



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS

MANUAL DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA UTILIZANDO DIÓXIDO DE CARBONO COMO SOLVENTE

Elaborado por: Br. Rafael Casanova
Br. Katherine PARRALES
Revisado y Corregido por: Prof. Alejandra Meza, Prof. Francisco Yáñez

Caracas, Noviembre de 2008

ÍNDICE

	Pág.
Introducción	2
1. Objetivos	3
1.1. General	3
1.2. Específicos	3
2. Revisión Bibliográfica	4
2.1. Extracción	4
2.2. Extracción Supercrítica	5
2.3. Fluidos Supercríticos	7
2.4. Mecanismo de Transporte de Sólidos	11
2.5. Capacidad Solvente y Selectividad de los SCFs	13
2.6. El Dióxido de Carbono como Fluido Supercrítico	15
2.7. Cosolventes o Entrainers	17
2.8. Condiciones de la Materia Prima	18
2.9. Aplicaciones de la Extracción con Fluidos Supercríticos	18
3. Metodología	21
4. Descripción del Equipo	22
5. Diagrama del Equipo	24
6. Procedimiento Experimental	25
6.1. Acondicionamiento del Equipo	25
6.2. Operación del Proceso	25
6.3. Recolección del Producto	26
6.4. Medidas de Seguridad para el Manejo de CO ₂	27
7. Lista de Símbolos y Abreviaturas	29
8. Modelo de Cálculo	30
9. Tablas de Datos Experimentales	32
10. Resultados	34
Bibliografía	36

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la utilización de nuevas tecnologías para la obtención de extractos naturales que no representen riesgos para la salud y que garanticen una calidad superior de los productos, ha cobrado gran interés en la población mundial. Las técnicas usuales generalmente utilizan solventes orgánicos que implican diversos riesgos debido a su toxicidad, a su poder inflamable y a los residuos que dejan en el extracto. Por este motivo, en los últimos años ha habido un gran auge en la extracción con fluidos supercríticos, los cuales tienen la capacidad de extraer sustancias de interés selectivamente, sin dejar trazas de solvente en el extracto.

La abundancia de dióxido de carbono (CO_2) en el ambiente y como subproducto de algunas empresas, ha encaminado su utilización en proyectos aprovechables para la humanidad. Su aplicación como solvente en condiciones supercríticas aporta soluciones para este gas, a la vez que contribuye con el desarrollo de la industria nacional.

La construcción de este instructivo de trabajo siguiendo los criterios de la Norma Venezolana ISO 10013:2001 (Documentación y Estandarización de un Proceso), se realiza para facilitar el establecimiento de los procedimientos para el arranque y parada del equipo, servir de guía de trabajo y de adiestramiento de los operadores, fortalecer la toma de decisiones y para tener un proceso registrado, controlado y con capacidad de identificar posibles mejoras a realizar en el futuro. Mediante las instrucciones que se indican en este manual, se puede efectuar un estudio donde se considera la mayor cantidad posible de parámetros involucrados en la operación de dicho proceso, logrando un aporte significativo en el campo de la industria de interés (procesamiento de alimentos, farmacia, cosmetología, entre otras).

1. OBJETIVOS

1.1.- General.

- ♦ Determinar las mejores condiciones de operación para obtener un extracto a partir de alguna materia prima en estudio (semillas, cáscaras, tallos, hojas, pétalos u otras partes de un fruto), mediante una tecnología de separación no convencional denominada *extracción supercrítica*, utilizando dióxido de carbono (CO₂) en condiciones supercríticas como solvente.

1.2.- Específicos.

- ♦ Adecuar el sistema de extracción supercrítica existente para la obtención del extracto a partir de la materia prima.
- ♦ Familiarizarse con el funcionamiento del equipo de extracción supercrítica.
- ♦ Determinar las condiciones iniciales de la materia prima en cuanto a humedad, composición y otras propiedades básicas para el proceso.
- ♦ Determinar la presión óptima de trabajo en base a rendimiento y composición del extracto obtenido.
- ♦ Determinar la temperatura óptima de trabajo en base a rendimiento y composición del extracto obtenido.
- ♦ Determinar el tiempo de residencia óptimo de trabajo en base a rendimiento y composición del extracto obtenido.

2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

A continuación se presentan los conceptos básicos necesarios para un buen entendimiento sobre la obtención de un extracto a partir de alguna materia prima en estudio, utilizando dióxido de carbono en condiciones supercríticas como solvente.

2.1.- Extracción.

En el área de tecnología de alimentos la *extracción* se define como la operación unitaria por la cual un componente de un alimento se separa o elimina mediante el contacto con otro material o fase que tiene mayor afinidad por él; mientras que el resto de los componentes permanecen en el alimento. Esta separación implica, por lo tanto, la existencia de dos fases, siendo el disolvente aquella que se añade al material original. Las dos fases pueden ser un sólido y un líquido, dos líquidos inmiscibles o un sólido o líquido y un gas; ésta es, además, la base de la clasificación de las operaciones de extracción.

La extracción requiere tres pasos sucesivos: la mezcla de la materia prima con el disolvente, la separación de las dos fases después del contacto y la eliminación del soluto contenido en el disolvente. La eficacia de la recuperación del disolvente, si su costo es elevado, determinará la viabilidad económica de la operación. En la extracción se han de considerar los siguientes fenómenos físicos:

- ❖ La difusión del compuesto de interés desde el interior de la materia prima hasta su superficie y, de aquí, hacia el grueso de la fase del disolvente. Para ello es necesario que, previamente, el disolvente penetre en el interior de la materia prima para arrastrar dicho componente. Su velocidad de difusión determinará el tiempo necesario para que se alcance el equilibrio entre las dos fases.
- ❖ La solubilidad del soluto que se desea extraer en el disolvente utilizado. Dado que la máxima concentración posible en el extracto final es la saturación del soluto, cuanto mayor sea ésta menor será el número de ciclos necesarios para lograr el grado de separación deseado.
- ❖ El equilibrio de la concentración del soluto en la materia prima y en el disolvente, que requiere que ambos estén en contacto durante un tiempo adecuado.

El principal factor que controla la extracción es la velocidad a la que un componente (soluto) se transfiere desde la fase tratada (materia prima sólida o líquida) a la fase disolvente. Esta velocidad depende del coeficiente de transferencia de masa, el cual varía con las condiciones de la materia prima, del soluto en cuestión y del disolvente.

Otros factores que afectan a la velocidad de extracción son:

- ❖ El área de exposición o grado de contacto de la materia prima con el disolvente y la profundidad de penetración de éste último. La reducción del tamaño de partícula facilita la extracción, al aumentar el área de exposición y disminuir la distancia que el soluto ha de migrar desde la materia prima hasta ponerse en contacto con el disolvente. El tamaño de partícula ha de controlarse para que el flujo en el extractor no se reduzca en exceso.
- ❖ El gradiente de concentración del soluto entre la materia prima y el disolvente, que es la fuerza conductora de la extracción.
- ❖ La temperatura a la que se realiza la operación. En general, al aumentar la temperatura se facilita la operación.
- ❖ La velocidad y las características del flujo del disolvente. Para mejorar la extracción conviene aumentar la velocidad de flujo del disolvente y que éste sea turbulento.

Los disolventes de interés para la industria alimenticia han de carecer de toxicidad, tener una elevada selectividad por los solutos y una baja miscibilidad con la materia prima. Deben además, ser inertes y estables, no inflamables ni explosivos, baratos y no perjudicar el medio ambiente.

La extracción más simple es la que se lleva a cabo en una etapa o contacto. Una etapa es una unidad del equipo en la que una o más fases se ponen en contacto, se mantienen así durante un período de tiempo en el que se produce la transferencia de masa de una fase a otra hasta alcanzar un estado de equilibrio (no necesariamente termodinámico) y se separan mecánicamente. Un ejemplo de extracción en contacto único es la descafeinización con agua de los granos crudos de café [Ordóñez, 1998].

2.2.- Extracción Supercrítica.

La *extracción supercrítica* es un tipo de extracción en la cual se utilizan fluidos supercríticos, tecnología de separación de desarrollo relativamente reciente. Se puede definir como la operación unitaria que utiliza el poder disolvente de determinados fluidos a una temperatura y presión superiores a sus valores críticos [Ordóñez, 1998]. Es válida tanto para alimentos sólidos como líquidos. La peculiaridad de este tipo de extracción es que el disolvente cambia de estado durante la operación. Estos disolventes, que en condiciones normales de presión y temperatura son gases, se transforman en *fluidos supercríticos* al ser calentados por encima de su temperatura crítica y comprimidos más allá de su presión crítica.

Una vez que se efectúa la extracción, los compuestos extraídos se pueden separar fácilmente del fluido supercrítico con tan sólo disminuir la presión y, por

lo tanto, su densidad. Al disminuir su densidad, también lo hace su capacidad como disolvente y los solutos, que habían sido solubilizados a densidades más altas, precipitan.

La efectividad de la extracción con fluidos supercríticos deriva precisamente de los grandes cambios que experimenta en ellos la solubilidad de diversos compuestos, al modificarse su densidad. Ésta última depende, a su vez, de la temperatura y presión aplicadas. Además, cuando las condiciones de presión se aproximan a la presión crítica, aumenta su selectividad. La solubilidad de solutos que tienen una estructura química similar es variable y depende de su peso molecular.

En la figura N° 1 se observa el equipo básico para la extracción supercrítica, el cual consta de forma muy general de un tanque de extracción donde se mantienen las condiciones supercríticas, y de un tanque de expansión (separador), a menor presión. Este equipo es de operación discontinua y tiene acoplados intercambiadores de calor para controlar la temperatura y evitar un enfriamiento excesivo del material a extraer; también se dispone en el interior del tanque de extracción un contenedor cilíndrico con extremos perforados.

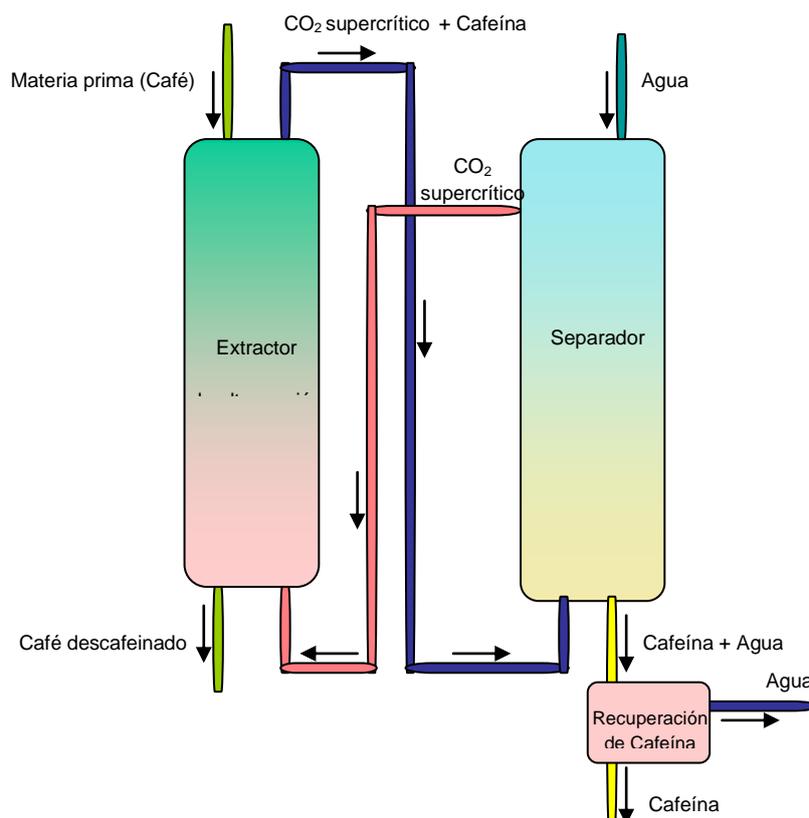


Figura N° 1. Diagrama general del equipo de Extracción Supercrítica.

En la extracción supercrítica, la temperatura y presión tienen un marcado efecto sobre la solubilidad, en tanto que en la extracción líquida, sólo la temperatura tiene un fuerte efecto sobre la solubilidad en el equilibrio.

Cualquiera sea el caso, trabajando en condiciones óptimas de temperatura y presión, es posible separar un compuesto de otro (u otros) aprovechando sus diferentes solubilidades [Ordóñez, 1998].

Dependiendo de los mecanismos de transferencia de masas, hay tres diferentes regímenes de extracción: (1) régimen velocidad constante (solubilidad controlada), (2) régimen fase I velocidad rápida (difusión controlada), y (3) régimen fase II velocidad rápida (desorción controlada).

La naturaleza de la matriz celulosa, en general, decide las características de la transferencia de masa en el proceso de extracción, donde el extracto es continuamente separado y el solvente supercrítico recuperado es continuamente reciclado. Además de la temperatura, presión y concentración de cosolvente del fluido supercrítico, las cuales deciden la solubilidad del mismo, también influyen otras variables del proceso como lo son velocidad de flujo, modo de flujo, tamaño de partícula, porosidad, fracción vacía y configuraciones del extractor, tales como: altura y diámetro [Mukhopadhyay, 2000].

2.3.- Fluidos Supercríticos.

En 1869 Thomas Andrews (1813-1885), realizó un estudio sistemático del equilibrio de fases del dióxido de carbono. Sus experimentos demostraron que la zona de equilibrio líquido-vapor disminuye a medida que aumenta la presión hasta que ambas se encuentran en un punto característico de cada sustancia, denominado *punto crítico*.

El punto crítico es definido por su temperatura crítica T_c , presión crítica P_c y volumen específico crítico v_c . La temperatura crítica del CO_2 es de $31\text{ }^\circ C$, lo que permitió a Andrews explorar el comportamiento de las sustancias comprimiendo CO_2 a temperaturas menores, iguales y mayores que T_c , estableciendo la continuidad de las fases líquida y gaseosa por encima del punto crítico. Cuatro años más tarde, Van der Waals, basado en los descubrimientos de Andrews, derivó la primera descripción teórica del equilibrio bifásico, por la que recibió el premio Nobel en 1910.

Los fluidos que se encuentran en estados por encima del punto crítico exhiben comportamientos y propiedades físicas diferentes de aquellas de los estados sólido, líquido o gas y se denominan fluidos supercríticos (Supercritical Fluids, SCFs). Un fluido se considera en estado supercrítico cuando su presión y su temperatura son superiores a los respectivos valores en su punto crítico.

En la figura N° 2 se observa el plano PT (presión vs temperatura) donde se presentan cada una de las zonas donde la sustancia se encuentra sólida,

líquida y gaseosa. La temperatura y presión del punto crítico (C), al final de la curva de presión de vapor, limitan inferiormente la zona supercrítica. Por encima del punto crítico de una sustancia pura no puede existir equilibrio líquido-vapor.

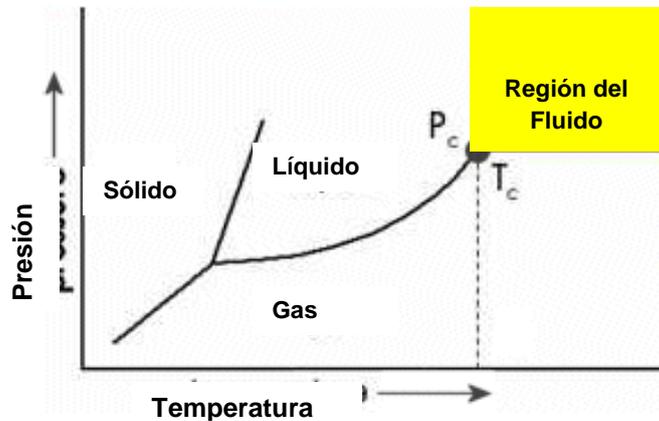


Figura Nº 2. Diagrama de fases para un compuesto puro.

El término fluido cuasi-crítico o NCF (near-critical fluid), se aplica a líquidos que exhiben propiedades similares a las propiedades de los fluidos supercríticos, aún cuando en muchos casos estas condiciones se presentan sin estar necesariamente cerca de las condiciones críticas.

En estas condiciones supercríticas, estos fluidos tienen un estado de agregación en el que no es posible distinguir si se encuentra en fase líquida o gaseosa, o bien un estado de la materia en la que ésta se comporta como un gas (es compresible), aunque posee la densidad de un líquido, y por tanto, el poder disolvente de éste último [Cifuentes y colab., 2004]. De hecho, sus características son muy peculiares e intermedias entre las del líquido y el gas, como [Ordóñez, 1998]:

- ❖ Una densidad elevada (a alta presión), similar a la fase líquida. Por ello, actúan como excelentes disolventes líquidos; cuanto mayor es la presión, más aumenta su capacidad disolvente.
- ❖ Una alta difusividad, una viscosidad relativamente baja y ausente de tensión superficial, semejante a la propiedades del gas. Esto les confiere un excelente poder de penetración y de mezcla, así como gran velocidad de transferencia de masa.

Estas características se muestran en la tabla Nº 1 y se observa que los fluidos supercríticos exhiben propiedades intermedias entre aquellas de gases y líquidos. Densidades similares a las de los líquidos y propiedades de transporte que se aproximan más a las de los gases, es una de las características que los hacen aptos para la extracción.

Tabla Nº 1. Propiedades físicas medias de gases, fluidos supercríticos y líquidos.

Estado del fluido	Densidad (g/cm ³)	Viscosidad (g/cm.s)	Difusividad (cm ² /s)
Gas, 1 bar	10 ⁻³	10 ⁻⁴	0,2
SCF (Tc, Pc)	0,3	10 ⁻⁴	0,7 10 ⁻³
Líquido	1	10 ⁻²	10 ⁻⁵

En la tabla Nº 2 se muestran las propiedades críticas de sustancias puras, en ésta se puede observar la similitud de las propiedades del dióxido de carbono con otros compuestos, sin embargo, alguno de éstos pueden resultar contaminantes para el extracto obtenido a diferencia del dióxido de carbono.

Tabla Nº 2. Propiedades críticas de sustancias puras.

Compuesto	Peso Molecular	Tc (K)	Pc (bar)	Vc (cm ³ /mol)
Agua	18,02	647,1	220,55	55,9
Dimetil éter	42,00	400,0	52,40	178,0
Dióxido de Carbono	44,01	304,2	73,83	94,0
Etano	30,07	305,3	48,72	145,5
Etanol	46,07	513,9	61,48	167,0
Etil acetato	88,11	523,3	38,80	286,0
Etileno	28,05	282,3	50,40	131,0
n-Hexano	86,00	507,5	30,10	368,2
Propano	44,10	369,8	42,48	200,0

En particular, la densidad y la viscosidad cambian drásticamente en condiciones cercanas al punto crítico. Tensión superficial despreciable sumada a coeficientes de difusión un orden de magnitud superior y viscosidades cien veces menores a las de los solventes líquidos, resultan en una gran penetración del fluido en matrices sólidas con altas velocidades de transferencia del soluto en el fluido supercrítico.

Adicionalmente, en regiones donde un fluido supercrítico es altamente compresible, su densidad, y por tanto su poder solvente, puede ser ajustada sobre un amplio rango, con modestas variaciones de temperatura y/o presión. La habilidad de los SCFs de modificar su poder solvente constituye una característica clave que puede ser usada para controlar comportamientos de fase, procesos de separación (extracción supercrítica, desolventización), velocidades y selectividades en reacciones químicas y morfológicas en procesamiento de materiales.

Otras propiedades relacionadas con la utilización de SCFs en procesos de extracción son:

- ❖ *Baja temperatura de extracción.* Esta propiedad hace que los fluidos supercríticos sean adecuados para procesar materiales térmicamente inestables, como los son la mayoría de los productos naturales, pudiendo reemplazarse operaciones a alta temperatura, tal como la destilación con vapor por extracción supercrítica a temperaturas moderadas.
- ❖ *Selectividad.* La posibilidad de ajustar el poder solvente de un fluido supercrítico modificando levemente la temperatura y presión hace que los SCFs tengan el potencial para disolver y extraer en forma preferencial clases seleccionadas de compuestos. Por otro lado, los fluidos supercríticos ofrecen las ventajas de la destilación y de la extracción, puesto que separan compuestos no sólo por diferencias de presiones de vapor, sino también por interacciones específicas entre soluto y solvente (o cosolvente).
- ❖ *Productos finales sin residuos de solvente.* Después que un fluido supercrítico ha extraído los componentes deseados de la mezcla, el mismo puede separarse totalmente del producto extraído con solo modificar la temperatura y/o presión de operación, lo que permite su reutilización en unidades de procesos continuos y semicontínuos. En las típicas extracciones líquidas que utilizan solventes orgánicos, la separación del solvente del producto final se realiza a través de un tren de destilación, involucrando grandes consumos energéticos.

En la figura N° 3 se observan los cuatro pasos primarios involucrados en la extracción con fluido supercrítico, éstos son: Extracción, Expansión, Separación y Compresión del solvente; es así como se observa el proceso de extracción supercrítica sobre el diagrama de fases de un compuesto puro.[Productos Forestales no Madereros, 2006].

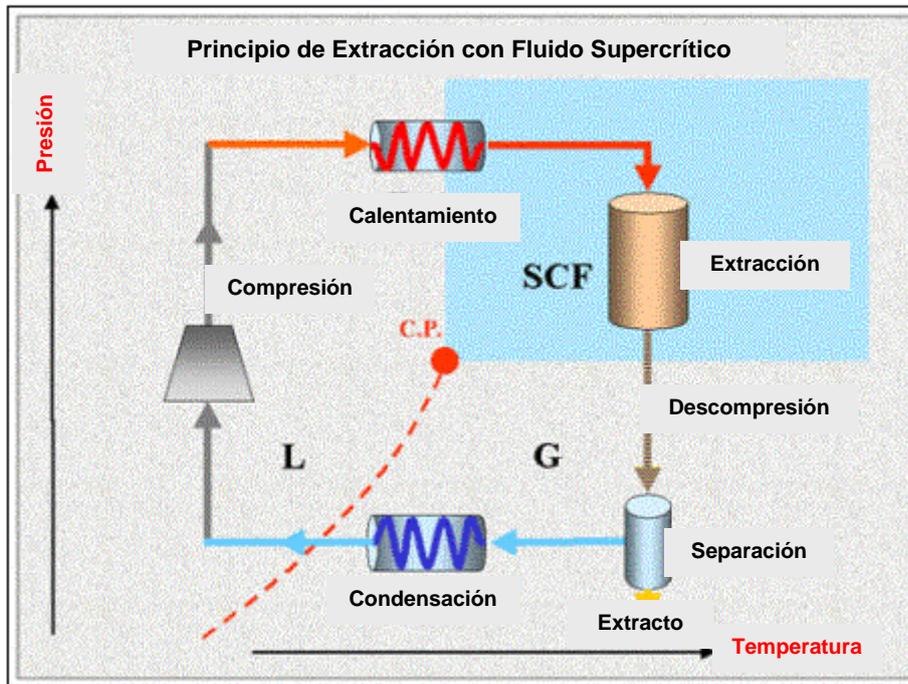


Figura N° 3. Diagrama básico del proceso de extracción con fluido supercrítico.

Algunos compuestos utilizados como SCFs, se encuentran resumidos en la tabla N° 3 [Mukhopadhyay, 2000]:

Tabla N° 3. Propiedades de algunos SCFs comúnmente usados.

Fluido	Punto de ebullición normal (°C)	Presión crítica (bar)	Temperatura crítica (°C)	Densidad en el punto crítico (g/cm ³)
Dióxido de Carbono	-78,5	73,8	31,1	0,468
Etano	-88,0	48,8	32,2	0,203
Propano	-44,5	42,5	96,7	0,220
Benceno	80,1	48,9	289,0	0,302
Tolueno	110,0	41,1	318,6	0,29
Agua	100,0	220,5	374,2	0,272

2.4.- Mecanismo de Transporte de Sólidos.

Cuando un lecho fijo de sólidos está en contacto con un flujo de CO₂ supercrítico, el mecanismo de transporte de masas envuelve difusión y adsorción del solvente supercrítico seguido de la desorción del soluto, difusión a través de los poros, y el transporte convectivo a lo largo del flujo del solvente supercrítico cruzando la altura del lecho. Pero el factor crucial es la distribución

inicial de la sustancia extraíble dentro del sustrato sólido el cual puede existir en el estado adsorbido ya sea en la superficie externa o en la superficie de los poros, o puede existir en un estado disuelto en el citoplasma o en las vacuolas dentro las células de la planta. La resistencia a la transferencia de masa a través de las membranas de las células de la planta no es importante si el material natural se tritura y la estructura celular se rompe.

En la figura N° 4 se muestra una descripción esquemática del proceso de extracción vinculado a los siguientes pasos paralelos y secuenciales en modo constante de extracción:

- ❖ Paso 1. Difusión del CO₂ en los poros y adsorción del CO₂ en la superficie sólida.
- ❖ Paso 2. Transporte del soluto a la capa externa y formación de una película líquida delgada por encima de las partículas sólidas.
- ❖ Paso 3. Disolución del soluto en CO₂ supercrítico.
- ❖ Paso 4. Transporte convectivo del soluto al seno del fluido supercrítico.

Subsecuentemente, en el modo inestable de extracción, el proceso de extracción supercrítica vincula:

- ❖ Paso 5. Desorción del soluto desde el sólido o poros seguido por
- ❖ Paso 6. Disolución del soluto en CO₂ supercrítico.
- ❖ Paso 7. Difusión del soluto en los poros.
- ❖ Paso 8. Transporte convectivo inestable del soluto al seno del fluido supercrítico [Mukhopadhyay, 2000].

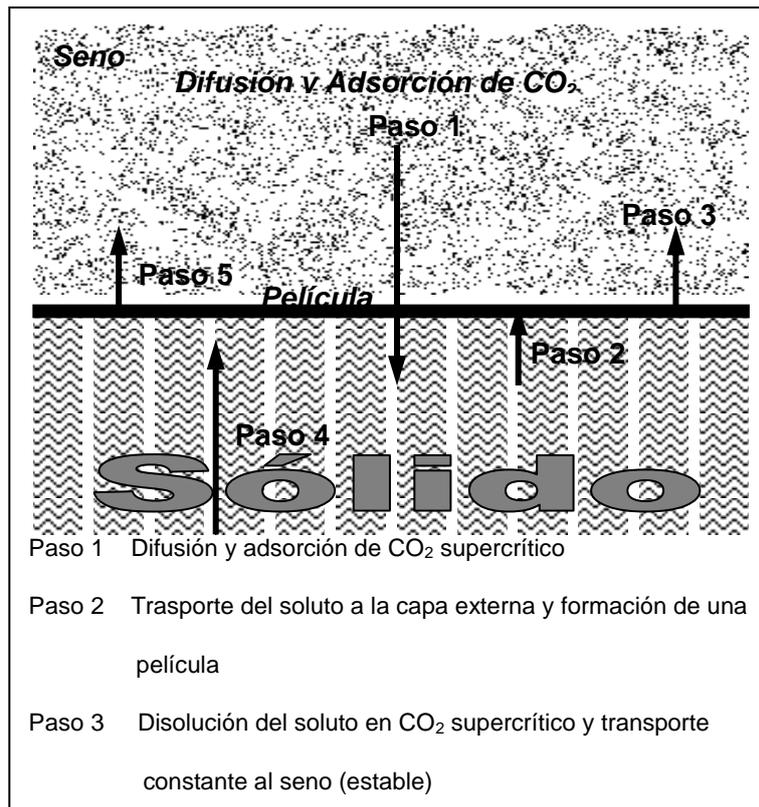


Figura Nº 4. Descripción esquemática del mecanismo de transporte del fluido supercrítico a través de un sólido.

2.5.- Capacidad Solvente y Selectividad de los SCFs.

La capacidad solvente de un fluido supercrítico se refiere al poder que tiene ese solvente para disolver un soluto determinado bajo condiciones específicas [Márquez, 2003]. Esta capacidad depende de sus propiedades fisicoquímicas, tales como la polaridad, además de otras propiedades termodinámicas [Mukhopadhyay, 2000]. Este poder disolvente puede ser elevado, permitiendo una gran versatilidad y selectividad según las condiciones de temperatura y presión a que se sometan.

Las diferencias de solubilidad de distintas sustancias en los fluidos supercríticos, se deben principalmente a las interacciones particulares que se establecen entre el soluto dado con el solvente supercrítico. En el caso de las moléculas polares, prevalecen las fuerzas del tipo dipolo-dipolo, en el cual las moléculas se alinean formando un campo eléctrico. Los fluidos supercríticos tienen capacidad solvente hacia las sustancias lipofílicas, que son sustancias no polares.

Las moléculas no polares se mantienen unidas mediante las fuerzas de dispersión de London, según la cual se forma una nube electrónica con la carga negativa orientada hacia un lado, lo que da como resultado que en ese instante el átomo tenga un dipolo aparente. Un átomo vecino que se encuentre

cerca de éste, se verá influenciado por este dipolo y los electrones de este átomo se alejarán de la región negativa del mismo, debido a la repulsión electrónica, generando un dipolo similar en un átomo vecino. Este dipolo varía según el movimiento de los electrones [Márquez, 2003]. Estas configuraciones se pueden observar en la figura N° 5.

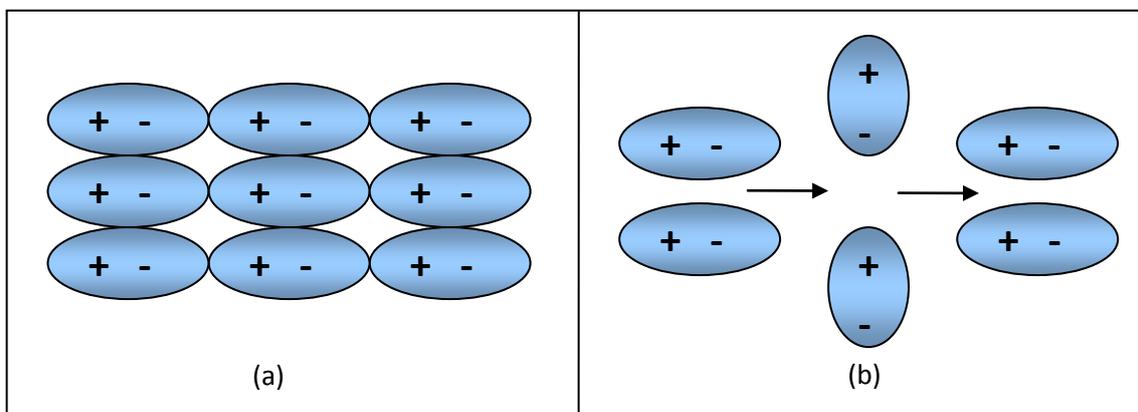


Figura N° 5. (a) Fuerzas dipolo-dipolo. (b) Fuerzas de dispersión de London.

La adición de cosolventes también genera aglomeración molecular alrededor del soluto, lo cual aumenta la selectividad y el poder solvente del fluido. Los cosolventes normalmente son sustancias volátiles que tienen afinidad por el soluto, y se agregan en una concentración mucho menor a la del solvente, lo cual permite tener un rango mayor de interacción con las moléculas.

La capacidad de extracción de los compuestos con CO₂ en condiciones supercríticas, depende de los diferentes grupos funcionales presentes en la materia prima, de sus pesos moleculares y su polaridad. La tabla N° 4 presenta una clasificación de la solubilidad de ciertos compuestos en el CO₂ [Mukhopadhyay, 2000]:

Tabla N° 4. Solubilidad de algunos compuestos naturales en CO₂ supercrítico.

Solubilidad	Muy Soluble	Medianamente Soluble	Casi Insoluble
Compuestos naturales	Orgánicos no polares y ligeramente polares de bajo peso molecular (< 50), tales como	Orgánicos de peso molecular mayor (< 400), tales como terpenos y sesquiterpenos sustituidos,	Orgánicos con pesos moleculares superiores a 400, tales como azúcares, proteínas,

	mono y sesquiterpenos, tioles, ácido acético, benzaldehído, hexanol, glicerol, acetatos.	agua, ácido oleico, glicerol, lípidos saturados con cadenas hidrocarbonadas hasta C ₁₂ .	taninos, sales inorgánicas, ceras, clorofila, carotenoides, cítricos, aminoácidos, nitratos, pesticidas, insecticidas, entre otros
--	--	---	--

Por ejemplo, los hidrocarburos y otros compuestos orgánicos de polaridad relativamente baja, tales como ésteres, éteres, aldehídos, cetonas, lactosas y epóxidos, son extraíbles mediante extracción supercrítica con CO₂ con presiones en el rango de 75 a 100 bar, mientras que sustancias medianamente polares, tales como derivados del benceno con 1 grupo carboxilo y 2 grupos hidroxilos, son moderadamente solubles. Los compuestos altamente polares, tales como los que tienen 1 grupo carboxilo y 3 o más grupos hidroxilos, son apenas solubles. Para la extracción de ciertas clases de productos, frecuentemente se le inyecta un cosolvente al CO₂ supercrítico, con la finalidad de aumentar su polaridad y, por lo tanto, su capacidad solvente [Mukhopadhyay, 2000].

2.6.- El Dióxido de Carbono como Fluido Supercrítico.

El dióxido de carbono, que tiene condiciones supercríticas a 31 °C y 73,8 bar, es el más empleado para la extracción supercrítica en la industria alimenticia, farmacéutica y cosmética por diversos motivos [Mukhopadhyay, 2000; Ordóñez, 1998]:

- ❖ Muestra propiedades supercríticas en condiciones suaves de presión y temperatura, siendo muy adecuado para solutos sensibles al calor. Además, a presión atmosférica es un gas y escapa a la atmósfera, sin dejar residuos en el alimento.
- ❖ Es inerte con respecto a la materia prima, evitándose el riesgo de reacciones secundarias (por ejemplo, oxidaciones), y no se conoce efectos negativos sobre el ser humano.
- ❖ Es inodoro e insípido.
- ❖ Tiene una polaridad baja y similar a la del pentano y hexano, disolventes comunes a la extracciones líquidas. Es decir, puede sustituirlos al extraer compuestos similares.
- ❖ Permite una separación fraccionada. Simplemente eligiendo las condiciones de presión y temperaturas más adecuadas en distintos

extractores secuenciales se pueden fraccionar por separado distintos compuestos.

- ❖ Adquiere poder de solvatación (proceso de interacción entre las moléculas de un solvente y las de un soluto formando agregados), la cual es una propiedad típica de los líquidos, y puede ser usado como disolvente de diversos componentes alimenticios.
- ❖ Tiene baja viscosidad, alto coeficiente de difusión, gran penetrabilidad y elevada velocidad de extracción.
- ❖ No es inflamable, tóxico ni corrosivo.
- ❖ Es barato y fácilmente disponible [Espinosa, 2001].
- ❖ No deja residuos en el extracto, ya que se libera a la atmósfera como un gas a la presión y temperatura ambiente, durante el proceso de descarga. En las plantas industriales en donde el consumo de CO₂ es elevado, se puede controlar la operación reciclando este solvente.
- ❖ El CO₂ requerido para los procesos de extracción supercrítica está presente en el sistema ambiental, obtenido como producto de procesos de fermentación o de las industrias. Por lo tanto, su uso como solvente no causa ningún incremento en la cantidad de CO₂ presente en la atmósfera terrestre, ni contribuye con el efecto invernadero.

Una de las limitaciones que tiene el CO₂ es que es muy poco polar, por lo que puede resultar menos efectivo para extraer compuestos polares. Para eliminar este inconveniente, cuando se requiere, se introducen los llamados cosolventes, esto es, compuestos de mayor polaridad que añadidos en una proporción muy pequeña, producen cambios apreciables en la solubilidad y selectividad del CO₂ supercrítico [Cifuentes y colab., 2004].

En el caso de la utilización de CO₂ como fluido supercrítico, el bajo costo resultante de su abundancia, su facilidad de obtención y de recuperación, y su completa eliminación del extracto sin dejar residuos durante la descompresión (disminución de etapas de separación posteriores), compensa los mayores costos del equipamiento necesario para comprimirlo y retenerlo en ese estado. Todas las ventajas que posee, lo convierten en una opción muy importante y en un futuro próximo, en un solvente de uso masivo [Fernández y Fernández, 1997]. El diagrama Presión-Temperatura para el dióxido de carbono se aprecia en la figura N° 6:

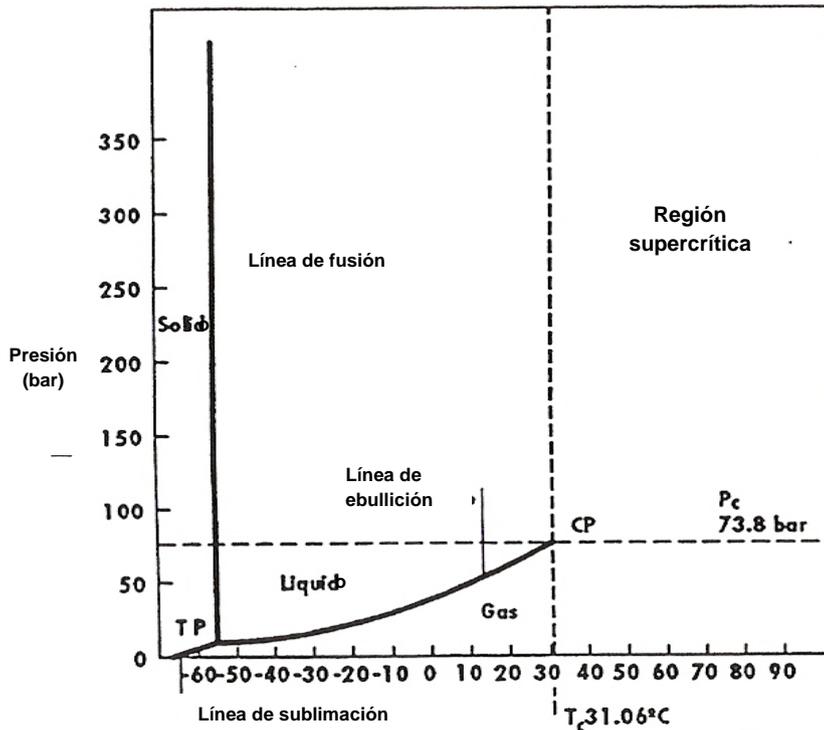


Figura Nº 6. Diagrama de fases del CO₂ (Taylor, 1996).

2.7.- Cosolventes o Entrainers

Un cosolvente o entrainer es un componente adicional, generalmente de volatilidad intermedia, que se agrega en pequeñas cantidades al solvente supercrítico con la finalidad de aumentar la solubilidad del soluto en la fase supercrítica, logrando así separaciones más efectivas.

El incremento de solubilidad es debido al hecho de que los cosolventes son seleccionados de modo que interactúen más fuertemente con el soluto que con el solvente supercrítico, creando puentes de hidrógeno o fuertes interacciones dipolo-dipolo. Dependiendo de la naturaleza de los solutos, un cosolvente puede no sólo aumentar la solubilidad de los mismos en la fase supercrítica, sino también aumentar la selectividad de la extracción de solutos de diferente polaridad.

Ciertas consideraciones deben tenerse en cuenta cuando se agrega un cosolvente a un fluido supercrítico. La adición del cosolvente aumenta los grados de libertad del sistema. De modo que puede formarse una segunda fase líquida. Por otro lado, el entrainer puede ser soluble en productos de la extracción, lo que requerirá un fraccionamiento posterior [Mukhopadhyay, 2000].

2.8.- Condiciones de la Materia Prima.

En términos generales, la materia prima que va a ser sometida a un proceso de extracción supercrítica, debe consistir en partes frescas o secas de un material vegetal. Estos pueden ser las semillas, flores, brotes, hojas, cáscaras, frutos, maderas, corteza de árboles o raíces [Márquez, 2003]. Dichas partes del vegetal deben estar previamente troceadas o picadas, para tener mayor área superficial y así favorecer el contacto entre éstas y el SCF.

2.9. Aplicaciones de la Extracción con Fluidos Supercríticos [Márquez, 2003].

La tecnología supercrítica surgió en Alemania, con la primera aplicación a gran escala en la industria alimenticia para descafeinización del café y té, extracción de resinas de lúpulo, y posteriores aplicaciones de menor volumen en extracción de aromas, colorantes y en la industria farmacéutica y cosmética. Actualmente existen plantas similares en los Estados Unidos, Francia e Italia; China y Corea cuentan con plantas de extracción supercrítica para obtención de productos farmacéuticos; India para extracción de especies y aromas; plantas de mediana escala en España e Inglaterra aplican cromatografía supercrítica para la obtención de nutraceuticos y en Estados Unidos opera una de las mayores plantas del mundo en fabricación de pinturas.

Una posible clasificación de las aplicaciones de SCFs se detalla a continuación:

A) Aplicaciones de fluidos supercríticos al procesamiento de productos naturales.

❖ *Extracción, refinado y fraccionamiento de aceites comestibles, grasas y ceras.* La extracción se refiere a la separación de algunos solutos presentes en materiales naturales sólidos, tales como semillas, frutos o cáscaras de cítricos. El término refinado se aplica a la separación de determinados compuestos, generalmente perjudiciales, como carotenoides, fosfolípidos y ácidos grasos libres, que favorecen la oxidación y como consecuencia el enranciamiento de aceites, en tanto que el fraccionamiento permite separar selectivamente triglicéridos de cadena corta e insaturados de aceites vegetales y animales, y determinados compuestos presentes en productos naturales, generalmente de alto valor, como vitaminas, aromas y ácidos grasos poliinsaturados, entre otros.

❖ *Extracción de alcaloides de matrices vegetales.* Tal como la descafeinización de café y té.

❖ *Extracción de aromas, especias, aceites esenciales y extracción de terpenos de aceites cítricos.*

- ❖ *Separación de compuestos valiosos.* Carotenos (colorantes naturales obtenidos a partir de aceite de palma y de zanahoria), tocoferoles (antioxidantes naturales extraídos de aceites vegetales), lecitina (emulsionante natural de grasas, obtenida de aceites vegetales y animales).
- ❖ *Purificación de materiales.* Producción de extractos libres de pesticidas: ginseng, aceites vegetales y aceites de pescado. De-alcoholización de vinos y cervezas. Tratamiento de productos naturales para eliminación de solventes orgánicos residuales provenientes de una extracción previa con solventes líquidos. Obtención de productos de bajo tenor graso y bajo colesterol.
- ❖ *Producción de nutracéuticos.* Se denomina nutracéuticos a aquellos extractos que tienen aplicaciones nutritivas y medicinales, como vitaminas y antioxidantes. Es una de las aplicaciones de rápido crecimiento en el mundo.
- ❖ *Aplicaciones farmacéuticas.* Los fluidos supercríticos pueden ser usados para micronizar (reducir a polvo fino) drogas, encapsular drogas en matrices poliméricas, fraccionar mezclas de proteínas y esterilizar organismos bacterianos.
- ❖ *Cromatografía supercrítica.* Esta técnica permite separar compuestos de alto peso molecular y térmicamente lábiles (poco estables) que no pueden ser separados por cromatografía gaseosa. Los cromatógrafos supercríticos utilizan dióxido de carbono como fase móvil, modificada generalmente con 1 a 5% de solventes orgánicos polares, y cuentan con características adicionales tales como presión y densidad programadas, lo que permite un mejor control de la solubilidad.

B) Otras aplicaciones

- ❖ Extracción de alcoholes de agua.
- ❖ Destrucción de residuos peligrosos en unidades de oxidación con agua supercrítica.
- ❖ Extracción de solventes orgánicos.
- ❖ Tratamiento de materiales: purificación y expansión de polímeros en medios supercríticos.
- ❖ Fluidos supercríticos como medios de reacción.
- ❖ Diseño de partículas [Espinosa, 2001].
- ❖ Extracción de celulosa y glucosa.
- ❖ Eliminación de la nicotina del tabaco.
- ❖ Extracción de metales, utilizando un agente quelante.
- ❖ Eliminación de solventes orgánicos en pinturas y recubrimientos.
- ❖ Extracción compuestos tóxicos y contaminantes.

- ❖ Extracción de aceites esenciales para la industria farmacéutica, cosmética, de perfumes y aromaterapia.
- ❖ Regeneración de catalizadores.
- ❖ Purificación del agua.

3. METODOLOGÍA

La metodología a emplear es la siguiente:

- ❖ Determinar la humedad (X), composición y otras características básicas de la materia prima.
- ❖ Fijar una presión de trabajo (1800psig) y una cantidad de materia prima en base seca. En estas condiciones, se variará la temperatura en un rango de 45-60 °C con intervalos de 5 °C para recolectar el extracto, (resultando un total de 4 pruebas) esto a fin de determinar el efecto de la misma sobre el rendimiento y la composición del extracto obtenido.
- ❖ Con la temperatura que corresponde al máximo rendimiento, se realizará un barrido de presión entre 1300-2200 psig con intervalos de 100 psig para recolectar el extracto (resultando un total de 9 pruebas), manteniendo la cantidad de materia prima fija, a fin de determinar el efecto de la presión sobre el rendimiento y la composición del extracto.
- ❖ Con la temperatura y la presión que corresponden al máximo rendimiento, se realizará un barrido en los tiempos de extracción del equipo en un rango de 30 a 150 minutos con intervalos de 30 minutos para recolectar el extracto (resultando un total de 5 pruebas), a fin de determinar su efecto sobre el rendimiento y la composición del extracto obtenido.
- ❖ Se determinará:
 - ♦ Los componentes y composición del extracto aplicando la técnica de cromatografía de gases, espectrometría de masa, espectroscopia infrarroja y/o resonancia magnética.
 - ♦ Algunas propiedades físicas de interés tales como: densidad (d), gravedad específica (s.g),e índice de refracción (IR).
 - ♦ El rendimiento en base seca RS (masa de extracto recolectado / masa de materia prima cargada).
 - ♦ Algunas características tales como: color, consistencia, lucidez, solubilidad en agua, aroma; las cuales se determinan por medio de pruebas organolépticas.

4. DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

El conjunto de equipos instalados para la realización de las pruebas experimentales y la obtención del extracto a partir de una materia prima utilizando como solvente dióxido de carbono en condiciones supercríticas, son los siguientes:

El tren de extracción se muestra en la figura N° 7 y está organizado en dos secciones:

- ❖ *Presurización-Alimentación.* En la sección de alimentación se encuentra una bombona de dióxido de carbono (B-01), en estado líquido, a una presión de 900 psi (61,2 atm) y a 25°C aproximadamente. Esta bombona posee una válvula de aguja (V-01), que permite la alimentación del CO₂ líquido al sistema mediante una tubería de acero inoxidable 316 de ¼". En la sección de presurización se encuentra un recipiente presurizador (RP-01), o autoclave de forma cilíndrica, con una capacidad de 2 litros, hecho de acero inoxidable 316 que aguanta presiones de hasta 4500 psi (306,2 atm). Este recipiente o autoclave está rodeado por una resistencia de calentamiento eléctrica de 4,5 Kw que posee un regulador e indicador de temperatura (TI-01). El recipiente RP-01, posee en el tope un manómetro tipo Bourdon (PI-01), donde se puede leer la presión dentro del mismo. Para la comunicación de la sección de alimentación a la de presurización se tiene una válvula de aguja (V-02) y una válvula check ubicada antes de la entrada del recipiente de presurización RP-01. En la línea de salida del recipiente presurizador (RP-01) se encuentra instalada una válvula (V-03), que permite el paso del CO₂ al equipo de extracción, así como una válvula de alivio (V-04) con el fin de mantener en el recipiente una presión adecuada para la seguridad del sistema.

Extracción-Separación. La sección de extracción consiste de un equipo o reactor (RE-01), que soporta presiones de hasta 3000 Psi contenido en un recipiente de aluminio (R-01) de 700 mililitros de capacidad, que posee un sello hermético. En el tope del equipo se encuentra una válvula (V-05) que permite regular la entrada del gas. Además, hay un manómetro tipo Bourdon (PI-02), que mantiene la lectura de la presión dentro del recipiente donde ocurre la extracción. Para la salida del reactor se cuenta con una válvula (V-07), donde pasa la grasa y el solvente, de la sección extracción a la sección de separación, a través de una tubería de acero inoxidable 316 de ¼". El equipo cuenta además en el tope, con un sistema de venteo de dióxido de carbono al medio ambiente, para mantener la seguridad del proceso, que se controla

mediante una válvula de alivio (V-06) y con un regulador de temperatura (TR-01). El regulador (TR-01), ubicado a un lado del equipo, permite la realización de pruebas a temperaturas determinadas. Bajo el reactor se encuentra una plancha de calentamiento para regular la temperatura de operación del mismo.

Finalmente, en la sección de separación (SS-01), se recupera la grasa extraída mediante la conexión con el equipo de extracción, y se separa del CO₂ gaseoso. Éste componente del equipo se une a la sección de extracción mediante la conexión de la tubería de acero inoxidable 316 de ¼" a la válvula de salida (V-07) del equipo de extracción hacia un balón, donde se produce la recuperación de la grasa. Este tubo o sección de separación se sumerge durante la experiencia en un baño de hielo y agua para producir la condensación de la grasa. En esta sección, el CO₂ se libera al ambiente.

5. DIAGRAMA DEL EQUIPO

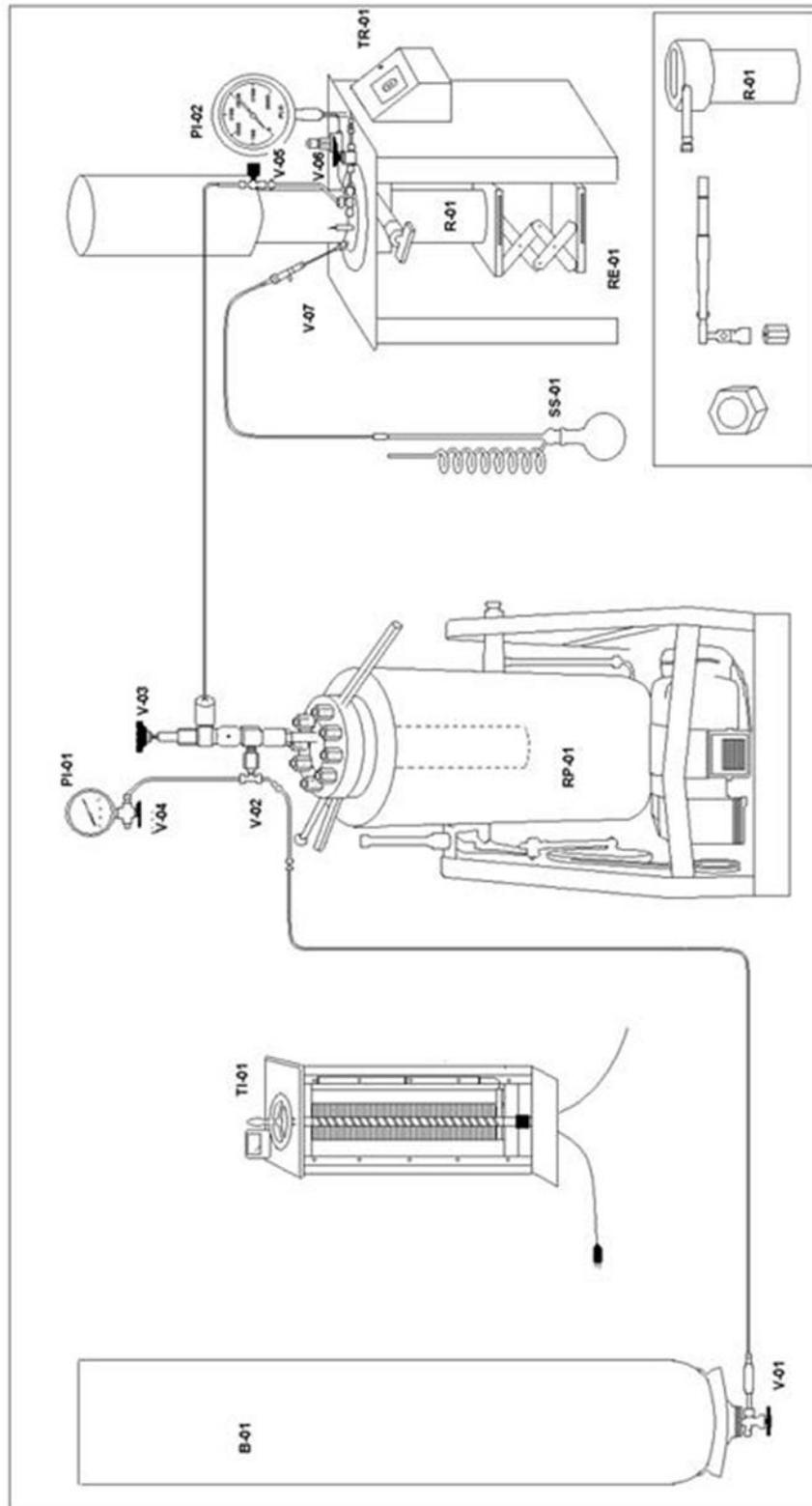


Figura N° 7. Diagrama de Flujo del Equipo de Extracción Supercrítica.

6. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En esta sección se presenta el procedimiento experimental asociado a cada una de las etapas del proceso de extracción supercrítica las cuales son: acondicionamiento del equipo, operación del proceso y recolección del producto.

6.1. Acondicionamiento del equipo.

El acondicionamiento del equipo incluye la colocación de la bombona que contiene el CO₂ y su conexión a la línea de presurización correspondiente; la preparación de la materia prima que consiste en determinar su composición, humedad, absorción de agua y tamaño de grano; posteriormente pesarla y cargarla al extractor.

La carga de la materia prima en el extractor se realiza manualmente con la ayuda de una espátula. Una vez cargado el extractor con materia prima se procede a su cierre hermético y a la conexión en el montaje para la posterior dosificación de solvente, presurización y calentamiento. Posteriormente es necesario realizar una prueba de presión a fin de validar las condiciones de seguridad y detectar posibles fugas, las cuales deben ser resueltas antes de operar el sistema.

6.2. Operación del proceso.

Para la realización de las experiencias, se deben establecer inicialmente la presión y temperatura de extracción siguiendo estos pasos:

- 1) Verificar que el sistema no se encuentre presurizado, para ello se utilizan los manómetros PI-01 y PI-02, luego se lee la presión que indican, éstos deben indicar 0 psig en condiciones despresurizadas. En caso de encontrarse presurizado (presión > 0 psig) el sistema y/o requerirse la despresurización de la sección de extracción, se debe descargar el sistema haciendo uso del venteo manual, cerrando la válvula V-01 y abriendo lentamente la válvula V-06, realizar este proceso de venteo hasta que los indicadores de presión marquen 0 psig.
- 2) Verificar que todas las válvulas del equipo se encuentren cerradas.
- 3) Abrir lentamente la válvula V-01 de la bombona que contiene el dióxido de carbono B-01, y de esta manera se carga el recipiente para presurizado RP-01.

- 4) Esperar a que se establezca la presión del recipiente de alimentación V-01. La presión del RP-01 debe ser igual a la de la B-01. Para verificarlo se utiliza el PI-01. En el caso de requerirse que el sistema opere por encima de las condiciones de almacenamiento del dióxido de carbono en la B-01, se debe cargar previo al paso 3 el hielo seco al recipiente.
- 5) Acoplar el TI-01 a la resistencia de calentamiento. Encender el reóstato para comenzar el calentamiento en el RP-01.
- 6) Esperar a que se establezca la presión en el sistema, según sea el requerimiento de la experiencia a realizar y luego alimentar el solvente al reactor a través de la manipulación de la válvula V-03 y V-05.
- 7) Verificar la presión en la sección de extracción-separación utilizando para ello el PI-02. Esta es la presión a la cual se realizará el proceso de extracción.
- 8) Encender la plancha de calentamiento para fijar la temperatura a la cual se operará el sistema durante el proceso de extracción. Esta temperatura se registra utilizando el termómetro TR-01.
- 9) Cerrar las válvulas V-03 y V-05 y dejar cargado el dióxido de carbono en el reactor por el tiempo de extracción determinado en la experiencia.

6.3. Recolección del producto.

Luego del proceso de extracción, se procede a la recolección del producto con el siguiente procedimiento:

- 1) Mantener apagada la resistencia del recipiente de presurizado RP-01.
- 2) Preparar los recipientes para tomar muestras de acuerdo a lo siguiente:
 - ♦ Colocar en un beaker con hielo normal (agua congelada), los recipientes donde se recolectará el extracto.
 - ♦ Colocar la tubería de $\frac{1}{16}$ de pulgada dentro del tubo recolector de manera que no toque el fondo del balón de recolección y sellar el espacio sobrante con un tapón de corcho o con un punto de silicona de manera de evitar la pérdida de CO_2 con extracto al ambiente.
 - ♦ Sujetar el recipiente a la tubería con ayuda de una pinza.
- 3) Colocar aire caliente en las válvulas V-07 de manera de evitar el taponamiento de las mismas con el congelamiento del extracto-solvente al ocurrir la expansión del CO_2 .
- 4) Abrir las válvulas de aguja micrométrica V-07 lentamente hasta que comience la descarga del producto (extracto).
- 5) Realizar completamente la descarga del producto del reactor.

- 6) Tapar los recipientes para tomar muestras y refrigerar inmediatamente.
- 7) Cerrar la válvula V-07.
- 8) Apagar el baño térmico.

Para realizar una nueva extracción con la misma carga de materia prima se deben repetir los pasos que a continuación se indican:

- 9) Repetir los pasos 5 hasta 9 de la sección 6.2.
- 10) Repetir los pasos de la sección 6.3.

Para culminar el proceso y detener la operación una vez realizada la descarga del producto y agotada la materia prima se llevan a cabo los pasos descritos a continuación:

- 11) Retirar la plancha del calentamiento del reactor utilizada durante el proceso de extracción.
- 12) Descargar la materia prima agotada, para ello deben abrirse el reactor y desconectarse tanto la tubería de entrada como la de la salida de gas.
- 13) Descargar el dióxido de carbono contenido en el recipiente de alimentación RP-01, en caso de que no se realizasen experiencias posteriores.

6.4. Medidas de Seguridad para el Manejo de CO₂ [Ficha Internacional de Seguridad Química del CO₂].

El CO₂ es liberado al ambiente en estado gaseoso durante la descompresión del sistema, por lo que se debe mantener ventilada la habitación donde se encuentra el equipo de extracción supercrítica. Los operadores deben mantenerse un poco retirados del equipo durante la descarga del extracto, ya que en presencia de fugas, no hay alerta por olor. La inhalación de altas concentraciones directas de este gas puede originar vértigo, dolor de cabeza, pérdida de conocimiento, taquicardia, aumento de la presión sanguínea, hiperventilación y hasta riesgo de asfixia. Por estas razones, se debe utilizar una mascarilla.

Asimismo, se debe mantener cierta distancia del sistema de descarga del extracto, ya que al bajar la presión del sistema, el CO₂ se condensa rápidamente para formar hielo seco, el cual es extremadamente frío y puede causar congelación sobre los ojos o la piel, por lo que es necesario utilizar lentes de seguridad y una bata.

Es importante recalcar que cuando los niveles de flujo de CO₂ son rápidos, pueden generarse cargas electrostáticas, las cuales pueden provocar una explosión en presencia de fuego o de alguna sustancia inflamable, por lo que se debe tener regulado el flujo de descarga del gas.

7. LISTA DE SIMBOLOS Y ABREVIATURAS

Tabla N° 5. Lista de Símbolos y Abreviaturas.

Símbolo	Unidad	Descripción
T	°C	Temperatura
P	psig	Presión
s.g	-	Gravedad específica
IR	-	Índice de refracción
Tc	°C	Temperatura crítica
Pc	psia	Presión crítica
Vc	l	Volumen específico crítico
t ext	min	Tiempo de extracción
t desc	min	Tiempo de descarga
M mp	g	Masa de materia prima cargada
Mi rc	g	Masa inicial del recipiente de recolección
Mf rc	g	Masa final del recipiente de recolección
M extrac	g	Masa de extracto
RS	g/g	Rendimiento en base seca
% p/p	%	Rendimiento porcentual en peso (base seca)

8. MODELO DE CÁLCULO

8.1. Determinación de la humedad de la materia prima.

$$h = \left(\frac{m_i - m_f}{m_i} \right) * 100$$

Donde:

h: humedad de la materia prima, (%)

m_i : masa inicial de la materia prima (antes del secado), (g)

m_f : masa final de la materia prima (después del secado), (g)

8.2. Determinación de la cantidad de agua absorbida por la materia prima.

$$Ab = \left(\frac{m_{ff} - m_{ii}}{m_{ff}} \right) * 100$$

Donde:

Ab: cantidad de agua absorbida por la materia prima en un determinado tiempo, (%)

m_{ff} : masa final de la materia prima (después de la absorción de agua), (g)

m_{ii} : masa inicial de la materia prima (antes de la absorción de agua), (g)

8.3. Cálculo de la cantidad de extracto obtenido.

$$M_{extrac} = M_{frc} - M_{irc}$$

Donde:

M_{extrac} : masa de extracto, (g)

M_{frc} : masa final del recipiente de recolección, (g)

M_{irc} : masa inicial del recipiente de recolección, (g)

8.4. Cálculo del rendimiento en base seca.

$$RS = \frac{M_{mp}}{M_{extrac}}$$

Donde:

RS: rendimiento en base seca, g/g

M_{mp} : masa de materia prima cargada, (g)

8.5. Cálculo del rendimiento porcentual en peso (base seca).

$$\%p / p = RS * 100$$

Donde:

%p/p: rendimiento porcentual en peso (base seca), (%)

8.6. Cálculo de la densidad del extracto.

$$d = \frac{Mp_{LL} - Mp_V}{Vp}$$

Donde:

d: densidad del extracto, (g/ml)

Mp_{LL}: masa del picnómetro lleno, (g)

Mp_V: masa del picnómetro vacío, (g)

9. TABLAS DE DATOS EXPERIMENTALES

Tabla Nº 6. Características de la Materia Prima.

Característica de la Materia Prima	Especificación
Condición de la materia prima (semilla, hoja, concha, cáscaras, fruto, flores)	
Procesamiento de la materia prima	
Tamaño de grano	
Color	
Olor	
Humedad (%)	
Absorción de agua en un determinado tiempo (%)	

Tabla Nº 7. Variación de la Presión a una Temperatura Fija.

Nº experiencia	1	2	3	4	5
T (°C)					
P (psig)					
t ext (min)					
t desc (min)					
M mp (g)					
Mi rc (g)					
Mf rc (g)					
M extrac (g)					
Observaciones					

Tabla Nº 8. Variación de la Temperatura a una Presión Fija.

Nº experiencia	1	2	3	4	5
T (°C)					
P (psig)					
t ext (min)					
t desc (min)					
M mp (g)					
Mi rc (g)					
Mf rc (g)					

M extrac (g)					
Observaciones					

Tabla N° 9. Variación del tiempo de extracción a una Presión y Temperatura Fija.

Nº experiencia	1	2	3	4	5
T (°C)					
P (psig)					
t ext (min)					
t desc (min)					
M mp (g)					
Mi rc (g)					
Mf rc (g)					
M extrac (g)					
Observaciones					

10. RESULTADOS

Tabla N° 10. Características del Extracto.

Característica	1	2	3	4	5
Químicas					
Componentes					
Composición					
pH					
Sistema fisicoquímico					
Físicas					
Índice de refracción					
Densidad					
Gravedad específica					
Organolépticas					
Color					
Aroma					
Consistencia					
Lucidez					
Solubilidad en agua					

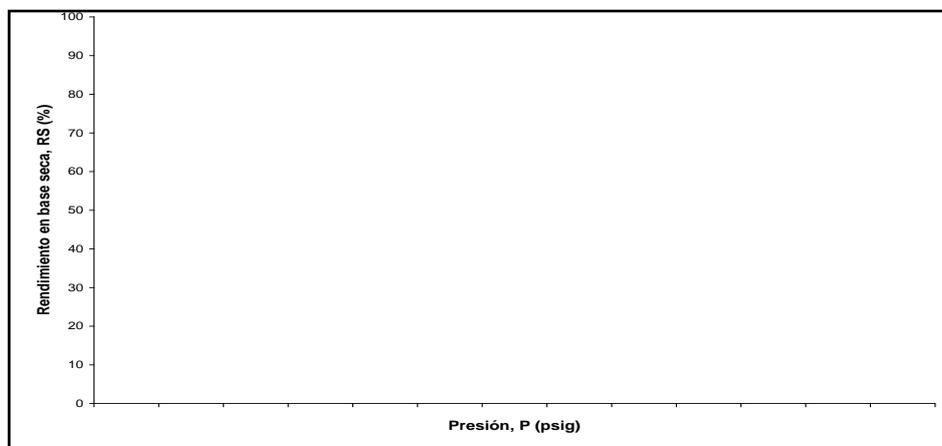


FIGURA N° 8. INFLUENCIA DE LA PRESIÓN EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA A UNA TEMPERATURA FIJA

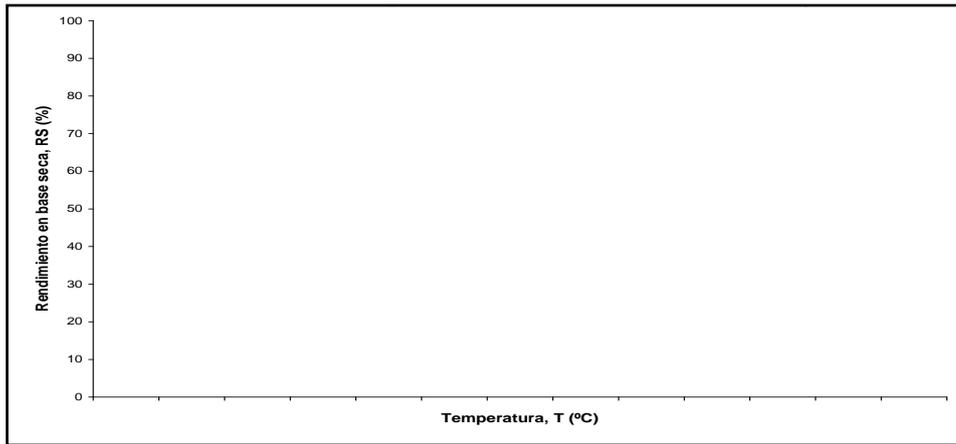


FIGURA N° 9. INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA A UNA PRESIÓN FIJA

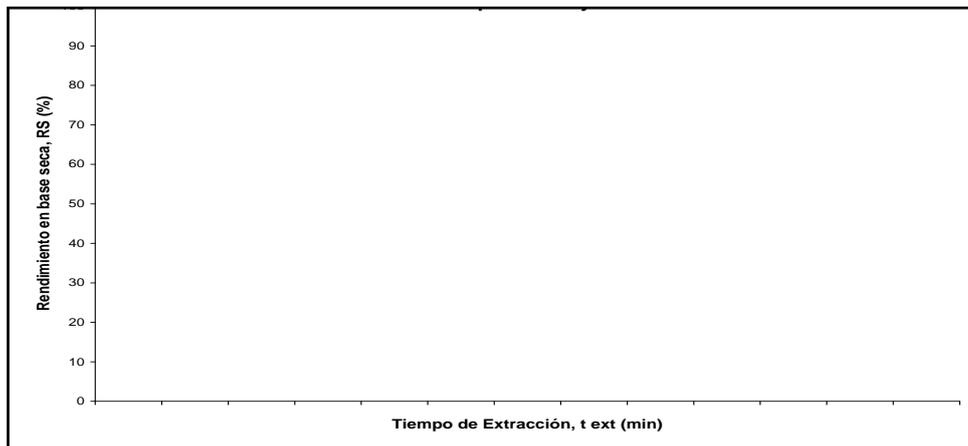


FIGURA N° 10. INFLUENCIA DEL TIEMPO DE EXTRACCIÓN EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA A UNA PRESIÓN Y TEMPERATURA FIJA

BIBLIOGRAFÍA

Cifuentes, Alejandro; Herrero, Miguel e Ibáñez, Elena (2004). *Compuestos de interés alimentario, procedentes de plantas, extraídos mediante fluidos sub- y supercríticos*. Revista Alimentaria: Revista de Tecnología e Higiene de los Alimentos, volumen 41 (355), pp. 67-78.

Espinosa, Susana (2001). *“Procesamiento Supercrítico de Productos Naturales: Modelado, Análisis y Optimización”*, Argentina: Tesis doctoral en Ingeniería Química. Universidad Nacional del Sur.

Fernández, D. y Fernández, R. (1997). *Fluidos Supercríticos*. Revista de Divulgación Científica y Tecnológica de la Asociación Ciencia Hoy [Revista en línea]. Disponible: <http://www.ciencia-hoy.retina.ar/hoy43/fluid3.htm//> [Consulta: 2006, junio 8].

Mukhopadhyay, M. (2000). *Natural Extracts Using Supercritical Carbon Dioxide*. Florida. Editorial CRC Press LLC. 337 p.

Márquez, Lerayne (2003). *“Extracción del aceite esencial de mandarina utilizando dióxido de carbono en condiciones supercríticas como solvente”*, Caracas: Trabajo Especial de Grado. UCV-Ingeniería Química. 198p.

Mukhopadhyay, M. (2000). *“Natural Extracts using Supercritical Carbon Dioxide”*, USA: Edit. CRC Press.337p.

Norma Venezolana COVENIN-ISO TR 10013 (2001). *Directrices para la Documentación de Sistemas de Gestión de la Calidad*. Caracas, Venezuela. 14p.

Ordóñez, J. y otros (1998). *“Tecnología de Alimentos”*, España: Edit. Síntesis S.A. 550p.