética que se activa cuando ocurre un cortocircuito, el cual hace que una corriente elevada circule por un electroimán interno del interruptor disparando inmediatamente el resorte, abriendo así este elemento de protección. La diferencia entre estos tipos de acción es el tiempo de respuesta y la intensidad de corriente para activar cada uno.



**Figura 2. 35 Breaker de dos polos marca Schneider**

Fuente: Propia

Existen interruptores de varias capacidades, basándose en la corriente nominal del circuito en el cual se esté trabajando, así como una variedad en cuanto al número de polos que presente este elemento de protección. El número de polos representa el número de contactos que presente el breaker para su conexión y la selección de este parámetro depende del número de fases que presente el sistema y el tipo de protección que se desee brindar, como puede ser: solamente fase (1 polo), o fase más neutro (2 polos), sistema trifásico (3 polos).

#### 2.8.1.1.2. Temporizador

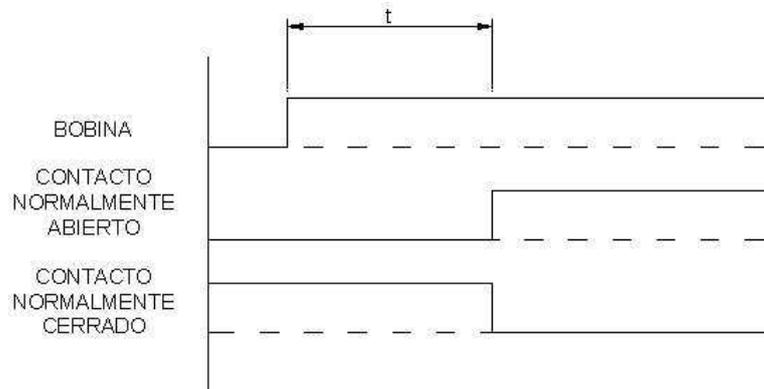
Es un elemento de control que realiza alguna acción en sus contactos después de haber transcurrido un tiempo establecido por el operador dependiendo de su tipo, mediante la activación de una bobina.



**Figura 2. 36 Temporizador on delay marca Camsco**

Fuente: Propia

Existen contactores: On delay, que altera el estado de sus contactos (los normalmente abiertos se cierran y los normalmente cerrados se abren) después del tiempo transcurrido y Off delay, que altera el estado de sus contactos durante el tiempo establecido por el operador y una vez transcurrido el tiempo los contactos regresan a su posición natural.



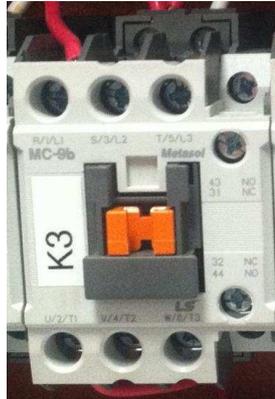
**Figura 2. 37 Comportamiento de un temporizador on delay**

Fuente: Propia

### 2.8.1.1.3. Contactor

Es un interruptor de fuerza accionado por una bobina que actúa como electroimán de sus contactos. Se compone también de contactos auxiliares que pueden utilizarse dentro del circuito de control por lo que sus capacidades de

corriente son menores. El contactor generalmente tiene 3 polos para conexiones trifásicas.



**Figura 2. 38 Contactor trifásico marca LG**

Fuente: Propia

### **2.8.1.2. Selección de componentes para el sistema eléctrico**

La selección apropiada de los componentes del sistema eléctrico es importante para su funcionamiento, sobre todo los valores de corriente permitidos por los diferentes elementos que se utilizará resultan primordiales para evitar cualquier tipo de percance dentro del equipo.

#### **2.8.1.2.1. Selección de interruptores termomagnéticos**

Para la selección de los interruptores termomagnéticos se debe diferenciar las dos partes principales del circuito eléctrico: el circuito de control y el circuito de potencia.

Para el circuito de control, la corriente de consumo es baja, los elementos que van a utilizarse dentro del sistema serán luces piloto led, los controladores de temperatura electrónicos y las bobinas tanto de los temporizadores como de los contactores que no representan una carga alta, estimando los valores de consumo de cada elemento se tiene una corriente de:

**Tabla 2. 9 Datos consignados del circuito de control**

Elemento	Carga unitaria (A)	Cantidad	Carga total (A)
Luces piloto led	0,028	5	0,14
Controladores de temperatura	0,228	2	0,456
Temporizador	0,045	2	0,09
Contactador	0,09	4	0,36
		<b>TOTAL</b>	1,046

Por lo que se concluye que un breaker con una corriente nominal superior a 2A y según los valores estandarizados de los fabricantes (existen varias opciones) estarían adecuados para protección del sistema de control.

Para el sistema eléctrico de potencia, la corriente asciende debido a que se manejarán el encendido de elementos más potentes como la bomba de vacío y el sistema de refrigeración, por lo que es mandatorio el uso de un interruptor de mayor capacidad nominal. La tabla 2.10 indica la corriente aproximada de consumo para el circuito de potencia:

**Tabla 2. 10 Datos consignados del circuito de potencia**

Elemento	Carga unitaria (A)	Cantidad	Carga total (A)
Bomba de vacío	3,6	1	3,6
Sistema de Refrigeración	7,5	1	7,5
Niquelinas	0,16	6	0,96
		<b>TOTAL</b>	12,06

Un interruptor de corriente nominal superior de aproximadamente 20A sería suficiente para la protección del sistema de potencia de la máquina.

#### 2.8.1.2.2. Selección de temporizadores

Los temporizadores se encargan de manejar los tiempos de operación tanto del sistema en general como de la activación de las níquelinas después de la primera hora de operación del equipo, y sus contactos energizan las bobinas de los contactores por lo que su funcionamiento está enteramente en el circuito de control, donde la corriente no es superior a 1A. Un temporizador con capacidad mayor a 3A (por seguridad) es suficiente para este circuito.

#### 2.8.1.2.3. Selección de contactores

Los contactores regulan el accionamiento de los actuadores del sistema y por ende, manejan corrientes mayores. Para la selección adecuada de estos elementos, en base a la Tabla 2.10, la corriente más alta que se manejará en el circuito será de 12A aproximadamente, con esto se define que un contactor con una capacidad de corriente de 20A es suficiente para el manejo de cualquier elemento de potencia para la equipo liofilizador.

### **2.8.2. DISEÑO DEL SISTEMA DE CONTROL**

Un sistema de control está definido como un conjunto de componentes que pueden regular su propia conducta o la de otro sistema con el fin de lograr un funcionamiento predeterminado, de modo que se reduzcan las probabilidades de fallos y se obtengan los resultados buscados.

El sistema de control opera, en general, con magnitudes de baja potencia, llamadas generalmente señales, y gobiernan unos accionamientos que son los que realmente modulan la potencia entregada a la planta.

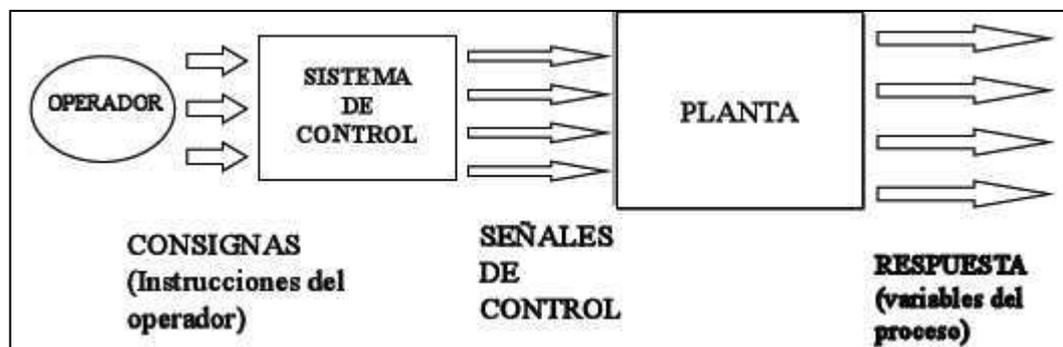
El tener un sistema de control implica la manipulación de las magnitudes de un sistema llamado planta, a través de otro sistema llamado control.

**Planta.-** Es el proceso que se desea controlar (manipular y/o visualizar sus magnitudes). Se lo realiza variando su comportamiento hasta conseguir los requisitos necesarios.

**Sistema de control.-** Es el sistema encargado de actuar sobre el proceso.

**Operador.-** Encargado de fijar las consignas.

**Cuadro 2. 18 Diagrama de Bloques del Sistema de Control.**



Fuente: GIL. A. Autómatas y Sistemas de Control, Introducción al control industrial. División de ingeniería de sistemas y automática. p.4

Son muchos los procesos y máquinas industriales que requieren control, ya sea humano o automático. Por factores de seguridad se procura evitar el contacto directo del operador con el proceso

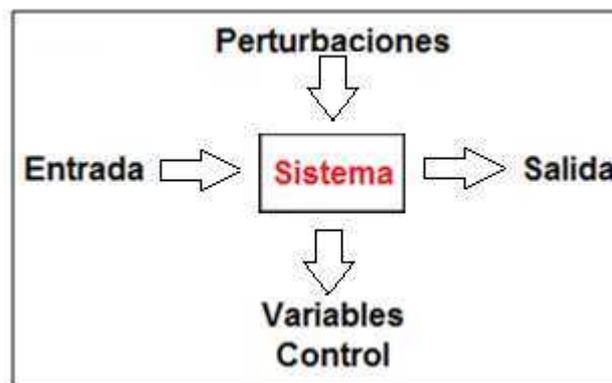
### **2.8.2.1. Consideraciones de parámetros previos de diseño.**

Para el diseño del sistema de control se debe tomar en cuenta el ambiente en el que va a operar, los parámetros que están inmersos en el proceso y la topología del control.

#### 2.8.2.1.1. Ambiente

Es el medio en el que va a operar el sistema de control. Por el hecho de estar en condiciones de vacío, los elementos a utilizar deben acoplarse y rendir adecuadamente según las necesidades del procesos y del operario.

**Cuadro 2. 19 Parámetros del Sistema.**



Fuente: Propia

#### 2.8.2.1.2. Variable de entrada

Indica lo que debe hacer el sistema. Puede llevarse a cabo mediante un accionamiento manual o automático (electrónico o mecánico).

#### 2.8.2.1.3. Variable de salida

Es el efecto producido por el sistema y es presentado al operador para llevar un registro, controlar el proceso y tomar las medidas necesarias de seguridad en caso de presentarse algún inconveniente

#### 2.8.2.1.4. Perturbaciones

Son variables ajenas al sistema pero que pueden influir en su funcionamiento y no se puede controlar. Si la perturbación se genera dentro del sistema, se la denomina perturbación interna, caso contrario la perturbación es externa.

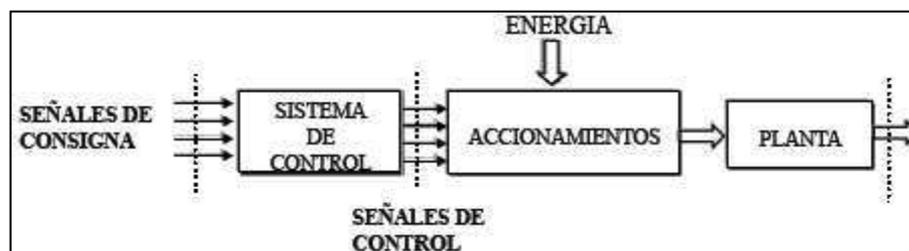
#### 2.8.2.1.5. Variables de control

Son variables internas del sistema que se emplean para su funcionamiento.

#### 2.8.2.1.6. Topología

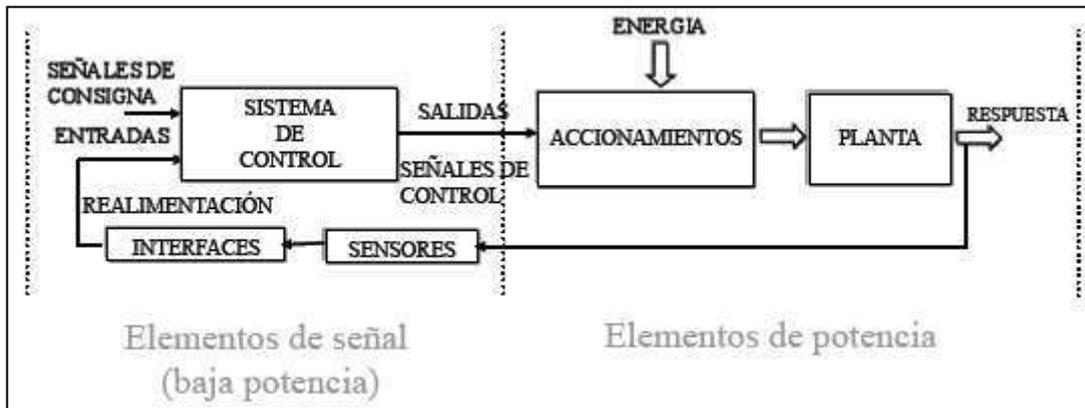
Existen dos tipos de lazos que se suelen implementar en los procesos. El control de lazo abierto no recibe información del comportamiento de la planta (cuadro 2.21). La mayoría de los procesos industriales son estables a lazo abierto, es decir, son estables cuando no forman parte de un circuito de control por retroalimentación; esto equivale a decir que la mayoría de los procesos son autorregulables, o sea, la salida se mueve de un estado estable a otro, debido a los cambios en las señales de entrada. En el control de lazo cerrado existe una realimentación a través de los sensores desde la planta hacia el sistema de control (cuadro 2.22). La información sobre la variable controlada se vuelve a alimentar como base para controlar una variable del proceso.

**Cuadro 2. 20 Control de lazo abierto.**



Fuente: GIL. A. Autómatas y Sistemas de Control, Introducción al control industrial. División de ingeniería de sistemas y automática. p.53

**Cuadro 2. 21 Control de lazo cerrado.**



Fuente: GIL. A. Autómatas y Sistemas de Control, Introducción al control industrial. División de ingeniería de sistemas y automática. p.54

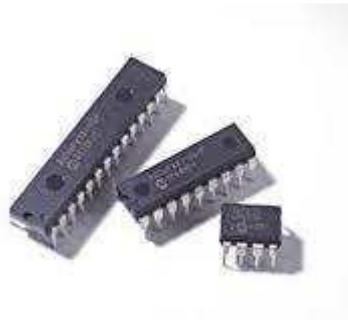
### 2.8.2.2. Selección del control.

Para la interacción entre la cámara y el operador es necesario un medio que brinde la información necesaria. Para ello se ha planteado tres opciones:

- Microcontrolador.
- Control Lógico Programable PLC.
- Controladores electrónicos.

#### 2.8.2.2.1. Microcontrolador.

Un microcontrolador es un circuito integrado con memoria programable, interfaces de entrada y salida y otros dispositivos como temporizadores. Las conexiones de entrada y salida se agrupan en unidades denominadas puertos. Está compuesto de varios bloques funcionales que cumplen tareas específicas.



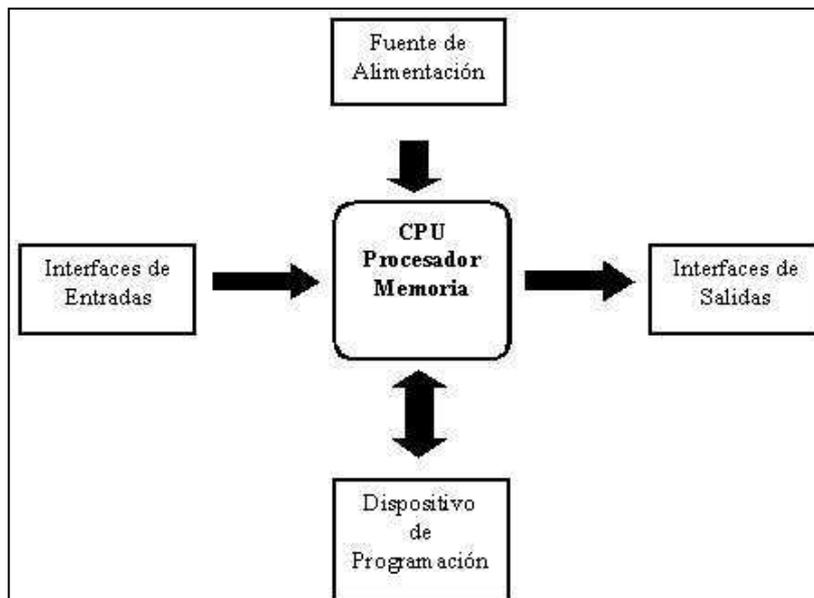
**Figura 2. 39 Microcontroladores.**

Fuente: <http://www.cnt.cl/pro/index.php/component/>, Nuevo taller de microcontroladores

#### 2.8.2.2.2. Control Lógico Programable (PLC).

Es un dispositivo electrónico digital que usa una memoria programable para guardar instrucciones y llevar a cabo funciones lógicas, de configuración secuencial para el control de maquinaria y procesos.

**Cuadro 2. 22 Estructura de PLCs.**



Fuente: [www.profesores.frc.utn.edu.ar/industrial/sistemasinteligentes/UT3/plc/PLC.html](http://www.profesores.frc.utn.edu.ar/industrial/sistemasinteligentes/UT3/plc/PLC.html), Controladores Lógicos Programables, español

Los dispositivos de entrada y de salida se conectan al PLC, de esta manera el control las monitorea de acuerdo con el programa diseñado por el operador y grabado en la memoria.

#### 2.8.2.2.3. Controladores electrónicos.

Son instrumentos digitales que tienen aplicaciones específicas. Son utilizados en sistemas de refrigeración, congelación y calefacción para llevar un control preciso de los parámetros involucrados en el proceso.



**Figura 2. 40 Controlador de temperatura Full Gauge MT-512Ri plus.**

Fuente: <http://www.vancontrols.com/shop/category.asp?catid=131>, Productos, Controlador de temperatura, español

Para seleccionar el control que mejor se adapte al proyecto es necesario establecer los criterios que permitan evaluar cada una de las alternativas:

- Costos.
- Versatilidad (capacidad de expansión).
- Facilidad de instalación.
- Facilidad de uso y mantenimiento.
- Comunicación con el PC.

En base a los criterios, se realiza la siguiente relación de ponderación:

- 3 Puntos: Primera opción.
- 2 Puntos: Segunda intermedia.
- 1 Punto: Última opción.

El control que obtenga la mayor cantidad de puntos, será la opción que mejor se acople al sistema.

**Tabla 2. 11 Ponderación de los criterios y controles.**

CONTROL\CRITERIO	Costo	Versatilidad	Facilidad de Instalación	Facilidad de uso Y mantenimiento	Comunicación con el PC	Ponderación
Microcontrolador	3	1	1	1	1	7
PLC	1	3	2	2	3	11
Controlador digital	2	2	3	3	2	12

Fuente: Propia

Como se puede observar en la tabla 2.7, el uso de controladores digitales presenta mayores beneficios.

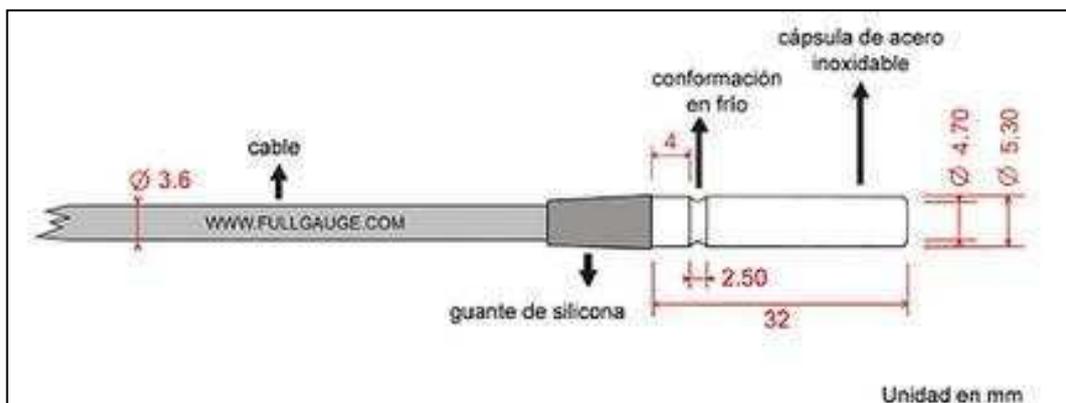
### **2.8.2.3. Selección de sensores de temperatura.**

La temperatura es la medida o cantidad de calor que contiene una sustancia. Los valores de la temperatura son en ocasiones ocupados para describir, cuanto calor o frío tiene un fluido en un proceso.

El sensor de temperatura utilizado es desarrollado y producido por la Full Gauge Controls para uso exclusivo en sus instrumentos digitales. Son modelos de sensores para las más diversas aplicaciones, los cuales cubren una faja de operación amplia que va desde -50°C (frecuentemente encontrada en la superficie del evaporador, donde también son instalados los sensores) a

+200°C. Resistente al agua y a las bruscas variaciones de temperatura que ocurren durante las etapas de refrigeración y deshielo, es revestido por cápsula de acero inoxidable con conformación de fondo esférico a frío sobre funda de silicona, lo que proporciona total estanqueidad, así como ofrece robustez y protección contra radiaciones. Es know-how y confiabilidad acumulados a lo largo de 25 años posibilitando a Full Gauge Controls ofrecer al mercado productos exclusivos y de alta performance.

**Cuadro 2. 23 Sensor de temperatura Full Gauge.**



Fuente: <http://www.fullgauge.com/es/es/accesorios.asp>, accesorios, español

#### 2.8.2.4. Selección de sensores de presión.

Para la medición del vacío se puede utilizar instrumentos con rangos de mediciones desde  $1 \times 10^{-1}$  torr hasta  $2 \times 10^{-11}$  torr, dependiendo de la escala y exactitud que se requiera en la aplicación.

En el mercado hay unidades de control con display con posibilidad de control de hasta 12 transductores simultáneamente. Estos componentes tienen una medición precisa, con fácil expansión, reconfiguración y comunicación serie.

Por todas las ventajas y si exactitud en la lectura, el costo es elevado y difícil de adquirir. El factor económico es crítico y tiene un peso significativo al momento de diseñar y construir un equipo, por ello se ha optado por utilizar un

vacuómetro, cuya medición se encuentra en pulgadas de mercurio y sirve para tener la referencia de vacío en el sistema.

La medición del vacuómetro se fundamenta en el principio de funcionamiento del muelle Bourdon. Un extremo del muelle, realizado a partir de tubos perfilados de una aleación especial de cobre, es soldado al perno roscado del vacuómetro, formando con este un único cuerpo; el otro extremo cerrado, en cambio, es liberado. Al aumentar la depresión o la presión en su interior, el muelle tiende a deformarse, modificando su posición original (efecto Bourdon). El movimiento del extremo libre del muelle determina la depresión-presión.

Para facilitar la lectura, este movimiento es amplificado a través de una palanca de conexión y transmitido al indicador. Todo el conjunto está protegido por una robusta caja metálica, que incluye el cuadrante y el indicador, visibles a través de un cristal.



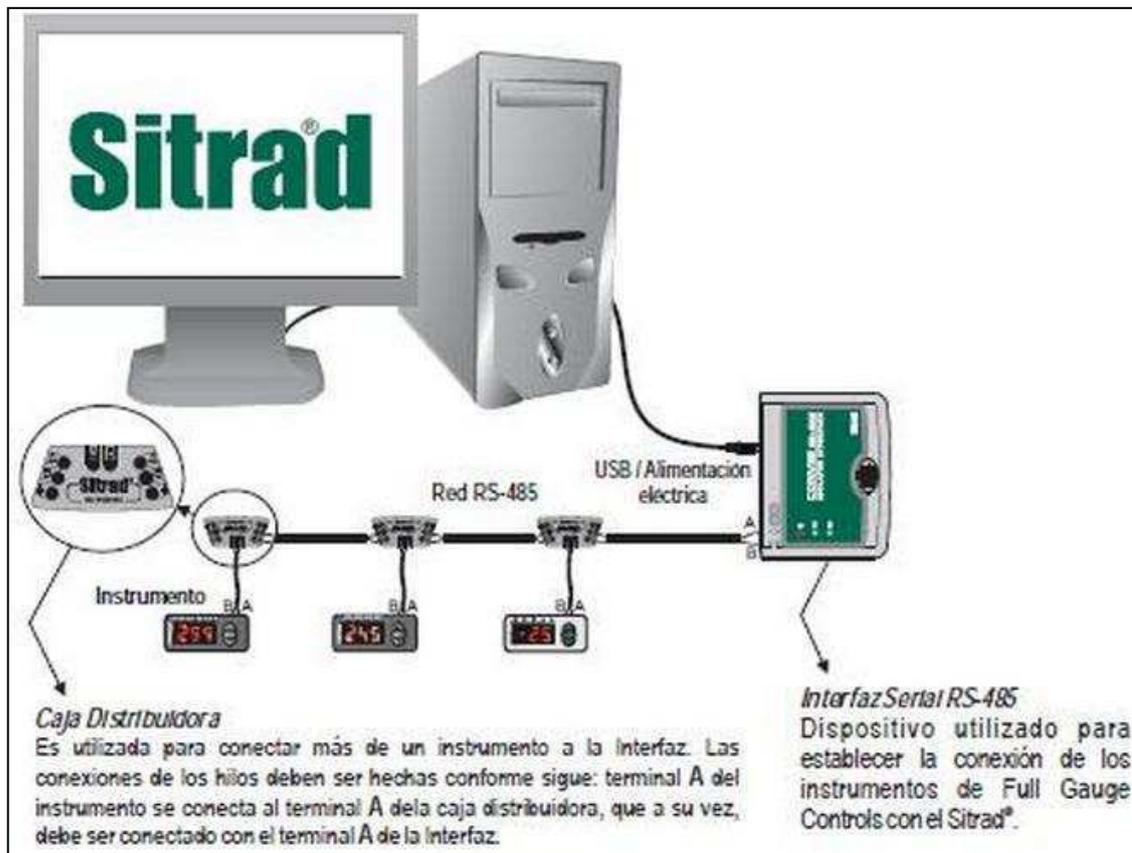
**Figura 2. 40 Vacuómetro.**

Fuente: Propia

### 2.8.2.5. Selección de elementos para comunicación RS-485 con PC.

Dado que los elementos de control utilizados en el proceso son de marca Full Gauge, los elementos de comunicación que son compatibles entre los controladores y la PC también son de la misma marca.

**Cuadro 2. 24 Elementos de comunicación Full Gauge y cableado.**



Fuente: <http://www.x-tronixsrl.com.ar/catalogo/>, Interface Serial Conv32 232-USB/RS485

La interface CONV32 de Full Gauge mediante un puerto USB permite la comunicación a una PC.

La interface realiza la transformación del protocolo utilizado por la PC, al protocolo RS-485 utilizado por los controladores Full Gauge.

La Full Gauge utiliza la red RS-485 para proporcionar mayor robustez y confiabilidad en la comunicación entre sus controladores y el Software Sitrad.

#### 2.8.2.5.1. Especificaciones técnicas.

- Alimentación: A través del puerto USB.
- Temperatura de operación: 0 a 50 °C
- Tres Led's de indicación: uno para indicar que la convertidor está energizado (⏻) y dos que indican transmisión (**TX**) y recepción (**RX**) serial, que permanecen prendidas intermitentemente.
- Un puerto RS-485 para conexión de hasta 32 controladores.

#### 2.8.2.6. Diseño del Sistema electrónico de control.

El MT-512Ri plus es un controlador e indicador de temperatura, con tiempo de duración de los procesos de refrigeración y deshielo configurables. Controla la refrigeración y deshielos por parada de compresor. El controlador posee un sistema inteligente de bloqueo de teclas y permite la desconexión de las funciones de control.

**Tabla 2. 12 Especificaciones Técnicas del Controlador MT-512Ri plus.**

<b>Alimentación:</b>	MT512Ri → 115 ó 230 Vac ± 10% (50/60 Hz)
<b>Temperatura de control:</b>	-50 hasta 75°C / -58 hasta 221 °F
<b>Corriente máxima por salida:</b>	NA → 16(8)A/250Vac 1HP NC → 8A/250Vac
<b>Dimensiones:</b>	71 x 28 x 71 mm
<b>Temperatura de operación:</b>	0 hasta 50 °C / 32 hasta 122 °F
<b>Humedad de operación:</b>	10 hasta 90% HR (sin condensación)
<b>CLASIFICACIÓN ACORDANDO LA NORMA IEC60730-2-9</b>	
<b>Límite de la temperatura de la superficie de la instalación:</b>	50 °C / 122 °F
<b>Tipo de construcción;</b>	Regulador electrónico incorporado
<b>Acción automática:</b>	Tipo 1

<b>Control de contaminación:</b>	Nivel 2
<b>Voltaje de impulso:</b>	1,5 kV
<b>Temperatura para la prueba de la presión de esfera:</b>	75 °C y 125 °C / 167 °F y 257 °F
<b>Insulation:</b>	Class II

Fuente: <http://www.fullgauge.com/es/PDF/MT-512Riplus.pdf>, MT-512Ri plus, español, 2006

### 2.8.3. INTERFAZ HMI PARA CONTROL POR PC.

La interfaz HMI utilizada para el control y visualización es propia de los equipos Full Gauge y se la lleva a cabo bajo el software denominado Sitrad.

Es desarrollado por Full Gauge Controls para administración remota y local de sistemas de refrigeración, calefacción, climatización y calefacción solar.

The screenshot shows the Sitrad HMI interface for the MT-512 Ri plus controller. The interface is divided into several sections:

- Status:** Refrigeración
- Alarmas:** Virtual (checked), 1 - Sensor desconectado
- TEMPERATURA (°C):** 61.5
- Timer (hh:mm):** 0:00
- SALIDAS:** REFRIG (red indicator), DEFROST (grey indicator)
- Temperatura de Control:** 60.0 °C
- Diferencial de Control:** 0.5 °C
- MT-512 Ri plus Sitrad:** Logo and image of the equipment.
- Unidad en realce:** Niquelinas
- Statistics:** Catastrados: 2, En Operación: 2, Mantenimiento: 0
- Buttons:** Parámetros, Inv Status, Historial, Agenda, Interrumpir
- Table:**

Direc	Descripción	Temper.	Refrig	Defrost	Timer	Alarmas	Status	SetPoint	Difer
001	Niquelinas	61.5	Conec	Desc	01:00	-	Refrigeración	60.0	0.5
002	Producto	-11.4	Conec	Desc	01:00	-	Refrigeración	-42.0	3.0
- System Info:** Espacio libre en (C.): 360.86 GB, Tamaño de la base de datos: 1.66 MB

Figura 2. 41 Interfaz de Sitrad con controlador MT-512Ri plus.

Fuente: Propia

En base a la imagen 2.34, se visualiza que el sistema es dividido en cinco partes distintas: Menú, Panel de Informaciones, Panel Común, Guías de Modelos y Barra de Estado.

El Menú contiene ítems para acceso a las funcionalidades y para configuración de las opciones del sistema.

El Panel de Informaciones exhibe los datos correspondientes al instrumento seleccionado. Aquí se puede visualizar el estado del equipo, temperatura que registra el sensor, el tiempo de funcionamiento y el punto de setpoint con su respectiva histéresis.

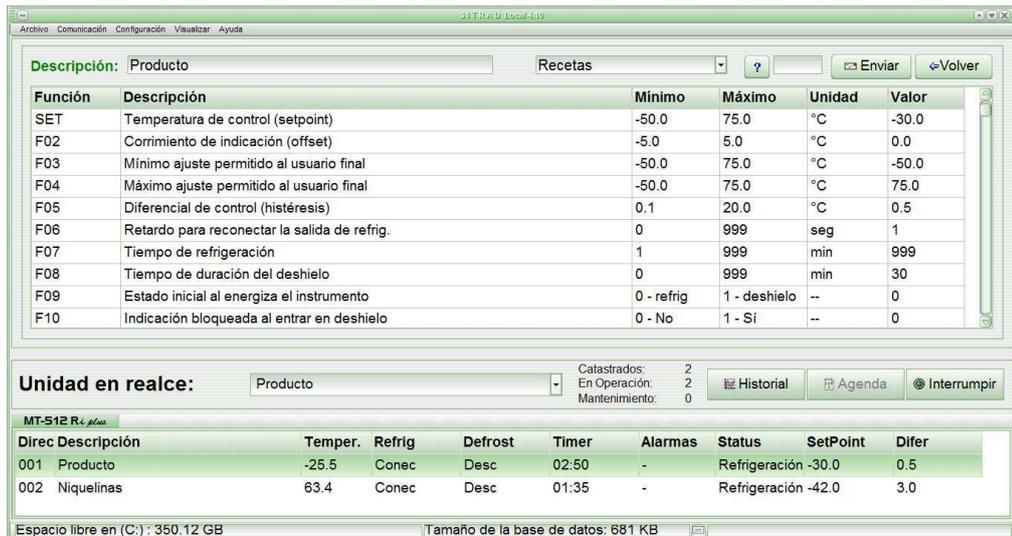
El Panel Común se encuentra debajo del Panel de Informaciones y contiene funciones e informaciones del sistema.

Las Guías de Modelos exhiben las listas de instrumentos registrados con sus respectivas informaciones.

La Barra de Estatus se localiza en la parte inferior de la pantalla y contiene, en el Sitrad Server, la cantidad de espacio libre en la unidad de disco donde el banco de datos está grabado, el tamaño actual del banco de datos y el indicador de alerta de tamaño de archivo, el que indica que este está próximo de alcanzar el tamaño máximo configurado.

#### **2.8.3.1. Establecimiento de parámetros de la interfaz HMI.**

El software Sitrad permite la alteración de los parámetros de control de los instrumentos, tales como límites máximo y mínimo de temperatura y voltaje, tiempo de proceso, entre otros.

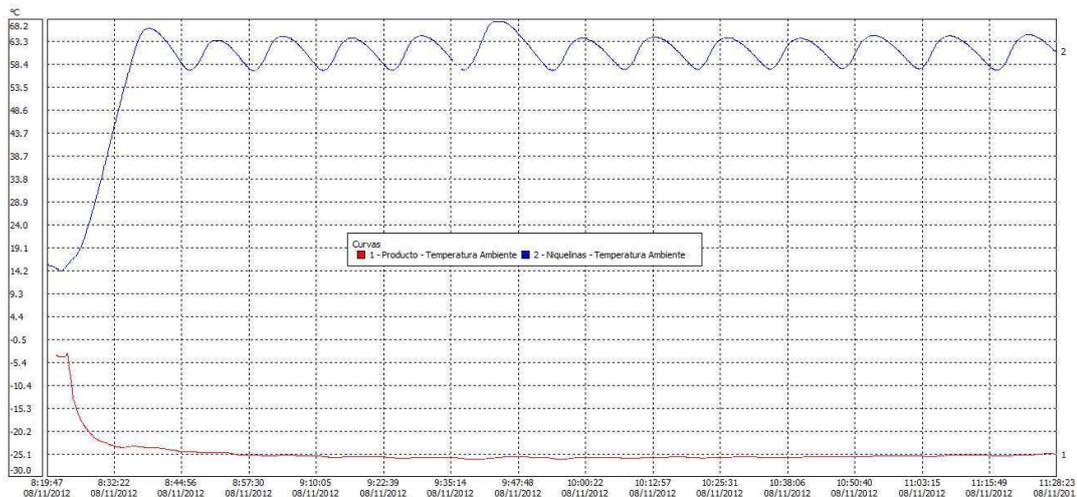


**Figura 2. 42 Ventana de parámetros del controlador MT-512Ri plus.**

Fuente: Propia

En la pantalla de los parámetros del MT-512Ri plus, es posible ajustar todas las funciones y la temperatura de control (setpoint) de los distintos instrumentos. Para ello se realizan varias pruebas hasta alcanzar un punto satisfactorio de parámetros, cumpliendo los requerimientos del sistema.

Evalúa, controla y almacena datos de temperatura y tiempo, realiza análisis del histórico a través de gráficos e informes, generados a partir de los datos almacenados.



**Figura 2. 43 Informe gráfico a tiempo real Sitrad.**

Fuente: Propia

## Cuadro 2. 25 Informe escrito a tiempo real Sitrad.

Liofilizador de extractos botánicos - Informe de Supervisión - Resumen	
MT-512Ri plus - Niquelinas	
Período de supervisión: 08/11/2012 8:19:47 hasta 08/11/2012 11:32:59	
Temp Ambiente: Mínimo = 14.3 °C    Máximo = 68.2 °C    Mediano = 59.3 °C Desviación estándar = 10.2 °C    Coeficiente de variación = 17.2%.	
REFRIG: Tiempo conectado = 03h11m34s; Tiempo desconectado = 00h00m17s. DEFROST: Tiempo conectado = 00h00m00s; Tiempo desconectado = 03h11m51s. Tiempo en Refrigeración: 03h11m51s	
Tiempo sin supervisión: 00h01m20s	

Fuente: Propia

Parte fundamental del control es tener avisos de las alarmas. En caso de que exista algún daño, cortocircuito, abierto o incluso, que la temperatura está fuera del rango, existen avisos sonoros y visuales, los cuales se pueden modificar dependiendo de los requerimientos.



Figura 2. 44 Alarma de temperatura baja.

Fuente: Propia

### 2.8.3.2. Programación de recetas de la interfaz HMI.

Una receta comprende los parámetros de un modelo de instrumento. El usuario podrá configurar los valores de las funciones de un modelo de instrumento de la forma que desee.

Utilizando la función receta, el usuario podrá modificar los parámetros de los instrumentos de una forma más rápida. Creando recetas para las configuraciones que son utilizadas frecuentemente, el usuario podrá alterar todas las funciones de un instrumento en pocos segundos, al contrario de configurar cada función individualmente.



**Figura 2. 45 Ventana de editor de recetas.**

Fuente: Propia

Para crear una receta se debe realizar lo siguiente:

1. Haga clic en el botón Abrir en la barra de herramientas o incluso, en el ítem del menú Archivo y después en Abrir.
2. Informe un nombre para la nueva receta en el campo Nombre.
3. Seleccione el modelo deseado en la caja combinada Modelo.

4. Configure los parámetros del modelo del instrumento elegido.
5. Después de ajustar los valores deseados, haga clic en el botón Guardar en la barra de herramienta para agregar esta receta a la lista de recetas registradas.

Se pueden realizar infinidad de recetas dependiendo de los requerimientos del usuario. El envío de una receta para el instrumento es realizado por el sistema Sitrad.

Función	Descripción	Máximo	Unidad	Valor	
SET	Temperatura de control (setpoint)	75.0	°C	-30.0	
F02	Corrimiento de indicación (offset)	-5.0	°C	0.0	
F03	Mínimo ajuste permitido al usuario final	-50.0	°C	-50.0	
F04	Máximo ajuste permitido al usuario final	-50.0	°C	75.0	
F05	Diferencial de control (histéresis)	0.1	°C	0.5	
F06	Retardo para reconectar la salida de refrigeración	0	seg	1	
F07	Tiempo de refrigeración	1	min	999	
F08	Tiempo de duración del deshielo	0	min	30	
F09	Estado inicial al energiza el instrumento	0 - refrigeración	1 - deshielo	--	0
F10	Indicación bloqueada al entrar en deshielo	0 - No	1 - Sí	--	0

**Figura 2. 46 Selección de recetas.**

Fuente: Propia

Al entrar en los parámetros de un instrumento, automáticamente será listado en una caja combinada todas las recetas pertenecientes al modelo tratado.

# **CAPÍTULO 3**

## **CONSTRUCCIÓN Y MONTAJE DEL EQUIPO**

### **HIDROSOLUBILIZADOR**

#### **3.1 FABRICACIÓN DE LA CÁMARA DE LIOFILIZACIÓN Y MESA DE SOPORTE.**

Para la fabricación del cuerpo y la cabeza de la cámara se debe adquirir el material adecuado. Para ello se realizó una búsqueda exhaustiva en chatarrerías de distintas piezas como la tapa del cilindro, ya que económicamente representa un beneficio considerable.

La estructura de la mesa de soporte se realizó en base a perfiles cuadrados de acero al carbono y planchas del mismo material para recubrir los dos niveles de la estantería, consiguiendo de esta manera utilizar un material resistente y económico para la aplicación.

Durante la elaboración de todos los elementos que componen la máquina, es necesaria la combinación de varios procesos de manufactura para obtener buenas características y un acabado estéticamente agradable. Estos procesos de manufactura se llevan a cabo mediante maquinaria especializada dentro de un taller con la seguridad adecuada y manipulada por un personal correctamente capacitado para las tareas.

##### **3.1.1 PROCESO DE CORTE.**

El proceso de corte se realizó con una cizalla NIAGRA para láminas (Figura 3.1) que permite obtener un acabado preciso y agilidad en el proceso.

Entre las varias aplicaciones de este proceso durante la construcción del equipo se tiene a las planchas de acero inoxidable 304 que conforman el cuerpo del cilindro, las placas de calentamiento y los ductos de ventilación para la bomba de vacío.



**Figura 3. 1 Cortadora NIAGRA.**

Fuente: Propia

### **3.1.2 PROCESO DE BAROLADO.**

Con la longitud obtenida se procedió a realizar el proceso de barolado y formar el perímetro deseado del cuerpo. El proceso de barolado se realiza con un máquina roladora (Figura 3.2) compuesta de un juego de rodillos regulables que forman el arco deseado mediante un continuo paso de la plancha por los mismos, y paulatinamente regulados por el operador hasta obtener el diámetro deseado.



**Figura 3. 2 Roladora**

Fuente: Propia

### **3.1.3 PROCESO DE DOBLADO.**

El proceso de doblado es importante para la elaboración de piezas con ángulos definidos, por lo que se utilizó para la construcción de algunos componentes dentro de la máquina liofilizadora como las bandejas contenedoras del producto, los ductos para la ventilación de la bomba de vacío y las agarraderas de la tapa del cilindro.



**Figura 3. 3 Dobladora NIAGRA.**

Fuente: Propia

### **3.1.4 PROCESO DE OXICORTE.**

Las bridas del cuerpo como de la cabeza, son el medio de cierre para mantener la hermeticidad del sistema. Debido a su espesor considerable, se usó el proceso de oxicorte para obtener la forma necesaria. Este proceso se realiza mediante el calentamiento de la plancha de hierro que se desea cortar a elevadas temperaturas, y posteriormente mediante una corriente de oxígeno a presión se moldea la forma deseada para la pieza. El proceso de oxicorte no ofrece un buen acabado al material, se obtienen irregularidades cerca de donde se devastó la pieza, por lo que es necesario a continuación realizar un pulido de la misma.



**Figura 3. 4 Oxicorte en forma de brida.**

Fuente: <http://www.artinaid.com/2012/11/el-oxicorte/>, El oxicorte, español, 2012

### **3.1.5 PROCESO DE TORNEADO Y RECTIFICADO.**

Para eliminar imperfecciones, y mantener una superficie regular, las caras de contacto de las bridas se sujetan a los procesos de torneado y rectificado.

De igual manera para la elaboración del canal del o-ring es necesario el proceso de torneado.

Este proceso involucra bastante precisión por parte de la máquina y tarda en obtener resultados satisfactorios ya que el devastado de la cara rectificada es continuamente regulado por parte del operador hasta que la pieza esté completamente uniforme.



**Figura 3. 5 Brida en proceso de torneado.**

Fuente: Propia

### **3.1.6 PROCESO DE PERFORACIÓN.**

El proceso de perforación es necesario en varios puntos de la manufactura de la máquina, este se realizó por medio de taladros móviles y taladros de banco. Para acoplar el sistema de refrigeración a la cámara, es necesario realizar dos perforaciones con el fin de que el serpentín del evaporador ingrese y salga de nuevo para continuar con el ciclo de extracción de calor dentro del cilindro. Además, con el fin de lograr la sujeción de las bridas, se realizó la perforación de ocho puntos para empernar.



**Figura 3. 6 Perforación para el acople del evaporador**

Fuente: Propia

### **3.1.7 PROCESO DE SOLDADURA.**

Debido al material con el que se ha trabajado, este proceso se ha realizado con la suelda TIG, cuya ventaja es la obtención de cordones más resistentes, más dúctiles y menos sensibles a la corrosión.

El sistema TIG es un sistema de soldadura al arco con protección gaseosa, en el que se produce un gran calor entre un electrodo de tungsteno y la pieza a soldar, donde puede utilizarse o no metal de aporte.

La soldadura TIG fue ampliamente utilizada en la elaboración de la máquina, tanto para unir todas las piezas del cilindro, soldar las paredes de las bandejas

contenedoras, y todos los acoples que se utilizaron para la toma de la bomba de vacío y la fijación del sistema de refrigeración a la cámara de evaporación.



**Figura 3. 7 Soldadora TIG.**

Fuente: Propia



**Figura 3. 8 Suelda del cuerpo interno.**

Fuente: Propia

Para la ruptura del vacío y purga se soldó un acople al fondo del cuerpo interno.



**Figura 3. 9 Suelda del acople para bomba de vacío.**

Fuente: Propia

### **3.1.8 PROCESO DE PINTADO.**

Para tener una mejor presentación se pintó la cámara de vacío tanto en la tapa como en el cuerpo. Antes de ello, se debe limpiar la superficie, eliminando polvos y grasas.



**Figura 3. 10 Limpieza del equipo antes de la pintura**

Fuente: Propia

Se utilizó pintura en aerosol color aluminio para tener un mejor acabado.



**Figura 3. 11 Pintado del equipo**

Fuente: Propia

### **3.1.9 FIJACIÓN A LA MESA.**

En el montaje de la cámara a la mesa, se realizó una perforación para acoplar la tubería de la purga.



**Figura 3. 12 Montaje de la cámara en la mesa.**

Fuente: Propia

Para mantener la estabilidad de la cámara y como medio de aislamiento alterno, se usó en la base silicona gris.



**Figura 3. 13 Superficie de contacto cámara – mesa.**

Fuente: Propia

### **3.2 MONTAJE DEL SISTEMA DE ACOPLAMIENTO PARA LAS MUESTRAS DE LABORATORIO.**



**Figura 3. 14 Fabricación de bandejas.**

Fuente: Propia



**Figura 3. 15 Ensamblaje del portabandejas**

Fuente: Propia

### **3.3 ENSAMBLAJE Y ACOPLAMIENTO DEL SISTEMA DE REFRIGERACIÓN.**

#### **3.3.1. SOLDADURA DE TUBERÍA PARA EL EVAPORADOR.**

Se necesita de acoples para la válvula de expansión y el retorno. Para ello se sueldan dos puntos de tubería.



**Figura 3. 16 Suelda de tuberías.**

Fuente: Propia

#### **3.3.2. MONTAJE DEL EVAPORADOR.**

##### **3.3.2.1. Elaboración del serpentín.**

La tubería de cobre se manipuló para que adopte la forma del cuerpo interno, ocupando 10 metros.



**Figura 3. 17 Manipulación del evaporador.**

Fuente: Propia

### 3.3.2.2. Acoplamiento en la cámara de condensación.

Se ubicó el serpentín de tal forma que embonaran en las tomas la entrada y salida.



**Figura 3. 18 Manipulación del evaporador.**

Fuente: Propia

### 3.3.2.3. Suelda de tomas de entrada y salida.

Para soldar el cobre con el acero se usó la soldadura autógena. Esta es un tipo de soldadura por fusión, en la que la combustión se realiza por la mezcla de acetileno y oxígeno a la salida de una boquilla.



**Figura 3. 19 Suelda de entrada y salida del evaporador.**

Fuente: Propia

### 3.3.3. APLICACIÓN DE AISLAMIENTO.

Una vez instalada toda la tubería interna, se procede a la ubicación del poliuretano tanto en la cámara como en la tapa divisoria del sistema de condensación.



**Figura 3. 20 Poliuretano en la cámara.**

Fuente: Propia



**Figura 3. 21 Poliuretano en la división.**

Fuente: Propia



**Figura 3. 22 Aislante térmico superior de la cámara de condensación**

Fuente: Propia

### **3.3.4. FIJACIÓN DE UNIDAD CONDENSADORA.**

Se empernó la unidad condensadora en la mesa a distancia prudente de la cámara.



**Figura 3. 23 Unidad condensadora CAE2424Z.**

Fuente: Propia

### **3.3.5. MONTAJE DEL FILTRO.**

De la toma de presión alta ubicada en el compresor, se realiza la conexión al filtro con tubería de cobre de 1/4".



**Figura 3. 24 Conexión del filtro.**

Fuente: Propia

### **3.3.6. MONTAJE DEL VISOR LÍQUIDO.**

A continuación del filtro se realiza la conexión del visor d líquido con tubería de cobre de 3/8".



**Figura 3. 25 Conexión del visor líquido.**

Fuente: Propia

### **3.3.7. MONTAJE DE LA VÁLVULA DE EXPANSIÓN.**

A la toma de entrada de la cámara se acopla la válvula de expansión, situando el bulbo a la salida de la misma.



**Figura 3. 26 Ubicación válvula de expansión.**

Fuente: Propia

### **3.3.8. CONEXIÓN EVAPORADOR - COMPRESOR.**

Para la conexión del evaporador con el compresor se usó tubería de 3/8" y suelda de plata.



**Figura 3. 27 Soldadura de tubería de cobre a la salida del evaporador.**

Fuente: Propia



**Figura 3. 28 Conexión de tubería de cobre a la entrada del compresor.**

Fuente: Propia

### **3.4 ACOPLAMIENTO DEL SISTEMA DE VACIADO.**

Para una mejor manipulación se soldó tubería de 1/2" de acero inoxidable con rosca a la base del cuerpo interno. A continuación se acopla a una T de bronce ya que debe tener salida para la válvula de purga y a la bomba de vacío. Para evitar puntos de fuga se usó una solución epóxica. Con ella se asegura la hermeticidad deseada.



**Figura 3. 29 T de bronce acoplada a la cámara de vacío.**

Fuente: Propia

Para romper el vacío se hace uso de una válvula de bola de 1/2" ubicada en la salida de la T de bronce. Para que se puedan unir los dos elementos, se necesita un nepló de 1/2" de bronce.

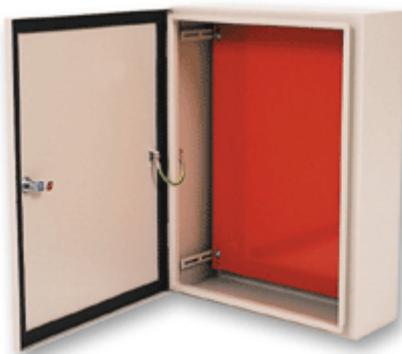


**Figura 3. 30 Válvula de 1/2" ajustada a la T de bronce.**

Fuente: Propia

### **3.5 MONTAJE DEL PANEL ELÉCTRICO Y PANEL DE CONTROL.**

Para el montaje de los elementos de potencia y control se adquirió un tablero de tol de 40 x 40 cm.



**Figura 3. 31 Gabinete de tol 40 x 40cm.**

Fuente: [http://www.ristal.com.ar/html/e\\_gest1.htm](http://www.ristal.com.ar/html/e_gest1.htm), tableros eléctricos, español

Los elementos con los que interactúa el operario deben estar visibles, por ello se procede a realizar las perforaciones respectivas y ubicación de los mismos.

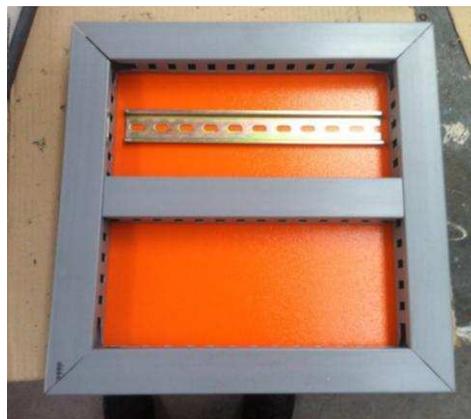


**Figura 3. 32 Gabinete perforado**

Fuente: Propia

El gabinete contiene un doble fondo, en el cual se realiza el montaje de canaletas ranuradas, en las que se ubican todos los cables de manera organizada.

Los elementos de potencia y que no están en contacto con el operario se los sitúa en el doble fondo mediante el montaje de rieles DIN.



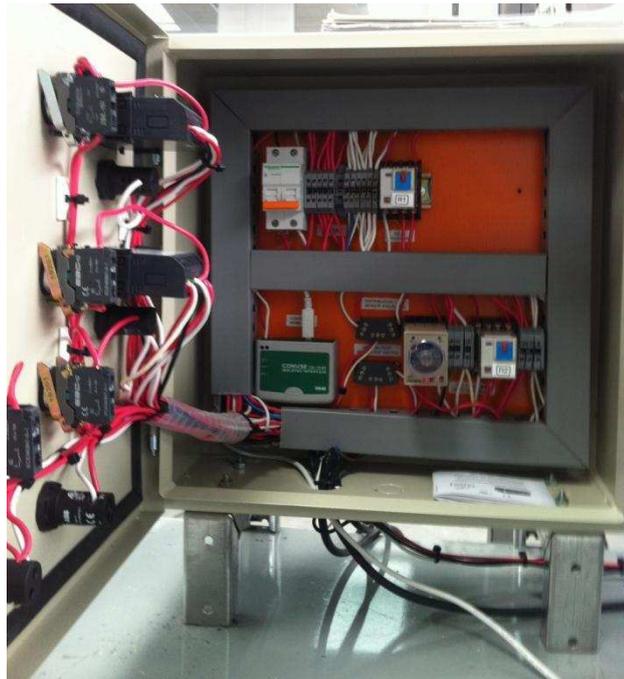
**Figura 3. 33 Ubicación canaletas y rieles DIN**

Fuente: Propia



**Figura 3. 34 Instalación y cableado del sistema eléctrico**

Fuente: Propia



**Figura 3. 35 Presentación final interior del tablero de control**

Fuente: Propia



**Figura 3. 36 Presentación final exterior del tablero de control**

Fuente: Propia



**Figura 3. 37 Ensamblaje final de los elementos de la máquina**

Fuente: Propia

### 3.6 MONTAJE DE LOS SENSORES EN LA ESTRUCTURA.

Para la fijación de los sensores dentro de la cámara se realiza una perforación para ubicar un tubo de 3/8" de acero inoxidable. Por esta tubería van a pasar tanto los sensores como la alimentación de las niquelinas.



**Figura 3. 38 Perforación para tubería de sensores**

Fuente: Propia

Al igual que el cuerpo y el resto de acoples de acero inoxidable, para la tubería de los sensores se usa la suelda TIG.



**Figura 3. 39 Soldadura de tubería para sensores**

Fuente: Propia

El material utilizado para el pasamuros es modificado de acuerdo a la cantidad de cables a usarse, de tal forma que se acople a la tubería sin dejar puntos de fuga.

Al igual que en otras uniones, se usó una solución epóxica junto con abrazaderas para la sujeción y fijación del pasamuros.



**Figura 3. 40 Pasamuros para sensores de temperatura**

Fuente: Propia

### **3.7 AJUSTES Y CORRECCIONES DE POSIBLES ERRORES MECÁNICOS.**

Inicialmente, la toma desde la cámara hasta la bomba de vacío se realiza en un costado del cuerpo mediante una tubería de acero inoxidable de 1/4", a la cual se suelda una válvula de carga de la misma medida. Esto se realiza debido a que la toma inicial de la bomba era de similares características que la válvula de carga. Además inicialmente en la base de la cámara únicamente estaba realizado el acople para la purga de ruptura de vacío.

De acuerdo a pruebas de succión de la bomba, el flujo alcanzado no era el óptimo. Esto fue debido a las dimensiones de la toma hacia la bomba, y en especial por la ubicación cercana al serpentín, ya que es obstruido el flujo de aire tanto por él, como por la escarcha que produce.



**Figura 3. 41 Conexión inicial cámara - bomba de vacío**

Fuente: Propia

Como corrección, el acople de la purga situado en la base de la cámara se utiliza a la vez como punto de succión de la bomba, aprovechando así la tubería existente y la dimensión más amplia ya que es tubería de 1/2". De este modo se descarta la posibilidad de obstrucción por la escarcha, y el flujo de aire aumenta.

Para mejorar el flujo de aire, también se modificó la unión de la bomba con la nueva manguera, acoplado un neplo de 1/2".



**Figura 3. 42 Conexión final cámara - bomba de vacío**

Fuente: Propia

En las uniones que no son fijas, pese a usar teflón, presentó pequeñas fugas de aire, que provocaban ineficiencia en el proceso ya que no se obtenía el vacío deseado.



**Figura 3. 43 Punto de fuga en unión móvil**

Fuente: Propia

Para corregir ese defecto, se utiliza silicona de vacío junto a una solución epóxica.



**Figura 3. 44 Solución epóxica y silicona en unión movable.**

Fuente: Propia

Para la medición de la presión se utiliza un vacuómetro, el cual inicialmente era de marca Winter, con rosca npt. Para acoplarlo a la cámara se usó una unión no adecuada ya que contaba con rosca recta, con lo que produjo mala manipulación del instrumento y por ende las mediciones no eran confiables.



**Figura 3. 45 Acople hexagonal para vacuómetro**

Fuente: Propia

Para corregir la falla, se retira el acople hexagonal y se suelda un acople npt, que embone de correcta forma con el nuevo vacuómetro.



**Figura 3. 46 Acople NPT junto a vacuómetro final**

Fuente: Propia

## **CAPITULO 4**

### **PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO Y OPERACIÓN**

#### **4.1. PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO DEL SISTEMA MECÁNICO.**

Durante el proceso de manufactura de la cámara de liofilización puede ser que se produzcan imperfecciones en el acabado que repercutan en el funcionamiento final del equipo, como pueden ser: fugas en las costuras, deformaciones por calor en las bridas, imperfecciones en el O-Ring, etc., es por eso que se debe someter a ensayos no destructivos y pruebas de funcionamiento para verificar el desempeño de la estructura.

##### **4.1.1. PRUEBA DE HERMETICIDAD.**

La hermeticidad de un tanque a presión sea interna o externa, es comprobada mediante algunos ensayos no destructivos basándose en diferentes principios físicos. Los ensayos de tintas penetrantes y de hermeticidad por aire comprimido son ensayos económicos y fiables para determinar la estanqueidad de la cámara asegurando así la generación de un vacío propicio para el desarrollo del proceso de deshidratación.

##### **4.1.1.1. Ensayo de tintas penetrantes**

El ensayo de tintas penetrantes es un método de detección de grietas, poros e irregularidades en una superficie, usado especialmente para cordones de soldadura en orden de verificar la hermeticidad que se busque dar a la estructura.

Para realizar esta prueba, se utiliza un líquido penetrante con buenas características de filtración en pequeños orificios sobre una superficie completamente limpia de grasa, pintura y otros elementos que impidan la

acción del agente penetrante. Esta sustancia se aplica en los cordones de soldadura que se deseen analizar.



**Figura 4. 1 Líquido penetrante en costuras externas del cilindro**

Fuente: Propia



**Figura 4. 2 Aplicación del líquido penetrante en costuras internas**

Fuente: Propia

A continuación, se remueve el exceso del líquido penetrante por medio de algún material absorbente y se espera un tiempo prudencial para su acción. Finalmente, mediante una sustancia llamada revelador, que puede tener una presentación tanto en espray como en polvo, aplicada sobre el líquido penetrante, se presenta el resultado de la prueba.



**Figura 4. 3 Aplicación del revelador en costuras internas del cilindro.**

Fuente: Propia

En caso de que se formen pequeños surcos o marcas del mismo matiz del líquido penetrante y de color intenso, indica que en esa zona existe una grieta o poro y la soldadura debe ser reparada. Si no se presenta ningún tipo de manchas o canales, el ensayo dicta que la soldadura está correcta y no existen fugas en esa área.



**Figura 4. 4 Manchas formadas por la presencia de poros en la costura**

Fuente: Propia

El principio del ensayo se basa en la capilaridad<sup>1</sup>, que se produce en los poros de las costuras que se han soldado de forma irregular. El revelador es una sustancia absorbente que succiona el líquido penetrante atrapado en estos poros indicando los sectores con fallas de la pieza.

#### 4.1.1.2. Hermeticidad por aire comprimido

El ensayo por aire comprimido es una prueba que tiene como finalidad verificar dos puntos importantes en la hermeticidad del cilindro, el primero son las zonas puntuales de fugas que se estén formando en cualquier tipo de acople a tuberías o válvulas adicionales a la cámara, y el segundo es determinar la caída de presión y el tiempo que se demora en que se produzca una disminución considerable de la misma.



**Figura 4.5 Prueba de hermeticidad por aire comprimido**

Fuente: Propia

Para este ensayo, se aplica presión interna al cilindro, para lo cual es necesario contar con un compresor acoplado a la toma de aire. La presión de prueba es

---

<sup>1</sup> Acción que origina que un líquido ascienda o descienda a través de los llamados tubos capilares.

de 100 psi, los cuales son monitoreados por un manómetro conectado a la salida del compresor. La presión se ingresa gradualmente, regulando la válvula de expansión de forma manual acoplada al manómetro.

Para detectar las fugas puntuales en los acoples del cuerpo, se utiliza una sustancia jabonosa que se aplica en todos los puntos de unión, también se puede aplicar esta solución a las costuras del tanque. Si se localizan fugas, se presentarán con la formación de burbujas indicando que en esa zona es necesario reforzar los acoples con algún material sellante, silicona, teflón u otro elemento que contrarreste esa falla.



**Figura 4. 6 Presencia de burbujas en el acople para el vacuómetro**

Fuente: Propia

Una vez alcanzado el nivel de presión deseada, se cierra la válvula de ingreso del aire comprimido y se determina si existe o no una caída de presión en el cilindro. Para garantizar la hermeticidad del sistema, la presión de la cámara debe mantenerse en un valor constante por lo menos una hora.

#### 4.1.2. PRUEBA DE RESISTENCIA Y CONTROL DE VACÍO.

Una vez realizadas las pruebas de detección de fugas en los diferentes puntos de soldadura y acoples de la cámara, es necesario evaluar al equipo con un ensayo de condiciones reales de funcionamiento. Para esto se utilizará la bomba de vacío seleccionada y se determinará la presión a la que llega el cilindro, manteniendo encendida a la bomba por una hora. (Tabla 4.1)

Posteriormente, la bomba se apaga, y cerrando adecuadamente las válvulas para evitar que el aceite se succione al interior de la cámara, se mantendrá en reposo al equipo por otra hora más con el fin de evaluar su hermeticidad en vacío.

**Tabla 4. 1 Vacío con respecto al funcionamiento de la bomba**

<b>Tiempo</b>	<b>Vacío (mm Hg)</b>
5 segundos	-5
10 segundos	-10
30 segundos	-19
1 minuto	-19,5
2 minutos	-20
5 minutos	-20,2
10 minutos	-20,5
15 minutos	-21
30 minutos	-21,3
45 minutos	-21,6
1 hora	-22

Fuente: Propia

Una vez finalizado el proceso y tabulados los datos del vacío generado, el sistema se mantuvo cerrado durante una hora, sin tener variación alguna en su nivel máximo alcanzado, lo que indica que la hermeticidad del cilindro es óptima.



**Figura 4.7 Vacío máximo alcanzado de la cámara después de una hora**

Fuente: Propia

## **4.2. PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO DEL SISTEMA DE REFRIGERACIÓN.**

El sistema de refrigeración es un punto crítico dentro del funcionamiento de la máquina liofilizadora. Con él, se previenen daños a la bomba de vacío ya que es el encargado de la recolección del vapor sublimado, convirtiéndolo nuevamente en hielo alrededor del serpentín. Es por eso que se debe realizar las pruebas necesarias para verificar que no existan ningún tipo de fallas que afecten o deterioren el funcionamiento de este sistema después un prolongado tiempo de servicio.

### **4.2.1. PRUEBA DE FUGAS.**

Para determinar que las tuberías del sistema de refrigeración se encuentran soldadas correctamente, antes de ingresar el refrigerante, se debe realizar una prueba de fugas. Para ello, se utiliza nitrógeno seco a una presión de aproximadamente 120 psi.

Para colocar el nitrógeno seco, se conecta una toma del sistema de refrigeración a una manguera acoplada a un manómetro y posteriormente a un cilindro presurizado de este material. La llave de paso se abre lentamente, y se procede a ingresar el nitrógeno a las tuberías de cobre de forma escalonada para evitar cambios bruscos de presión.



**Figura 4. 8 Prueba de fugas para el sistema de refrigeración**

Fuente: Propia



**Figura 4. 9 Presión alcanzada del nitrógeno seco dentro de las tuberías**

Fuente: Propia

Una vez alcanzado el nivel de presión deseado se cierra la llave de paso y se procede a colocar una sustancia jabonosa en las uniones y acoples que presenten propensión a fugas del gas. En caso de detectar estas fugas, en

forma de burbujas, es necesario corregir las fallas para realizar de nuevo la prueba.



**Figura 4. 10 Fugas en acoples de tubería de la válvula de expansión**

Fuente: Propia

Finalizada la evaluación de fugas del sistema de refrigeración, se extrae el nitrógeno seco por medio de una bomba de vacío y se coloca el refrigerante seleccionado a presión para poner en marcha su funcionamiento.

#### **4.2.2. PRUEBA DE CONTROL DE TEMPERATURA.**

La temperatura dentro de la cámara de condensación no es completamente uniforme, existen variaciones notorias en puntos específicos. A medida que la distancia aumenta con respecto al serpentín, la temperatura disminuye gradualmente, por lo que es necesario tomar varios puntos de medición con el fin de determinar el comportamiento de este sistema y adicionalmente, corroborar que la temperatura alcanzada por el equipo esté acorde a la temperatura de diseño.

Para esta prueba se utiliza un aparato de medición con salidas a 5 sensores de temperatura para poder localizarlos en diferentes puntos de la cámara. El

sistema de refrigeración se enciende y la temperatura empieza a descender con lo cual se empieza a registrar la temperatura de las distintas zonas. Para evitar pérdidas energéticas se coloca una plancha en la parte superior de la cámara.



**Figura 4. 11 Prueba de temperatura del sistema de refrigeración.**

Fuente: Propia

Después de la prueba se pudo verificar que la temperatura máxima alcanzada por el sistema de refrigeración fue de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  en el sensor que se encontraba en contacto directo con el serpentín, lo que indica que el diseño del mismo se realizó correctamente ya que es en ese punto donde ocurrirá la sublimación regresiva.



**Figura 4. 12 Valor máximo alcanzado en la prueba de temperatura.**

Fuente: Propia

### **4.3. PRUEBA DEL SISTEMA DE CALENTAMIENTO**

Inicialmente se optó por utilizar barras de cobre fijadas a las niquelinas y en contacto directo con las bandejas en la parte superior para mejorar la transmisión del calor por medio de conducción como se indica en la Figura 4.13.



**Figura 4. 13 Barras de cobre acopladas a las niquelinas**

Fuente: Propia

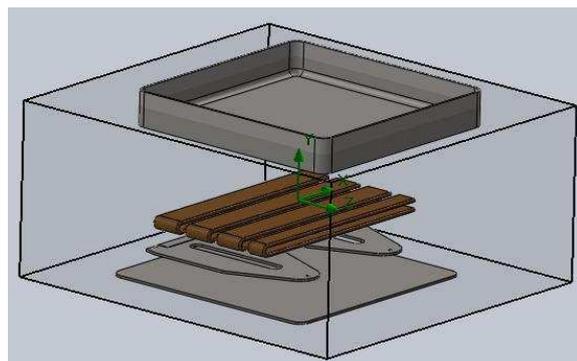
Una vez realizada la prueba de liofilización con este sistema, los resultados indicaron que el calentamiento en la bandeja no era uniforme y debido a esto, el producto se deshidrató únicamente en las zonas de mayor calentamiento, obteniendo puntos específicos donde la liofilización era parcial o nula (Figura 4.14).



**Figura 4. 14 Sistema de calentamiento por barras de cobre**

Fuente: Propia

Para determinar el funcionamiento de este fenómeno se recurrió al software especializado Solidworks, mediante el cual se realizaron simulaciones térmicas utilizando el ensamble de la prueba real (Figura 4.15).

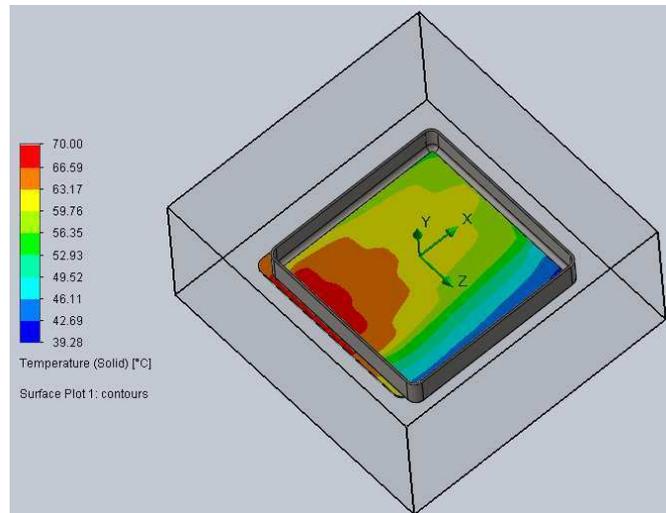


**Figura 4. 15 Ensamble del sistema de calentamiento por barras de cobre**

Fuente: Propia

Se estableció como temperatura alcanzada por las niquelinas, 70 °C y mediante conducción solamente debido que el vacío interno de la cámara no permite que

se produzca convección, se simuló la transmisión del calor en la base de la bandeja donde se coloca el producto y se obtuvo un resultado (Figura 4.16) acorde a la prueba de liofilización llevada a cabo anteriormente.



**Figura 4. 16 Simulación del sistema de calentamiento por barras de cobre**

Fuente: Propia

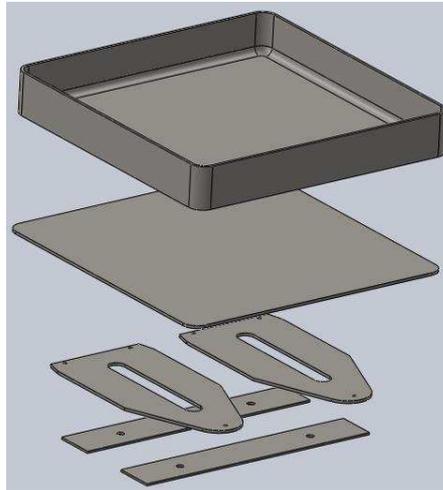
La tabla de resultados (Tabla 4.2) indica que dentro de la bandeja existe una variación muy grande de temperatura entre distintas zonas, encontrándose el punto más bajo en 39,28 °C y el más alto en 70 °C.

**Tabla 4. 2 Simulación del sistema de calentamiento por barras de cobre**

Name	Current Value	Progress	Criterion
GG Av Heat Flux (X) 1	2805.52 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	138.059 W/m <sup>2</sup>
GG Av Heat Flux (Y) 1	678.465 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	22.7139 W/m <sup>2</sup>
GG Av Heat Flux (Z) 1	547.733 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	6.38541 W/m <sup>2</sup>
GG Av Heat Flux 1	-100.41 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	3.3035 W/m <sup>2</sup>
GG Av Temperature (Solid) 1	62.6483 °C	Achieved (IT = 121)	0.243483 °C
GG Heat Transfer Rate 1	0 W	Achieved (IT = 121)	5e-006 W
GG Max Heat Flux (X) 1	82301.5 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	3009.35 W/m <sup>2</sup>
GG Max Heat Flux (Y) 1	101384 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	3844.4 W/m <sup>2</sup>
GG Max Heat Flux (Z) 1	28176.2 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	1363.18 W/m <sup>2</sup>
GG Max Heat Flux 1	99251.5 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	2164.97 W/m <sup>2</sup>
GG Max Temperature (Solid) 1	70.0001 °C	Achieved (IT = 121)	3.4315e-006 °C
GG Min Heat Flux (X) 1	-87096.4 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	3300.99 W/m <sup>2</sup>
GG Min Heat Flux (Y) 1	-28336.5 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	1444.92 W/m <sup>2</sup>
GG Min Heat Flux (Z) 1	-72267 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	2742.82 W/m <sup>2</sup>
GG Min Heat Flux 1	-504052 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	19117.6 W/m <sup>2</sup>
GG Min Temperature (Solid) 1	39.2815 °C	Achieved (IT = 121)	0.492945 °C

Fuente: Propia

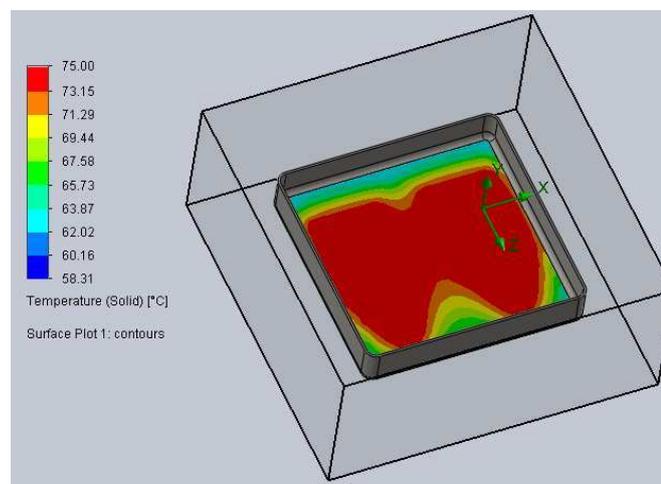
Para mejorar el sistema de calentamiento se optó por la colocación de la bandeja en contacto directo con la plancha de calentamiento de la forma que indica el despiece de la Figura 4.17, de esta forma se asegura una conducción uniforme en toda la superficie de la base de la bandeja.



**Figura 4. 17 Despiece del sistema de calentamiento directo**

Fuente: Propia

Se realizó la simulación del sistema de calentamiento directo para determinar la distribución del calor en la bandeja, obteniendo los resultados expuestos en la Figura 4.18 que demuestra una uniformidad de temperatura en todas las zonas con una variación considerablemente menor al modelo anteriormente utilizado.



**Figura 4. 18 Simulación del sistema de calentamiento directo**

Fuente: Propia

La tabla de resultados (Tabla 4.3) muestra los datos obtenidos del estudio, indicando que la temperatura más baja en la bandeja es de 58.30 °C y la más alta de 75°C, asegurando que la liofilización se producirá en toda la bandeja uniformemente.

**Tabla 4. 3   Tabla de valores de simulación sistema de calentamiento directo**

Name	Current Value	Progress	Criterion
GG Av Heat Flux (X) 1	-3.76821 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	2.466 W/m <sup>2</sup>
GG Av Heat Flux (Y) 1	749.155 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	21.7485 W/m <sup>2</sup>
GG Av Heat Flux (Z) 1	-82.9981 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	1.69169 W/m <sup>2</sup>
GG Av Heat Flux 1	-183.913 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	3.12278 W/m <sup>2</sup>
GG Av Temperature (Solid) 1	70.5999 °C	Achieved (IT = 121)	0.110703 °C
GG Heat Transfer Rate 1	0 W	Achieved (IT = 121)	5e-006 W
GG Max Heat Flux (X) 1	8954.36 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	287.244 W/m <sup>2</sup>
GG Max Heat Flux (Y) 1	19790 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	501.129 W/m <sup>2</sup>
GG Max Heat Flux (Z) 1	11089.3 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	300.689 W/m <sup>2</sup>
GG Max Heat Flux 1	39111 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	988.269 W/m <sup>2</sup>
GG Max Temperature (Solid) 1	75 °C	Achieved (IT = 121)	3.4815e-006 °C
GG Min Heat Flux (X) 1	-10988.5 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	234.021 W/m <sup>2</sup>
GG Min Heat Flux (Y) 1	-5878.09 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	228.452 W/m <sup>2</sup>
GG Min Heat Flux (Z) 1	-9619.63 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	209.742 W/m <sup>2</sup>
GG Min Heat Flux 1	-327852 W/m <sup>2</sup>	Achieved (IT = 121)	6881.78 W/m <sup>2</sup>
GG Min Temperature (Solid) 1	58.3078 °C	Achieved (IT = 121)	0.4572 °C

Fuente: Propia

#### 4.4. PRUEBA DEL SISTEMA ELÉCTRICO Y DE CONTROL

El sistema eléctrico y de control, debido a sus componentes, es sensible a errores de funcionamiento como cortocircuitos o transientes ocurridos por descargas eléctricas que pueden ocasionar daños irreversibles en cualquiera de ellos, por lo que el armado y desarrollo debe ser más cuidadoso que en otros puntos del ensamblaje. Es por eso que, una vez realizado el armado del tablero eléctrico, antes de energizar cualquier elemento, se debe realizar ciertas pruebas para comprobar que no exista ningún tipo de falla en la conexión, cables descubiertos, etc. que signifiquen un riesgo para el operador y el equipo.

#### 4.4.1. PRUEBAS DE CORTOCIRCUITO.

Un cortocircuito es una falla en el sistema eléctrico cuando un punto de fase se une con otro de neutro directamente, y debido a la baja impedancia generan altas corrientes que se disipan de forma violenta generando calor y esfuerzos electrodinámicos, y que puede provocar daños severos en los equipos o incluso accidentes más graves como lesiones a los operarios, incendios, etc.

Para evitar este tipo de accidentes, es recomendable realizar pruebas de verificación de cortocircuito en varios puntos del cableado. Para efectuar este tipo de evaluaciones se necesita de un multímetro eléctrico, y establecer su medición en continuidad.

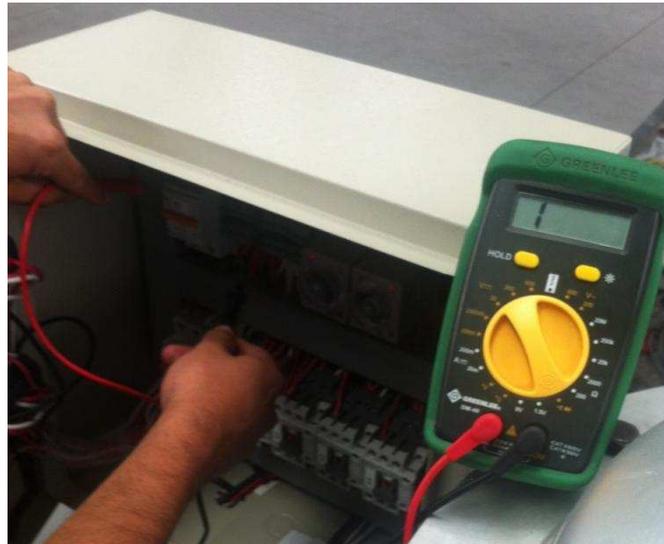


**Figura 4. 19 Multímetro seleccionado en modo de continuidad**

Fuente: Propia

La medición de continuidad indica, mediante un sonido persistente, que entre los dos puntos señalados con los terminales del multímetro, la impedancia es muy baja, es decir, que esos dos puntos están unidos por algún conductor.

Los puntos seleccionados para este tipo de pruebas son generalmente los de fase y los de neutro. Si en algún caso existe continuidad entre ambos puntos, quiere decir que en esa conexión se producirá un cortocircuito y es necesario verificar detenidamente y realizar los ajustes necesarios para suprimir este problema.



**Figura 4. 20 Pruebas de continuidad en el circuito eléctrico y de control.**

Fuente: Propia

#### **4.4.2. PRUEBA DE CONTROL DE MANDOS DE OPERACIÓN.**

La prueba de control de mandos de operación determina si el sistema eléctrico se encuentra manejando los diferentes actuadores de la máquina de la forma deseada. Para realizar esta prueba, es necesario energizar el tablero, sin ningún tipo de conexión para la parte de potencia del circuito, y mediante los selectores de posición comprobar el funcionamiento adecuado de cada uno de los contactores que controlarán a los elementos finales (bomba de vacío, sistema de refrigeración y niquelinas).

Antes de conectar los interruptores termomagnéticos del circuito, se debe cerciorar que la alimentación del sistema es la adecuada, es decir los 110V están presentes entre fase y neutro. Esta verificación se hace mediante el

multímetro, seleccionando la operación en voltaje de alterna. Si la medición es correcta, se procede a energizar el resto del circuito, conectando los interruptores manualmente.



**Figura 4. 21 Verificación del voltaje de alimentación al tablero.**

Fuente: Propia

A continuación, mediante el selector que indica “Equipo liofilizador energizado”, se energiza al sistema y se procede a controlar manualmente y uno por uno los selectores, comprobando que el contactor se enclave o desenclave según sea el caso. De esta forma se evita algún tipo de funcionamiento inadecuado o daño para los actuadores, los cuales superados esta prueba son conectados, terminando así la instalación del circuito eléctrico y de control.



**Figura 4. 22 Pruebas de control de mandos de operación.**

Fuente: Propia

#### **4.5. PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO CONJUNTO.**

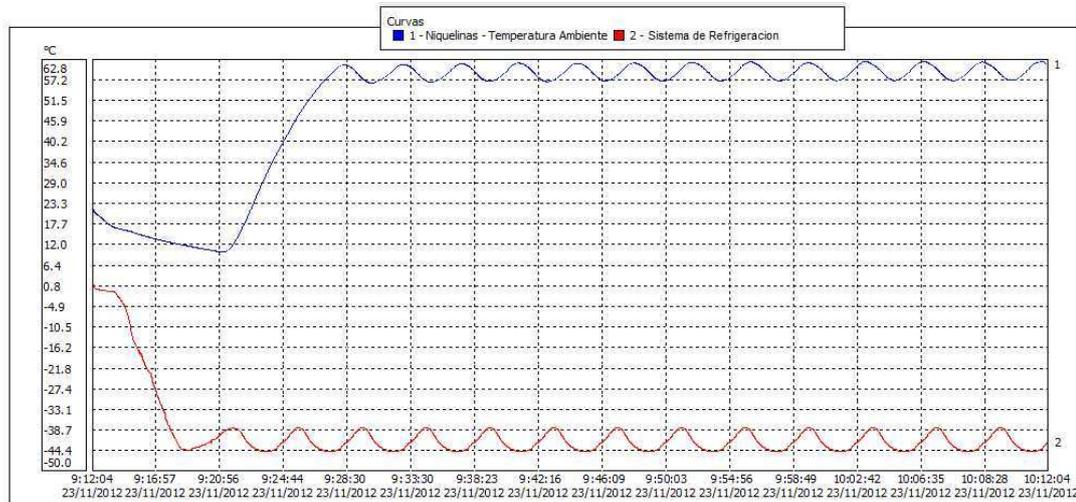
El proceso de liofilización involucra un funcionamiento preciso y fiable de cada uno de los componentes del sistema, ya que una falla en cualquiera representaría un parámetro no alcanzado y por ende, la deshidratación del producto no se produciría. Una vez puesto a punto cada uno de ellos individualmente, se debe realizar la prueba de funcionamiento conjunto para verificar que las condiciones de la máquina son las adecuadas para una liofilización exitosa.

Se realiza una evaluación del sistema, sin colocar ningún producto en las bandejas, durante un tiempo de una hora para verificar que el equipo cumple el proceso establecido en el diseño. Los sensores de temperatura se colocan en sus posiciones indicadas: el sensor del sistema de refrigeración se ubica mediante una abrazadera en contacto directo con el serpentín, mientras que el sensor de las niquelinas se ajusta a una amarra que se localiza en un punto central de una de las planchas de calentamiento, asegurando así, una medida real para ambos controladores.

Los temporizadores del sistema de control se configuran dentro de un rango adecuado para la duración de esta prueba. El temporizador que controla la activación de las niquelinas, se establece en un tiempo de activación de 10 minutos, mientras que el temporizador que regula la duración del proceso está configurado en una hora.

Durante la prueba, se registraron los resultados de la simulación del proceso de liofilización (Figura 4.17) en los que se obtuvo un adecuado control on-off tanto del sistema de refrigeración, con un setpoint de  $-40^{\circ}\text{C}$ , y de las niquelinas, con un setpoint de  $60^{\circ}\text{C}$ . Los tiempos de temporización para la activación de las niquelinas y de la duración del proceso, debido a que son establecidos por temporizadores análogos regulados por una perilla, no fueron exactos pero su respuesta fue bastante próxima al valor deseado y al ser este un proceso de

larga duración y relativamente lento al tratarse del manejo de temperatura no representa ningún inconveniente.



**Figura 4. 23 Simulación del proceso de liofilización**

Fuente: Propia

#### 4.5.1. PRUEBA DE LIOFILIZACIÓN DE UNA MUESTRA

Para realizar la prueba de liofilización con una muestra, es muy importante tener en cuenta algunos aspectos del producto que se desea liofilizar. El tipo de producto, su presentación, su forma, etc. son parámetros generales que inciden directamente en la duración del proceso y el resultado final del producto.

Para extractos botánicos, al tratarse de soluciones acuosas concentradas, la preparación consiste en congelar previamente el producto a temperaturas entre los -15°C a -20°C, hasta obtener una masa sólida del mismo. Se recomienda realizar la congelación en envases plásticos para una mejor manipulación del extracto.



**Figura 4. 24 Extracto botánico congelado en envases plásticos**

Fuente: Propia

A continuación, el producto debe ser raspado completamente hasta obtener una escarcha muy fina, sin permitir que restos de hielo sólido permanezcan presentes en la muestra, para continuar con el proceso. Para ello se dividen en pequeños pedazos, y posteriormente se lo prepara en forma de escarcha mediante un procesador.



**Figura 4. 25 Extracto botánico fragmentado**

Fuente: Propia



**Figura 4. 26 Preparación final previo a ingresar a la cámara**

Fuente: Propia

El producto es, posteriormente, ubicado en las bandejas de acero inoxidable y esparcido a lo largo de ellas, creando una capa delgada y uniforme del producto. Se debe tener en cuenta que el grosor de la capa del extracto granizado incide en la duración del proceso, y mientras mayor sea este, para el equipo será más complicado deshidratarlo completamente por la capa seca que se produce en la parte superior del producto.



**Figura 4. 27 Extracto granizado en la bandeja**

Fuente: Propia

El producto estará listo para liofilizar al cumplir este procedimiento, el cual debe ser realizado de forma ágil ya que la baja temperatura del producto se ve afectada inmediatamente al extraerlo del congelador en el que se encuentre.

La preparación del equipo liofilizador es otro aspecto previo importante para el proceso. Se deben realizar una inspección del estado general de la máquina y para ello es importante revisar la cámara de condensado, que debido a procesos anteriormente llevados a cabo, puede contener restos de agua líquida en su fondo. En caso de presentar cualquier líquido, se debe secar correctamente la cámara y posteriormente retirar el tapón de caucho localizado en el fondo de la cámara, que protege a la bomba de vacío del ingreso de agua u otro elemento perjudicial.



**Figura 4. 28 Tapón siendo retirado de la cámara de condensado**

Fuente: Propia

El nivel de aceite de la bomba es otro punto importante durante la inspección. Al momento de encontrarse desconectada la bomba, el nivel de aceite en el visor debe encontrarse próximo a la marca que indica “OIL LEVEL”, y la apariencia del lubricante debe ser de un tono claro y transparente. Si el aceite se muestra de un color opaco y amarillento es necesario realizar el cambio del mismo abriendo la purga que se ubica en la parte inferior de la bomba y reemplazando por un nuevo aceite especializado para alto vacío.



**Figura 4. 29 Estado de aceite con impurezas y estado recomendado**

Fuente: Propia

Debido a que el proceso de preparación de la máquina debe ser rápido, se sugiere también colocar previamente el sensor de temperatura del sistema de refrigeración en la abrazadera y ubicar la tapa del aislante térmico atravesando los cables de alimentación, y el sensor para las niquelinas por su orificio central para reducir el tiempo ubicación del producto en la cámara evitando un aumento considerable en su temperatura.



**Figura 4. 30 Preparación de la cámara antes del proceso de liofilización**

Fuente: Propia

Colocar las válvulas de la bomba de vacío en posición adecuadas para su funcionamiento durante el proceso: cerrar completamente la válvula de purga de vacío, y abrir la válvula de paso hacia la bomba. También comprobar que el botón propio de la bomba de vacío esté activado y el tapón de la salida del aire esté retirado caso contrario la bomba puede estropearse.



**Figura 4. 31 Posicionamiento de las válvulas previo al inicio del proceso**

Fuente: Propia

Finalmente es conveniente ubicar la computadora portátil, la cual va registrar el proceso mediante el software SITRAD conectando el cable USB del tablero de control y, una vez iniciado el programa, establecer los setpoints de trabajo para ambos controladores de temperatura.



**Figura 4. 32 Computadora portátil con el software SITRAD**

Fuente: Propia

El proceso de liofilización inicia colocando el producto en el portabandejas, asegurando que las planchas de calentamiento tengan un buen contacto con los recipientes contenedores del extracto para mejor transmisión de calor por conducción. Inmediatamente, se ubica el portabandejas sobre las bases de la parte superior de la tapa de aislamiento y se procede a colocar tanto el sensor de temperatura en el soporte de la niquelina como los cables de alimentación.



**Figura 4. 33 Colocación del producto en el portabandejas**

Fuente: Propia



**Figura 4. 34 Portabandejas con producto y niquelinas**

Fuente: Propia

Finalmente se coloca la tapa del cilindro y se emperna hasta obtener un buen sellado de la cámara. Se conecta el cable de alimentación, se energiza el tablero de control y se prenden los selectores de todos los actuadores del equipo, primero encendiendo el selector “Equipo liofilizador energizado” y a continuación el resto de elementos: Sistema de refrigeración, bomba de vacío y niquelinas. En la interfaz de la computadora portátil se selecciona el botón que indica “Iniciar” para comenzar a registrar la evolución del proceso.



**Figura 4. 35 Sellado de la cámara de liofilización**

Fuente: Propia

#### **4.5.2. RESULTADOS DE LIOFILIZACIÓN DE MUESTRAS REALIZADAS.**

La liofilización es un proceso dependiente del tipo de producto al que se someta, la presentación del mismo, la cantidad, la preparación previa, etc. Es decir, la liofilización no puede definirse como un proceso repetitivo para una diversidad de productos y estrictamente establecido en términos de tiempo y cantidad, al contrario, representa un método empírico que varía notablemente incluso con pequeños cambios en su desarrollo. Para determinar los parámetros óptimos para la deshidratación de cualquier producto, es necesario

el desarrollo de varias pruebas que poco a poco guíen al operador hacia los mejores resultados.

Las pruebas de liofilización del extracto madre de laurel, un producto utilizado comúnmente como fungicida, dio como resultado en base a varios parámetros, el nivel de hidrosolubilidad. Incluye el tiempo de duración del proceso, la cantidad máxima permitida del producto por bandeja y el tiempo de accionamiento del sistema de calentamiento. Los resultados obtenidos de varias pruebas fueron los siguientes:

### **INFORME 1:**

**Fecha de la prueba:** 08 de Noviembre 2012

**Producto:** Extracto de laurel

**Controlador:** MT-512Ri plus - Producto

**Controlador:** MT-512Ri plus - Niquelina

**Período de supervisión:** 08/11/2012 17:10 hasta 08/11/2012 23:10

**Temperatura del producto:** Mín = -26.3 °C ; Máx. = -4.2 °C ; Med. = -15.25 °C

**Peso inicial del producto (bandeja 1):** 300 gr.

**Peso inicial del producto (bandeja 2):** 300 gr.

**Peso final del producto (bandeja 1):** 240 gr.

**Peso final del producto (bandeja 2):** 265 gr.

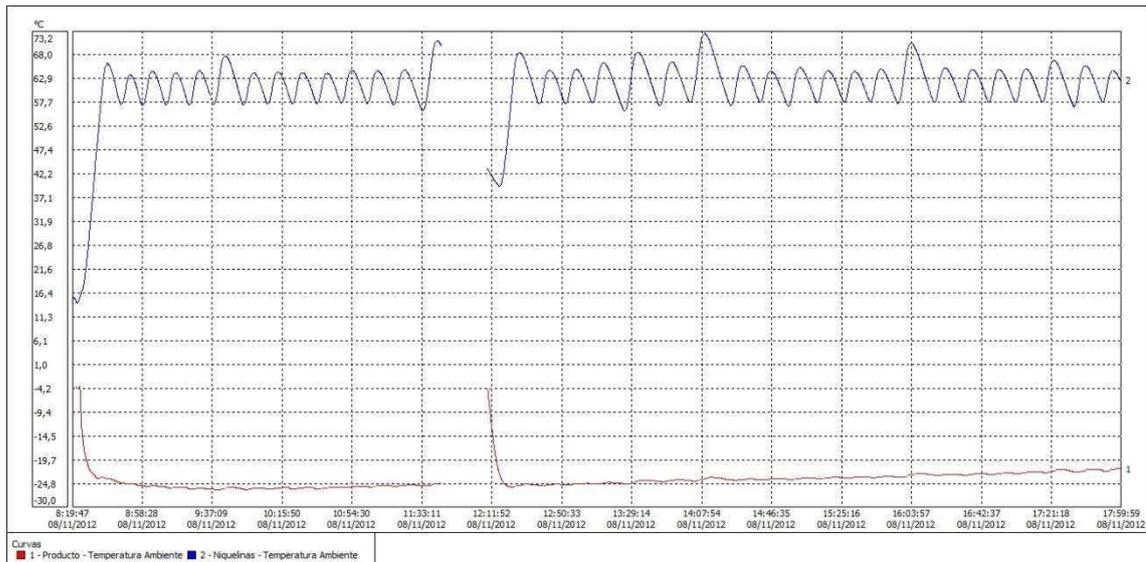
**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 1):** 80%

**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 2):** 88,33%

**Tiempo de espera para encendido del sistema de calentamiento:** 15 min.

**Tiempo de duración de la prueba:** Alrededor de 6 horas

**Setpoint para las niquelinas:** 60 °C



**Figura 4. 36 Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 1.**

Fuente: Propia

**Análisis de la prueba realizada:**

El extracto presentó las primeras muestras de deshidratación creando una ligera capa seca a lo largo de toda la bandeja, sin embargo la temperatura del producto no tuvo una respuesta adecuada frente al calor emitido por las niquelinas, esto se debe a que se encontraban ubicadas en las ranuras del portabandejas sin contacto directo, transmitiendo así la energía al proceso directamente por convección sin un resultado satisfactorio ya que la cámara al encontrarse en vacío no representa un buen medio de transmisión. Para mejorar estos resultados se optó posteriormente por el acople de un medio de transmisión por conducción directa del calor desde las niquelinas hacia las bandejas.



**Figura 4. 37 Extracto deshidratado obtenido de la prueba 1**

Fuente: Propia

## **INFORME 2:**

**Fecha de la prueba:** 23 de Noviembre 2012

**Producto:** Extracto de laurel

**Controlador:** MT-512Ri plus - Producto

**Controlador:** MT-512Ri plus - Niquelina

**Período de supervisión:** 23/11/2012 09:10 hasta 23/11/2012 20:00

**Temperatura del producto:** Mín = -26.1 °C; Máx = 14.8 °C; Med = -5.65 °C

**Peso inicial del producto (bandeja 1):** 150 gr.

**Peso inicial del producto (bandeja 2):** 150 gr.

**Peso final del producto (bandeja 1):** 25 gr.

**Peso final del producto (bandeja 2):** 45 gr.

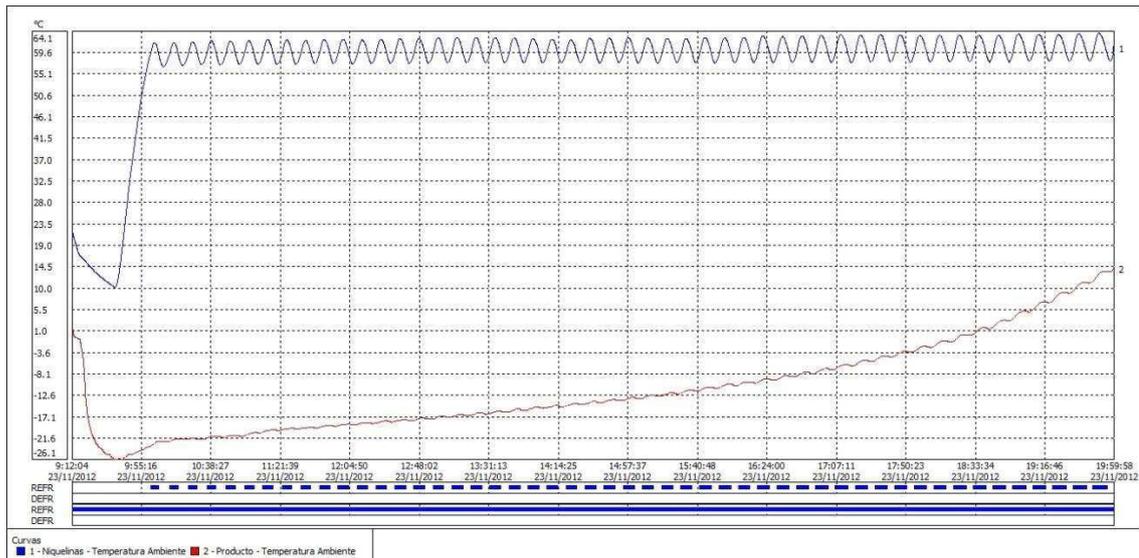
**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 1):** 16,66%

**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 2):** 30%

**Tiempo de espera para encendido del sistema de calentamiento:** 30 min.

**Tiempo de duración de la prueba:** 10 horas 45 minutos

**Setpoint para las niquelinas:** 60 °C



**Figura 4. 38 Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 2**

Fuente: Propia

### **Análisis de la prueba realizada:**

La deshidratación del producto aumentó de forma notable al acoplar una plancha que se encuentre en contacto tanto con las niquelinas como con las bandejas ofreciendo un medio de transmisión por conducción del calor. La cantidad de producto liofilizado fue menor en relación a la anterior prueba, sin embargo se determinó la influencia directa del calor para agilizar el proceso de deshidratación.

El producto presentó zonas en las que se evidenciaba la falta de calor transmitido debido a que la plancha de contacto de acero inoxidable se encontraba focalizada en un punto central de la bandeja, esto produjo la falta de uniformidad en la transmisión de calor. Para mejorar el resultado de esta prueba se optó por el desarrollo de varias placas de contacto con la bandeja fabricadas de un material con mejores propiedades físicas en cuanto a coeficientes térmicos. El material seleccionado fue cobre.



**Figura 4. 39 Extracto deshidratado obtenido de la prueba 2**

Fuente: Propia

### **INFORME 3:**

**Fecha de la prueba:** 4 de Diciembre 2012

**Producto:** Extracto de laurel

**Controlador:** MT-512Ri plus - Producto

**Controlador:** MT-512Ri plus - Niquelina

**Período de supervisión:** 4/12/2012 09:30 hasta 4/12/2012 18:30

**Temperatura del producto:** Mín = -23.9 °C; Máx = 11.4 °C; Med = -6.25 °C

**Peso inicial del producto (bandeja 1):** 350 gr.

**Peso inicial del producto (bandeja 2):** 350 gr.

**Peso final del producto (bandeja 1):** 15 gr.

**Peso final del producto (bandeja 2):** 65 gr.

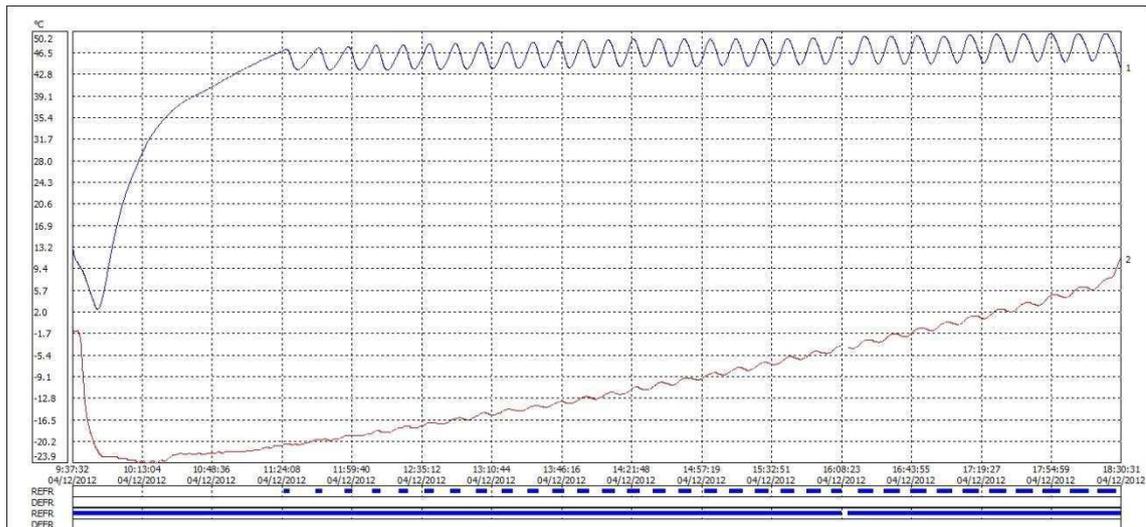
**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 1):** 4,28%

**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 2):** 18,57%

**Tiempo de espera para encendido del sistema de calentamiento:** 15 min.

**Tiempo de duración de la prueba:** 9 horas

**Setpoint para las niquelinas:** 45 °C



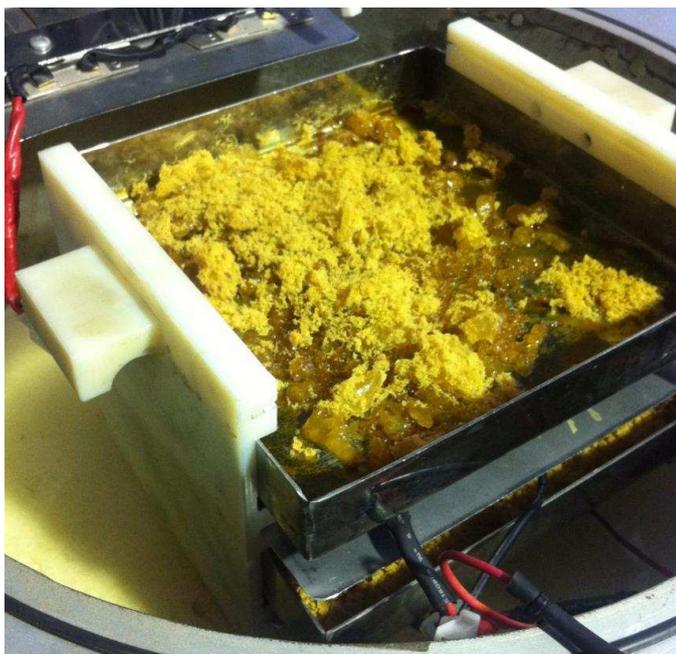
**Figura 4. 40 Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 3**

Fuente: Propia

### **Análisis de la prueba realizada:**

El producto final presentó zonas en las que se produjo una deshidratación completa, contrastando con otros en los que la presencia de hielo y agua indicaban que la temperatura alcanzada en las bandejas no era la óptima. En esta prueba se utilizó el sistema de calentamiento por barras de cobre detallado anteriormente el cual fue analizado térmicamente por un software especializado y se determinó que existía una diferencia significativa de temperaturas entre distintas zonas de la bandeja, por lo que se optó posteriormente por utilizar un calentamiento directo de las niquelinas a las bandejas con lo que se mejoraron los resultados notablemente.

El tiempo de encendido de las niquelinas se estableció en 15 minutos, por lo que la temperatura más baja alcanzada por el producto no llegó a un equilibrio térmico, es decir, el extracto hubiese continuado perdiendo calor y sublimándose, por lo que para la siguiente prueba se decidió aumentar el tiempo de espera para el encendido del sistema de calentamiento en una hora.



**Figura 4. 41 Extracto deshidratado obtenido de la prueba 3**

Fuente: Propia

#### **INFORME 4:**

**Fecha de la prueba:** 10 de Diciembre 2012

**Producto:** Extracto de laurel

**Controlador:** MT-512Ri plus - Producto

**Controlador:** MT-512Ri plus - Niquelina

**Período de supervisión:** 10/12/2012 10:45 hasta 10/12/2012 23:45

**Temperatura del producto:** Mín = -30.2 °C; Máx = 8.9 °C; Med = -16.5 °C

**Peso inicial del producto (bandeja 1):** 350 gr.

**Peso inicial del producto (bandeja 2):** 350 gr.

**Peso final del producto (bandeja 1):** 3,158 gr.

**Peso final del producto (bandeja 2):** 12 gr.

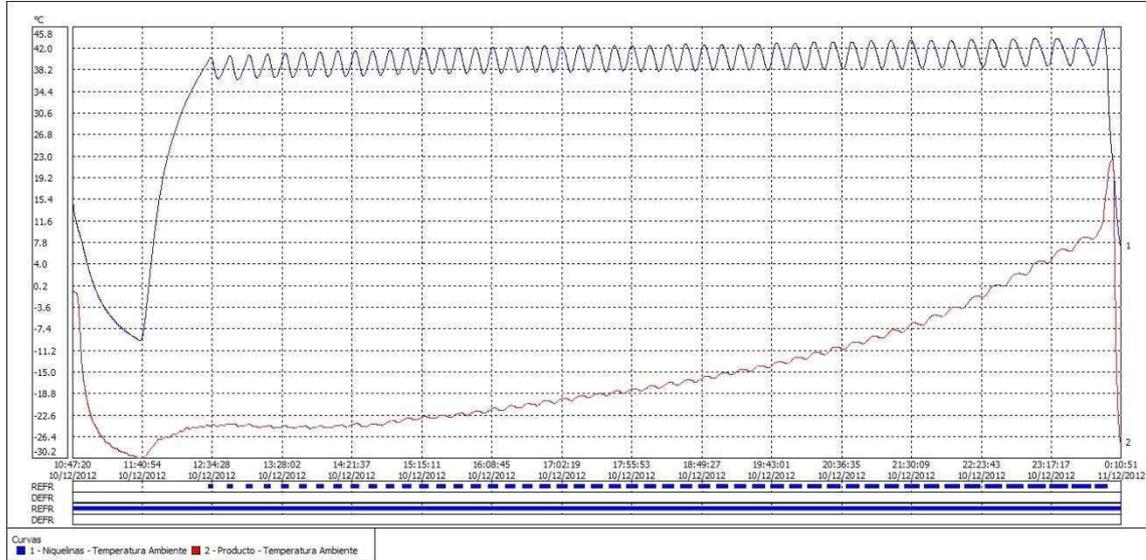
**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 1):** 0,9022%

**Porcentaje de liofilizado obtenido (bandeja 2):** 3,4285%

**Tiempo de espera para encendido del sistema de calentamiento:** 1 hora

**Tiempo de duración de la prueba: 13 horas**

**Setpoint para las niquelinas: 40 °C**



**Figura 4. 42 Gráfica obtenida a tiempo real de la prueba 4**

Fuente: Propia

### **Análisis de la prueba realizada:**

El producto obtenido en la bandeja superior se deshidrató completamente, alcanzando un valor inferior al 1% de su peso original. En la bandeja inferior se llevó a cabo un proceso de liofilización más retardado por una disminución de temperatura en la niquelina localizada en su base debido a la cercanía con la cámara de condensación, por lo que se obtuvo restos de producto líquido en los vértices de la bandeja, sin embargo el peso se redujo al 3,4% de su valor inicial.

### **Resultados preliminares obtenidos.**

Resultados preliminares para obtener un liofilizado en base a 700 gr de extracto de laurel:

- 13 horas de proceso de liofilización

- 1 hora de retardo en el encendido de las niquelinas
- Set point establecido a 40 °C para las niquelinas.



**Figura 4. 43 Extracto de laurel obtenido de la prueba 4**

Fuente: Propia

Los resultados obtenidos son satisfactorios al alcance del proyecto planteado inicialmente por lo que se considera que la máquina se encuentra completamente funcional para desempeñar sin inconvenientes la práctica de liofilización e hidrosolubilidad en el laboratorio de Fitoquímica del IASA.



**Figura 4. 44 Escarcha de la humedad del producto en el serpentin**

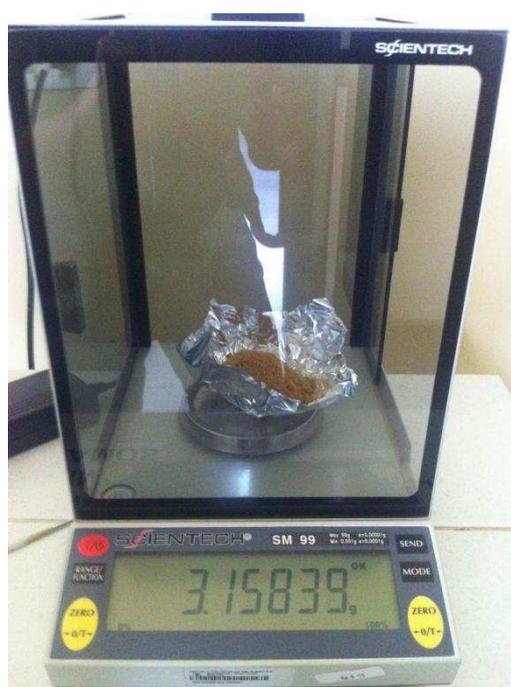
Fuente: Propia

## Validación

En el laboratorio de química del IASA se llevaron a cabo pruebas espectrométricas y de concentración, para lo cual se empleó un espectrofotómetro de absorción de luz y varias tabulaciones del extracto para determinar su concentración.

Estas pruebas fueron efectuadas en el laboratorio de química de la carrera de Ciencias Agropecuarias IASA. En la misma se determinó la hidrosolubilidad del liofilizado en agua destilada a 100 ml y 1000 ml, tomando como base 0.1 gr de liofilizado.

El extracto seco se pesa con una balanza electrónica de alta precisión para determinar el porcentaje de reducción de peso con respecto al inicial.



**Figura 4. 45 Peso final del producto de la bandeja 1**

Fuente: Propia

Para determinar la completa hidrosolubilidad del extracto liofilizado, se diluye en un vaso de precipitación 100 ml de agua destilada, junto con 0.1 gr de la muestra mediante un agitador de vidrio; obteniendo una solución

completamente homogénea, de aspecto fluido, de color amarillo pálido y de olor penetrante, lo cual demuestra que el liofilizado conserva alrededor del 80% de sus propiedades.



**Figura 4. 46 Solución de extracto de laurel diluida totalmente**

Fuente: Propia



**Figura 4. 47 Diferentes concentraciones de extracto de laurel**

Fuente: Propia

A continuación se llenan cápsulas con las diferentes muestras de extracto liofilizado a ser colocadas en el equipo de espectrofotometría. Además se toma una muestra del extracto madre, el ya es usado como fungicida en el campo.



**Figura 4. 48 Cápsulas con concentraciones de extracto de laurel**

Fuente: Propia

Una vez que ha sido encerado el equipo mediante un vial de agua destilada, se procede a colocar la cápsula con la respectiva muestra diluida para hacer el análisis espectral.



**Figura 4. 49 Colocación de cápsula en el espectrofotómetro**

Fuente propia

Se obtiene una gráfica donde se produce un pico claramente definido, el cual indica el valor de la longitud de onda que representa la absorbancia ( $A$ ) de la solución en su respectiva concentración.



**Figura 4. 50 Equipo espectrofotómetro**

Fuente: Propia

El proceso se repite para cada una de las cápsulas, obteniendo los siguientes valores para las muestras utilizadas:

**Tabla 4. 4 Absorbancia de muestras de laurel**

Muestra	Absorbancia (A)
100 ml	2,472
1000 ml	0,673
Extracto madre diluido 50 veces	0,331

Fuente: Propia

La concentración de una sustancia se puede obtener de la fórmula:

$$A_s = a * b * C_s \quad [4.1]$$

Donde:

$A_s$ : Absorbancia de la sustancia

$a$ : Coeficiente propio de la sustancia

$b$ : Coeficiente de acuerdo a la cápsula utilizada

$C_s$ : Concentración de la sustancia

De esta forma, para determinar la concentración de una sustancia es suficiente realizar la toma de dos valores y dividir las fórmulas suprimiendo los coeficientes  $a$  y  $b$ , de la siguiente manera:

$$\frac{As_1}{As_2} = \frac{a_1 * b_1 * Cs_1}{a_2 * b_2 * Cs_2}$$

Ya que, tanto los coeficientes  $a_1$  y  $a_2$  así como  $b_1$  y  $b_2$  son iguales por ser la misma sustancia, se simplifican, con lo que se tiene:

$$\frac{As_1}{As_2} = \frac{Cs_1}{Cs_2}$$

Utilizando los valores obtenidos de la primera muestra de 1000 ml y la muestra madre diluida 50 veces, se determina la concentración del extracto madre de la siguiente forma:

$$\frac{0,673}{0,331} = \frac{0,1gr/lt}{Cs_2}$$

Obteniendo la concentración  $Cs_2$  de:

$$Cs_2 = 0.04918 \text{ gr/lt}$$

Finalmente, para obtener la concentración real del extracto madre se multiplica la concentración obtenida 50 veces, con lo que se obtiene:

$$Cs_{real} = 0,04918 * 50 = 2,46 \text{ gr/lt}$$

Mediante la segunda muestra de 100 ml y la muestra madre diluida 50 veces, se realiza el mismo procedimiento:

$$\frac{2,472}{0,331} = \frac{1gr/lt}{Cs'_2}$$

Obteniendo la concentración  $Cs'_2$  de:

$$Cs'_2 = 0.1338 \text{ gr/lt}$$

Finalmente, para obtener la concentración real del segundo extracto madre se multiplica la concentración obtenida 50 veces, con lo que se obtiene:

$$Cs'_{real} = 0,1338 * 50 = 6,6949 \text{ gr/lt}$$

Con los dos puntos de referencia obtenidos, se procede a determinar el promedio:

$$\frac{Cs_{real} + Cs'_{real}}{2} = 4.375 \text{ gr/lt}$$

Esta prueba indica que es necesario añadir 4,375 gr de extracto deshidratado en un litro de agua para obtener la misma concentración de la solución madre.

Por cada proceso de liofilización que se realiza, ingresa a la cámara 750 gr de agua, con lo que se obtiene la cantidad de extracto madre por ciclo:

$$m_x = \frac{750 \text{ gr} * 4.375 \text{ gr}}{1000 \text{ gr}} = 3.431 \text{ gr}$$

Tras las pruebas realizadas en el equipo liofilizador, se obtuvo por ciclo la cantidad de 3.1 gr de producto. Con estos valores se calcula el porcentaje de rendimiento del equipo:

$$\frac{3.1 \text{ gr}}{3.431 \text{ gr}} * 100 = 90.34 \%$$

Se observa que es un alto porcentaje de rendimiento, con lo cual se obtiene la cantidad necesaria de extracto puro de laurel, para adquirir similares propiedades a las del extracto madre.

**Tabla 4. 5 Comparación entre extracto madre vs extracto liofilizado**

	<b>Extracto madre 1 lt</b>	<b>Extracto liofilizado diluído en 1lt</b>
<b>Estado</b>	Líquido	Líquido
<b>Tonicidad</b>	Marrón	Marrón
<b>Olor</b>	Penetrante	Penetrante
<b>Longitud de onda</b>	292 nm	292 nm
<b>Concentración de Extracto de laurel</b>	4.375 gr	4.13 gr
<b>Aspecto</b>	Homogéneo	Homogéneo
		

Fuente: Propia

Al conservar el mismo valor de longitud de onda, ratifica que el extracto liofilizado mantiene las propiedades del producto original, únicamente variando en cuanto a la concentración del mismo.

El uso del extracto de laurel para tratar enfermedades fúngicas en flores de verano como Rosa, Astromelia, Delphinium, Hytericum, Gypsophila, de la región interandina, se lleva a cabo en diversas florícolas, tales como Puembo Verde, Colo-Flor y Boutique-Flowers,

En los campos de la región interandina se realiza las aplicaciones de fungicidas mediante bombas de mochila de 20 lt, en los cuales hacen uso del extracto de laurel en una relación de 19 a 1. Es decir que haciendo uso de 4.13 gr de extracto liofilizado, se puede realizar una aplicación completa mediante una bomba de 20 lt.

#### **4.6. AJUSTES Y CALIBRACIÓN DEL EQUIPO**

El equipo liofilizador es capaz de modificar sus parámetros de control para ajustar el proceso a cualquier producto deseado. Los factores que se pueden modificar para necesidad del usuario son: tiempo de encendido de las niquelinas, tiempo de duración del proceso completo, setpoint de la temperatura alcanzada por las planchas de calentamiento y setpoint de la temperatura de trabajo del sistema de refrigeración.

Estos parámetros representan los puntos fundamentales que requiere el proceso de liofilización durante su desarrollo. Los setpoints de los controladores se pueden modificar ya sea durante o antes de la deshidratación, mientras que los tiempos de duración del proceso y el tiempo de encendido de las niquelinas, se deben fijar estrictamente al inicio de la liofilización.

Tanto el tiempo de acción de las niquelinas como el tiempo de duración del proceso son factores manejados por relés temporizadores ubicados en el tablero de control. Para realizar cualquier tipo de ajuste de estos parámetros es necesario acceder a la parte interior del tablero eléctrico y regular con la perilla hasta el valor deseado para el nuevo proceso, basándose en la escala marcada en la parte frontal de cada temporizador. El temporizador del proceso general está etiquetado como “Timer 1” y la escala de su perilla va de 0 a 30 horas de duración. El temporizador para las niquelinas está indicado como “Timer 2” y su rango de acción está ajustado para valores entre 0 y 30 minutos.



**Figura 4. 51 Perillas de regulación para los temporizadores**

Fuente: Propia

La calibración de los setpoints ya sea para la temperatura de las niquelinas o el sistema de refrigeración, puede ser establecida de dos maneras: mediante la computadora portátil directo desde el software SITRAD o ingresando manualmente al menú de cada controlador de temperatura ubicado en la parte frontal del tablero eléctrico y ajustando el valor con los botones de desplazamiento.

Para el primer caso, el ajuste de estos valores se realiza ingresando a la sección de parámetros, para esto el programa exige el ingreso de la clave de usuario, siendo esta el código 123.



**Figura 4. 52 Selección de la pestaña “Parámetros” en el software SITRAD**

Fuente: Propia

Una vez ingresado en la pestaña de parámetros se presenta una lista de funciones que utiliza el controlador que pueden ser modificados en caso de ser necesario, siendo el parámetro más importante el primero que indica

“Temperatura de control (setpoint)” y en la columna Valor se observa el valor guardado.

Función	Descripción	Mínimo	Máximo	Unidad	Valor
SET	Temperatura de control (setpoint)	-50.0	75.0	°C	60.0
F02	Comentario de indicación (offset)	-5.0	5.0	°C	0.0
F03	Mínimo ajuste permitido al usuario final	-50.0	75.0	°C	-50.0
F04	Máximo ajuste permitido al usuario final	-50.0	75.0	°C	75.0
F05	Diferencial de control (histeresis)	0.1	20.0	°C	0.5
F06	Retardo para reconectar la salida de refrigeración	0	999	seg	1
F07	Tiempo de refrigeración	1	999	min	999
F08	Tiempo de duración del deshielo	0	999	min	30
F09	Estado inicial al energizar el instrumento	0 - refrigeración	1 - deshielo	--	0
F10	Indicación bloqueada al entrar en deshielo	0 - No	1 - Sí	--	0

**Figura 4. 53 Configuración de setpoint en el software SITRAD**

Fuente: Propia

Para modificar el setpoint se escribe el nuevo valor en la casilla ubicada al lado derecho de la pestaña “Recetas” y se presiona enter. La pantalla del controlador en el tablero eléctrico cambiará por un momento indicando que el nuevo dato fue exitosamente guardado.

En el segundo caso, el valor se modifica ingresando al menú del controlador directamente, manteniendo presionado el botón SET hasta que se muestre el setpoint guardado anteriormente. Con las flechas arriba o abajo se modifica el parámetro y para salir se presiona nuevamente el botón SET hasta que la pantalla del controlador cambie, indicando que se almacenó el nuevo valor.



**Figura 4. 54 Configuración manual de setpoint**

Fuente: Propia

## CAPITULO 5

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 5.1. CONCLUSIONES

- La cantidad de producto a liofilizar incide directamente en la duración del proceso, así como su forma y especialmente su grosor ya que la capa seca que se produce en la parte superior del extracto hace cada vez más dificultosa la deshidratación del producto localizado en la base de la bandeja. Es por tanto, necesario la práctica de varias pruebas para determinar estos parámetros con cualquier tipo de producto que se desee deshidratar.
- La preparación del producto es un evento previo clave para una liofilización exitosa, y en cuanto a extractos botánicos disueltos en agua, esta consiste en granular la solución previamente congelada obteniendo un fino granizado que se esparce de forma homogénea en la bandeja, cerciorándose de que la temperatura no aumente para evitar cambios en su estado.
- La utilización de un material aséptico para la construcción del equipo como el caso del acero inoxidable 304 requiere de procesos de soldadura especializados de tipo TIG, que aunque presentan un coste más elevado brinda un buen acabado con mejores propiedades de resistencia a la corrosión, ductilidad y fuerza.
- Durante la liofilización, al encontrarse la cámara en vacío, el método de propagación del calor es únicamente por conducción ya que para la convección no existe un medio de transferencia. Por tanto, las planchas de calentamiento deben encontrarse en contacto directo con las bandejas que contienen el producto para resultados satisfactorios del proceso.

- Para el diseño del sistema eléctrico, debido a la relativamente alta potencia de los componentes de la máquina como el sistema de refrigeración y la bomba de vacío se deben separar los circuitos en potencia y control y así evitar daños o sobrecalentamiento en elementos como temporizadores de menor amperaje.
- El proceso de liofilización requiere de una delgada capa de producto homogénea a lo largo de la bandeja utilizada, para aumentar la capacidad de liofilización del equipo se recomienda la fabricación de bandejas con un área mayor y planchas de calentamiento que cubran completamente la base de las mismas.
- El aceite utilizado en la bomba de vacío rápidamente acumula impurezas externas que pueden ocasionar daños en el actuador o disminuir el vacío máximo alcanzado por la máquina, es por eso que se recomienda su cambio cada 24 horas de funcionamiento asegurando un óptimo rendimiento del equipo liofilizador.
- El tiempo promedio de duración del proceso de liofilización para la obtención de extracto de laurel completamente seco es de 13 horas, obteniendo una reducción de su peso original del 99% para un volumen máximo de 400 ml por bandeja.
- El diseño completo de la cámara de liofilización se realizó en base a la Norma ASME sección VIII, con lo que se garantiza el funcionamiento adecuado del equipo bajo las condiciones de trabajo establecidas para la liofilización.

## 5.2. RECOMENDACIONES

- El maquinado de las piezas que requieren de un pulido especial, como las bridas para asegurar un contacto superficial óptimo entre ellas, se recomienda efectuar una vez hechos los procesos de soldadura necesarios entre el resto de piezas ya que el calor que se aplica en estos procedimientos deforman los materiales y pueden causar imperfecciones notorias en su estructura.
- Durante la construcción de la máquina es importante realizar metódicamente pruebas de hermeticidad mediante ensayos no destructivos al equipo pues la presencia de fugas en la cámara disminuye el desempeño de la bomba de vacío afectando un factor de suma importancia como es la presión necesaria en el desarrollo del proceso de liofilización.
- Para asegurar un sellado hermético del cuerpo de la cámara con la tapa, la presencia de un empaque de tipo O-Ring resulta fundamental pues al crear la succión por medio de la bomba, este elemento de caucho por sus propiedades físicas se contrae de tal forma que evita cualquier paso de aire hacia el interior inclusive sin la presencia de pernos en la brida.
- La toma de vacío en la cámara así como la manguera por la cual se extraerá el aire deben ser dimensionadas del mayor tamaño posible según disponga la bomba de vacío para aprovechar el máximo caudal de succión mejorando de esta manera el tiempo de creación de vacío máximo y los resultados de liofilización.
- La temperatura de la cámara de liofilización no debe ser afectada por el evaporador de la cámara de condensación, por ende los cálculos para el dimensionamiento y la selección del material de la pared del aislante deben ser adecuados y así evitar que el producto altere su proceso de liofilización.

- Se recomienda llevar un registro continuo sobre el funcionamiento del equipo en el cual se puedan detallar las horas de trabajo, acontecimientos importantes o fallas en caso de existir alguna y un cuadro de control periódico de los distintos elementos que necesitan mantenimiento como son la bomba de vacío y el sistema de refrigeración.
- Es recomendable encender el sistema de refrigeración una vez alcanzado un vacío de -20 pulg de Hg en la cámara de liofilización, de esta manera se asegura que la escarcha formada en el serpentín de la cámara de condensación sea extraída únicamente de la humedad propia del producto más no de la humedad del ambiente.
- El sistema de refrigeración posee un visor para supervisión del estado del refrigerante, el cual consta de un indicador por pigmentación para determinar si el refrigerante se encuentra seco o húmedo antes de ingresar a la válvula de expansión. El indicador debe mostrar una coloración verde cuando su funcionamiento es normal, en caso de presentar un color amarillento debe consultarse con un técnico especialista para su inspección y mantenimiento.
- El conexionado de las planchas de calentamiento debe ser verificado que se realice de manera adecuada, para esto un código de colores señala los pares de cables que deben conectarse entre sí para evitar un funcionamiento inadecuado del sistema de calentamiento.
- Para evitar daños en los componentes eléctricos y electrónicos dentro del tablero de control, se recomienda realizar la desconexión de los interruptores termomagnéticos cuando el equipo no se encuentre en operación.
- En base a la apreciación visual de la dilución efectuada en laboratorio se concluye que 4.1 gr de liofilizado de extracto de laurel homogeniza un litro

de agua produciéndose el mismo color, textura y fluidez, similar a un litro de extracto madre.

- Para una liofilización exitosa dentro de un período menor a 12 horas se recomienda ubicar una cantidad máxima de 400 gr de producto congelado por bandeja y esparciéndolo uniformemente por toda la superficie de la misma.

## **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- BUENAÑO L. Y ESPARZA M. Diseño y construcción de un sistema de refrigeración de conservación para laboratorio. Tesis Ing. Mec. Riobamba. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2010
- Catálogo general de compresores herméticos y grupos de condensación TECUMSEH, Europa, 2001.
- Catálogo Parker Hannifin, O-ring, Argentina, 2003. p. 2
- CELIGUETA J. Métodos de los Elementos Finitos para Análisis Estructural. Escuela Superior de Ingenieros de San Sebastián. Cátedra de Análisis Estructural, 3ra. ed. Septiembre 2008. pp. 1-2.
- CONTRERAS J, DELGADO R, MORENO C, SANDOVAL J Y RAMÍREZ R. Liofilizador. Universidad de Guadalajara. Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingeniería. Marzo 2008. pp. 4-5
- FLESIA, M.A. La Conservación de sustancias perecederas por medio de la liofilización. U.T.N Fac. Reg. Santa Fe. Cátedra de Procesos Industriales. 2005. pp. 1, 6-11.

- ISOVER SALCADOR ESCODA S.A, Manual de aislamiento en la industria, MERCAILLAMENT, Cap. 2, Aislamiento térmico. pp 13-24.
- KURT C. ROLLE. TERMODINAMICA 6ta. ed. México DF. Pearson. 2006. pp. 425-426, 428-429
- MEGYESY. E. Diseño y cálculo de recipientes a presión, 7ma. ed, México DF., 1992. pp 14, 24, 32, 34.
- THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASME Boiler & pressure vessel code. División I. Sección VIII. 1998. pp. 25, 27, 37-40, 98, 118, 121, 332-335, 338-339.
- <http://bonnet.es/clasificacionacerinox.pdf>. Clasificación de aceros inoxidables, español, s.f.
- <http://www.itescam.edu.mx/principal/sylabus/fpdb/recursos/r46891.PDF>, Deshidratación: secado y liofilización.
- <http://www.fullgauge.com/es/PDF/MT-512Riplus.pdf>, MT-512Ri plus, español, 2006