

Universidad Nacional de Ingeniería

FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA
Y MANUFACTURERA



“ Estudio Teórico - Experimental del Secado por Liofilización ”

T E S I S

PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUIMICO

GLADYS H. GARCIA VILCAPOMA

AMELIA L. ZAMUDIO ENZIAN

LIMA • PERU • 1985

A NUESTROS PADRES.

AGRADECIMIENTO

A NUESTRA ALMA MATER, A NUESTROS PROFESORES, COMPAÑEROS Y AMIGOS DE LA FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA, EN ESPECIAL A NUESTRA ASESORA ING. JULIA SALINAS Y A LAS INSTITUCIONES QUE HICIERON POSIBLE EL DESARROLLO DE NUESTRA TESIS.

INDICE GENERAL

CAPITULO I

INTRODUCCION

1

CAPITULO II

ASPECTOS GENERALES EN EL SECADO DE ALIMENTOS

3

2.1 CONSIDERACIONES TEORICAS

3

2.1.1 Transmisión de calor y transferencia de masa.

3

2.1.1.1 Area de superficie.

4

2.1.1.2 Temperatura.

4

2.1.1.3 Presión atmosférica y vacío.

4

2.1.2 Curva normal de deshidratación.

5

2.1.3 Propiedades de los alimentos.

6

2.1.3.1 Orientación de los componentes.

6

2.1.3.2 Concentración de solutos.

7

2.1.3.3 Agua ligada.

7

2.2 CLASIFICACION DE LOS METODOS EMPLEADOS EN EL SECADO DE ALIMENTOS

8

2.2.1 Secado con aire caliente.

8

2.2.2 Secado por contacto con una superficie caliente.

9

2.2.3 Secado por aplicación de energía procedente - de una fuente radiante, microondas o dieléctrica.

10

2.2.4 Secado por congelación o liofilización.

11

CAPITULO III

ASPECTOS GENERALES SOBRE LIOFILIZACION

12

3.1 DEFINICION

12

3.2 TEORIA DE LA SUBLIMACION

13

3.2.1 Calor latente.

13

3.2.2 Enfriamiento por sublimación.

14

3.2.3 Abastecimiento de calor.

15

3.2.4 Vapor saturado.

15

3.2.5 Vapor sobrecalentado.

16

3.2.6	Diagrama de fase del agua pura.	16
3.2.7	Diagrama de fase eutéctico.	18
3.3	MECANISMOS DE LA LIOFILIZACION	18
3.3.1	Penetración de la frontera congelada.	18
3.3.2	Frontera definida.	19
3.3.2.1	Experimentos que demuestran que la - frontera de sublimación es difusa.	19
3.3.2.2	Experimentos que demuestran que la - frontera de sublimación es definida.	20
3.3.3	Uniformidad de retiro.	21
3.4	VENTAJAS QUE OFRECE LA LIOFILIZACION	22
3.5	ALIMENTOS QUE EN LA ACTUALIDAD SE LIOFILIZAN INDUS- TRIALMENTE	24
3.6	SECADO CON AIRE CALIENTE VS. SECADO POR LIOFILIZA - CION	25
CAPITULO IV		
	CONGELAMIENTO	28
4.1	LAS RAZONES PARA CONGELAR LOS ALIMENTOS ANTES DE LA DESHIDRATACION	28
4.2	CONSIDERACIONES GENERALES	28
4.2.1	Composición y estructura de los alimentos.	28
4.2.2	Temperatura eutéctica.	29
4.3	INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE CONGELAMIENTO	30
4.3.1	Efecto de la temperatura sobre el tamaño del cristal de hielo.	30
4.3.2	Efecto del tiempo de congelamiento sobre la velocidad de secado	32
4.3.3	Efecto de la localización de los cristales de hielo y los vacíos resultantes sobre la es- tructura del producto liofilizado.	33
4.4	METODOS DE CONGELAMIENTO	34
4.4.1	Congelamiento por corriente de aire frío.	34
4.4.2	Congelamiento por contacto indirecto con un medio refrigerante.	37

4.4.3	Congelamiento por inmersión directa en un medio refrigerante.	37
4.4.4	Congelamiento por evaporación en la cabina a vacío del liofilizador.	38
CAPITULO V		
	FENOMENOS DE TRANSPORTE EN EL SECADO POR LIOFILIZACION	39
5.1	TRANSFERENCIA DE CALOR	39
5.1.1	Transferencia de calor a través de la capa congelada.	39
5.1.2	Transferencia de calor por conducción a través de la capa seca.	41
5.1.3	Conductividades térmicas.	41
5.1.3.1	Efecto de la presión y la naturaleza del gas circundante.	41
5.1.3.2	Efecto de la velocidad de congelamiento sobre la conductividad térmica.	44
5.1.3.3	Efecto de la estructura del alimento.	44
5.1.3.4	Efecto del contenido de sólidos disueltos.	44
5.1.4	Flujo de calor en el sistema de vacío (espacio que rodea al alimento).	45
5.1.5	Ecuaciones de transferencia de calor para varias formas de calentamiento.	45
5.1.5.1	Por conducción.	45
5.1.5.2	Por convección-conducción.	47
5.1.5.3	Por radiación-conducción.	49
5.2	TRANSFERENCIA DE MASA	51
5.2.1	Flujo de vapor en la capa seca.	51
5.2.1.1	Efecto de la estructura de la capa seca.	51
5.2.1.2	Factores que afectan la resistencia de la capa seca.	52
5.2.2	Flujo de vapor en el sistema de vacío (en el espacio que rodea al alimento).	54
5.2.3	Transporte de masa interno-Difusividad efectiva.	54
5.2.3.1	Efecto de la presión.	55
5.2.3.2	Efecto de la estructura.	59

5.2.4	Alimentos líquidos congelados-permeabilidad.	59
5.2.4.1	Efecto del contenido inicial de sólidos disueltos.	59
5.2.4.2	Efecto de la velocidad de congelamiento.	59
5.2.5	Ecuaciones de transferencia de masa para varias formas de calentamiento.	60
5.2.5.1	Por conducción.	60
5.2.5.2	Por convección-conducción.	60
5.2.5.3	Por radiación-conducción.	61
5.3	VELOCIDAD DE SECADO	61
5.3.1	Limitaciones.	64
5.3.2	Resistencias predominantes.	65
5.3.3	Coefficientes externos de transferencia de calor y de masa.	66
5.3.4	Coefficientes internos de transferencia de calor y de masa- Modelo URIF (retiro uniforme - de la frontera de hielo).	67
5.4	TIEMPOS DE SECADO	70
CAPITULO VI		
	ETAPAS INVOLUCRADAS EN EL SECADO POR LIOFILIZACION	74
6.1	SELECCION DE LA MATERIA PRIMA	74
6.2	CONSIDERACIONES DEL PROCESO	76
6.2.1	Preparación de la materia prima.	76
6.2.1.1	Lavado.	76
6.2.1.2	Pre-tratamiento químico.	76
6.2.1.3	Pre-tratamiento físico.	78
6.2.1.4	Pre-tratamiento mecánico.	80
6.2.2	Congelamiento.	82
6.2.3	Deshidratación primaria y secundaria.	82
6.2.3.1	Deshidratación primaria-sublimación.	82
6.2.3.2	Deshidratación secundaria-desorción.	86
6.2.4	Punto final del proceso.	88
6.3	EMPACADO	88
6.4	ALMACENAMIENTO.	89
6.5	REHIDRATACION.	90

CAPITULO VII

CALIDAD DE LOS PRODUCTOS LIOFILIZADOS INFLUENCIADA POR LAS CONDICIONES DE PRE-TRATAMIENTO ,PROCESADO Y ALMACENAMIENTO DEL ALIMENTO. 91

7.1 RETENCION DE LAS ESPECIES VOLATILES DE SABOR Y AROMA. 91

7.2 ASPECTOS ORGANOLEPTICOS 94

7.2.1 Color. 94

7.2.2 Sabor. 94

7.2.3 Textura-suavidad. 95

7.3 VALOR NUTRICIONAL 95

7.4 CAMBIOS EN LA CALIDAD DE LOS ALIMENTOS DEBIDO A LAS REACCIONES DE DETERIORO QUIMICO Y BIOQUIMICO DURANTE EL PROCESO Y ALMACENAMIENTO. 96

7.4.1 Deterioración oxidativa de alimentos liofilizados. 96

7.4.2 Deterioro por reacción de oscurecimiento no-enzimático o reacción Maillard. 98

7.4.3 Deterioro por reacciones enzimáticas. 100

7.5 ENCOGIMIENTO 101

7.6 CONTENIDO OPTIMO DE HUMEDAD RESIDUAL 102

CAPITULO VIII

CRITERIOS DE DISEÑO PARA PLANTAS LIOFILIZADORAS 104

8.1 PROBLEMAS DE PROCESO 104

8.2 DISEÑO DE LA CAMARA DE SECADO 105

8.3 ARREGLO DE ANAQUELES DE PLACAS CALIENTES 105

8.3.1 Placas fijas. 105

8.3.2 Placas movibles. 108

8.3.3 Placas enclavadas. 108

8.3.4 Anaqueles transportables. 108

8.3.5 Placas-espaciado entre placas. 110

8.4 BANDEJAS	112
8.4.1 Bandejas ahuecadas.	112
8.4.2 Bandejas aleteadas.	112
8.4.3 Bandejas con medio de raspado de la superficie seca del alimento.	113
8.5 CONDENSADORES REFRIGERADOS	115
8.5.1 Condensador externo.	115
8.5.2 Condensador interno.	117
8.5.3 Superficie de condensación.	119
8.5.4 Descongelamiento del condensador.	119
8.6 SISTEMAS DE REFRIGERACION	120
8.6.1 Refrigeración por compresión de vapor.	121
8.6.1.1 Evaporador.	121
8.6.1.2 Condensador.	121
8.6.1.3 Compresor.	121
8.6.1.4 Válvula de expansión.	123
8.6.2 Refrigeración por absorción.	123
8.7 SISTEMAS DE CALENTAMIENTO	126
8.7.1 Sistemas de calentamiento convencional.	126
8.7.2 Sistemas de calentamiento eléctrico.	129
8.8 MATERIALES DE CONSTRUCCION	129
8.9 SISTEMAS DE EVACUACION	130
8.9.1 Bombas mecánicas y condensadores refrigerados.	130
8.9.2 Eyectores de vapor.	133
8.9.2.1 Sistemas de eyectores de múltiples etapas-doble servicio.	134
8.9.2.2 Arreglo óptimo de los eyectores de vapor.	136
8.9.2.3 Eficiencia de los eyectores de vapor.	136
8.9.2.4 Agua.	137
8.9.3 Elección entre eyectores de vapor y condensadores refrigerados-bombas mecánicas.	137
8.9.4 Adsorbentes y absorbentes.	138

8.10 SISTEMAS DE CONTROL	138
8.10.1 Control de temperatura por conductividad - eléctrica.	140
8.10.2 Control barométrico.	140
8.10.3 Control de presión-uso de manómetros.	142
8.11 OTROS FACTORES A CONSIDERAR	143
CAPITULO IX	
METODOS DE PROCESO CONVENCIONALES	144
9.1 LIOFILIZACION ATMOSFERICA	144
9.1.1 Liofilización atmesférica con calor abasteci do por convección.	144
9.1.2 Liofilización atmosférica con calor radian te.	145
9.1.3 Liofilización atmosférica por solventes.	146
9.1.4 Liofilización sin vacío-por transporte.	148
9.2 LIOFILIZACION ACELERADA AFD	149
9.2.1 Ciclo de secado.	151
9.3 LIOFILIZACION POR MICROONDAS	151
9.3.1 Comparación entre la liofilización conven - sional y la liofilización por microondas.	153
9.3.2 Disminución de los costos de secado.	154
9.3.3 Problemas de proceso.	156
9.4 LIOFILIZACION DE LECHOS FLUIDIZADOS	156
9.4.1 Equipo de congelamiento.	158
9.4.2 Funcionamiento del equipo de liofilización.	158
9.5 LIOFILIZACION TUBULAR PARA LIQUIDOS	160
9.5.1 Equipo y operación.	160
9.6 LIOFILIZACION CONTINUA	162
9.6.1 Equipo y operación.	163

CAPITULO X

PARTE EXPERIMENTAL	164
10.1 INTRODUCCION	164
10.2 TRABAJO EXPERIMENTAL	164
10.2.1 Materia prima.	164
10.2.2 Equipos y materiales.	165
10.2.3 Descripción del liofilizador.	165
10.2.4 Etapas del trabajo experimental.	169
10.3 RESULTADOS Y ANALISIS	172
10.3.1 Cálculo de isoterma de adsorción.	172
10.3.2 Efecto del tratamiento previo a la congelación.	176
10.3.3 Efecto de las condiciones de congelamiento-determinación del tiempo de congelamiento.	176
10.3.4 Determinación de las condiciones óptimas de secado.	178
10.3.5 Resultados de las corridas.	181
10.4 PRODUCTO TERMINADO	209
10.4.1 Pruebas de rehidratación.	209
10.4.2 Análisis de la composición del producto.	210

CAPITULO XI

DISEÑO DE LA PLANTA	216
11.1 TAMAÑO DE LA PLANTA	216
11.2 ESCALAMIENTO	217
11.3 DESCRIPCION DEL PROCESO	219
11.4 CONDICIONES DEL PROCESO Y BALANCES DE MATERIA y ENERGIA DE LA PLANTA	220
11.5 DISEÑO DE EQUIPOS	229
11.5.1 Diseño de la columna de destilación D-1.	229
11.5.2 Diseño del acumulador TK-1.	234

11.5.3	Diseño del condensador C-1.	235
11.5.4	Diseño de la caldereta tipo marmita IC-4.	239
11.5.5	Diseño del absorbedor A-1.	243
11.5.6	Diseño de los intercambiadores de calor IC-1, IC-2 y IC-3.	247
11.5.7	Diseño de la caldereta tipo termosifón IC-5.	251
11.5.8	Diseño de la cámara de secado.	254
11.5.9	Diseño de las placas de calentamiento.	255
11.5.10	Diseño del evaporador.	255
11.5.11	Diseño de la cámara de condensación.	256
11.5.12	Diseño de las bandejas.	257
11.6	ESTIMACION DE LOS COSTOS DE LOS EQUIPOS DE PLANTA	258
	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	268
	BIBLIOGRAFIA	271
	APENDICE	276

INDICE DE FIGURAS

Fig. 2.1	Curva normal de deshidratación.	5
Fig. 3.1	Principio del funcionamiento de un liofilizador.	13
Fig. 3.2	Diagrama de fase del agua pura.	17
Fig. 3.3	Diagrama de fase eutéctico.	17
Fig. 3.4	Frontera congelada definida en retiro.	19
Fig. 3.5	Muestras de alimentos secados por aire caliente y por liofilización.	27
Fig. 4.1	Número de centros de cristalización y velocidad de cristalización vs. temperatura.	31
Fig. 4.2	Distribución del tamaño de poro para la carne de pavo liofilizado.	35
Fig. 5.1	Transferencia de calor a través de la capa congelada.	40
Fig. 5.2	Transferencia de calor a través de la capa seca.	40
Fig. 5.3	Influencia de la presión y la naturaleza del gas circundante sobre la conductividad térmica.	42
Fig. 5.4	Conductividad térmica vs. presión para alimentos liofilizados.	42

Fig. 5.5	Transferencia de calor por conducción.	46
Fig. 5.6	Transferencia de calor por convección-conduc <u>ción</u> (caso a).	46
Fig. 5.7	Transferencia de calor por convección-conduc <u>ción</u> (caso b).	46
Fig. 5.8	Transferencia de calor por radiación-conduc <u>ción</u> .	50
Fig. 5.9	Efecto de la concentración de soluto en la <u>formación</u> de cristales de hielo en líquidos.	53
Fig. 5.10	Efecto de la velocidad de congelamiento en la <u>formación</u> de cristales de hielo en líquidos.	53
Fig. 5.11	Variación de D' obtenida a partir de las <u>ve</u> locidades de liofilización con respecto a la presión.	57
Fig. 5.12	Propiedades de transporte (D' y k) vs. pre <u>sión</u> .	58
Fig. 5.13	Diagrama de los recorridos de las moléculas de agua después de la sublimación de cristales de hielo.	58
Fig. 5.14	Factores que influyen en las velocidades de liofilización.	62
Fig. 5.15	Modelo de la frontera de hielo en retiro <u>uni</u> forme URIF.	62
Fig. 6.1	Calidad de la materia prima vs. tiempo de <u>al</u> macenamiento del producto.	75
Fig. 6.2	Zona de trabajo para la liofilización indus <u>trial</u> .	84
Fig. 6.3	Congelamiento y secado durante la liofiliza <u>ción</u> .	87
Fig. 7.1	Coeficientes de difusión de agua y acetona en soluciones de extracto de café.	93
Fig. 7.2	Liofilización de alimentos líquidos congela <u>dos</u> .	93
Fig. 7.3	Influencia de la actividad del agua en las <u>ve</u> locidades de deterioro.	97
Fig. 7.4	Efecto de la presión en la oxidación de ácido linoléico bajo condiciones diferentes,	97
Fig. 7.5	Oscurecimiento no enzimático de leche descremada liofilizada.	99
Fig. 7.6	Encogimiento vs. temperatura de la zona conge <u>lada</u> .	99
Fig. 8.1	Cámara de liofilización rectangular con pla <u>cas</u> fijas y condensador externo.	106

Fig. 8.2	Liofilizador cilíndrico con condensador interno.	106
Fig. 8.3	Cámara de liofilización con placas voladizas.	107
Fig. 8.4	Método de carga para el liofilizador de - placas voladizas.	107
Fig. 8.5	Placas movibles a presión.	109
Fig. 8.6	Placas enclavadas.	109
Fig. 8.7	Anaqueles de placas transportados por rieles.	111
Fig. 8.8	Anaqueles de placas transportados por ruedas giratorias.	111
Fig. 8.9	Bandeja ahuecada.	114
Fig. 8.10	Bandeja con aletas.	114
Fig. 8.11	Bandeja con medio de raspado de la superficie seca del producto.	114
Fig. 8.12	Condensador de platos externos a la cámara de secado.	116
Fig. 8.13	Refrigeración por compresión de vapor de amoníaco.	122
Fig. 8.14	Diagramas T-S y P-H.	122
Fig. 8.15	Refrigeración por absorción de amoníaco.	124
Fig. 8.16	Sistema de refrigeración por absorción.	125
Fig. 8.17	Sistemas de evacuación: eyectores de vapor y bombas mecánicas-condensador refrigerado.	131
Fig. 8.18	Curva de secado que muestra el desperdicio de vapor por el uso de eyectores.	134
Fig. 8.19	Sistemas de eyectores en paralelo.	135
Fig. 8.20	Control de temperatura por termocupla.	139
Fig. 8.21	Control de temperatura por resistencia eléctrica.	141
Fig. 8.22	Control de temperatura por el método barométrico.	141
Fig. 9.1	Unidad de laboratorio de un liofilizador - atmosférico por solventes.	147
Fig. 9.2	Liofilizador al vacío-por transporte.	150
Fig. 9.3	Equipo de liofilización acelerada (AFD).	152
Fig. 9.4	Esquema que muestra como se coloca el alimento en la liofilización acelerada.	152
Fig. 9.5	Liofilizador experimental de microondas.	155
Fig. 9.6	Percepción de descarga luminiscente en el	

calentamiento por microondas (método de control).	157
Fig. 9.7 Condensador spray (por atomización).	159
Fig. 9.8 Liofilizador de lechos fluidizados.	159
Fig. 9.9 Liofilizador tubular.	161
Fig. 9.10 Sistema semicontínuo:túnel-carretilla.	163
Fig.10.1 Isotherma de adsorción y ecuación de BET.	175
Fig.10.2 Peso vs. tiempo de la corrida Nº 1.	189
Fig.10.3 Temperatura vs. tiempo de la corrida Nº 1.	190
Fig.10.4 Peso vs. tiempo de la corrida Nº 2.	193
Fig.10.5 Temperatura vs, tiempo de la corrida Nº 2.	194
Fig.10.6 Peso vs. tiempo de la corrida Nº 3.	197
Fig.10.7 Temperatura vs. tiempo de la corrida Nº 3.	198
Fig.10.8 Peso vs. tiempo de la corrida Nº 4.	200
Fig.10.9 Temperatura vs. tiempo de la corrida Nº 4.	201
Fig.10.10 Temperatura vs. tiempo de la corrida Nº 5.	204
Fig.10.11 Peso vs. tiempo de la corrida Nº 6.	207
Fig.10.12 Temperatura vs. tiempo de la corrida Nº 6.	208
Fig.10.13 Curvas de rehidratación de la cebolla liofilizada.	214
Fig.11.1 Diseño de una planta de liofilización.	221
Fig.11.2 Diagrama H vs. % en peso para determinar el número de platos ideales de la columna de destilación.	231

INDICE DE TABLAS

Tabla 7.1 Efecto de los parámetros de proceso sobre la retención de volátiles durante la liofilización.	92
Tabla 9.1 Resultados de las pruebas realizadas en el equipo de liofilización atmosférica por solventes.	148
Tabla 10.1 Composición de la cebolla china.	164
Tabla 10.2 Concentración y actividad de Cl_2Ca a $25^{\circ}C$.	173
Tabla 10.3 Concentración y actividad de H_2SO_4 a $25^{\circ}C$	173
Tabla 10.4 Datos para determinar las isothermas de adsorción.	174
Tabla 10.5 Datos de la corrida Nº 1.	188
Tabla 10.6 Datos de la corrida Nº 2.	191
Tabla 10.7 Datos de la corrida Nº 3.	195

Tabla 10.8	Datos de la corrida N ^o 4.	199
Tabla 10.9	Datos de la corrida N ^o 5.	202
Tabla 10.10	Datos de la corrida N ^o 6.	205
Tabla 10.11	Datos para la determinación de la curva de rehidratación a 25 ^o C.	211
Tabla 10.12	Datos para la determinación de la curva de rehidratación a 50 ^o C.	212
Tabla 10.13	Datos para la determinación de la curva rehidratación a 80 ^o C.	213
Tabla 10.14	Análisis de la composición de la cebolla fresca y liofilizada -rehidratada.	215
Tabla 10.15	Análisis de la composición de la cebolla liofilizada.	215
Tabla 11.1	Datos de exportación de cebolla deshidratada a Japón.	216
Tabla 11.2	Resumen de los balances de materia y energía.	228
Tabla 11.3	Características del condensador C-1.	235
Tabla 11.4	Sumario del condensador C-1.	239
Tabla 11.5	Características de la caldereta tipo <u>mar</u> mita IC-4.	239
Tabla 11.6	Sumario de la caldereta IC-4.	242
Tabla 11.7	Características del absorbedor A-1.	243
Tabla 11.8	Características de los intercambiadores de calor.	247
Tabla 11.9	Sumario de los intercambiadores de calor.	251
Tabla 11.10	Características de la caldereta tipo <u>ter</u> mosifón.	252
Tabla 11.11	Sumario de la caldereta tipo termosifón.	254

CAPITULO I

INTRODUCCION

En la presente tesis se ha desarrollado un estudio del secado por liofilización, inicialmente en forma experimental y luego se diseñó una planta para este tipo de secado.

Los primeros capítulos describen los fundamentos básicos de la liofilización que incluyen los fenómenos de transporte y los criterios de diseño. El capítulo X contiene el trabajo experimental llevado a cabo en un liofilizador Stokes y en el capítulo XI se realiza el diseño de la planta y se efectúa la estimación de costos de los equipos.

Siendo el Perú productor de alimentos con alto potencial nutritivo y ya que la liofilización mantiene la estructura y conserva el valor nutritivo y las propiedades organolépticas de los alimentos, se obtendrían productos liofilizados de alta calidad que podrían competir en el mercado internacional consiguiéndose las divisas que tanto necesita el país para su desarrollo.

También si queremos mejorar el hecho que en nuestro país - alimentos como frutas y hortalizas se deterioran muy rápidamente

desde su cosecha hasta que llegan al consumidor, debido a su alto contenido de humedad, este método de secado junto con el congelamiento serían dos formas posibles de evitar pérdidas que son de gran magnitud.

En este momento que se da impulso a la agricultura, si bien producir alimentos es importante, también lo es conservarlos.

CAPITULO II

ASPECTOS GENERALES EN EL SECADO DE ALIMENTOS

2.1 CONSIDERACIONES TEORICAS.

Se utilizan los términos de "deshidratación" o "secado de alimentos" para describir la operación básica con la que se ^{A O} extrae el agua presente en los alimentos, bajo condiciones de control que produzcan un mínimo de cambios en las propiedades de los alimentos. El desafío tecnológico es grande porque los bajos niveles de humedad requeridos para la estabilidad máxima del producto se logran muchas veces sólo aumentando el costo del proceso.

Los motivos por los cuales se secan los alimentos son diversos. La conservación es el motivo principal, aunque no es el único; también secamos alimentos para disminuir su peso y volumen que puede resultar en ahorros en el costo de los envases y de transporte; pero esto no siempre ocurre, ya que algunos procesos de secado se escogen para conservar el tamaño y la forma del alimento original, como es el caso de la liofilización. En este caso, el peso reducido puede permitir ahorros en el costo del transporte, más no en el tamaño de los envases. Además, los costos de transporte a veces no se basan en peso sino en volumen.

2.1.1 Transmisión de calor y transferencia de masa.

Cualquiera que sea el método de secado empleado, éste consta de dos etapas: la entrada de calor al alimento (transferencia de calor) y la extracción de humedad del alimento (trans

ferencia de masa). Al deshidratar alimentos procuramos obtener la velocidad máxima en el secado, a fin de acelerar las velocidades de transferencia de calor y de masa. Las siguientes consideraciones son importantes en este aspecto.⁽⁵⁶⁾

2.1.1.1 Area de superficie.

La subdivisión en piezas pequeñas o capas delgadas acelera el secado por dos razones. Primero, porque proporciona mayor contacto con el medio de calentamiento y más área superficial desde la que puede escapar la humedad. Segundo, las partículas más pequeñas o capas más delgadas reducen la distancia que la humedad del centro del alimento tiene que recorrer a fin de llegar a la superficie y escaparse.

2.1.1.2 Temperatura.

Cuanto mayor sea la diferencia de temperatura entre el medio de calentamiento y el alimento, mayor será la velocidad de transmisión de calor, que proporciona la fuerza impulsora para la remoción de humedad. Aunque hay que tener cuidado en elevar la temperatura ya que podría ocurrir el deterioro del alimento. Es así, que siendo los componentes de los alimentos sensibles al calor, es preciso encontrar términos medios entre la máxima velocidad de secado y la calidad deseada.

2.1.1.3 Presión atmosférica y vacío.

Si colocamos un alimento en una cámara caliente bajo vacío, podemos eliminar la humedad del alimento a una temperatura más baja que si no aplicáramos vacío; ya que a presiones más bajas que la atmosférica, la ebullición ocurre a

temperaturas menores. O bien, podríamos utilizar la misma temperatura con o sin el vacío, en cuyo caso la velocidad de eliminación de agua del alimento sería mayor con vacío. Es muy importante emplear temperaturas bajas durante períodos cortos al secar alimentos sensibles al calor.

2.1.2 Curva normal de deshidratación.

El período de velocidad constante de secado ocurre al inicio del proceso, luego empieza a disminuir la velocidad, presentándose una inflexión en la curva, que conduce al período de velocidad decreciente de secado. En la práctica, aunque podemos eliminar el 90% del agua de un alimento en cuatro horas, es posible que se necesiten otras cuatro horas a fin de eliminar la mayor parte del 10% restante, y esta condición asintótica va en aumento, de manera que nunca se logra eliminar totalmente la humedad de un alimento bajo las condiciones normales de operación. (Ver Fig. 2.1).

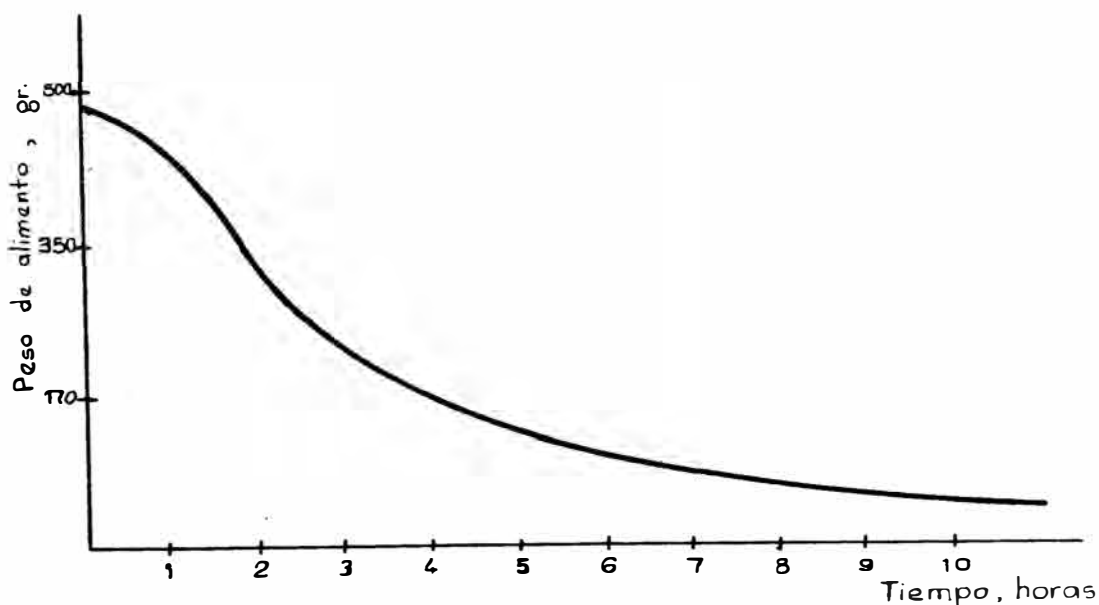


FIG. 2.1 CURVA NORMAL DE DESHIDRATACION.

Estos cambios ocurridos durante la deshidratación - pueden explicarse en gran parte en términos de los fenómenos de transferencia de calor y de masa. En el curso de la deshidratación, el alimento pierde la humedad de su superficie formándose una gruesa capa seca, con la mayor parte de la humedad restante en el centro. Como resultado, la capa exterior forma una barrera aislante contra la transmisión de calor hacia el centro del alimento, sobre todo porque el agua que se evapora deja huecos de aire atrás de sí. Además, el agua que queda en el centro tiene que recorrer una distancia mayor que la que recorrió la humedad de la superficie al principio del proceso de secado y a medida que se seca el alimento, se va acercando a su humedad relativa de equilibrio. A la vez empieza a recoger moléculas de vapor de agua de la atmósfera de la cámara con la misma rapidez con que las pierde. Cuando estas dos velocidades se igualan, el proceso de secado ha terminado.

La forma exacta de la curva normal de secado varía - con los productos alimenticios, tipos de secadores y con las condiciones de secado, tales como temperatura, humedad, espesor del alimento y otros factores.⁽⁵⁶⁾

2.1.3 Propiedades de los alimentos.

Las propiedades de los alimentos influyen tanto en la transferencia de calor y de masa y ambas pueden afectar las características de los alimentos deshidratados.

2.1.3.1 Orientación de los componentes.

Pocos alimentos se acercan a la homogenei--

dad en el nivel molecular. Una pieza de carne que tiene tejidos magros y grasos enlazados, al secarse deja escapar el agua a diferentes velocidades en las áreas de carne magra y de grasa. Esto nos sugiere que en donde existen capas de grasa, podemos lograr el secado más rápidamente si orientamos la carne en relación con la fuente de calor de tal manera que la humedad se escape en línea paralela a las capas de grasa, en lugar de atravesarlas.

La orientación de los componentes también se aplica a las emulsiones. Si dentro de la pieza o gotita de alimento, el agua está emulsionada en aceite de manera que el aceite constituye la fase continua, la deshidratación sería más lenta que si la emulsión estuviera al revés, con el agua como la fase continua.⁽⁵⁶⁾

2.1.3.2 Concentración de solutos.

Los solutos en solución elevan el punto de ebullición de los sistemas acuosos, por lo que es de esperarse que alimentos con alto contenido de azúcar o de otros solutos de bajo peso molecular tarden más en secarse. Además, la concentración de solutos aumenta en el agua restante a medida que prosigue el secado contribuyendo al período de velocidad decreciente en las curvas de deshidratación.⁽⁵⁶⁾

2.1.3.3 Agua ligada.

El agua se escapa libremente de una superficie cuando su presión de vapor es mayor que la presión de vapor de la atmósfera. Pero a medida que un alimento se seca y va eliminando su agua libre, disminuye la presión de vapor por unidad-

de **área**. Esto se debe a que hay menos agua restante por unidad de volumen y de área y también a que una parte del agua está ligada por fuerzas químicas y físicas a los componentes sólidos del alimento.⁽⁵⁶⁾

2.2 CLASIFICACION DE LOS METODOS EMPLEADOS EN EL SECADO DE ALIMENTOS.

El método de secado depende del tipo de alimento que se va a secar, el nivel de calidad que hay que alcanzar y que sea de un costo razonable. Estos métodos se pueden clasificar en:

2.2.1 Secado con aire caliente.

Todos los secadores por convección de aire poseen un recinto aislado, un medio de hacer circular el aire dentro del recinto y un medio de calentar el aire. También tienen varias formas de sostener el producto, aparatos especiales para recoger el producto seco, secadores para reducir la humedad del aire e instrumentos y reguladores.

El movimiento del aire se controla generalmente mediante ventiladores, fuelles y desviadores. El volumen y la velocidad del aire afectan la rapidez del secado siendo su presión estática también importante, porque los alimentos al secarse se hacen muy ligeros y el aire puede levantarlos de las charolas o bandas transportadoras.

Se puede calentar el aire por métodos directos o indirectos. En el calentamiento directo, el aire está en contacto con una llama o con gases de combustión. En el calentamiento indirecto, el aire está en contacto con una superficie caliente;

por ejemplo, es impulsado a través de unos conductores o aletas calentados por medio de vapor, llama o electricidad. En el calentamiento indirecto el aire está libre de contaminación, mientras que en el calentamiento directo el proceso de oxidación rara vez convierte todo el combustible en dióxido de carbono y agua. La combustión incompleta deja gases y rastros de hollín que son recogidos por el aire y pueden ser transferidos al alimento.

El calentamiento directo también transmite pequeñas cantidades de humedad al aire, pero normalmente estas cantidades son insignificantes, salvo en el caso de alimentos muy higroscópicos. Estas desventajas son compensadas por el costo más bajo del calentamiento directo, pero ambos métodos se emplean extensamente en la deshidratación de alimentos.

Entre los equipos usados en el secado de alimentos con aire caliente tenemos: secador de horno o estufa, de cabina, de túnel, de torre, de cinta continua, de tolva, de lecho fluidizado, neumático, rotatorio, atomizador.^(3,56)

2.2.2 Secado por contacto con una superficie caliente.

Como sustituto del aire caliente como medio de secado se puede lograr la separación del agua, colocando el producto húmedo en contacto con una superficie caliente. En tales sistemas el calor sensible y latente de evaporación necesarios se suministran al alimento por conducción.

Durante el período inicial de velocidad constante la temperatura del alimento se aproxima a su punto de ebullición a la presión del medio. Las velocidades de secado en este período

son mayores que las obtenidas en el secado con aire a la misma temperatura.

El período de velocidad decreciente comienza cuando la velocidad de agua hacia la superficie de evaporación es menor que la velocidad de evaporación, con lo que la temperatura del producto aumenta y se aproxima a la de la superficie caliente. Si el secado se hace a la presión atmosférica, la temperatura del producto durante el período inicial es superior a los 100°C . A fin de obtener tiempos de secado razonables y poder secar hasta pequeños contenidos de humedad es preciso que la temperatura de la superficie sea apreciablemente mayor. Por ello el riesgo de deterioro de los alimentos sensibles al calor es grande y para reducirlo se debe trabajar a presiones de vacío utilizando temperaturas más pequeñas de la superficie.^(3,56)

Entre los equipos usados en este tipo de secado tenemos: secadores de tambor (de película y de rodillo), de vacío y cámaras de calefacción, de cinta y vacío.

2.2.3 Secado por aplicación de energía procedente de una fuente radiante, microondas o dieléctrica.

Este método ha encontrado algunas aplicaciones en la deshidratación de los alimentos. Las fuentes de infrarrojo utilizadas en alimentos sensibles al calor son lámparas de onda corta, mientras que para los menos sensibles se usan generadores de barra de longitud de onda larga. La calefacción con microondas produce una disipación mayor de calor pero sus mayores dificultades son el diseño y costo de los aparatos. La calefacción dieléctrica tiene mayor aplicación comercial que la microonda princi--

palmente por la relativa simplicidad de los aparatos disponibles. >

2.2.4 Secado por congelación.

También llamado secado por sublimación o liofilización. Se congela la humedad contenida en el alimento y luego se sublima normalmente mediante la aplicación de calor a presiones muy bajas. Será explicado con detalle en los siguientes capítulos.

CAPITULO III

ASPECTOS GENERALES SOBRE LA LIOFILIZACION

3.1 DEFINICION.

La liofilización (freeze-drying) es un método de secado por sublimación, mediante el cual se lleva a cabo la extracción de agua en estado de vapor, a partir de los alimentos congelados (crudos o cocidos). El hielo en el alimento es transformado a vapor de agua sin pasar por la fase líquida. La liofilización se efectúa en cámaras de secado, a muy bajas presiones (alto vacío) de debajo del punto triple del agua.

Los elementos básicos para llevar a cabo un proceso de liofilización son cuatro (Ver Fig. 3.1):

- La cámara de vacío de construcción fuerte para que resista la presión del aire exterior.
- Un sistema de generación de calor, que puede ser por medio de un fluido de transferencia de calor, eléctricamente o por medios especiales de calor radiante, tales como elementos infrarrojos. Un mecanismo para producir y mantener el vacío, colocado fuera de la cámara y que puede ser una bomba mecánica o un sistema de eyectores de vapor.
- Un medio para recoger el vapor de agua, que puede ser un condensador de pared fría, que se encuentra dentro o fuera de la cámara, pero antes de la bomba de vacío, con el fin de prevenir que el vapor de agua se introduzca en la bomba y la descomponga. Cuando se utiliza un eyector de vapor para producir el vacío, el mismo eyector puede condensar el vapor de agua que se saca junto con el aire de la cámara, de manera que tal vez no se necesi

te un condensador de vapor de pared fría, excepto en los casos en que se requiera de un sistema muy eficiente.

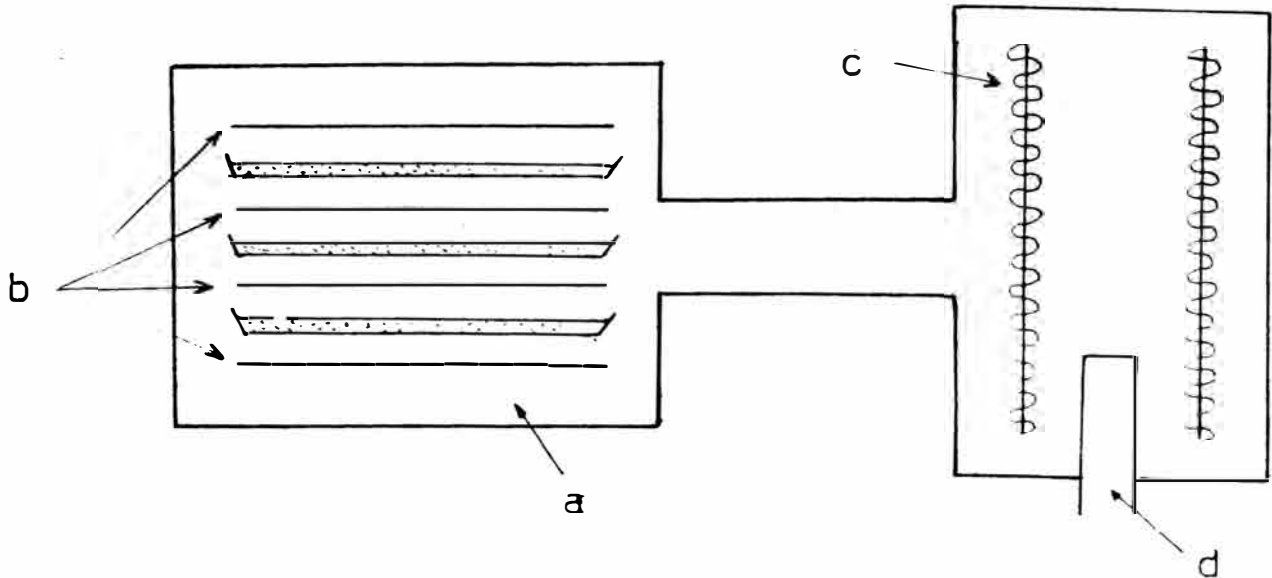


FIG. 3.1 PRINCIPIO DEL FUNCIONAMIENTO DE UN LIOFILIZADOR - a=cámara de secado, b= calentadores (placa), c= condensador, d= unión a la bomba de vacío.⁽²⁴⁾

3.2 TEORIA DE LA SUBLIMACION.

Para un mejor entendimiento del fenómeno físico de la sublimación, en el que se basa la liofilización, los siguientes puntos a tratar son de mucha importancia:

3.2.1 Calor latente.

Cuando un sólido sublima, absorbe calor latente de su sublimación, que es igual al calor requerido para fundirlo y cambiarlo del estado líquido a vapor. El calor para fundir un gramo de hielo a 0°C sin elevar su temperatura es el calor latente de fusión del hielo, esto es casi 80 calorías. El calor para cambiar un gramo de agua en vapor a 0°C sin cambiar su temperatura, es el calor latente de vaporización, que es casi 595 calorías. El calor latente de sublimación del hielo es por lo tanto de aproximadamente 675 cal o 0.78 watts-hr/gramo.

Para asegurar que un alimento que es sometido a liofilización permanezca en gran parte libre de trazas de líquido, el proceso es llevado a cabo a temperaturas debajo del punto triple del agua, siendo un valor típico de -20°C . La energía requerida para cambiar 1 gr de hielo a -20°C en vapor de agua a 0°C es equivalente al calor latente de sublimación a 0°C más el calor sensible requerido para elevar 1 gr de hielo de -20°C a 0°C . Debido a las diferencias entre el calor específico del hielo y vapor, el calor latente de sublimación del hielo a -20°C difiere ligeramente del valor para 0°C . Por ser la diferencia muy pequeña, puede ser ignorado en los cálculos en que se involucren temperaturas prácticas de liofilización.⁽⁵⁷⁾

3.2.2 Enfriamiento por sublimación.

Si no se abastece de calor externo para producir el cambio de estado, este calor será obtenido del mismo sólido. A partir de la relación de calores latentes y específico, puede demostrarse que si 1 gr de hielo sublima a partir de una masa de 1351 grs, inicialmente a 0°C , la temperatura de los 1350 grs que quedan decaerá a -1°C , si no reciben calor de una fuente externa.

En una escala molecular ocurre lo siguiente: las moléculas en un cristal de hielo están casi sin movimiento comparándolas con las moléculas en el agua fluída. La velocidad media de movimiento, determina la temperatura del cristal. Debido a las colisiones internas entre las moléculas, la velocidad y dirección de las moléculas individuales cambian constantemente. Las moléculas cercanas a la superficie de un cristal y con velocidad más alta hacia la frontera tienen más oportunidad de escapar. La sublimación por lo tanto está acompañada por una reducción en la velo-

cidad promedio de las moléculas remanentes y una disminución de la temperatura del cristal. Si esta pérdida de energía no es bien abastecida, la velocidad de sublimación progresivamente caerá.⁽⁵⁷⁾

3.2.3 Abastecimiento de calor.

Se ha demostrado que la sublimación en la liofilización ocurre por un abastecimiento de energía térmica a las moléculas de agua en la sustancia congelada. La energía térmica es generalmente transferida por radiación o conducción, desde los alrededores, que están a una temperatura mayor que la sustancia.

Si el vapor de agua en la región de la interfase congelada llega a saturarse, no hay transferencia neta de vapor hacia afuera a través de la interfase y la sublimación cesa. Si se mantiene la misma entrada de calor, la temperatura de la sustancia se elevará hasta un límite determinado por la temperatura de los alrededores. Por lo tanto se establece un balance entre el calor absorbido y el escape de vapor.⁽⁵⁷⁾

3.2.4 Vapor saturado.

Cuando no hay transferencia neta de moléculas de vapor de agua a través de la frontera, el vapor en la región de la interfase es saturado y ejerce una presión, que sólo es determinada por la temperatura del hielo.

La presión de vapor de saturación del hielo puede disminuir por la presencia de moléculas de otras sustancias en la solución antes del congelamiento. Esta disminución es significativa sólo si las moléculas disueltas son pesadas y su concentración es alta, pero no es importante en la liofilización.

El vapor en equilibrio con el hielo asumirá una presión uniforme igual en todas partes a la presión de saturación. Pero el vapor en contacto con las paredes de la cámara a una temperatura más alta que la del hielo estará insaturado. Este vapor obedece la ley de Boyle y Mariotte, variando su volumen inversamente con la presión a temperatura constante.⁽⁵⁷⁾

3.2.5 Vapor sobrecalentado.

Un vapor insaturado es llamado sobrecalentado porque existe a una temperatura más alta que el correspondiente a un vapor saturado a la misma presión. El sobrecalentamiento del vapor en la liofilización, incrementa ligeramente los requerimientos de energía.⁽⁵⁷⁾

3.2.6 Diagrama del fase del agua pura.

La Fig. 3.2 muestra el diagrama de fase del agua pura. El punto triple (0.0099°C y 4.58 mmHg abs.), es la única condición donde las tres fases coexisten en equilibrio: sólido, líquido y vapor. A través del punto triple pasan tres curvas:

- La curva presión de vapor para el agua o curva punto de ebullición (AO) con una pendiente igual a $\Delta H_e/RT^2$, donde ΔH_e es el calor latente de vaporización.
- La curva presión de vapor para el hielo o curva de sublimación (BO) con una pendiente mayor que la anterior, igual a $\Delta H_s/RT^2$, donde ΔH_s es el calor latente de sublimación, y
- La curva de equilibrio entre el hielo y el agua líquida o curva de fusión (CO).

Debajo del punto triple la presión de vapor del hie-

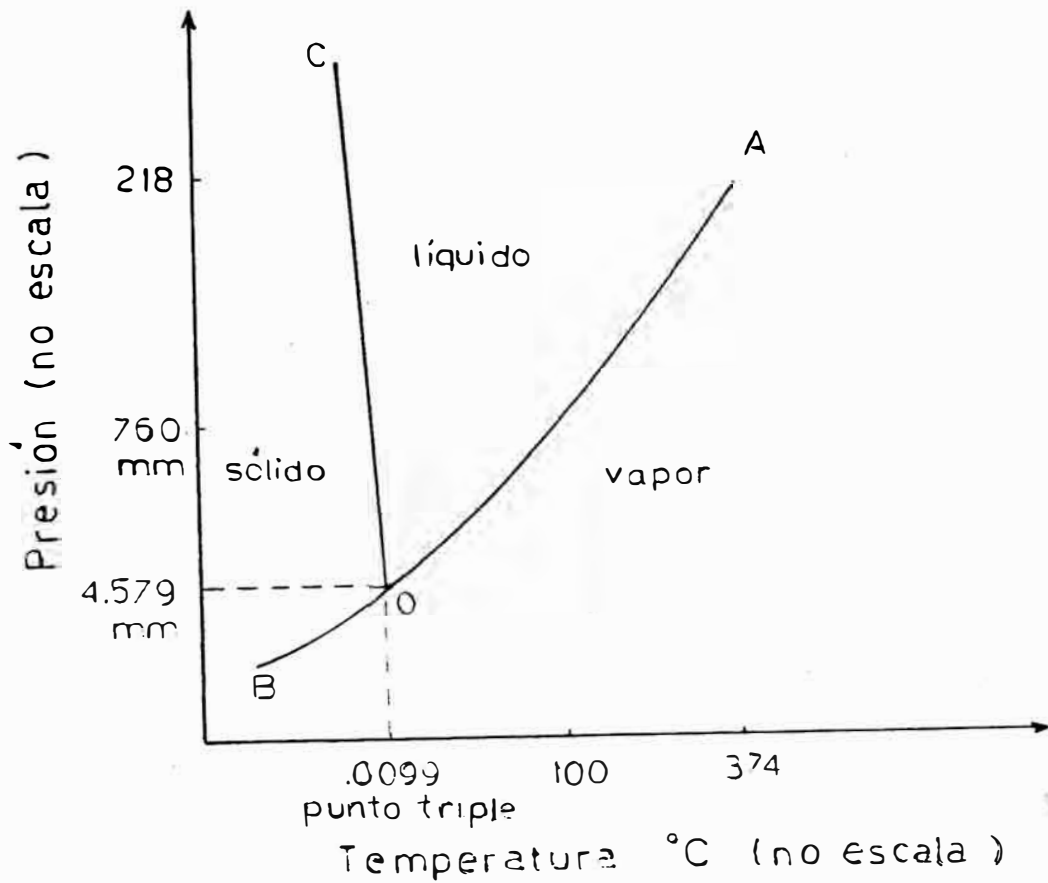


FIG. 3.2 DIAGRAMA DE FASE DEL AGUA PURA. (58)

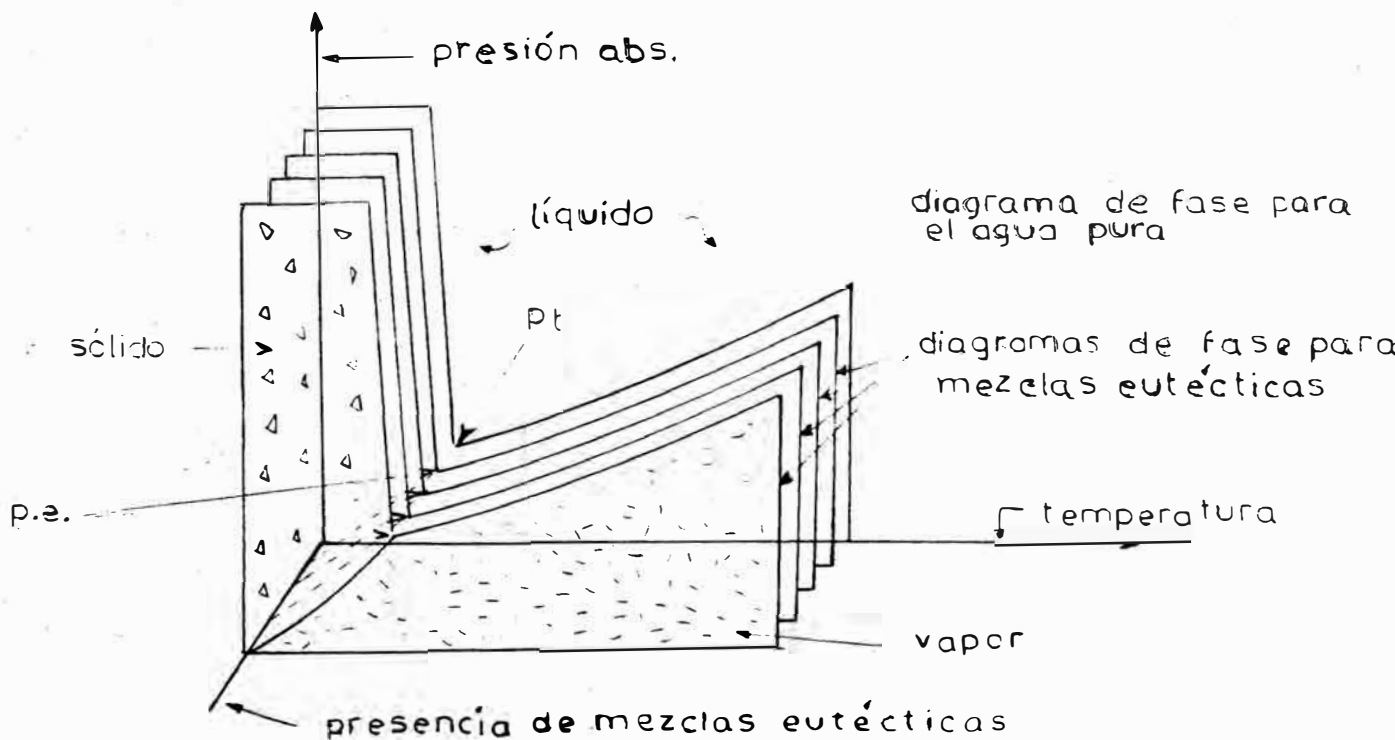


FIG. 3.3 DIAGRAMA DE FASE EUTECTICO. (58)

lo es menor que la del agua líquida favoreciéndose la sublimación.⁽⁵⁸⁾

3.2.7 Diagrama de fase eutéctico.

Otros componentes, distintos al agua, presentes en los alimentos, tienden a bajar en mayor o menor grado el punto de congelamiento del agua como es indicado por la tercera abcisa en la Fig. 3.3. Por simplicidad nos referiremos a estos puntos desplazados como puntos eutécticos. La sublimación ocurre en cualquier punto debajo del punto eutéctico.⁽⁵⁸⁾

3.3 MECANISMOS DE LA LIOFILIZACION.

El objetivo de esta descripción es tener una base real para el análisis de las velocidades de liofilización.

3.3.1 Penetración de la frontera congelada.

Una descripción razonable del mecanismo de liofilización es que existe una superficie de separación definida entre una región que está completamente hidratada y congelada, y una región casi seca. La frontera entre la zona congelada y la zona seca avanza hacia el interior del alimento, a medida que la sublimación transcurre. Esto ocurre cuando el calor que proviene de una fuente externa, es conducido a la interfase entre la zona congelada y la zona seca, produciéndose la sublimación de la humedad desde dicha interfase. El vapor de agua generado pasará a través de la capa seca y escapará a la cámara. La Fig. 3.4 muestra un esquema de este comportamiento. La mayoría de los análisis de velocidades de liofilización han sido hechos en base de este mecanismo.⁽²⁷⁾

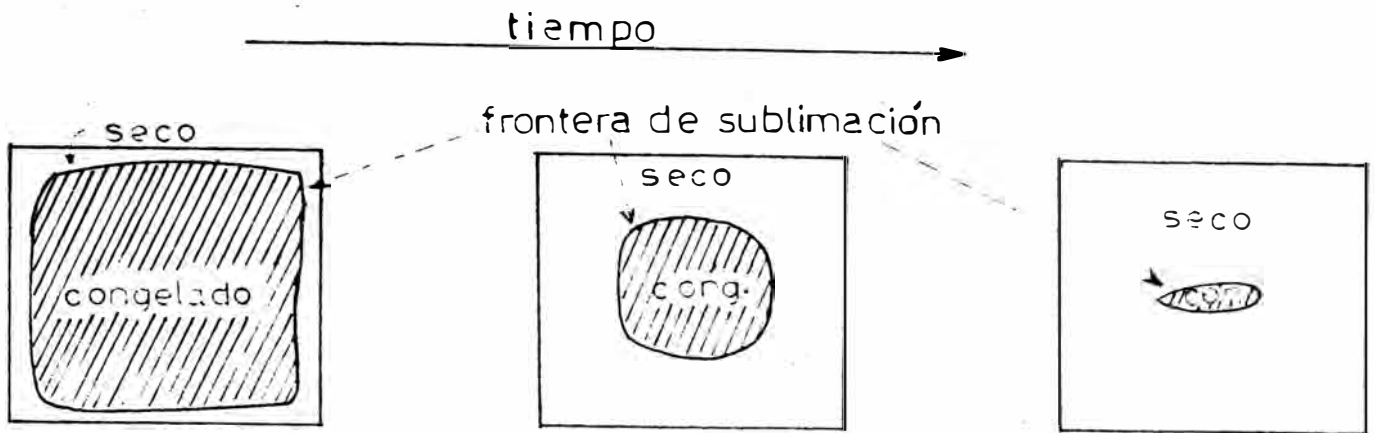


FIG. 3.4 FRONTERA CONGELADA DEFINIDA EN RETIRO.⁽⁶⁹⁾

3.3.2 Frontera definida.

3.3.2.1 Experimentos que demuestran que la frontera de sublimación es difusa.

Luikov⁽²⁷⁾ (1969), al observar fotográficamente la sublimación de esferas de hielo, colocadas en una cámara de vacío, verificó varios fenómenos que podrían ser las causas que la frontera congelada no sea definida. Estos son:

- El desarrollo de cristales de hielo de varias formas y longitudes, y la desigualdad local de temperaturas a lo largo de la frontera congelada, que tienden a formar irregularidades.
- La ocurrencia de la desublimación (paso del estado de vapor al estado sólido) en algunos puntos, simultáneamente a la sublimación en otros puntos de la frontera. Este fenómeno refleja irregularidades en la superficie sólida, que originan la elevación local diferente de temperaturas y presiones de vapor de agua.⁽²⁷⁾

Brajnikov (1969), Meffert (1963) y Luikov -

(1969) obtuvieron mediciones del contenido de humedad y/o perfiles de temperaturas, que sugirieron una propagación difusa de la frontera congelada durante la liofilización, debido a que el material que estaba siendo secado contenía zonas congeladas en algunos puntos pero no en otros.^(7,27)

3.2.2.2 Experimentos que demuestran que la frontera de sublimación es definida.

Beka⁽²⁷⁾ proporcionó fotografías de muestras parcialmente liofilizadas, después de 200, 300, 400, 500 y 600 minutos de liofilización. Estas fotografías muestran claramente una muy definida transición desde una zona seca de apariencia uniforme a una zona congelada oscura, que se retira hacia el interior a medida que el tiempo de secado se incrementa.

Clark⁽²⁷⁾ mostró fotografías de muestras parcialmente liofilizadas a varios tiempos después de empezado el secado. Una vez interrumpido el proceso de liofilización, las muestras fueron secadas en hornos a vacío para determinar el contenido de humedad remanente. Luego, fueron cortadas por la mitad y fotografiadas, observándose una porción central descolorida y oscura que representa la región que aún contiene un alto porcentaje de humedad cuando se interrumpe la liofilización. La demarcación de esta zona de humedad residual está bien definida y las posiciones de la zona concuerdan con el concepto de un retiro continuo de la frontera de sublimación durante la liofilización.

Mackenzie⁽²⁷⁾ (1955) construyó un "microscopio de liofilización" con el que pudo observar como ocurre la liofilización en varios sistemas de líquidos transparentes congela--

dos. El líquido distribuído en una capa delgada fue congelado en el liofilizador, luego se hizo vacío, de tal modo que la sublimación ocurriera transversalmente al plano de observación microscópica, observándose una frontera de sublimación bien definida.

La conclusión que se sacó de estos experimentos es que existen factores como las estructuras irregulares y el fenómeno de cristalización, observados por Luikov⁽²⁷⁾ que pueden conducir a una frontera de sublimación difusa, pero estos efectos operan sobre distancias pequeñas en los alimentos, por lo general menos de 1 mm. Para las condiciones normales de liofilización, el postulado de una frontera congelada definida en retiro es un modelo excelente.

3.3.3 Uniformidad de retiro.

Los alimentos tienen propiedades físicas que varían de un lugar a otro en una misma sustancia, lo que puede conducir a velocidades no uniformes de la capa congelada durante la liofilización. En general pueden ocurrir dos efectos:

- Si la permeabilidad o difusividad efectiva para vapor de agua varía de un lugar a otro dentro de la capa seca, la velocidad de escape de vapor de agua bajo una diferencia de presión parcial como fuerza impulsora también variará de un lugar a otro, haciendo que la frontera de sublimación se retire más rápidamente en algunos lugares que en otros. Un coeficiente de transferencia de masa no uniforme en la superficie exterior del alimento puede también tener este mismo efecto.⁽⁷⁾
- Una conductividad térmica no homogénea de la capa seca, un coeficiente de transferencia externo de calor no uniforme y/o un

suministro de calor no uniforme en diferentes puntos de la superficie exterior del alimento pueden causar variaciones de temperatura de un punto a otro a lo largo de la frontera de sublimación. Si la conductividad térmica de la región congelada no es lo suficientemente grande para equilibrar estas desigualdades o si la región congelada no es continua, diferentes temperaturas en diferentes puntos a lo largo de la frontera congelada causarán diferentes presiones parciales de vapor de agua, como fuerza impulsora de transferencia de masa y por lo tanto se producirá un retiro no uniforme de la frontera congelada.⁽⁷⁾

Margaritis y King⁽²⁷⁾ (1971) reportaron mediciones de la uniformidad de retiro de la frontera congelada dentro de tajadas de carne de pavo durante la liofilización. El retiro de la frontera congelada fue claramente definido, aunque no uniforme.

3.4 VENTAJAS QUE OFRECE LA LIOFILIZACION.

La liofilización se distingue de otras formas de secado por la presencia de agua congelada dentro de la sustancia y por las temperaturas relativamente bajas durante el secado. Estos dos rasgos característicos hacen que la liofilización sea un método excelente, que ofrece las siguientes ventajas:

- a) Reducción de peso .- El peso promedio de los productos liofilizados es casi la tercera parte del producto fresco original, lo que es favorable desde el punto de vista del transporte.
- b) Ahorro de espacio .- Los productos liofilizados adecuadamente empacados, permiten el mejor uso del espacio que los productos frescos.
- c) No encogimiento .- Como el material antes del secado está

rígidamente congelado, su estructura celular queda fijada por lo tanto el producto liofilizado, retendrá su forma y volumen original.

- d) Rehidratación .- El soluto permanece uniformemente dispersado y distribuido sin sufrir ninguna concentración a medida que el disolvente congelado se sublima, y el residuo seco presenta una estructura porosa parecida a una esponja que ocupa el mismo espacio original, siendo la rehidratación extremadamente rápida y completa.
- e) Ausencia de desarrollo microbiológico .- Debido a que el secado tiene lugar a bajas temperaturas, el crecimiento bacterial, la actividad enzimática y los cambios químicos adversos son minimizados y permanecen inactivos, mientras los productos están secos.
- f) Preservación sin refrigeración .- El producto liofilizado adecuadamente envasado se conserva durante mucho tiempo.
- g) Aceptabilidad y apariencia .-
- Sabor y olor .- El secado a bajas temperaturas asegura la mínima pérdida de constituyentes volátiles conservándose el sabor y aroma en el producto liofilizado.
- Color .- Los cambios indeseables de color son minimizados.
- No endurecimiento superficial .- Durante la liofilización la superficie de la capa de hielo que se evapora deja un residuo altamente poroso de soluto al descubierto. Como resultado, no se produce endurecimiento superficial.
- h) Proteínas .- Puesto que el producto está congelado, no se producen burbujas ni espuma que, en el caso de liofilización de algunas sustancias, producirían cambios como la-

desnaturalización superficial de las proteínas.

La única y más importante desventaja del proceso de liofilización es su relativamente alto costo, comparado con el método convencional de secado (secado por aire caliente).^(53.65)

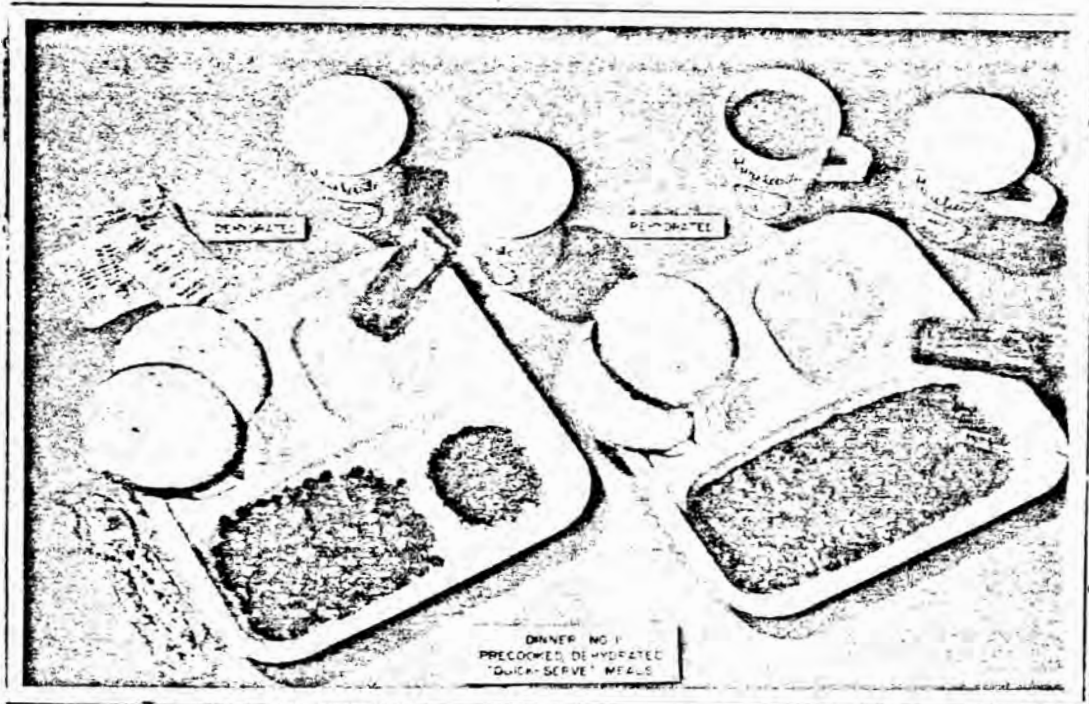
3.5 ALIMENTOS QUE EN LA ACTUALIDAD SE LIOFILIZAN INDUSTRIALMENTE

En la actualidad se liofilizan muchísimos productos alimenticios, inclusive platos preparados, listos para ser servidos. Así tenemos:

- a) Frutas: manzanas, albaricoques, plátanos, ciruelas, frambuesas, guayabas, peras, piñas, fresas, cerezas; jugos de naranja, de limón, de lima, arándano agrio, fresa, piña, guayaba, maracuyá, papaya, etc.
- b) Productos animales: carne cruda o cocida de res, de pollo de cerdo, de pavo; bacalao, tocino, jamón; mariscos: camarones, langostinos, langosta, cangrejo, almejas, ostras; extractos de carnes, etc.
- c) Vegetales: papas, zanahorias, remolacha, cebollas, ajos, hongos, col, nabo, poro, guisantes, habas, apio, coliflor espinaca, cebollinos, alcachofa, pimiento, maíz, pepinillos, cebolla china, espárragos, alverjas, tomate, etc.
- d) Productos lácteos: requesón, leche descremada, etc.
- e) Productos diversos: huevos crudos o cocidos, levadura, gelatina, té instantáneo, café instantáneo, macarrones, cereales para el desayuno, etc.
- f) Platos preparados: torrijas de carne de res, de cerdo o de pollo; salsa de tomate, estofado de pollo, consomés, frijoles con ají, arroz con pollo, huevos revueltos, com-

potas de manzanas; postres: budines, cakes, pies, etc.

Fuera del marco alimenticio, la liofilización se emplea en la elaboración de productos farmacéuticos: antibióticos, plasma sanguíneo, leches maternizadas, etc.



3.6 SECADO CON AIRE CALIENTE VS. SECADO POR LIOFILIZACIÓN.

<u>Variables de Proceso</u>	<u>Secado por aire caliente.</u>	<u>Secado por liofilización</u>
<u>Operación</u>	Batch o continua.	Batch o semicontinua.
<u>Temperatura</u>	100 - 200°F.	Temperaturas suficientemente bajas para prevenir el descongelamiento.
<u>Presión</u>	Atmosférica.	Debajo de 4 mmHg (debajo del punto eutéctico).
<u>Tiempo</u>	Generalmente menos de 12 horas.	Inicialmente entre 12 y 24 horas, pero con las nuevas técnicas se ha reducido a casi la 3ª parte.
<u>Velocidad del aire</u>	Moderada o rápida.	Teóricamente ninguna.
<u>Humedad</u>	Atmosférica.	Casi 100%.

<u>Calor al producto</u>	Desde el aire por convección.	Desde las placas calenta <u>ras</u> por radiación y con <u>ducción</u> .
<u>Pérdida de humedad</u>	Por evaporación de - agua desde la superfi- cie del alimentu.	Por sublimación de los - alrededores de la zona - de hielo en retroceso.
<u>Transferencia de fluido interno.</u>	<u>Migración de agua y sólidos.</u>	Sólo hay migración de - agua más no de sólidos - disueltos.
<u>Probabilidad de Rxn. Química enzimática o microbial.</u>	Mediana (de moderada a buena).	Remota.
<u>Volumen del - producto</u>	Marcado encogimiento.	No hay encogimiento.
<u>Costo del equipo y proceso</u>	Bajo a moderado.	Alto.
<u>Aplicación a - alimentos</u>	Adecuado a frutas, se- millas, hortalizas.	Para todos los alimentos especialmente para los - que no se secan satisfac- toriamente por otros mé- todos.

PRODUCTO SECO

<u>Estructura</u>	Producto sólido seco.	Producto seco poroso.
<u>Densidad</u>	Mayor que el original.	Menor que el original.
<u>Color</u>	Más oscuro.	Hay poco cambio.
<u>Olor</u>	Generalmente cambia.	Usualmente natural.
<u>Estabilidad en almacenamiento</u>	Buena con tendencia a oscurecerse y ponerse- rancio.	Excelente si es secado a menos de 2% de humedad y protegida contra el va- por de agua y humedad.

PRODUCTO RECONSTITUIDO

<u>Color</u>	Más oscuro.	Hay poco cambio.
<u>Olor</u>	Frecuentemente anormal.	Normal.
<u>Sabor</u>	Frecuentemente anormal.	casi normal.
<u>Textura</u>	Casi seco-duro.	Casi normal.
<u>Desnaturaliza- ción de proteí- nas</u>	Grande.	Pequeña en productos cru- dos.

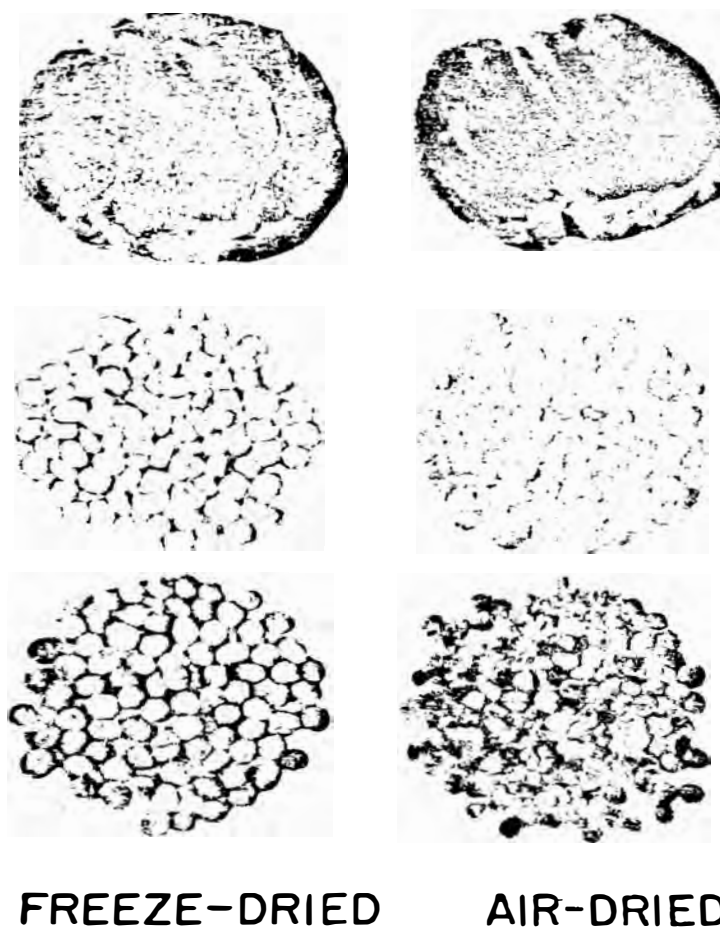


FIG. 3.5 MUESTRAS DE ALIMENTOS SECADOS POR
AIRE CALIENTE Y POR LIOFILIZACION.
(65).

CAPITULO IV

CONGELAMIENTO

Esta etapa es determinante en la liofilización, ya que controlando las condiciones de congelamiento es posible influir en la velocidad de secado, rehidratación, textura, retención de volátiles y color del producto durante y después del secado.

4.1 LAS RAZONES PARA CONGELAR LOS ALIMENTOS ANTES DE LA DESHIDRATACION.

- a) Ya que la velocidad de las reacciones de deterioro de un alimento disminuye con el decrecimiento de la temperatura, la primera razón para congelar los alimentos será reducir los cambios no deseados durante el proceso. Las temperaturas usadas están en el rango de -20° a -30°C .
- b) La segunda y la razón más importante es la fijación de la estructura del alimento. En el rango apropiado de temperatura, la estructura histológica se fija evitando así que colapse durante el proceso de sublimación; el vapor de agua puede escapar a través de huecos y capilaridades que permanecen abiertos, tal que el proceso de sublimación es facilitado y el tiempo de secado es reducido. Los líquidos pueden ser congelados en estado espumante. La propiedad de fijar la estructura será de gran importancia para las propiedades reconstitucionales del alimento.

4.2 CONSIDERACIONES GENERALES.

4.2.1 Composición y estructura de los alimentos.

Los principales componentes de los alimentos son: a gua, carbohidratos, proteínas, grasas, sales y ácidos que se distribuyen en el agua en forma de:

- a) Una dispersión molecular de sustancias solubles como azúcares, ácidos y sales.
- b) Una solución coloidal, que está formada por macromoléculas hidrofílicas en agua pura (como albúminas) o soluciones de sales (como globulina).
- c) Una emulsión con sustancia de baja solubilidad (como grasa).

Según Luyet⁽⁵⁾ existen cinco formas diferentes de agua ligada en el material biológico: 1) agua en exceso; 2) agua metabólica; 3) agua vital (cuya remoción de la materia viva tiene efecto letal; 4) agua remanente y 5) agua no congelable.

Cuando se consideran las proteínas, estos cinco grupos se reducen a dos: congelables y no congelables. Kuprianoff- (1968) propuso que el término "agua no congelable" sea definido como el agua que permanece sin congelar a temperaturas debajo de -30°C . Así algo de líquido puede estar presente a temperaturas normales de liofilización.⁽⁵⁷⁾

4.2.2 Temperatura eutéctica.

La temperatura eutéctica es la temperatura a la cual la cristalización de una solución acuosa es completa y un enfriamiento posterior no introduce nuevos cambios estructurales (Rey, 1960). La temperatura exacta es determinada por recalentamiento debido a que algo de superenfriamiento puede ocurrir durante la etapa de congelamiento. Muchos sistemas biológicos, pueden no -

cumplir exactamente con esta definición. En tales casos, Rey se refiere a la temperatura eutéctica como la temperatura a la cual la solidificación es completa.

Rey (1960) recomienda el siguiente procedimiento para obtener los resultados óptimos de liofilización:

- 1) Determinar el punto de solidificación completa por mediciones de la resistencia.
- 2) Determinar la temperatura a la que ocurre la fusión incipiente por análisis térmico.
- 3) Congelar a la temperatura de solidificación completa o debajo.
- 4) Durante la fase de sublimación, secar a temperaturas debajo - del punto incipiente de fusión.

Según Rey, muchas sustancias no cristalizan totalmente cuando se congelan, pero podrían alcanzar una condición metaestable en la que flúidos intersticiales a medida que se van concentrando forman un sólido transparente. Durante el secado, estos cuerpos transparentes pueden ser responsables de la desnaturación. Rey pensó que la temperatura a la que ocurre la desvitrificación puede también ser determinada por condiciones de resistividad y de análisis térmico. Posiblemente la cristalización puede ser inducida por un recalentamiento cuidadoso a esta temperatura, seguido por un reenfriamiento a la temperatura de secado deseada.⁽⁵⁾

4.3 INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE CONGELAMIENTO.

4.3.1 Efecto de la temperatura sobre el tamaño del cristal de hielo.

El tamaño del cristal de hielo está relacionado directamente con el número de núcleos. Unos pocos núcleos grandes podrían causar la formación de unos cuantos cristales de hielo, mientras núcleos numerosos podrían resultar en numerosos cristales de un tamaño menor. El control del tamaño del cristal es por lo tanto dependiente de la nucleación (Fig. 4.1).

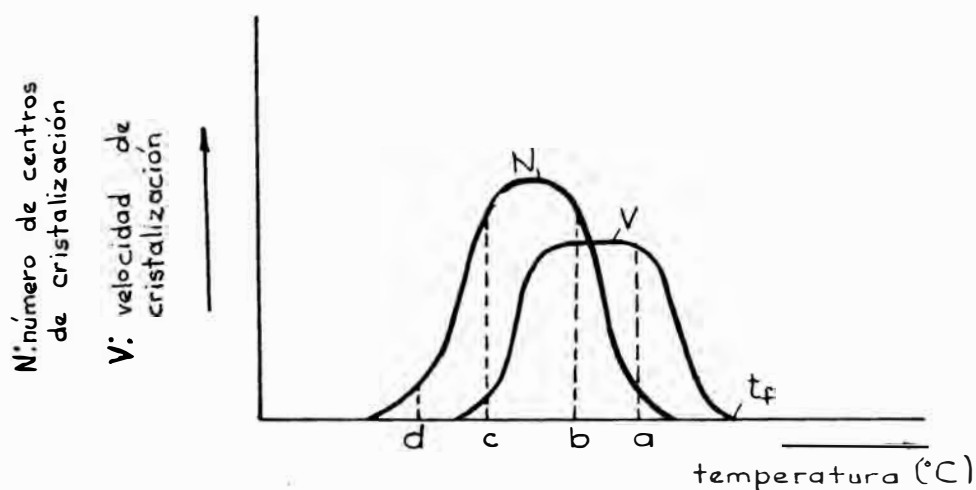


FIG. 4.1 NUMERO DE CENTROS DE CRISTALIZACION Y VELOCIDAD DE CRISTALIZACION VS. TEMPERATURA.⁽⁵⁷⁾

Cuando durante el congelamiento de una mezcla compleja de soluciones presente en los alimentos, la temperatura está debajo del punto de congelamiento t_f , en primer lugar todos los centros de cristalización empiezan a formarse (curva N); su número es pequeño, pero incrementa rápidamente con la elevación ligera de temperatura. Similar es la dependencia de la velocidad de crecimiento de los cristales (V) con la temperatura (Fig. 4.1). Ambas curvas nos muestran que cerca al punto de congelamiento-en "a"- un número pequeño de cristales grandes aparece (pequeño N ,

alto V); si el congelamiento es hecho en esta región de temperaturas resultará una estructura cristalina gruesa. A temperaturas más bajas-en "b"- resultará una estructura fina y a temperaturas aún más bajas- en "c"-un gran número (N) de cristales pequeños - (pequeño V) es producido. Para propósitos de ilustración debe mencionarse que el número de cristales contenido microscópicamente en una fibra muscular a -45°C fue 10 veces más en comparación con el que apareció en la fibra del mismo tamaño a -15°C .^(11,57)

4.3.2 Efecto del tiempo de congelamiento sobre la velocidad de secado.

Las propiedades del producto final seco pueden ser muy alteradas por el método usado durante el congelamiento. Ya que el secado tiene lugar desde una superficie, la velocidad de secado debe variar con el área de la superficie a partir de la cual la evaporación puede ocurrir.

El congelamiento más rápido da como resultado cristales de hielo más pequeños y un área superficial más grande que producirá una velocidad de secado más rápida; sin embargo, en materiales donde el flujo de vapor no controla la velocidad de secado, el tamaño del cristal de hielo tendrá poco efecto una vez que la frontera de hielo ha retrocedido hacia el interior. La congelación rápida al conducir a la formación de cristales pequeños y numerosos forma una estructura finamente porosa en el producto liofilizado.

Mientras que, la congelación lenta tiende a la formación de cristales intercelulares de gran tamaño; que le dan al producto una estructura gruesa y esponjosa, poniendo en peligro-

la estructura celular. Si el alimento es congelado muy lentamente el tejido celular se quebrará, las velocidades de deshidratación y rehidratación serán rápidas, pero la capacidad de retención de agua y la textura del producto rehidratado será pobre.⁽²⁷⁾

4.3.3 Efecto de la localización de los cristales de hielo y de los vacíos resultantes sobre la estructura del producto liofilizado.

Durante el congelamiento y la liofilización de carnes la localización del cristal y de los vacíos resultantes en el producto liofilizado están gobernados por la velocidad de congelamiento. Koonz y Ramsbottom⁽²⁷⁾ encontraron que el tejido de la carne de pollo liofilizado es marcadamente alterado por las condiciones de congelamiento antes del secado. Tajadas delgadas de pollo fueron congeladas en ambientes a temperaturas diferentes y los vacíos resultantes dejados por la remoción de los cristales de hielo se ubican en diferentes lugares. Así:

- En hielo seco-acetona a -176°C los vacíos se ubican dentro de las fibras musculares, siendo numerosos en cada fibra.
- En aire a -49°C los vacíos se localizan en la periferie alrededor de cada fibra muscular.
- En aire a -36°C los vacíos se ubican en la periferie de las fibras y entre fibras adyacentes.
- En aire a -26°C los vacíos están entre fibras adyacentes.
- En aire a -13°C los vacíos son más grandes ubicados entre fibras.

De lo cual desprendemos que en el congelamiento lento, los cristales se localizarán en áreas extracelulares, mien-

tras que en el congelamiento rápido los cristales de hielo se lo calizarán tanto extra como intracelularmente.

King⁽²⁷⁾ reportó las distribuciones de tamaño de poro medidas con un porosímetro de mercurio para muestras de carne de pavo congelado a diferentes velocidades. Los resultados son mostrados en la Fig. 4.2. A velocidades lentas de congelamiento los diámetros de poro son más grandes, los que disminuyen a medi da que aumenta la velocidad de congelamiento.

4.4 METODOS DE CONGELAMIENTO.

Los métodos de congelamiento se pueden clasificar en:

4.4.1 Congelamiento por corriente de aire frío (refrigeran te gaseoso).

La congelación con aire es económica, pero generalmente más lenta que otros métodos. Se puede acelerar el congelamiento con corriente de aire muy fría. En este método, los alimentos a ser congelados son colocados en bandejas, ya sea libres o en paquetes, y las bandejas son colocadas en serpentines de congelamiento en un cuarto de temperatura baja con aire frío soplando sobre el alimento.

El congelamiento en túnel es el más usado, siendo un sistema en donde un cinturón de engranaje largo de movimiento - lento pasa a través de un túnel conteniendo aire frío en movimiento. La velocidad de este cinturón es variable de acuerdo al - tiempo necesario para congelar el alimento. En algunos tipos de congelamiento por túnel los alimentos son colocados en bandejas- de malla de alambre y cargados sobre rejillas. El aire frío es

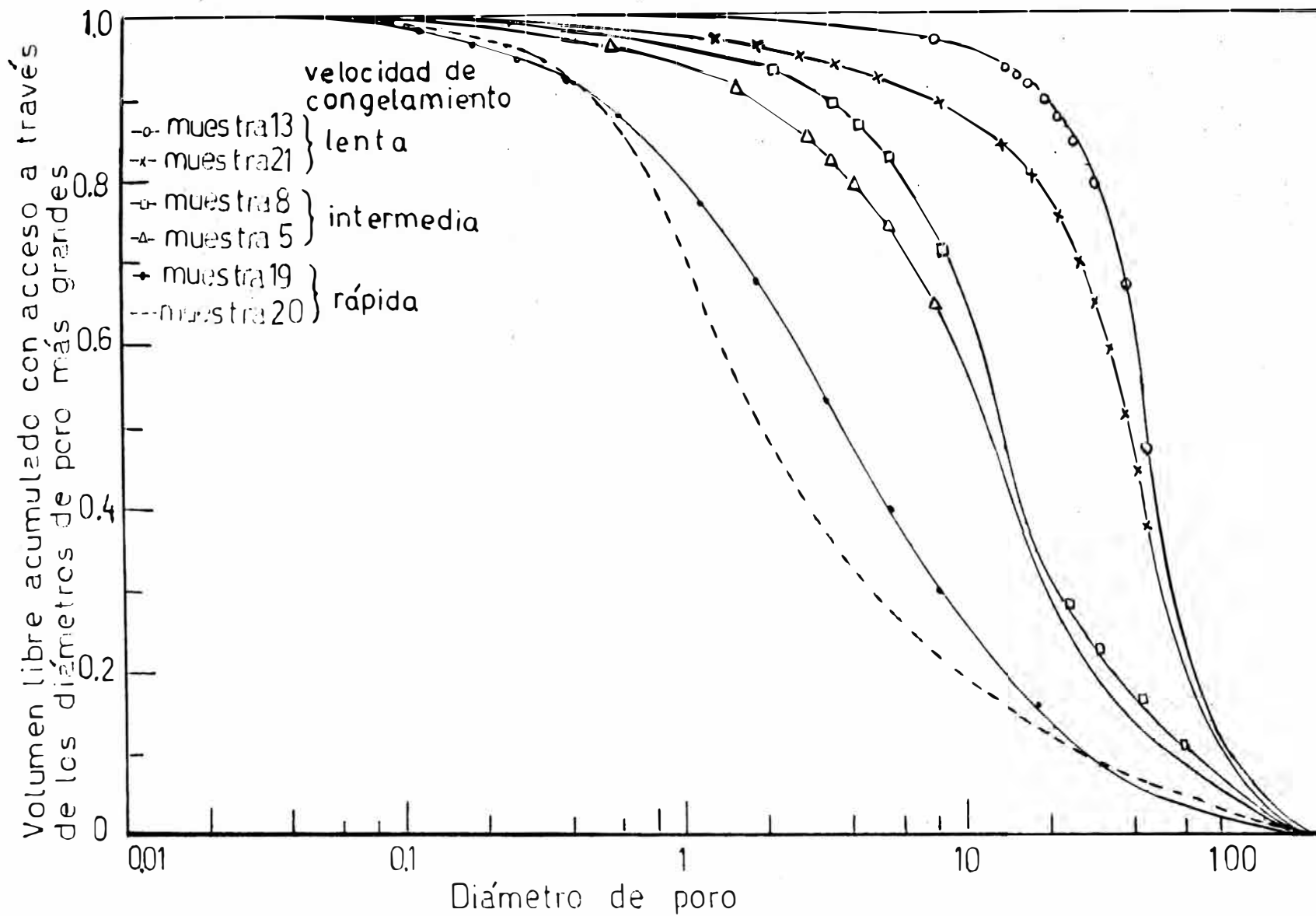


FIG. 4.2 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PORO PARA CARNE DE PAVO LIOFILIZADO. (28)

introducido dentro del túnel en contracorriente a la dirección - del flujo del producto. La temperatura del aire está usualmente entre 0°F y -30°F (-18° y -34°C) si bien para un congelamiento-rápido puede ser más baja (entre -30° y -45°C).

La velocidad del aire varía de acuerdo a las ideas - del embalador de materiales, sin embargo si es necesario un congelamiento rápido se debe recircular un volumen bastante grande de aire para obtener un aumento relativamente pequeño en la temperatura del aire a medida que éste toca y deja el producto. El aire frío tiene un calor específico muy bajo y por esta razón un gran volumen debe ser distribuido cuidadosamente a través del sistema. Posiblemente 2500 ft/min pueda ser considerada una velocidad práctica y económica del aire a -20°F (-29°C).

El congelamiento por túnel de alimentos no empaquetados tiene dos desventajas: la primera es el problema de la deshidratación del alimento durante el congelamiento y la segunda es la necesidad de descongelar el equipo.

Si el congelamiento fuera dividido en dos o más etapas se reduciría la pérdida de humedad en el producto. Si grandes volúmenes de aire de humedad relativa alta son usados en la primera etapa, el producto será congelado sin secado excesivo. En la segunda etapa las diferencias de temperatura y de presión de vapor no son tan grandes, por lo tanto el congelamiento de -aire en este punto tiene menos efecto desecante, a pesar que el uso de grandes volúmenes resultará en un congelamiento más rápido. (55,66)

4.4.2 Congelamiento por contacto indirecto con un medio refrigerante (refrigerante sólido).

En este método de congelamiento el alimento se coloca sobre una superficie metálica (placa) enfriada por salmuera fría, freón o cualquier otro medio refrigerante que circula por los conductos internos de la placa. El tiempo de congelamiento varía con el espesor del producto así como con su naturaleza.

Una desventaja con respecto al método anterior es que aquí el congelamiento es aplicable sólo a paquetes de forma rectangular predeterminada y del mismo espesor, aunque una ventaja sería que las unidades son más compactas, ocupan menos espacio y consumen menos energía.

La eficiencia del congelador de placas depende del contacto entre las placas, del alimento que se va a congelar, de la temperatura del medio refrigerante. Los alimentos sólidos compactos congelan más rápido que las piezas individuales separadas por espacios pequeños de aire.^(55,66)

4.4.3 Congelamiento por inmersión directa en un medio refrigerante (refrigerante líquido).

El congelamiento por inmersión directa en salmuera de baja temperatura fue el comienzo del congelamiento rápido. Ya que los líquidos son buenos conductores del calor, un alimento puede congelar rápidamente por inmersión directa en líquidos de baja temperatura tales como salmuera de cloruro de sodio, soluciones de azúcar, y glicerol.

Las ventajas del congelamiento por inmersión son:

hay un contacto perfecto entre el medio refrigerante y el alimento y la velocidad de transferencia de calor es muy alta. Un medio refrigerante adecuado para el congelamiento por inmersión debe ser capaz de permanecer sin congelar a 0°F o menos. Se ha encontrado que la inmersión en nitrógeno líquido es el método más rápido de congelamiento. A pesar de su costo este método tiene muchas ventajas.^(55,66)

4.4.4 Congelamiento por evaporación en la cabina a vacío del liofilizador.

El material fresco se coloca en la cámara del liofilizador y se evacúa ésta en la forma usual, produciéndose la congelación por el enfriamiento debido a la evaporación de agua del alimento.

El congelamiento evaporativo está limitado para productos con una gran área superficial para un fácil escape de vapor. Para que este congelamiento sea satisfactorio el producto debe tener una cantidad suficiente de agua libre en relación al peso del producto. Este congelamiento es rápido y da buenos resultados con vegetales, que pierden del 16 al 19% de agua inicial pero no da buen resultado con carnes causándoles endurecimiento y decoloración.⁽⁷¹⁾

CAPITULO V

FENOMENOS DE TRANSPORTE EN EL SECADO POR LIOFILIZACION

5.1 TRANSFERENCIA DE CALOR.

5.1.1 Transferencia de calor a través de la capa congelada

El calor es conducido directamente hacia la capa congelada que está en contacto con la frontera no porosa que puede ser: la pared de una botella cilíndrica en la que una capa de líquido ha sido congelada o el fondo de una bandeja conteniendo líquido congelado. Ver Fig. 5.1. Si la temperatura de la frontera bandeja-alimento congelado se mantiene constante, la temperatura de la interfase de sublimación será inicialmente muy baja, por lo que debe establecerse un gradiente de temperatura que provoque el flujo de calor a través de la capa congelada. En el transcurso de la sublimación la temperatura interfásial se eleva lentamente hasta alcanzar la temperatura de la frontera bandeja-alimento congelado en el punto final de la sublimación.

Para obtener el menor tiempo de secado, la temperatura constante de la frontera bandeja-alimento debe ser la más alta posible, evitando la fusión del alimento durante el secado. Cuando la sublimación continúa, la temperatura interfásial se eleva, pero la resistencia al flujo de vapor de la capa seca aumenta. El mantener la misma entrada de calor ocasionará un exceso de energía que será absorbido como calor sensible. Un incremento de la temperatura bandeja-alimento solamente es evitado reduciendo continuamente el suministro de energía, lo que produce una disminución de la velocidad de sublimación.

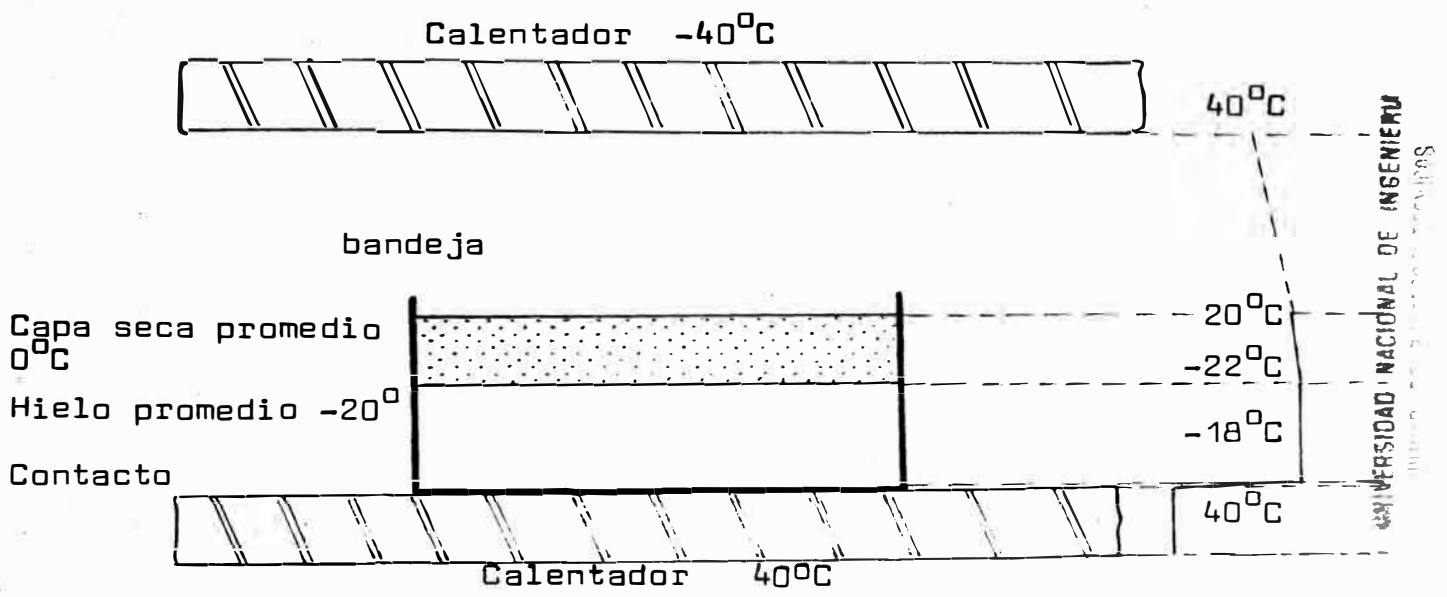


FIG. 5.1 TRANSFERENCIA DE CALOR A TRAVES DE LA CAPA CONGELADA. (57)

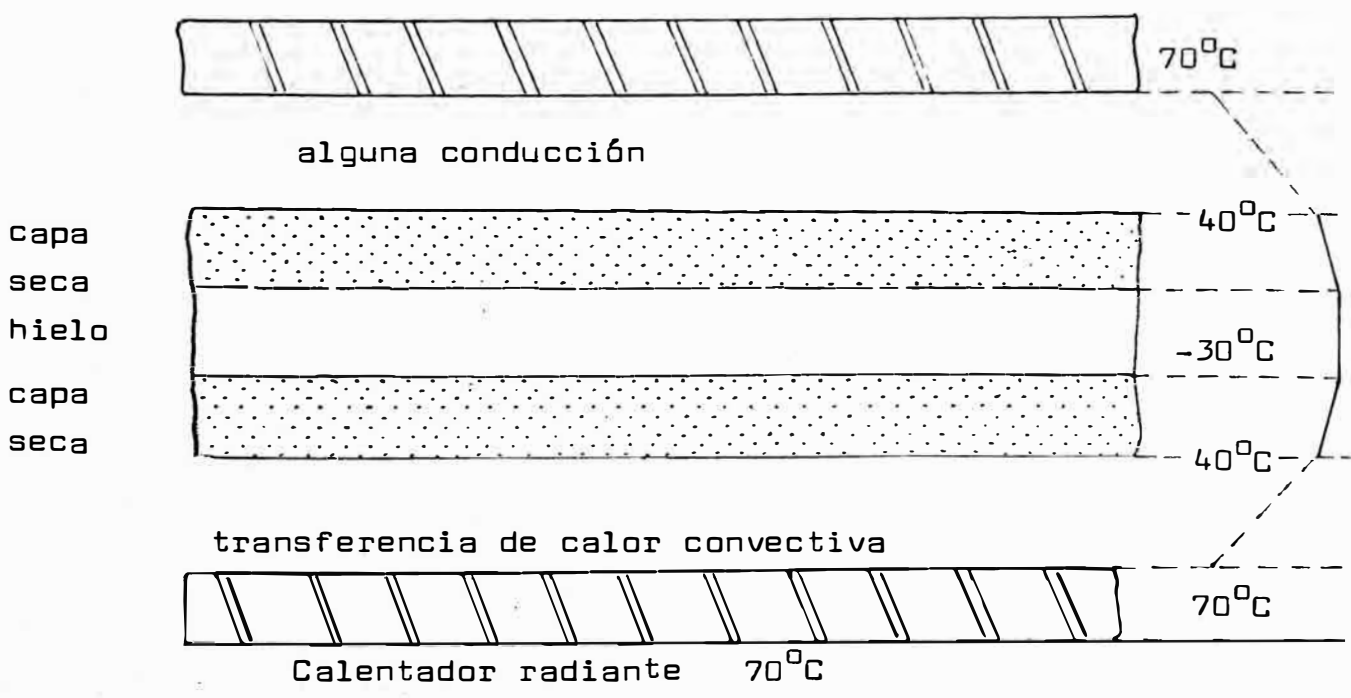


FIG. 5.2 TRANSFERENCIA DE CALOR A TRAVES DE LA CAPA SECA. (57)

5.1.2 Transferencia de calor por conducción a través de la capa seca.

En este tipo de calentamiento (Ver Fig. 5.2) el control está en la capa seca. Si el alimento y el calentamiento es simétrico, las dos interfases retroceden a la misma velocidad - (no necesariamente constante) y la sublimación se completa cuando cada interfase ha recorrido la mitad del espesor del alimento. Cuando en la superficie del alimento, la temperatura y las presiones parciales de aire y de vapor de agua son constantes, la temperatura de la interfase de sublimación también será constante. Bajo estas condiciones la velocidad de sublimación variará inversamente con el espesor de la capa seca.

5.1.3 Conductividades Térmicas.

5.1.3.1 Efecto de la presión y la naturaleza del gas circundante.

En la Fig. 5.3 se muestra la variación de la conductividad térmica con la presión y la naturaleza de los diferentes gases y en la Fig. 5.4 se muestra la variación de la conductividad térmica con la presión y el vapor de agua dentro del alimento seco (sin gas circundante). En las dos figuras se pueden observar las siguientes tendencias:

- a) **A** muy bajas presiones, la conductividad térmica alcanza un valor asintótico inferior, que es independiente del gas circundante o vapor de agua. Esta conductividad térmica asintótica depende de la estructura del alimento y no de la presión del gas o vapor de agua.
- b) **A** altas presiones, la conductividad térmica alcanza nuevamen-

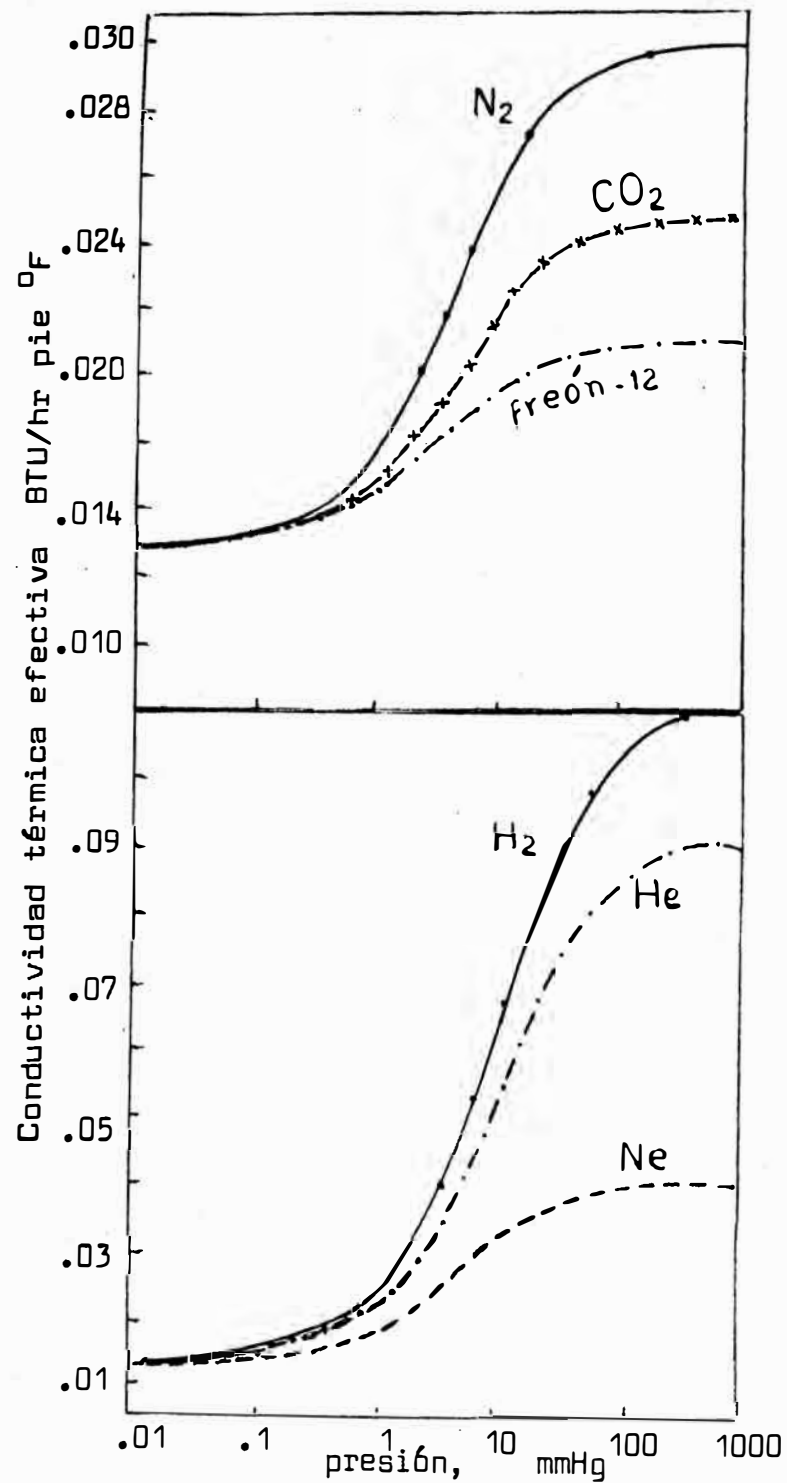


FIG. 5.3 INFLUENCIA DE LA PRESION Y NATURALEZA DEL GAS CIRCUNDANTE SOBRE LA CONDUCTIVIDAD TERMICA.⁽²⁷⁾

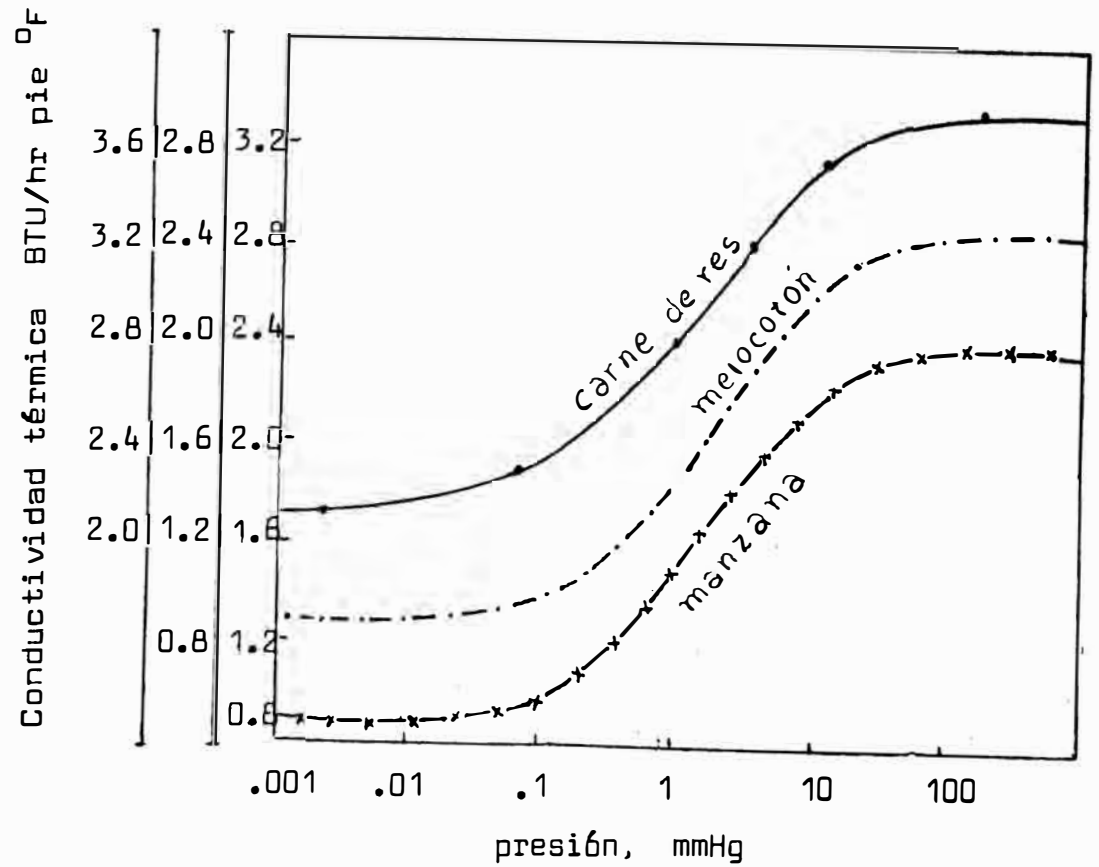


FIG. 5.4 CONDUCTIVIDAD TERMICA VS. PRESION PARA ALIMENTOS LIOFILIZADOS.⁽⁵⁾

te un valor asintótico superior. Esta asintota es característica de la estructura del alimento y del gas o vapor de agua. En consecuencia a altas presiones la conductividad térmica se incrementa cuando la conductividad térmica del gas aumenta y el peso molecular del gas es menor.

Harper⁽²⁷⁾ recopiló datos teóricos y experimentales sobre la conductividad térmica y concluyó que corresponden con la siguiente ecuación:

$$\frac{k_g}{k_{go}} = \frac{1}{(1 + C/P)} \quad (5.1)$$

k_g = Conductividad térmica del gas en el sólido poroso.

k_{go} = Conductividad térmica del gas libre.

C = Constante.

P = Presión.

- A presiones muy bajas ($P \ll C$) $\rightarrow k_g = k_{go} (P/C) \approx 0$

- A presiones muy altas ($C/P \approx 0$) $\rightarrow k_g = k_{go}$

Puesto que la conductividad térmica de los sólidos (k_s) no varía con la presión, la conductividad térmica efectiva (k_e) de cualquier material poroso lleno de un gas tiene dos componentes: uno la matriz sólida y otro el gas que llena los poros.

- A muy bajas presiones: $k_e = f k_s$ (5.2)

- A altas presiones: $k_e = (1-f) k_{go} + f k_s$ (5.3)

- En la región de transición:

$$k_e = f k_s + \frac{(1-f) P k_{go}}{(P + C)} \quad (5.4)$$

Los factores (f) son estimados de los datos de permeabilidad.

La región de transición de los datos de Har

per indica que para la liofilización de un alimento poroso sería necesario operar a presiones más altas para sacar ventaja de las más altas conductividades dentro de los sólidos (Neumann 1963) . Sin embargo es bastante complejo ya que la presión también afectaría la temperatura del hielo reduciendo de este modo el efecto del aumento de conductividad. Los cambios de presión también - pueden afectar la transferencia de calor a la superficie del alimento, así como también la transferencia de masa.^(5,27,69)

5.1.3.2 Efecto de la velocidad de congelamiento sobre la conductividad térmica.

Ya que el congelamiento rápido antes de la liofilización produce espacios de poro más pequeños en el alimento liofilizado, a una determinada presión se lograrán conductividades térmicas más bajas cuando el congelamiento es más rápido. Si la velocidad de un proceso de liofilización está limitada por la transferencia interna de calor, la velocidad de liofilización para alimentos congelados rápidamente será menor que para alimentos congelados lentamente.⁽²⁷⁾

5.1.3.3 Efecto de la estructura del alimento.

Triebes y King⁽²⁷⁾ encontraron que la con - ductividad térmica en la dirección paralela a las fibras en carnes es mayor que en la dirección perpendicular a las fibras.

5.1.3.4 Efecto del contenido de sólidos disueltos.

A mayor contenido inicial de sólidos disuelltos, mayor es la conductividad térmica del alimento debido a la porosidad reducida y al incremento de la matriz sólida.⁽²⁷⁾

5.1.4 Flujo de calor en el sistema de vacío (espacio que rodea al alimento).

El calor es usualmente transferido por radiación, siendo las velocidades determinadas por la diferencia entre las cuartas potencias de las temperaturas absolutas de la placa calentadora y de la superficie del alimento. Teóricamente el en-grecimiento de las placas incrementa la velocidad de transferencia para una determinada temperatura de placa. Si la turbulencia fuera importante las variaciones en el espaciado entre placas tendrían un efecto marcado en la transferencia de calor en la cámara.⁽⁵⁷⁾

5.1.5 Ecuaciones de transferencia de calor para varias formas de calentamiento.

Teniendo en cuenta el diseño del liofilizador, el fenómeno de transferencia de calor puede ocurrir:

5.1.5.1 Por Conducción.

Esta forma de transferencia de calor está limitada al caso en donde el alimento congelado se encuentra en contacto con la fuente de calor y toda la sublimación tiene lugar desde el lado opuesto de la superficie descubierta. En este caso el mecanismo es la simple conducción térmica a través de sólidos en serie. Ver Fig. 5.5.

Cuando las áreas de contacto no son uniformes, la transferencia de calor será:

$$q = \frac{(T_e - T_i)}{(1/h_p + L_b/k_b + 1/h_f + L_f/k_f)} \quad (5.5)$$

FIG. 5.5

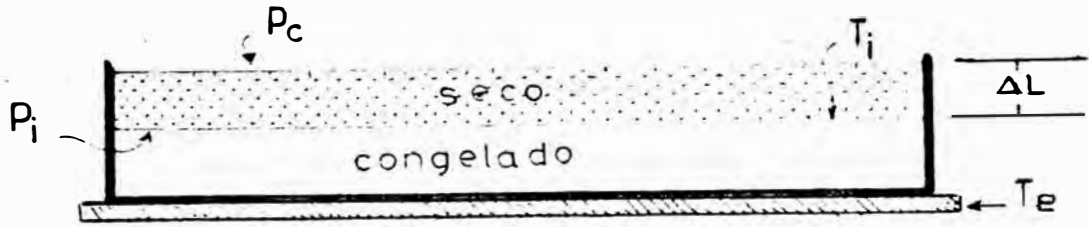


FIG. 5.6

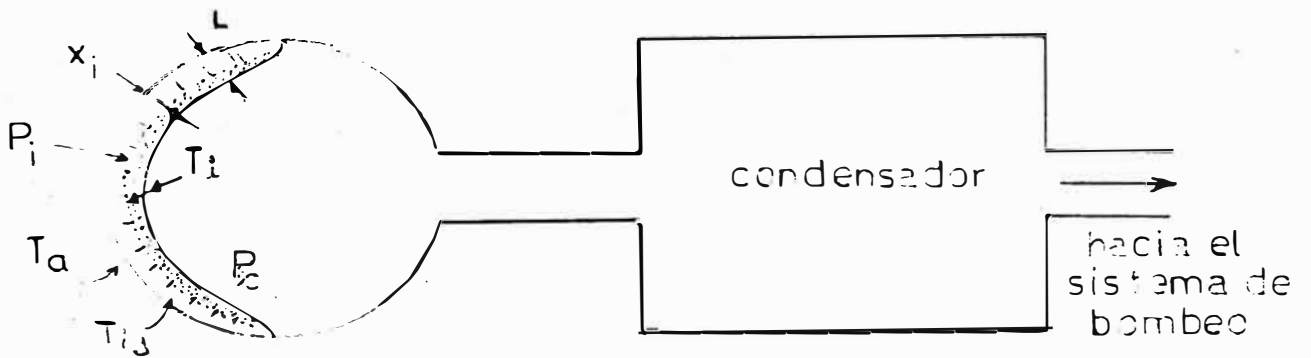
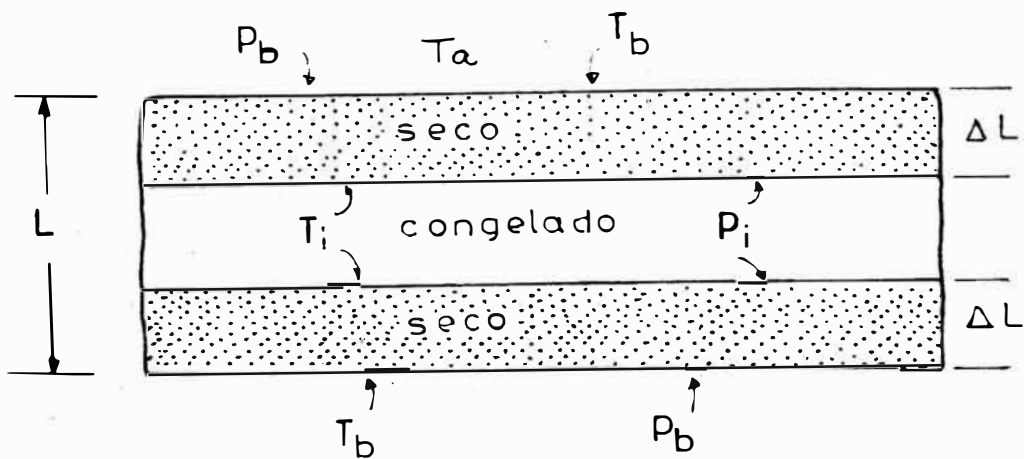


FIG. 5.7



La capa seca nunca excede la temperatura de la interfase de hielo, que es el nivel más bajo de temperatura. La temperatura máxima del alimento congelado estaría en la interfase alimento-bandeja ya que no puede ocurrir la sublimación y sus efectos de enfriamiento.

Un mal contacto entre la placa-bandeja y/o bandeja-alimento reduce la velocidad de transferencia de calor, debido a los bajos coeficientes peliculares, pudiendo también variar esta velocidad de un punto a otro. La conductividad térmica de los alimentos congelados es próxima a la del hielo (1.5000 BTU/°F pie hr) y es mucho más alta que otras conductividades conocidas de alimentos secos. La transferencia de calor a través del alimento congelado es importante sólo para dos métodos de secado:

- a) Secado por contacto, cuando el calor es aplicado por un lado y toda la sublimación ocurre por el otro lado.
- b) Calentamiento por microondas, donde el calor es generado dentro de la capa de hielo y luego conducido a través del alimento congelado a la superficie de sublimación.

5.1.5.2 Por Convección-conducción.

Dentro de los diseños de este tipo tenemos:

- a) En la Fig. 5.6 se considera una película delgada en un matraz conectado a un condensador y a una bomba de vacío. En este caso, la transferencia de calor por convección ocurre desde los alrededores a través del matraz a la superficie de hielo y la transferencia de calor por conducción a través del alimento congelado y pueden ser descritos por la siguiente ec.:

$$Q = U A (T_a - T_i) = \frac{k_{ic} A (T_{ig} - T_i)}{x_i} \quad (5.6)$$

$$1/UA = 1/(h_a A_a) + x_g/(k_{gl} A_g) + x_i/(k_{ic} A_i) \quad (5.7)$$

Como el espesor de la película congelada es delgada, entonces:

$$A = A_g = A_a = A_i \quad (5.8)$$

$$1/U = 1/h_a + x_g/k_{gl} + x_i/k_{ic} \quad (5.9)$$

Asumiendo que hay una caída de presión despreciable entre la superficie de sublimación y la superficie seca, la temperatura T_i es esencialmente constante y está fijada por el vacío del sistema. Como el espesor del hielo disminuye, la velocidad de transferencia de calor a la superficie de hielo, la velocidad de sublimación y la temperatura en la interfase T_{ig} se incrementan. Cuando T_{ig} alcanza el punto de fusión del hielo éste se derrite y la sublimación cesa ya que la presión en el frasco se estaría aproximando a la presión de vapor del agua en el punto de congelamiento, que sería demasiado alta para sublimar el hielo. Esto sucede cuando:

$$\frac{x_i}{k_{ic}} U (T_a - T_i) + T_i = T_{ig} \quad (5.10)$$

La velocidad promedio de secado es:

$$Q_{ave} = \int_0^L \frac{Q dx_i}{x_i} \quad (5.11)$$

$$Q_{ave} = \int_0^L \frac{k_{ic} dx_i A (T_a - T_i)}{(1/h_a + x_g/k_{gl}) k_{ic} + x_i} \quad (5.12)$$

$$Q_{ave} = \frac{k_{ic}}{L} \left[\ln \frac{k_{ic} (1/h_a + x_g/k_{gl}) + L}{k_{ic} (1/h_a + x_g/k_{gl})} \right] A (T_a - T_i) \quad (5.13)$$

Si se aplicara calor radiante a la superficie de hielo, al mismo tiempo que se transfiere calor desde el aire, la ec. 5.13 se convertiría en:

$$Q_{ave} = \frac{k_{ic}}{L} \cdot \ln \left(\frac{k_{ic} (1/h_a + x_g/k_{gl}) + L}{k_{ic} (1/h_a + x_g/k_{gl})} \right) A (T_a - T_i) + \epsilon h_r A (T_e - T_i) \quad (5.14)$$

b) En la Fig. 5.7 se muestra el diagrama de un trozo de alimento, donde la sublimación ocurre por ambos lados del alimento. En este caso la transferencia de calor por convección ocurre desde los alrededores hacia la superficie del alimento seco y la transferencia por conducción ocurre a través de la capa seca del alimento. Estas transferencias pueden ser descritas por la siguiente expresión:

$$Q = h A (T_a - T_b) = \frac{k A}{\Delta L} (T_b - T_i) \quad (5.15)$$

La ec. 5.15 puede reescribirse:

$$q = \frac{A (T_a - T_i)}{(1/h + \Delta L/k)} \quad (5.16)$$

Donde el gradiente de temperatura representa la diferencia entre la temperatura del aire T_a y la temperatura de la frontera de hielo T_i .

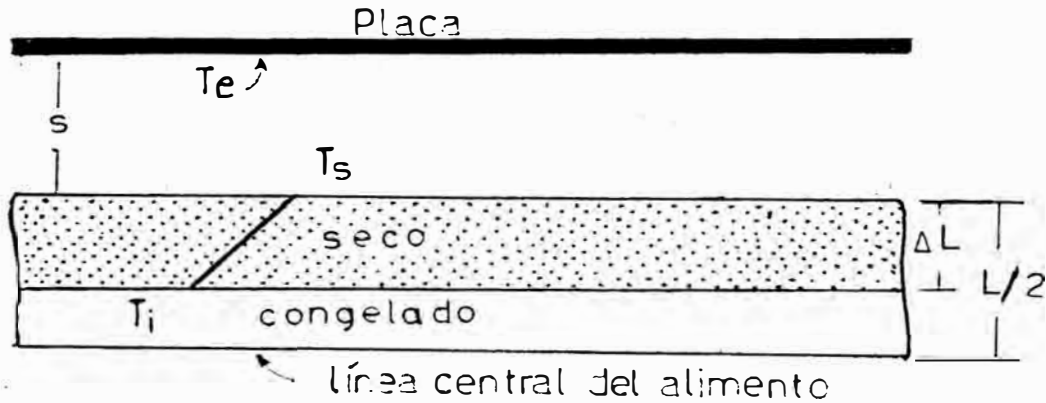
5.1.5.3 Por radiación-conducción.

En este modo de transferencia de calor las placas no están en contacto directo con el producto y el calor es usualmente radiado desde las placas (Fig. 5.8). La transfe -

rencia de calor por conducción entre la superficie del alimento y la superficie de sublimación puede ser descrita por:

$$q/A = \frac{k (T_s - T_i)}{\Delta L} \tag{5.17}$$

FIG. 5.8



T_{prom} = Temperatura absoluta promedio, definida por:

$$T_{prom} = (T_e + T_s)/2 \tag{5.18}$$

La transferencia de calor por radiación entre el radiador y la superficie del alimento es determinada por la ecuación:

$$q/A = \frac{\sigma (T_e^4 - T_s^4)}{(1/\epsilon_e + 1/\epsilon_f - 1)} \tag{5.19}$$

El término de la derecha es el flux de radiación de calor que involucra la constante de Stefan-Boltzmann (σ), las emisividades y las temperaturas absolutas. Este término puede ser convenientemente linearizado usando la ec. 5.18.

$$h_r = \frac{1}{(T_e - T_s)} \frac{\sigma (T_e^4 - T_s^4)}{(1/\epsilon_e + 1/\epsilon_f - 1)} = \frac{4 \sigma (T_{prom})^3}{(1/\epsilon_e + 1/\epsilon_f - 1)} \tag{5.20}$$

La ec. 5.19 resulta: $q/A = h_r (T_e - T_s)$ (5.21)

Combinando las ecs. 5.17 y 5.21:

$$q/A = \frac{(T_e - T_i)}{(\Delta L/k + 1/h_r)} \quad (5.22)$$

El denominador de esta ecuación representa la resistencia a la transferencia de calor entre la placa y el hielo.

Cuando la transferencia de calor al alimento es por radiación, es importante conocer la absorptividad del alimento congelado y liofilizado, las emisividades de las superficies o fuentes radiantes o reflectivas. A menos que los metales usados en los aparatos de secado sean altamente pulidos, las emisividades están alrededor de 0.95 y son virtualmente no reflectivas.

Ya que el calor por radiación es a través de la capa seca, la temperatura máxima permisible en la superficie es mucho más alta, generalmente limitada por el peligro de quemado. Sin embargo la conductividad térmica de la capa seca en vacío es bastante baja y la transferencia de calor es restringida, no obstante la alta temperatura externa. Las ventajas del calentamiento por radiación sobre el calentamiento por conducción son: el mantenimiento de bajas temperaturas del interior congelado y la posibilidad del secado por ambos lados. Pero con el incremento del espesor de la capa seca, la velocidad de transferencia de masa y la entrada de calor decrecen.⁽²⁴⁾

5.2 TRANSFERENCIA DE MASA.

5.2.1 Flujo de vapor en la capa seca.

5.2.1.1 Efecto de la estructura de la capa seca.

A medida que la interfase se mueve alejando

Se de la frontera exterior seca, se va desarrollando una resistencia al flujo de vapor, y la presión en la interfase rápidamente alcanza la presión de saturación, correspondiente a la temperatura interfásial. Si la presión de vapor en la frontera seca y en la interfase se mantienen constantes, la velocidad másica de flujo de vapor estará en relación inversa al espesor de la capa seca, y será la mitad cuando el espesor de la capa sea el doble. Una presión de vapor interfásial constante significa una temperatura interfásial constante.⁽⁵⁷⁾

5.2.1.2 Factores que afectan la resistencia de la capa seca.

Mientras que la resistencia de una capa homogénea al flujo de vapor depende de su espesor, la resistencia de un espesor dado-resistencia específica-depende de la naturaleza de la sustancia congelada y de la velocidad con que fue congelada.

Kramers⁽⁵⁷⁾ durante el congelamiento de alimentos líquidos observó la formación de cristales de hielo puro extendidos a través de la capa congelada y paralelos a la dirección del flujo de calor. El espaciado entre estos cristales de hielo era una mezcla eutéctica congelada (Fig. 5.9). En la liofilización el hielo sublima y los vacíos o capilares que se forman en la capa seca proporcionan pasajes para el flujo de vapor que se difunde en ellos a partir de la mezcla eutéctica congelada. Según Kramers, las soluciones eutécticas o de concentraciones mayores son difíciles, sino imposibles de liofilizar y un incremento de la dilución proporciona una estructura permeable.

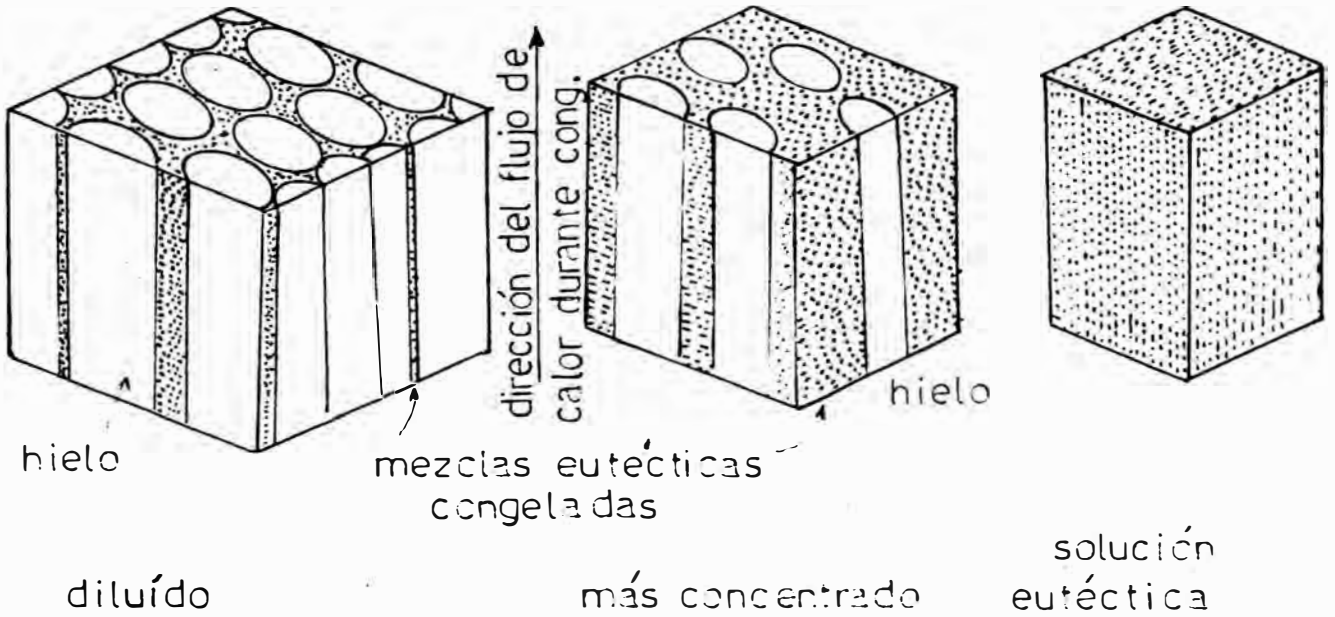


FIG. 5.9 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE SCLUTO EN LA FORMACIÓN DE CRISTALES DE HIELO EN LÍQUIDOS (57)

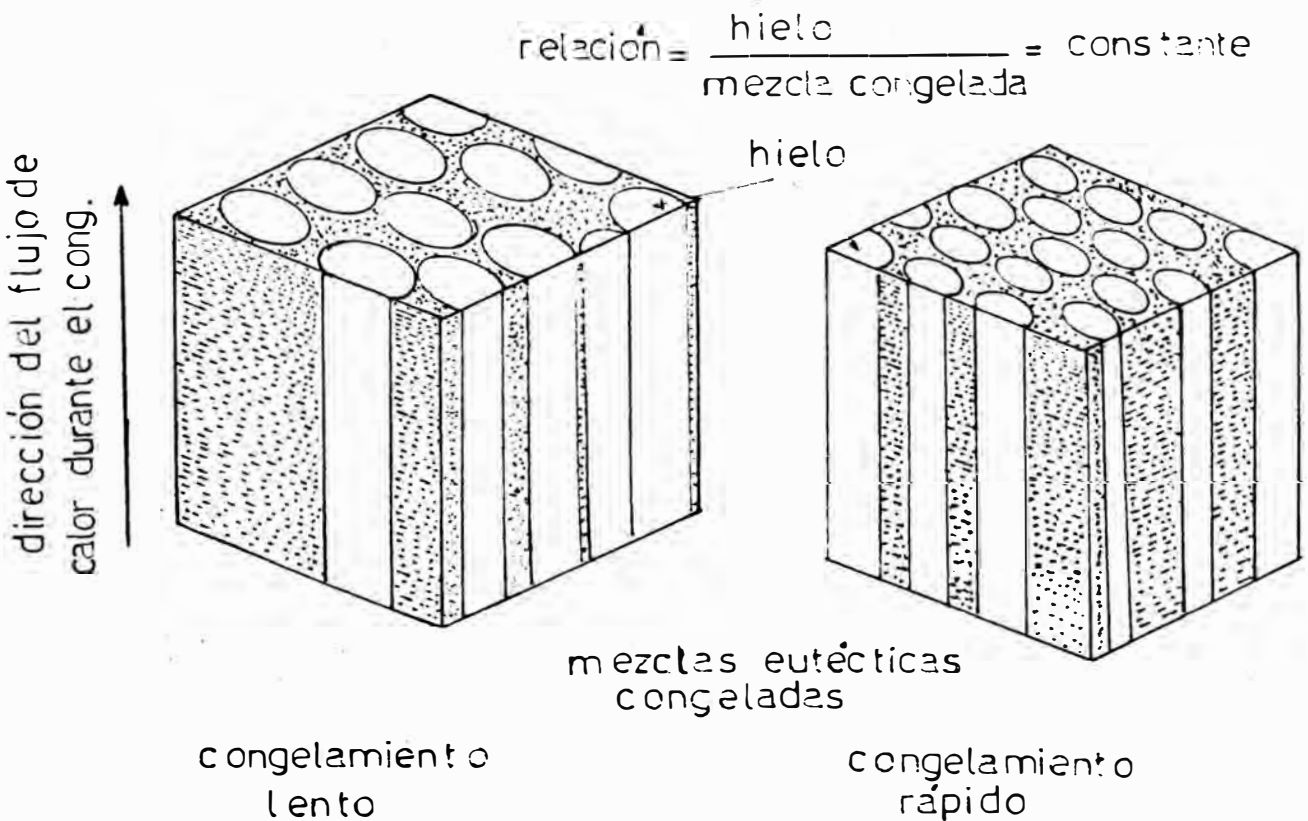


FIG. 5.10 EFECTO DE LA VELOCIDAD DE CONGELAMIENTO EN LA FORMACIÓN DE CRISTALES DE HIELO EN LÍQUIDOS (57)

La velocidad de congelamiento de una solución de concentración menor que la eutéctica influye en el número y las dimensiones de la sección transversal de los cristales de hielo. Un congelamiento rápido produce un gran número de finos cristales de hielo. Ya que la conductancia de vapor depende de la segunda o tercera potencia del radio, es preferible un número menor de cristales grandes. (Ver Fig. 5.10).

5.2.2 Flujo de vapor en el sistema de vacío (en el espacio que rodea al alimento).

Las masas de aire que ingresan al sistema desde el producto, son fácilmente arrastradas por el vapor de agua, necesitándose de un condensador refrigerado para extraer el vapor, en serie con una bomba mecánica para extraer el aire; de lo contrario, se acumularía una capa de aire sobre la superficie de condensación reduciendo su eficiencia.

5.2.3 Transporte de masa interna-difusividad efectiva.

El transporte de vapor de agua a través de la capa seca puede ser una combinación de difusión molecular másica a través del gas inerte, por difusión Knudsen y flujo viscoso (poiseuille o hidrodinámico) en respuesta a un gradiente de presión total. A las presiones más altas o para los productos secos menos porosos o para muy bajas temperaturas de la zona congelada, el comportamiento de transferencia interna de masa tiende a ser controlante de la velocidad.

Mason (1967), Gunn y King⁽²⁷⁾ presentaron ecuaciones de transferencia de masa bajo gradientes de composición y presión

total, teniendo en cuenta los efectos simultáneos de difusión - Knudsen, difusión molecular y flujo viscoso. Para un sistema gaseoso binario:

$$N_w = \frac{-C_2 D_{wg}^0 k_w P \nabla y_m}{(C_2 D_{wg}^0 + k_m P) RT} - \left[\frac{k_w (C_2 D_{wg}^0 + k_g P)}{C_2 D_{wg}^0 + k_m P} + \frac{C_g P}{\mu_m} \right] \frac{y_m \nabla P}{RT} \quad (5.23)$$

$$k_m = y_w k_g + y_g k_w \quad (5.24)$$

La difusividad Knudsen para cada componente i está dada por:

$$k_i = C_1 \sqrt{RT/M_i} \quad (5.25)$$

C_0 , C_1 , C_2 = parámetros estructurales que reflejan la geometría del medio poroso y son independientes de los gases presentes.

C_0 = Constante de permeabilidad viscosa, con dimensiones de longitud al cuadrado, depende sólo de la estructura de la capa seca y es mucho más variable que los otros dos parámetros, probablemente debido a la gran sensibilidad del flujo viscoso en presencia de cualquier grieta grande del alimento.

C_1 = Constante de permeabilidad de Knudsen, con dimensiones de longitud. Es mayor para tamaños de poro más grandes y es dependiente de las condiciones de congelamiento.

C_2 = Es el factor geométrico para la difusión, es adimensional. Sus valores están en el rango de 0.2 - 0.7.

5.2.3.1 Efecto de la presión.

a) En presencia de gas inerte. - Si se asume que la presión a lo largo de la capa seca es igual a la presión total en la cámara de secado, la ec. 5.23 puede ser simplificada de modo que D' sería:

$$D' = \frac{C_2 D_{wg}^0 k_w}{C_2 D_{wg}^0 + k_w P} \quad (5.26)$$

De modo que $1/D'$ es lineal en función de la presión (Fig. 5.11).

Si la velocidad de liofilización está limitada por transporte interno de masa, el recíproco de la velocidad de secado se incrementará linealmente con la presión. En la Fig. 5.12 se muestra D' para carne de pavo, en presencia de nitrógeno o helio: a bajas presiones D' alcanza un valor asintótico - constante superior correspondiente a la difusividad de Knudsen - que es independiente de la presión; y a altas presiones D' es inversamente proporcional a la presión total, reflejando la dependencia de la difusividad binaria másica D_{wg}^0 . La difusividad másica binaria para vapor de agua-helio es mayor que para vapor de agua-nitrógeno; de modo que D' en presencia de Helio es mayor a presiones más altas que en presencia de nitrógeno.⁽²⁷⁾

b) En ausencia de gas inerte.- Cuando no hay una cantidad apreciable de gas inerte en la cámara (ejm. cuando una bomba de vacío mantiene la presión de la cámara a la presión de vapor de hielo en equilibrio con el condensador) y a una temperatura del condensador lo suficientemente alta, habrá una contribución del flujo viscoso al transporte de masa en la capa seca junto con difusión de Knudsen. D' está dado por:

$$D' = k_w + C_0 P/\mu \quad (5.27)$$

$$N_w = - (k_w + C_0 P/\mu) \cdot \frac{dP}{dz} \quad (5.28)$$

dz = Distancia en la dirección del flujo de vapor.

En este caso D' aumenta a medida que la presión aumenta, después de ser constante a un valor asintótico igual a la difusividad de Knudsen a presiones más bajas.

Es evidente que la diferencia de presión en

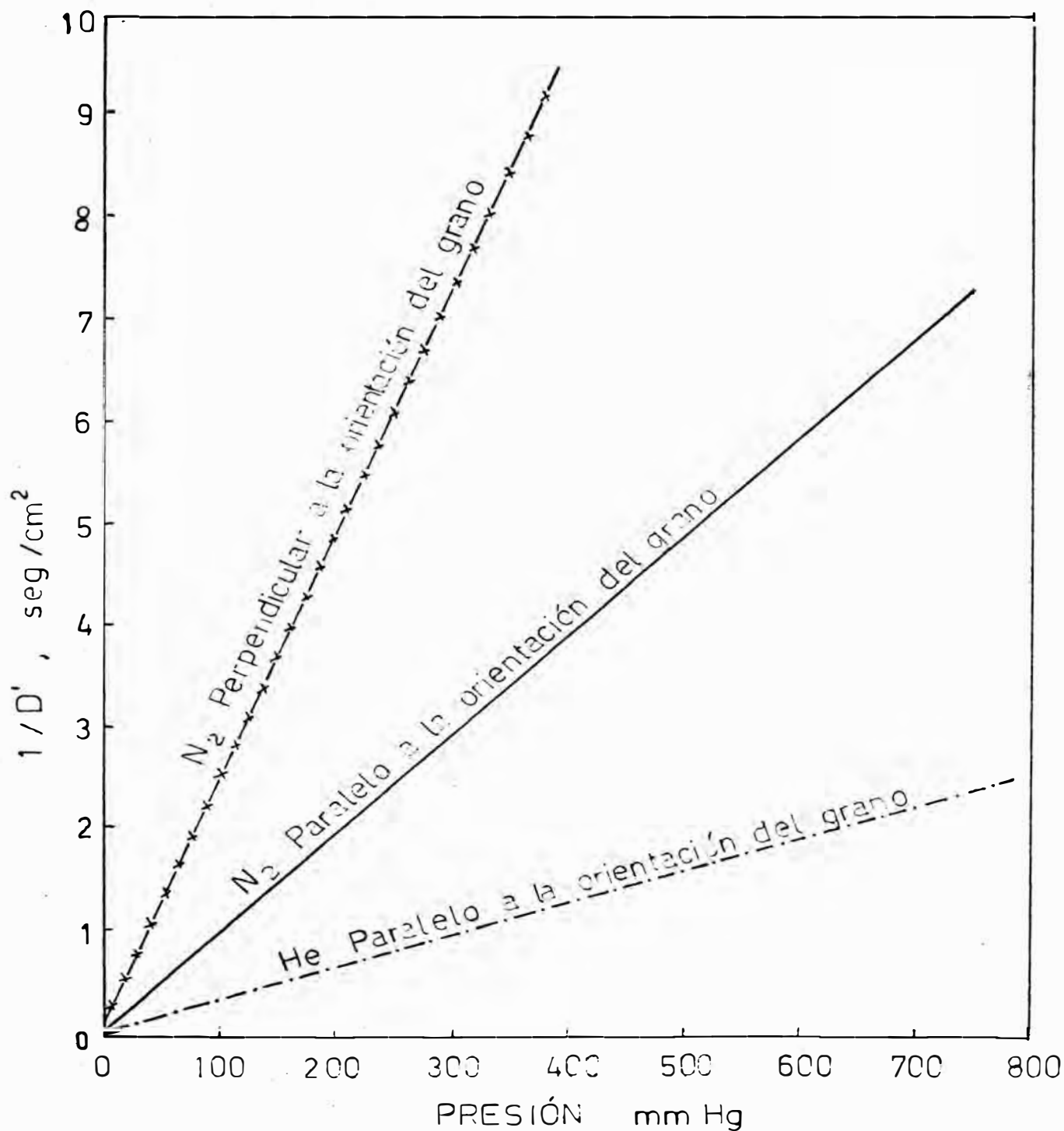


FIG. 5.11 VARIACIÓN DE D' OBTENIDA A PARTIR DE LAS VELOCIDADES DE LIOFILIZACIÓN CON RESPECTO A LA PRESIÓN (Sandall)⁽²⁷⁾

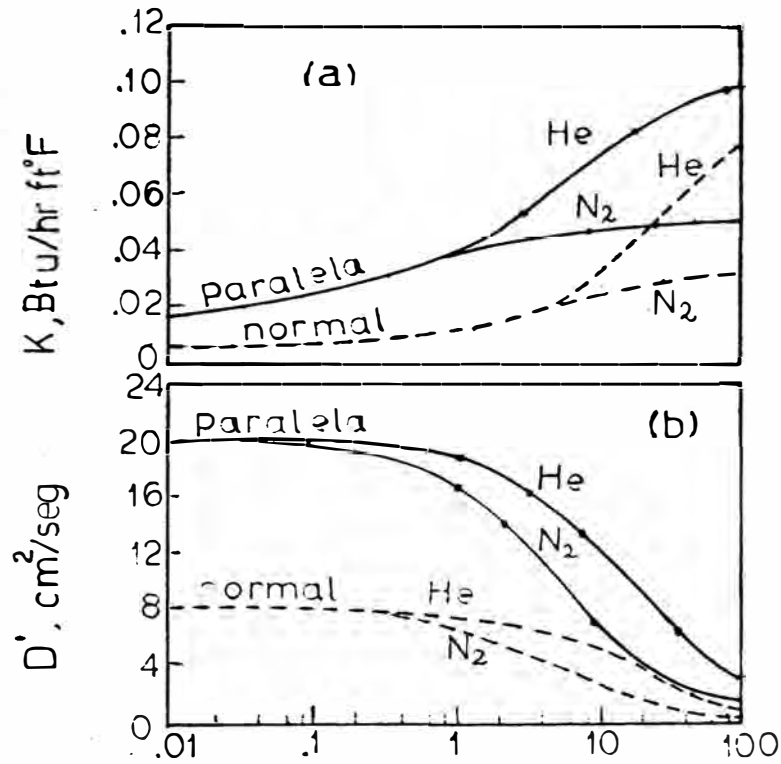


FIG. 5.12

Propiedades de transporte de la carne de pavo liofilizado versus la presión, tipo de gas inerte y orientación de la fibra, a = conductividad térmica, b = difusividad efectiva (69)

FIG. 5.13

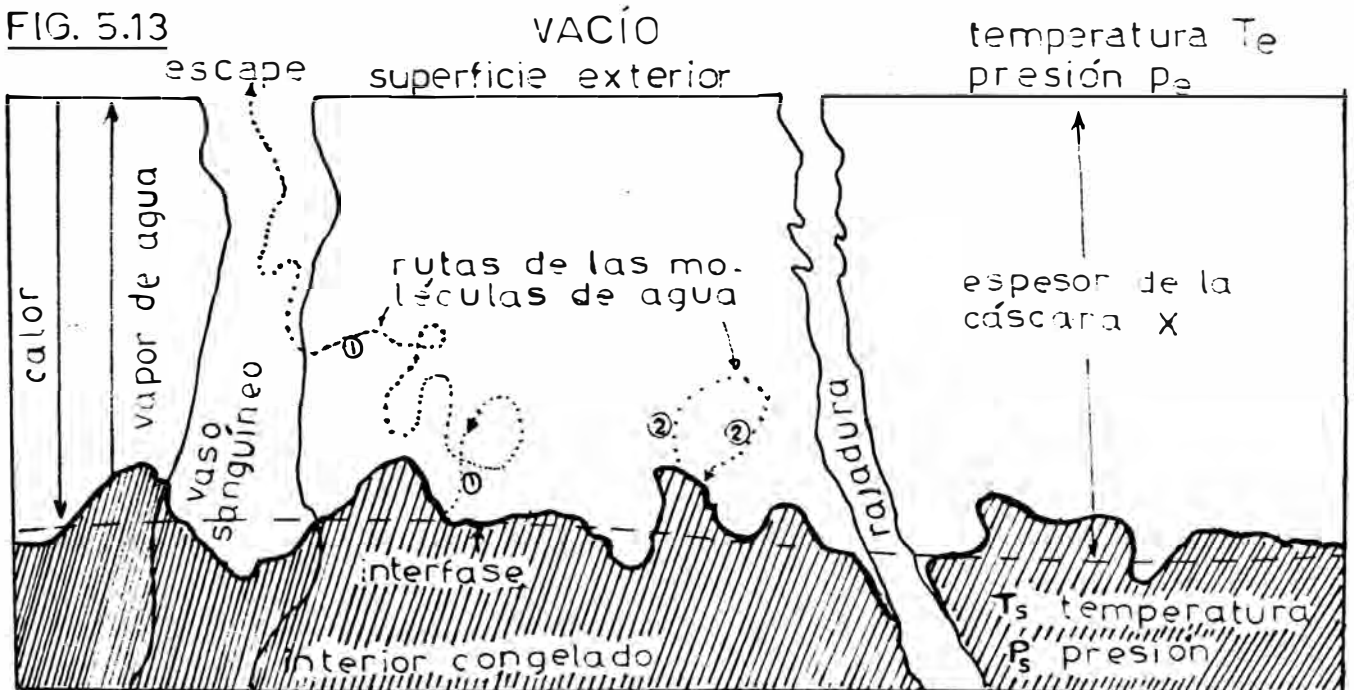


Diagrama para ilustrar los recorridos de las moléculas de agua después de la sublimación de los cristales de hielo en la interfase entre el interior congelado y la capa seca (6)

tre la fase de hielo y la cámara podría variar durante el secado. Si el alimento tiene una baja permeabilidad es de esperar que la difusión gobierne inicialmente (pequeña diferencia entre la cámara y la fase de hielo). Sin embargo, cuando el espesor de la capa seca y la caída de presión sea mayor, predomina el flujo hidrodinámico. Se ha observado que la temperatura de la fase de hielo permanece constante en todo el período de secado, casi similar a la temperatura de equilibrio con la presión de la cámara. Esto indica que la diferencia de presión es muy pequeña a través de la capa seca y la difusión predomina en el transporte de masa.

5.2.3.2 Efecto de la estructura.

La difusividad efectiva paralela a las fibras de carnes es mayor que la normal a las fibras.

5.2.4 Alimentos líquidos congelados-permeabilidad.

5.2.4.1 Efecto del contenido inicial de sólidos disueltos sobre la permeabilidad.

Kramers⁽²⁷⁾ interpretó las permeabilidades de vapor durante la liofilización en función de los contenidos de sólidos disueltos, encontrando que un contenido inicial mayor de sólidos formaba una estructura más densa de la capa seca, y por lo tanto una velocidad más lenta de liofilización, lo que refleja una permeabilidad más baja de la capa seca (menor porosidad).

5.2.4.2 Efecto de la velocidad de congelamiento.

Kramers⁽²⁷⁾ también encontró que las permeabilidades de vapor y por lo tanto las velocidades de liofilización decrecen cuando la velocidad de congelamiento se incrementa.

Esta tendencia se debe a cristales de hielo más pequeños formados en el congelamiento a velocidades más altas y a los vacíos más pequeños dejados por la remoción de hielo mediante la sublimación. Estos vacíos más pequeños hacen a C_1 más pequeño (proporcional a las dimensiones de los vacíos, ec. 5.25). Por tanto bajo condiciones de secado comúnmente usadas para alimentos líquidos congelados, el proceso de permeabilidad es en su mayor parte por flujo Knudsen. C_1 es directamente proporcional a la velocidad de secado.

5.2.5 Ecuaciones de transferencia de masa para diversas formas de calentamiento.

Teniendo en cuenta los diseños de liofilizadores usados para el estudio de transferencia de calor, el fenómeno de transferencia de masa puede ser descrito por las siguientes ecs.:

5.2.5.1 Por conducción.

Ver Fig. 5.5. En este caso la transferencia de calor y de masa ocurren en la misma dirección.

$$(dw/d\theta)_v = N_w = \frac{k_i A (P_i - P_c)}{\Delta L} \quad (5.29)$$

$(dw/d\theta)_v$ = velocidad de transferencia de vapor.

5.2.5.2 Por convección-conducción.

a) Ver Fig. 5.6. Al igual que el anterior, la transferencia de calor y de masa ocurren en la misma dirección. La ec. 5.29 también se cumple.

b) Ver Fig. 5.7, donde la transferencia de calor y de masa ocurren en direcciones contrarias. La transfe--

rencia de vapor desde la frontera de hielo al medio circundante-
puede ser descrita por:

$$N_w = \frac{k_m A (P_b - P_a)}{R T} = \frac{D' (P_i - P_b)}{R T \Delta L} \quad (5.30)$$

La ec. anterior puede ser descrita como una serie:

$$N_w = \frac{A (P_i - P_a)}{(1/k_m + \Delta L/D') R T} \quad (5.31)$$

5.2.5.3 Radiación-conducción.

Ver Fig. 5.8. En este caso la -
transferencia de calor y de masa se producen en direcciones con-
trarias. La ec. para la transferencia de masa será:

$$N_w = \frac{D' A (P_i - P_s)}{\Delta L R T} \quad (5.32)$$

5.3 VELOCIDAD DE SECADO.

En la Fig. 5.14 se muestra un esquema general del proceso -
de liofilización, donde el calor latente de sublimación es transfe-
rido desde una fuente de calor hacia la frontera de sublimación-
y el vapor generado es transferido desde ese punto a un sumidero
de humedad, usualmente un condensador refrigerado. Cuatro facto-
res gobiernan la velocidad de liofilización, y son:

- Transferencia externa de calor desde la fuente de calor hacia-
la superficie exterior del alimento.
- Transferencia interna de calor desde la superficie exterior del
alimento hacia la frontera de sublimación, usualmente por un -
proceso de conducción.
- Transferencia interna de masa (vapor de agua) desde la fronte-

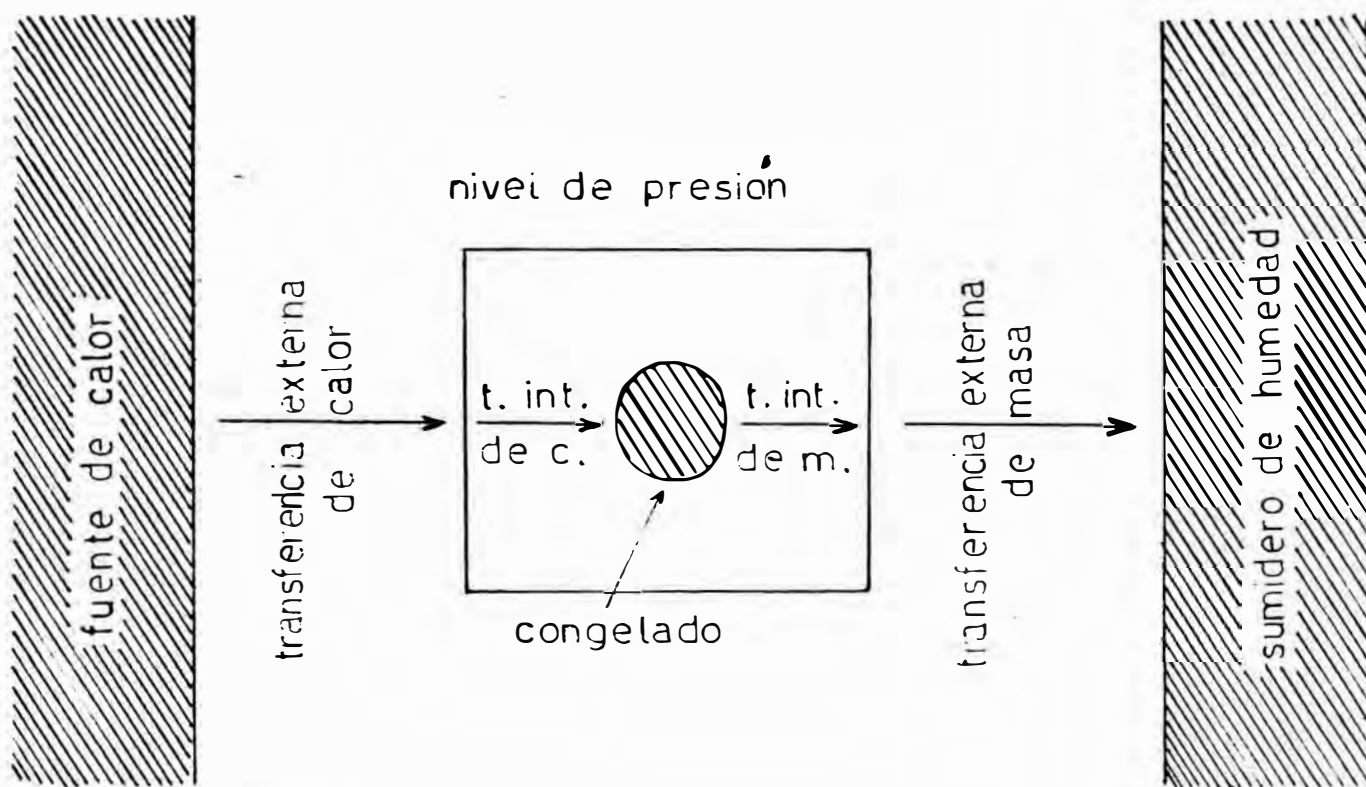


FIG. 5.14 FACTORES QUE INFLUYEN EN LAS VELOCIDADES DE LIOFILIZACIÓN.⁽⁶⁹⁾

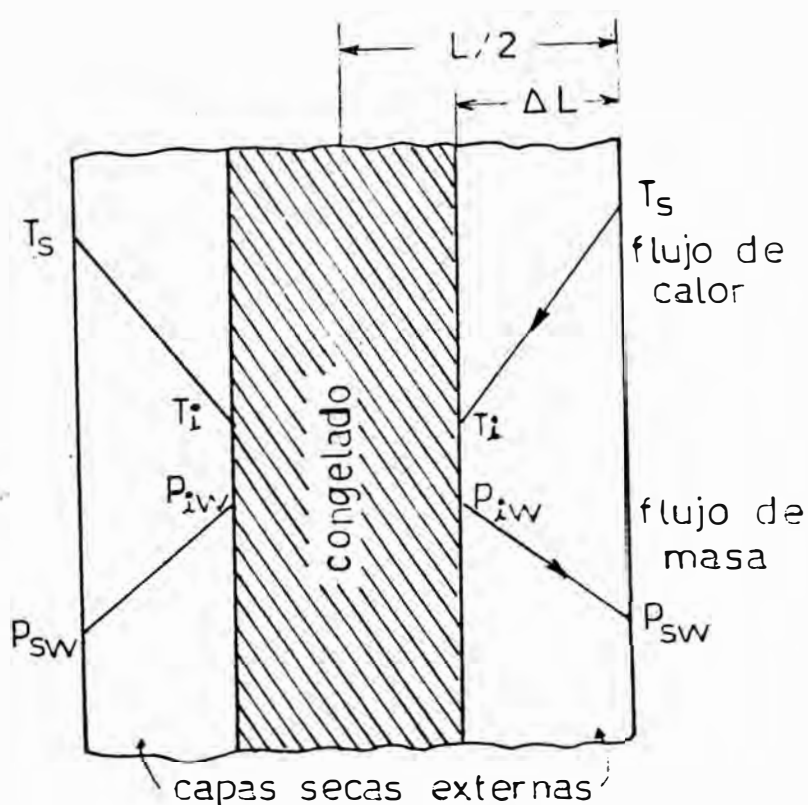


FIG. 5.15 MODELO DE LA FRONTERA DE HIELO EN RETIRO UNIFORME.⁽⁶⁹⁾

ra de sublimación hacia la frontera exterior del alimento, debido a la diferencia entre la presión parcial de vapor de agua - en equilibrio con la frontera de sublimación y la presión parcial de vapor de agua en la superficie exterior del alimento, usualmente por un proceso de difusión másica, difusión Knudsen y/o flujo viscoso.

- Transferencia externa de masa desde la superficie exterior del alimento hacia el condensador u otro sumidero de humedad, debido a la diferencia entre la presión parcial de vapor de agua - en la superficie exterior del alimento y la presión parcial de vapor de agua en equilibrio con el sumidero de humedad.

Las velocidades de transporte de calor y de masa en respuesta a la fuerza impulsora (ΔT o ΔP) son determinadas por los coeficientes de transferencia de calor y de masa. Para nuestros análisis consideraremos las formas de calentamiento y remoción de vapor de agua que se muestra en la Fig. 5.15. En este caso la velocidad de transferencia de calor durante el secado en estado cuasi-estacionario es:

$$q = h_e (T_e - T_s) \quad (5.33)$$

$$q = h_i (T_s - T_i) \quad (5.34)$$

$$\text{De estas ecs. : } q = \frac{(T_e - T_i)}{(1/h_e + 1/h_i)} \quad (5.35)$$

Igualando las ecs. (5.33) y (5.34) se obtiene:

$$\frac{(T_e - T_s)}{(T_s - T_i)} = \frac{h_i}{h_e} \quad (5.36)$$

De manera similar, el flux másico de vapor de agua desde la frontera de sublimación es dado por:

$$N_w = k_{gi} (P_{iw} - P_{sw}) \quad (5.37)$$

$$N_w = k_{ge} (P_{sw} - P_{ew}) \quad (5.38)$$

$$\text{De ecs. 5.37 y 5.38 : } N_w = \frac{(P_{iw} - P_{ew})}{(1/k_{gi} + 1/k_{ge})} \quad (5.39)$$

Las variables en estas ecs. están relacionadas así:

$$q = \Delta H_s N_w \quad (5.40)$$

$$P_{iw} = f(T_i) = \text{función de } T_i \quad (5.41)$$

Si h_e , h_i , k_{ge} , k_{gi} , están fijados por el diseño del liofilizador y las propiedades de la sustancia que está siendo secada, y si T_e y P_{ew} están fijados por la temperatura de la fuente de calor y el condensador (condiciones de operación), las ecs. 5.36, 5.39, 5.40 y 5.41 son ecs. independientes con cuatro incógnitas (N_w , q , T_i , P_{iw}) que permiten determinar la velocidad de secado N_w .

De las ecs. 5.34, 5.39 y 5.40 se obtiene:

$$h_i (T_s - T_i) = \frac{\Delta H_s (P_{iw} - P_{ew})}{(1/k_{ge} + 1/k_{gi})} \quad (5.42)$$

5.3.1 Limitaciones.

Las ecs. (5.35) y (5.39) en forma de flux son iguales al producto de una resistencia recíproca (conductancia) y una fuerza impulsora ($T_e - T_i$) o $(P_{iw} - P_{ew})$, que se regularán para cumplir con las ecs. 5.40 y 5.41. La velocidad de secado en principio puede ser incrementada aumentando las fuerzas impulsoras o los coeficientes de transferencia de calor y de masa. Cuando T_e y por lo tanto T_s son elevadas para acelerar la velocidad de liofilización mediante las fuerzas impulsoras más grandes, se presentarán dos limitaciones en el proceso en donde el calor es

abastecido a través de la capa seca:

- a) La zona congelada no debe derretirse, porque destruye la calidad del producto liofilizado. Es decir, T_f debe ser mantenido debajo del punto de fusión.
- b) La temperatura de la superficie exterior T_s , no debe ser tan alta que cause el deterioro térmico, como la desnaturalización de proteínas en el alimento seco. Para la mayoría de los alimentos $T_s \text{ max}$ es alrededor de 60°C (140°F).

Estas limitaciones de las fuerzas impulsoras disponibles para la transferencia de calor y de masa, son las causas de las bajas velocidades de liofilización en comparación con otras formas de secado.

5.3.2 Resistencias Predominantes.

Cuando se incrementa la temperatura de la fuente de calor, la velocidad de secado aumenta (ec. 5.35). La velocidad de transferencia de masa también se incrementa y de igual manera P_{iw} y T_i (ec. 5.39). Las limitaciones mencionadas anteriormente establecen un límite máximo de la velocidad de secado.

Si el valor límite de la temperatura de la superficie exterior T_s es alcanzado primero, la velocidad de secado estará limitada por la ec. (5.34) y únicamente puede ser incrementada por el aumento de h_i . Entonces se considera que el proceso estará limitado por la transferencia interna de calor. Cuando $(h_e \ll h_i)$ y los coeficientes de transferencia de masa son lo suficientemente altos, tal que P_{iw} es muy próximo a P_{ew} , la velocidad de secado estará limitada por la resistencia a la transferencia externa de calor. Por ninguna razón debe elevarse la tempe-

ratura de la fuente de calor.

De otro lado como se muestra en la Fig. 5.14, un factor que influye en los coeficientes de transferencia de calor y de masa es la presión total (inertes + presión de agua) en la cámara de secado. Incrementando la presión total, k_{gi} tiende a decrecer (y probablemente también k_{ge}) y h_i a incrementar. En consecuencia a la misma presión, h_i se incrementa lo suficiente con respecto a k_{ge} y k_{gi} , de manera que el límite de fusión en la temperatura de la frontera de sublimación T_i es alcanzado primero. En este punto la velocidad de secado estará limitada por la ec. 5.39, es decir por transferencia de masa, y sólo podría incrementarse aumentando k_{ge} y/o k_{gi} . Si $k_{ge} \gg k_{gi}$, entonces la velocidad de secado puede incrementarse aumentando k_{gi} , es decir el proceso estará limitado por la resistencia a la transferencia interna de masa. Del mismo modo para $k_{gi} \gg k_{ge}$, el proceso estará limitado por la resistencia a la transferencia externa de masa.

En el proceso de liofilización es deseable fijar las condiciones de diseño y de trabajo, de modo que la velocidad no estará limitado por las resistencias externas a la transferencia de masa o de calor. Las resistencias internas de calor y de masa son características del alimento, pero las resistencias externas son características del equipo.

5.3.3 Coeficientes externos de transferencia de calor y de masa.

No se han hecho mediciones de los coeficientes externos de calor y de masa porque:

- Los coeficientes externos caracterizan al equipo.

- En un liofilizador bien diseñado con altas velocidades de secado, los coeficientes externos no influyen en la determinación de los tiempos de secado.⁽²⁷⁾

5.3.4 Coeficientes internos de transferencia de calor y de masa-Modelo URIF (retiro uniforme de la frontera de hielo).

El modelo básico usado por la mayoría de los investigadores para analizar las velocidades de secado, es mostrado en la Fig. 5.15. Las ecs. que aquí se desarrollan son hechas para una geometría laminar, sin embargo se han desarrollado ecs. para geometrías esféricas (King⁽²⁷⁾) y cilíndricas (King⁽²⁷⁾).

Para nuestro modelo de secado unidimensional:

$$h_i = k/\Delta L \quad (5.43)$$

$$k_{gi} = \frac{D'}{R T \Delta L} \quad (5.44)$$

ΔL puede relacionarse a la fracción de humedad remanente, respecto de la inicial x y al espesor de la muestra como sigue:

$$\Delta L/L = (1 - x)/2 \quad (5.45)$$

Asumiendo que toda la humedad es removida a medida que atraviesa la frontera de sublimación. ΔL es el espesor de la muestra si el secado ocurre desde ambas caras.

La velocidad de liofilización puede relacionarse con N_w igualando la velocidad de cambio del contenido de agua al flux de vapor de agua:

$$N_w = \frac{L}{2} \frac{1}{M_w V_w} (-dx/d\theta) \quad (5.46)$$

$$-dx/d\theta = \frac{2 M_w V_w N_w}{L} \quad (5.47)$$

$$V_w = (M_a - M_f) / \rho_D \quad (5.48)$$

Combinando las ecs. 5.39, 5.40, 5.43, 5.45 y 5.47, resulta la siguiente ec. que relaciona la velocidad de secado, la fuerza impulsora y el contenido de humedad remanente.

$$- dx/d\theta = \frac{4 k M_w V_w (T_s - T_i)}{\Delta H_s L^2 (1-x)} \quad (5.49)$$

Igualmente de las ecs. 5.35, 5.40, 5.43, 5.45 y 5.47:

$$- dx/d\theta = \frac{4 k M_w V_w (T_e - T_i)}{\Delta H_s L^2 (1-x+2k/Lh_e)} \quad (5.50)$$

y de las ecs. 5.39, 5.44, 5.45 y 5.47:

$$- dx/d\theta = \frac{4 D' M_w V_w (P_{iw} - P_{ew})}{RT^2 L^2 (1-x+2D'RT/Lk_{ge})} \quad (5.51)$$

Si se asumen constantes las fuerzas impulsoras, las ecs. 5.49, 5.50 y 5.51 pueden integrarse para dar:

$$\int_{x=1}^{x=x} (1-x+2k/Lh_e) dx = \frac{-4 k M_w V_w (T_e - T_i)}{\Delta H_s L^2} \int_{\theta=0}^{\theta=\theta} d\theta \quad (5.52)$$

$$\text{para dar: } 1-x = \frac{\theta k M_w V_w (T_e - T_i)}{\Delta H_s L^2 (1-x)} - \frac{4k}{Lh_e} \quad (5.53)$$

$$\int_{x=1}^{x=x} (x-1) dx = \frac{4 k M_w V_w (T_s - T_i)}{\Delta H_s L^2} \int_{\theta=0}^{\theta=\theta} d\theta \quad (5.54)$$

$$-(x-1)^2/2 = \frac{4 k M_w V_w (T_s - T_i) \theta}{\Delta H_s L^2} \quad (5.55)$$

$$\int_{x=1}^{x=x} \left(-1-x + \frac{2D'}{Lk_{ge}RT} \right) dx = \frac{(P_{iw} - P_{ew}) 4D' M_w V_w}{RTL^2} \int_{\theta=0}^{\theta=\theta} d\theta \quad (5.56)$$

$$x^2 - 2\left(1 + \frac{2D'}{Lk_{ge}RT}\right)x + \frac{4D'}{Lk_{ge}RT} + 1 = \frac{(P_{iw} - P_{ew})8D'M_w V_w \theta}{RTL^2} \quad (5.57)$$

Una vez que la temperatura de la zona congelada ha sido determinada, relacionando las ecs. 5.40 y 5.41 con cualquiera de las ecs. 5.49, 5.50 o 5.51, se pueden predecir las velocidades de secado, de acuerdo al modelo URIF.

Cuando las siguientes ecs. son alcanzadas:

$$1 - x \gg 2k/Lh_e \quad (5.58)$$

$$1 - x \gg 2D'RT/Lk_{ge} \quad (5.59)$$

La velocidad es gobernada completamente por las resistencias externas a la transferencia de calor y de masa. La ec. 5.50/5.51, da la siguiente relación constante:

$$\frac{\Delta H_s D'}{RTk} = \frac{(T_e - T_i)}{(P_{iw} - P_{ew})} \quad (5.60)$$

Debido a que T_i y P_{iw} son constantes si T_e y P_{ew} se mantienen constantes durante el secado, frecuentemente las ecs. 5.58 y 5.59 se cumplen durante una gran parte del tiempo de secado, en que T_i se considera constante y h_e y k_{ge} pueden ser ignorados durante todo el secado; en efecto, es el caso deseado para el diseño de un equipo a gran escala ya que corresponde a las velocidades de secado más altas posibles. La ec. 5.58 se puede ignorar si T_e es ajustada continuamente durante el secado para mantener T_s constante. T_i y P_{iw} , también serán constantes si las desigualdades de las inecuaciones 5.58 y 5.59 están en sentido contrario durante el período total de secado; cuando esto ocurre, el control de la resistencia externa corresponderá a bajas velocidades de secado.

5.4 TIEMPOS DE SECADO.

El tiempo θ para completar el secado, siguiendo el modelo - URIF puede ser obtenido por sustitución de $x=0$ en una de las ec. integradas:

$$\theta = \frac{\Delta H_s L^2}{8kM_w V_w (T_s - T_i)} \quad (5.61)$$

$$\theta = \frac{\Delta H_s L^2 (1 + 4k/1h_e)}{8kM_w V_w (T_e - T_i)} \quad (5.62)$$

$$\theta = \frac{RT L^2 (1 + 4D'RT/Lk_{ge})}{8D'M_w V_w (P_{iw} - P_{ew})} \quad (5.63)$$

Si $(T_e - T_i)$, $(T_s - T_i)$ y $(P_{iw} - P_{ew})$ no pueden ser tomados como constantes durante el secado, es necesario integrar las ecs. 5.49, 5.50 y 5.51 numéricamente o gráficamente desde $x=1$ hasta $x=0$ para obtener el tiempo predecido para el secado completo.

Para el caso a de la transferencia de calor por convección-condución, partiendo de la ec. 5.13 y considerando :

$$\theta = \frac{\Delta H_s \rho_i L A}{Q_{ave}} \quad (5.64)$$

$$\text{Resulta: } \theta = \frac{\Delta H_s \rho_i L^2}{k_{ic} (T_a - T_i) \ln \left(\frac{k_{ic} (1/h_a + x_g/k_{gl}) + L}{k_{ic} (1/h_a + x_g/k_{gl})} \right)} \quad (5.65)$$

Para el caso b de la transferencia de calor por convección-condución, considerando la siguiente ec. :

$$N_w = \frac{L A (-dx/d\theta)}{2 M_w V_w} \quad (5.66)$$

y combinando las ecs. 5.31 y 5.66 resulta:

$$\frac{L A (-dx/d\theta)}{2 M_w V_w} = \frac{A (P_i - P_a)}{(1/k_m + \Delta L/D') RT} \quad (5.67)$$

$$1 - x = \frac{4 D' M_w V_w (P_i - P_a)}{R T L^2 (-dx/d\theta)} = 2D'/k_m L \quad (5.68)$$

Esta ec. puede ser integrada considerando $(P_i - P_a)$ constante y $x=0$ al final del secado, resultando:

$$\theta = \frac{RTL^2}{8D'M_w V_w (P_i - P_a)} (1 + 4D'/k_m L) \quad (5.69)$$

Ec. que puede ser usada para predecir las velocidades de liofilización, cuando están limitadas por transferencia de masa.

Una ec. similar puede ser descrita para la velocidad de liofilización limitada por transferencia interna de calor. De las ecuaciones 5.40, 5.16, 5.66, y 5.67 e integrando:

$$\theta = \frac{(1-x)^2 L^2 \Delta H_s}{8 k M_w V_w (T_b - T_i)} \quad (5.70)$$

$$\text{Considerando } x=0 : \theta = \frac{\Delta H_s L^2}{8 k M_w V_w (T_b - T_i)} \quad (5.71)$$

Para el caso de la transferencia de calor por radiación-conducción, consideramos la siguiente expresión:

$$\frac{d(\Delta L)}{d\theta} = \frac{q/A}{\rho_i \Delta H_s} \quad (5.72)$$

Con la ec. (5.23):

$$\frac{\rho_i \Delta H_s d(\Delta L)}{d\theta} = \frac{(T_e - T_i)}{(\Delta L/k + 1/h_r)} \quad (5.73)$$

Integrando esta ec., en la que L varía de 0 a L/2, resulta:

$$\theta = \left(\frac{L^2}{8k} + \frac{L}{2h_r} \right) \frac{\rho_i \Delta H_s}{(T_e - T_i)} \quad (5.74)$$

Notación para el capítulo V.

- A = Area de transferencia de calor.
 A_a = Area del frasco en contacto con el aire circundante.
 A_g = Area del frasco en contacto con el hielo.
 A_i = Area de la interfase de sublimación.
 D' = Difusividad efectiva.
 D_{wg}^0 = Difusividad binaria para el par de gases w-g.
 h = Coeficiente de transferencia convectivo.
 h_a = Coeficiente de transferencia de calor del medio que rodea al frasco.
 h_e = Coeficiente externo de transferencia de calor.
 h_f = Coeficiente pelicular de transferencia de calor para la interfase placa-bandeja.
 h_i = Coeficiente de transferencia dentro de la capa seca.
 h_p = Coeficiente pelicular de transferencia de calor para la interfase bandeja-alimento.
 h_r = Coeficiente de transferencia de calor por radiación para - cuerpos negros.
 k = Conductividad térmica de la capa seca.
 k_b = Conductividad térmica de la bandeja.
 k_f = Conductividad térmica del alimento congelado.
 k_g = Difusividad de Knudsen del componente g (gas).
 k_{ge} = Coeficiente de transferencia de masa externa.
 k_{gi} = Coeficiente de transferencia de masa interna.
 k_{gl} = Conductividad térmica del frasco.
 k_i = Difusión de Knudsen de los componentes i.
 k_{ic} = Conductividad térmica del hielo.
 k_m = Coeficiente de transferencia de masa.
 k_w = Difusividad de Knudsen del componente w (agua).
 L = Espesor inicial del alimento.
 L_b = Espesor de la bandeja.
 L_f = Espesor de la capa congelada.
 M_0 = Constante inicial de humedad (lb agua/lb sólido seco).
 M_f = Contenido de humedad en equilibrio con la humedad de la cámara de secado.
 M_i = Peso molecular del componente i.
 N_w = Flujo másico de vapor de agua.
 P = Presión total.
 P_a = Presión del aire.

- P_b = Presión en el límite entre el aire y el producto.
 P_c = Presión de la cámara.
 P_{ew} = Presión parcial de vapor de agua en equilibrio con el suministro de humedad o temperatura del condensador.
 P_i = Presión de la frontera de sublimación.
 P_{iw} = Presión parcial de vapor de agua en equilibrio con la frontera de sublimación.
 P_s = Presión de la superficie del alimento.
 P_{sw} = Presión parcial de vapor de agua en la superficie del alimento.
 Q = Flujo de calor BTU/hr.
 q = Flux de calor BTU/hr pie².
 S = Distancia entre la placa y la superficie del alimento.
 T = Temperatura absoluta.
 T_a = Temperatura del aire circundante.
 T_b = Temperatura del límite entre el aire y el alimento.
 T_e = Temperatura de la fuente radiante.
 T_i = Temperatura de la frontera de sublimación.
 T_{ig} = Temperatura de la interfase hielo-vidrio(en el frasco).
 T_s = Temperatura de la superficie seca del alimento.
 U = Coeficiente global de transferencia de calor.
 V_w = Volumen ocupado por peso de vapor de agua inicial(pie³/lb).
 x = Fracción de humedad remanente respecto de la inicial(ft³/lb)
 x_g = Espesor del frasco.
 x_i = Espesor del hielo en cualquier tiempo.
 y_g = Fracción molar del componente g (gas).
 y_w = Fracción molar del componente w (agua).

Letras griegas.

- ϵ_f = Emisividad del alimento.
 ϵ_e = Emisividad de la placa.
 ∇y_m = Gradiente de composición.
 ∇y_p = Gradiente de presión.
 ΔH_s = Calor latente de sublimación.
 ΔL = Espesor de la capa seca que varía con el tiempo.
 ρ_D = Densidad de sólidos secos incluyendo los vacíos.
 ρ_i = Densidad del hielo.
 θ = tiempo.
 μ = viscosidad.
 μ_m = viscosidad de la mezcla gaseosa.

CAPITULO VI

ETAPAS INVOLUCRADAS EN EL SECADO POR LIOFILIZACION

Para llevar a cabo el secado por el método de liofilización es necesario efectuar una secuencia de pasos o etapas. Estas son:

- a) Selección de la materia prima.
- b) Consideraciones del proceso.

Preparación de la materia prima.

- Congelamiento.

Deshidratación primaria y secundaris.

- Punto final del proceso.

- c) Empacado.
- d) Almacenamiento.
- e) Rehidratación.

6.1 SELECCION DE LA MATERIA PRIMA.

La selección de una materia prima de óptima calidad es muy importante en la liofilización de alimentos, porque a mayor calidad de la materia prima mayor será la calidad del producto final y mayor el tiempo de almacenamiento. En la Fig. 6.1 se ve que la velocidad de inestabilidad en el almacenamiento es mayor en el caso de una materia prima de baja calidad. Esto es debido a los cambios que ocurren antes del proceso, que pueden iniciar reacciones de deterioro en cadena, como las que originan la formación de peróxidos, que serán tratados en el capítulo VII.

Además, se debe considerar que no todas las especies y variedades de frutas y vegetales son las más adecuadas para ser liofilizadas. También hay que tener en cuenta aspectos de comer

cialización (aceptabilidad del consumidor) de ciertas variedades y especies.

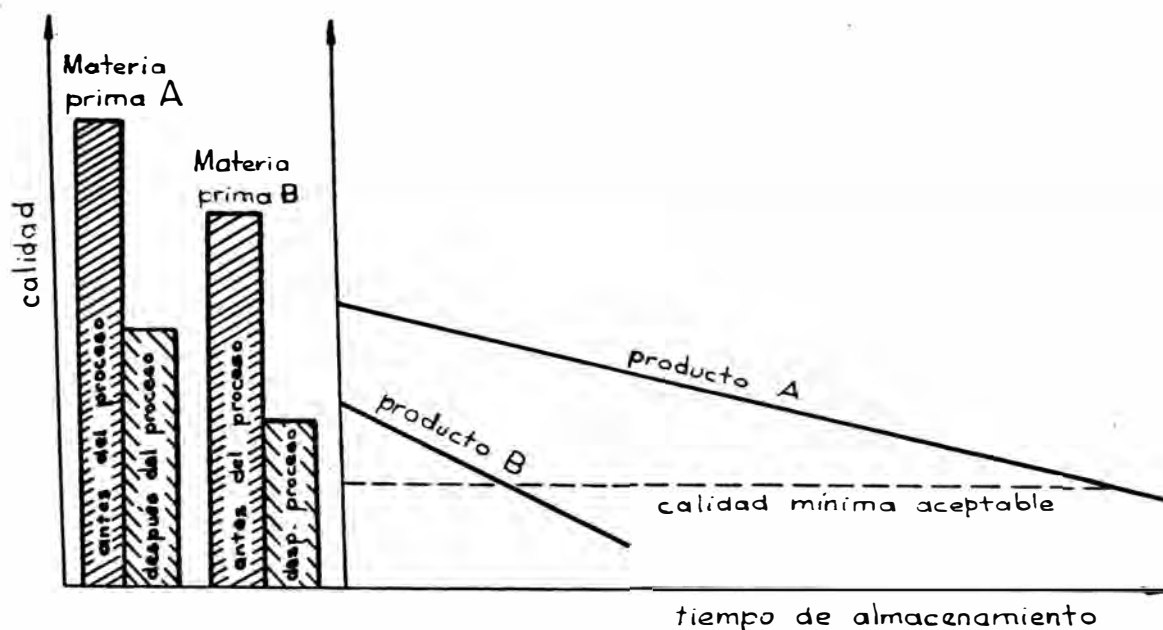


FIG. 6.1 CALIDAD DE LA MATERIA PRIMA VS. TIEMPO DE ALMACENAMIENTO DEL PRODUCTO.⁽⁵⁷⁾

La selección de la materia prima se realiza de acuerdo a los siguientes puntos:

- a) Valor nutritivo (ejm. contenido de vitaminas).
- b) Estabilidad esperada en el almacenamiento del alimento seco.
Así, el contenido de ácidos grasos no saturados indica la probabilidad de ranciamiento y el alto contenido de azúcares reducidos en la proteína de los alimentos incrementa las reacciones Maillard en el producto seco.
- c) Color, textura, sabor y aroma con respecto a la aceptabilidad del consumidor.
- d) Punto de vista económico (ejm. es deseable una materia prima de alto contenido de sólidos secos y de bajo contenido de azúcares) de lo contrario, se requeriría temperaturas de secado

muy bajas, que retardarían la velocidad de secado.

Un último punto, es que por regla general, las materias primas libres de defectos externos, con color y textura apropiados y tamaño uniforme, etc., poseen un bajo contenido microbial. Así, la experiencia ha demostrado que existe una buena correlación entre los estándares químicos, físicos y microbiológicos, si son adecuadamente establecidos. Es importante tener esto en cuenta para reducir el número de pruebas a realizarse.

6.2 CONSIDERACIONES DEL PROCESO.

6.2.1 Preparación de la materia prima.

Los alimentos seleccionados se deben procesar inmediatamente para preservar sus cualidades biológicas, organolépticas y nutricionales; y se deben preparar ajustándolos a las condiciones de operación de la planta. Deben presentar una gran superficie y reducido espesor para facilitar el secado siendo aconsejable distribuirlos en lotes homogéneos de la misma forma, volumen y peso. La materia prima es sometida a:

6.2.1.1 Lavado.

Esencialmente para remover la suciedad.

En algunos casos es necesario:

6.2.1.2 Pre-tratamiento químico.

Lavado con agua clorada.

En algunos casos como en ciertos vegetales y frutas, es necesario el lavado con agua clorada o con solución

nes de bajas concentraciones de hipoclorito de sodio (NaOCl) para la eliminación de agentes microbiales. El cloro es un fuerte oxidante capaz de reaccionar con muchas impurezas en el agua y de matar organismos rápidamente, si entra en contacto directo con ellos el tiempo suficiente y a un dosaje bastante elevado, por lo que se debe tener cuidado en la dosificación de cloro en agua para realizar el lavado de las materias primas.

Sulfitado.

Es una manera de preservación química para evitar tanto el deterioro microbiano, así como antioxidante para evitar el oscurecimiento enzimático y para reducir las pérdidas de ácido ascórbico, y los cambios de color y sabor de ciertas frutas y vegetales durante el secado, almacenamiento y rehidratación.

El deterioro en carbohidratos es importante en frutas y vegetales por lo que se les debe tratar con sulfitos o agentes adecuados antes del secado, mientras que los tejidos animales al no tener grandes cantidades de carbohidratos, tienen un deterioro en carbohidratos de menor importancia. Las excepciones son los productos lácteos y huevos.⁽⁸⁾

Las frutas suelen tratarse con dióxido de azufre (SO_2), como en el caso de las manzanas, albaricoques, duraznos, peras, uvas, etc.; las hortalizas con sulfito y metasulfito sódico, como en el caso de las papas, maíz, etc.

Tratamiento con cloruro de calcio.

Se hace este tratamiento a las peras para ayudar a controlar el daño térmico durante el secado y para con--

trolar el oscurecimiento no enzimático durante el almacenamiento a temperatura ambiente.

Tratamiento enzimático.

Antes del secado, el contenido de glucosa de los huevos (que pueden secarse enteros o en polvo, yema o clara en polvo), será reducido por tratamiento enzimático para obtener un producto estable.

6.2.1.3 Tratamiento Físico.

Concentración.

En el caso de soluciones diluídas, éstas se pueden pre-concentrar antes del congelamiento por razones económicas, evitando siempre la disminución de calidad. Así, en el caso del jugo de naranja, el contenido de aroma no disminuye y la leche liofilizada en polvo posee la misma buena propiedad reconstitucional de la leche liofilizada no concentrada.

Para preconcentrar se puede hacer uso de tratamiento a bajas temperaturas, como concentración al vacío o concentración congelante; o también de un tratamiento mecánico - como la centrifugación.

La concentración no debe pasar de un cierto límite, porque a mayor contenido de materia seca, es más difícil el congelamiento y el flujo de vapor a través de la capa seca, lo que haría prácticamente imposible la liofilización.

Blanqueado o escaldado.

Las investigaciones han demostrado que la-

mayor parte de hortalizas y frutas, necesitan del blanqueado. El blanqueado sirve principalmente para inactivar las enzimas, que de otro modo causarían alteraciones indeseables en el color, sabor, textura y valor nutritivo (pérdida de vitaminas A, B₁, B₂, C) del alimento durante el secado. Existen dos métodos de blanqueado:

- Blanqueado en agua caliente.

La temperatura del líquido del escaldado se mantiene a unos 100°C, y el escaldado suele durar dos a tres minutos, variando el tiempo exacto con la especie y variedad de que se trate. Es deseable usar agua blanda porque el agua dura puede causar el endurecimiento del vegetal.

El tiempo o cantidad de blanqueado es importante: poco blanqueado no dará los resultados deseados y sobreblanqueado hará que el alimento se ponga blando, sensible y esto será motivo para un secado más difícil. Se debe evitar el escaldado a temperaturas excesivamente altas, que causaría considerables dificultades durante la deshidratación, y también en prolongar el tiempo de escaldado, que ocasionaría destrucción de vitaminas y pérdida de minerales.

Durante el escaldado en agua caliente se producen pérdidas de constituyentes de las células de tejidos vegetales, solubles en agua y hay que procurar que estas concentraciones no sean muy elevadas; se recomiendan ciertos límites, como concentraciones del orden de 3% para zanahorias, 1% para papas 1.5% para coles, etc. Ya que si estas concentraciones alcanzaran un valor más alto, se reduciría el período de almacenamiento y

se vería afectada la calidad del alimento.

En algunos vegetales verdes, el pH del líquido de escaldado va disminuyendo, porque los líquidos celulares son ácidos, y es necesario añadir carbonato sódico o sal con el fin de mejorar el pH, dentro del rango de 7.3 a 7.5, para evitar la decoloración que sufre la clorofila al calentar los tejidos-verdes en un medio ácido.⁽⁸⁾

- Blanqueado a vapor bajo presión atmosférica.

Tiene ventajas sobre el blanqueado en agua caliente, como son, que las pérdidas por disolución de vitaminas y sales en el líquido escaldado son menores y que no hay peligro de que ocurra el oscurecimiento no enzimático; en algunas hortalizas se incrementa el período de almacenamiento.

Debe haber un adecuado flujo de vapor, de modo que el alimento alcance una temperatura de por lo menos 190°F en un minuto. El tiempo de blanqueado no es medido hasta que el alimento alcanza 190°F.⁽⁸⁾

Cocción.

Algunos alimentos necesitan ser precocidos-antes de la deshidratación, por razones de preferencia del consumidor, como la carne de pollo o de camarones; así como también - porque el producto seco pre-cocido puede ser de mayor calidad que el no-cocido (ejm. carnes).

6.2.1.4 Pre-tratamiento mecánico.

Se considera:

Limpieza.

Eliminación de la parte no comestible del alimento a procesar. Así tenemos:

- Grasa excedente y huesos de las carnes.
- Espinas, escamas y vísceras de los pescados.
- Pepas, cáscaras y corazones de las frutas,
- Raíces, tallos y cáscaras de los vegetales.
- Venas, caparazones de los mariscos, etc.

Cortado.

El alimento se debe cortar tratando de que presente un área superficial máxima y uniforme, reduciendo el espesor para acelerar la velocidad de secado, sin peligro celular y para una buena rehidratación. Las diversas formas en que se presentan los sólidos son: pelado, cortado en cubos, tiras, tajadas, etc., molido o comprimido, etc.

La carne se debe cortar a través de sus fibras musculares para facilitar el escape de vapor durante el secado y también para su mejor rehidratación. Si fueran necesarias porciones de alimento medidas exactamente, como tajadas rectangulares de pescado, se puede cortar en estado congelado. Igualmente las frutas pueden ser reducidas a gránulos o polvo en estado congelado manteniendo su sabor y aroma.

Filtración y Clarificación.

En el caso de soluciones, extractos o jugos que luego de preparados necesitan filtrarse.

6.2.2 Congelamiento.

En el capítulo IV se explica con detalle la influencia del congelamiento en la liofilización.

6.2.3 Deshidratación Primaria y Secundaria.

En el proceso de deshidratación se consideran dos etapas:

- * La deshidratación primaria, que es la etapa de la liofilización en sí, en la que el hielo del alimento sublima, debido a las condiciones de presión y temperaturas bajas (debajo del punto-triple).
- La deshidratación secundaria, es la etapa final en la que el agua no-congelable (agua fuertemente ligada por fenómenos de adsorción) se evapora a condiciones de presión baja y temperaturas moderadas sobre cero (20°C a 60°C). Es decir esta etapa se inicia cuando el último cristal de hielo ha desaparecido.

6.2.3.1 Deshidratación primaria- sublimación.

Una vez que el alimento está totalmente congelado, se coloca en una cámara impermeable al aire, sellada y evacuada hasta alcanzar un vacío óptimo (0.5 a 0.05 torr), y se aplica calentamiento para que ocurra la sublimación. El vapor de agua que escapa de los cristales de hielo es extraído mediante condensación en una trampa fría o por adsorción en un adsorbente químico, etc.

Temperatura de sublimación.

La temperatura de los alimentos tiene que -

ser cuidadosamente controlada durante la sublimación. Si se ele
va sobre un cierto límite, ocurrirá la fusión intersticial que o
rigina la desnaturalización. La presencia de fluidos intersti--
ciales en el curso de la sublimación puede provocar:

- Alteración enzimática o química del alimento.
- Pérdida de agentes volátiles o saborizantes, debido a la evapog
ración libre de las soluciones.
- Espumado de toda la masa, si es muy importante la fusión interst
ticial.

En este punto, es necesario señalar que la l
mínima temperatura de fusión incipiente (T_{im}) es diferente de la l
temperatura máxima de completa solidificación (T_{cs}) y generalment
te es mayor. Esto es debido al hecho que en el curso del congel
amiento ocurre superenfriamiento dentro de los fluidos interstii
ciales, demorando su cristalización. Es por lo tanto necesario
enfriar el sistema a una temperatura mucho más baja (T_{cs}), paraq
ue no tenga lugar una evaporación parcial durante el secado prim
ario.

Por supuesto, no todos los alimentos son -
sensibles a los riesgos de evaporación siendo posible trazar fuer
a del diagrama térmico, dos valores de T_{im} , que servirán de lím
mite de una zona de trabajo para la liofilización industrial.
(Fig. 6.2). El secado efectuado cerca del límite superior, prop
orciona máxima velocidad de secado, pero resulta un producto no
parejo, mientras que el secado efectuado cerca al límite inferior
da un producto de excelente calidad, pero no es económico. Por lo
que se debe establecer un compromiso entre las necesidades de prod
ucción y los requerimientos de calidad.

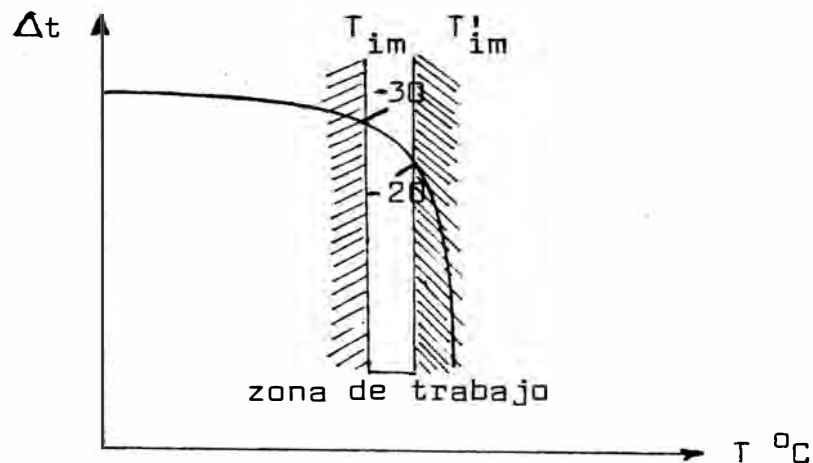


FIG. 6.2. ZONA DE TRABAJO PARA LA LIOFILIZACION INDUSTRIAL. (57)

Transferencia de calor y de masa.

Para que la sublimación proceda a velocidad constante es necesario extraer el vapor de agua de la interfase de sublimación tan rápido como sea posible y suministrar el calor en forma eficiente. En otras palabras debemos superar dos problemas: la transferencia de vapor de agua (transferencia de masa) y la penetración de energía (transferencia de calor).

Transferencia de masa.

A medida que la interfase de sublimación se profundiza dentro del alimento, el vapor de agua tiene que circular a través de un espesor creciente de material seco, y la resistencia al flujo de vapor se hace cada vez mayor.

Diferentes experimentos han demostrado que es necesario una cierta caída de presión entre la capa de hielo y la superficie de la torta seca para la transferencia de vapor de agua. Esta caída de presión debe ser lo más alta posible; sin embargo, es restringida, debido tanto a la máxima temperatura permitida para la sublimación como al precio del equipo de bombeo.

Transferencia de calor.

Si la transferencia de masa es restringida dentro de ciertos límites, es obvio que no habrá necesidad de proporcionar más calor del que puede ser usado para la sublimación. Sin embargo, no solamente es suficiente suministrar la cantidad de energía requerida, sino también de evitar la destrucción del alimento. Tenemos que proporcionar calor a una superficie en movimiento que está encerrada entre una capa seca y una capa congelada.

En el caso de un líquido congelado en una bandeja, el calor es transferido a través de la capa congelada hacia la frontera de sublimación. Como el calor tiene que fluir a lo largo de un gradiente térmico, si bien la temperatura puede ser correcta en la interfase de sublimación, podría ser demasiado alta en la masa congelada y especialmente cerca de su base. Se debe evitar el sobrecalentamiento y la fusión intersticial mediante un adecuado control de la estructura del alimento congelado durante la sublimación, control que puede hacerse siguiendo y registrando la temperatura del hielo en su nivel bajo constante T_{im} , ya sea por determinaciones térmicas o mediciones de presión de vapor de agua o también usando la técnica de conductancia eléctrica que refleje una estructura adecuada. Una resistencia eléctrica alta indica un estado de rigidez superior, mientras que un decrecimiento de la resistividad es signo de que está ocurriendo fusión intersticial.

En el caso de un sólido, la capa seca encierra un núcleo de material congelado y la única forma de proporcionar

nar calor es a través de esta capa seca. De esta manera el calor que ingresa estará limitado por dos factores:

- La temperatura superficial máxima tolerable de la capa seca.
- La conductividad de calor de la capa seca en el curso de la sublimación.

Por lo tanto, si se quiere evitar la desnaturalización, es necesario restringir la temperatura de la superficie de la capa seca a un nivel bajo (T_e de 40 a 100°C), dependiendo del alimento.

Octjen y Hackenberg⁽⁵⁷⁾ han demostrado que incrementando la presión de vapor de agua dentro del material seco, es posible incrementar la transferencia de calor. Sin embargo debemos llegar a una situación determinada: es indudable que a una presión más alta, la transferencia de calor es más eficiente, pero disminuye la caída de presión, y en consecuencia disminuirá la transferencia de masa. En este caso se debe trabajar adoptándose una solución intermedia.

6.2.3.2 Deshidratación secundaria- desorción.

Cuando el último fragmento de hielo ha desaparecido, el primer período de secado ha terminado. Por lo tanto si se mantiene la misma entrada de calor, el alimento seco se calentará y comenzará progresivamente a alcanzar temperaturas sobre cero. Por lo que es necesario entonces, disminuir el calentamiento para evitar que el alimento sobrepase la temperatura de seguridad para el estado seco. Entonces tendremos un nuevo límite (T_d), que está generalmente entre 30°C y 50°C.

Todavía no se ha completado el secado ya que queda aún agua ligada que es necesario eliminar para asegurar la conservación del producto, siendo entonces esta etapa un período de desorción que dura varias horas y que no termina repentinamente como la sublimación, por lo que es necesario parar el proceso en un punto determinado cuando se considere que la humedad residual es lo suficientemente baja para asegurar una buena preservación. Este será el límite (RMI) en un ciclo de liofilización pre-determinado. (Fig. 6.3).

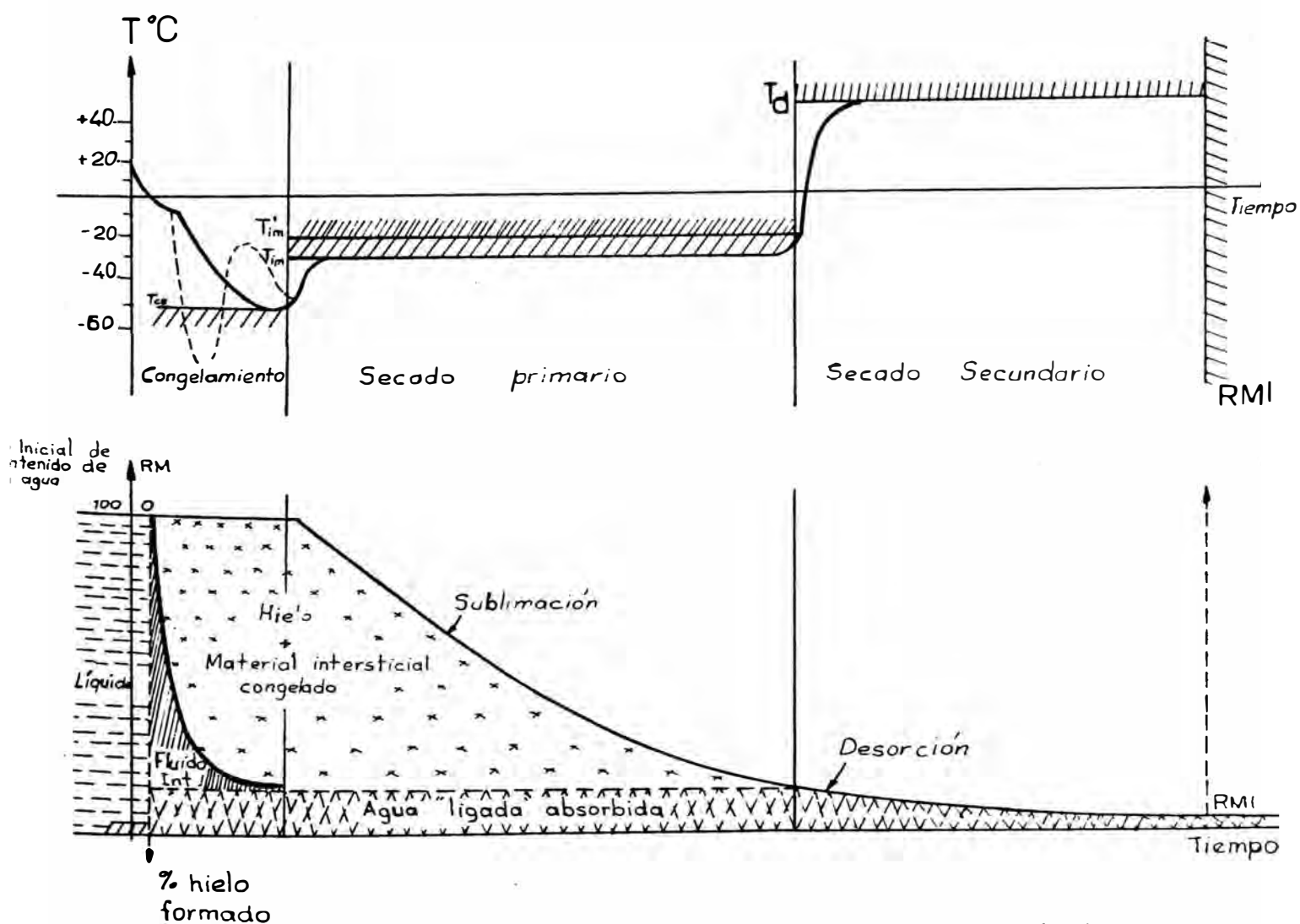


FIG. 6.3 CONGELAMIENTO Y SECADO DURANTE LA LIOFILIZACION.⁽⁵⁷⁾

6.2.4 Punto final del proceso.

Como la liofilización tiene costos relativamente altos y una fase final larga de secado, es deseable para el proceso no seguir secando innecesariamente cuando el nivel de humedad es óptimo. Ya que la experiencia ha demostrado que el contenido crítico de humedad para que ocurra oscurecimiento se encuentra en el rango de 2-7 % de humedad final, contenidos menores del 2% no sólo son deseables sino necesarios para lograr productos de alta calidad.

El punto final de secado puede ser registrado siguiendo la curva de peso de la muestra versus el tiempo; por determinaciones de presión de vapor de agua; por medios eléctricos o térmicos. La humedad residual puede ser estimada por el método del pesado constante o de la titulación química, de acuerdo a las técnicas de Kark Fischer o por mediciones de presión de vapor de agua en equilibrio o por determinaciones eléctricas, incluyendo técnicas más elaboradas, como la resonancia magnética nuclear.

Sin embargo, todos estos métodos están sujetos a error debido a la falta de uniformidad en el secado, y únicamente son usados como guía en la determinación del punto final.

En la mayoría de las instalaciones se usan ciclos de tiempo predeterminados, basados en corridas piloto, asociados a la experiencia con un producto particular.⁽⁵⁷⁾

6.3 EMPACADO.

Parecería que esta etapa elemental no necesitaría de un cui

dado especial. Sin embargo, es importante comenzando con el rompimiento del vacío en el liofilizador. Como la estructura de los productos liofilizados es altamente porosa, si se rompe el vacío con aire ambiental, inmediatamente el alimento seco absorberá vapor de agua y oxígeno, y todo el trabajo hecho durante la desorción se malogrará. Por lo que si no se desea dañar el producto y lograr el máximo tiempo de almacenamiento, se debe romper el vacío con un gas inerte (dióxido de carbono o nitrógeno).

Sería aconsejable que cuando se rompa el vacío de esta manera, también se realicen dentro de la misma cámara la descarga, llenado y aún el sellado, para que el producto sea abierto solamente antes de ser consumido.

Las características principales que los empaques deben tener son: impermeable al oxígeno, impermeable al vapor de agua, ligeros de peso, bajos de costo y capaces de evitar el deterioro mecánico. Las latas satisfacen estas exigencias pero por razones de peso y precio, se prefieren las bolsas laminadas resistentes al gas y vapor de agua, poniendo especial cuidado en la impermeabilidad del sellado.

6.4 ALMACENAMIENTO.

Por las condiciones antes mencionadas en lo referente a los empaques, los productos liofilizados pueden ser almacenados durante largos períodos de tiempo, sin que ocurra la desnaturalización, como reacciones oxidativas, enzimáticas o de oscurecimiento de Maillard. Sin embargo, los productos grasosos son difíciles de almacenar por largos períodos de tiempo y con frecuencia desarrollan un sabor rancio luego de unos cuantos meses.

6.5 REHIDRATACION.

La rehidratación consiste en remojar el producto liofilizado en agua, a la temperatura ambiente, o a temperaturas mayores durante un tiempo fijado y una vez que el agua es absorbida, el producto es pesado.

Los parámetros siguientes son los de mayor importancia en el proceso de rehidratación:

- a) pH del medio rehidratante.
- b) Temperatura del medio rehidratante.
- c) Tiempo de rehidratación.
- d) Presencia de iones añadidos.

La razón de rehidratación es la relación entre el peso de agua ganada y el peso del agua perdida durante la liofilización. La capacidad de retención de agua de un producto liofilizado rehidratado indica la cantidad de agua retenida cuando se somete a presión.

CAPITULO VII

CALIDAD DE LOS PRODUCTOS LIOFILIZADOS INFLUENCIADA POR LAS CONDICIONES DE PRETRATAMIENTO, PROCESADO Y ALMACENAMIENTO

7.1 RETENCION DE ESPECIES VOLATILES DE SABOR Y AROMA.

Uno de los principales beneficios de la liofilización es la buena retención de los componentes volátiles de sabor y aroma. Los efectos de las condiciones de liofilización en la retención de volátiles han sido tratados por King⁽²⁷⁾ (1970, 1971) como un modelo de difusión, en el que se puede describir el incremento de la retención de volátiles, con la disminución del valor de Fourier: Dt/δ^2 , donde:

D = coeficiente de difusión de los componentes orgánicos volátiles (ft^2/hr).

t = tiempo durante el cual la difusión puede ocurrir cuando pasa la frontera de sublimación. (hr).

δ = espesor característico de las microregiones concentradas (ft).

Los factores que favorecen la retención de volátiles durante la liofilización son:

- 1.- Velocidad más rápida de liofilización que resulta en un t menor.
- 2.- Espesor más grande de las microregiones concentradas - (más alto δ).
- 3.- Contenido más alto de sólidos disueltos en las microregiones concentradas, o temperaturas más bajas de las bajas de las microregiones concentradas (más alto δ).

En la Fig. 7.1 se muestra como decrecen marcadamente los coe ficientes de difusión cuando la concentración de sólidos disueltos se incrementa, y en la Fig. 7.2 se muestra la microestructura de un alimento líquido congelado sometido a liofilización. En la Tabla 7.1 se muestran los efectos de los parámetros del proceso de secado. (5,27)

Tabla 7.1

Efectos de los parámetros de proceso sobre la retención de volátiles durante la liofilización

<u>Efectos</u>	<u>Motivo</u>
La retención se incrementaría con el incremento de sólidos disueltos antes del congelamiento y secado.	Más gruesas microregiones - concentradas ($> \delta$).
La retención se incrementaría con las velocidades más lentas de congelamiento.	Microregiones concentradas - más gruesas ($> \delta$).
La retención se incrementaría con la disminución del tamaño de la muestra si el control es por resistencia interna. Y es independiente del tamaño de la muestra si el control es por resistencia interna.	Mayor velocidad de la <u>fron</u> <u>te</u> <u>ra</u> de sublimación si el control es por resistencia interna. ($< t$).
Efecto complejo de la <u>tempe</u> <u>ra</u> de la frontera de sublimación.	No hay cambio en la frontera de sublimación si el control es por resistencia externa. a) T_F bajo da D bajo. b) T_F alto da t menores.
La retención sería similar en distintas especies con volatibilidades relativas completamente diferentes.	Los coeficientes de difusión no varían mucho de un componente orgánico a otro.
La retención sería la misma en distintos puntos de la muestra si el control es por resistencia externa a la transferencia de masa y/o calor.	D , t , δ son los mismos en <u>to</u> <u>dos</u> los puntos de la muestra.

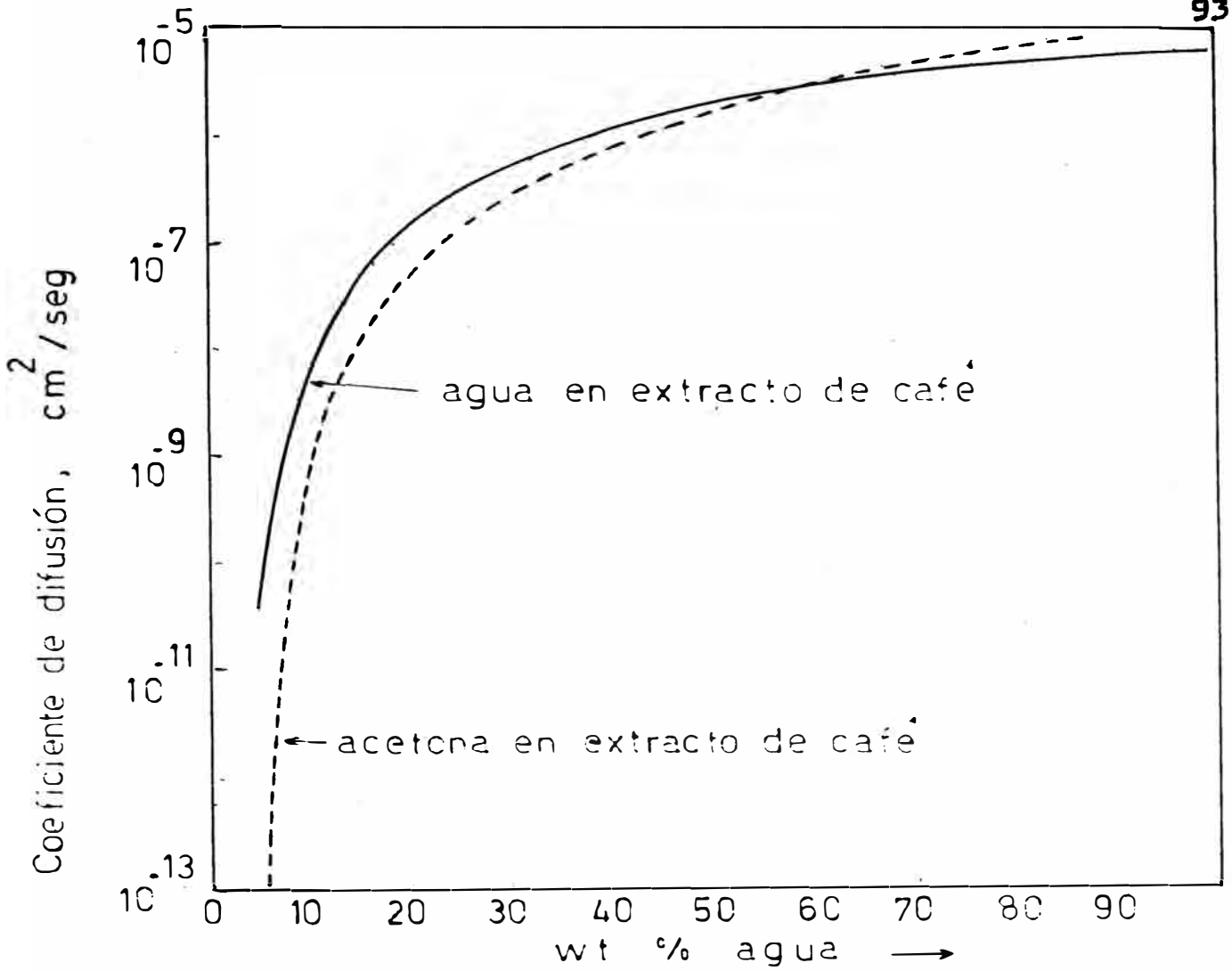
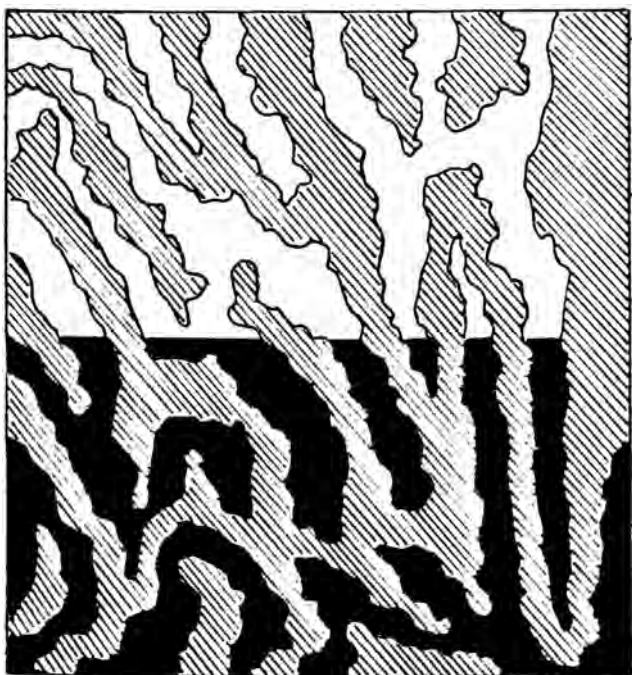


FIG. 7.1 COEFICIENTES DE DIFUSION DE AGUA Y ACETONA EN LAS SOLUCIONES DE EXTRACTO DE CAFE⁽²⁷⁾






-  Regiones concentradas (sólidos disueltos)
-  Cristales de hielo
-  Red entrelazada de vacíos dejados por la sublimación de cristales de hielo

FIG. 7.2 LIOFILIZACION DEL ALIMENTO LIQUIDO CONGELADO (69)

7.2 ASPECTOS ORGANOLEPTICOS.

7.2.1 Color.

El cambio de color es indeseable, aún cuando sea recuperado en la rehidratación, ya que reduce el atractivo visual de los productos liofilizados. La alteración del color puede ocurrir por:

a. La temperatura excesiva de la capa seca del alimento. Así, en la carne liofilizada, el color es mejor retenido - si la temperatura de la superficie es mantenida baja a unos 400 °C (104 °F).

b. Las condiciones de congelamiento antes del secado. Con el congelamiento a presión atmosférica se retiene mejor el color que con el congelamiento a vacío.

c. Un empaçado inadecuado podría producir en el producto un blanqueado o amarillado durante el almacenamiento, por efecto de la luz y por la presencia de oxígeno, por lo que se recomienda que al final del ciclo de secado, se rompa el vacío de la cámara con la entrada de un gas inerte, y el producto sea inmediatamente empaçado.⁽⁵⁾.

7.2.2 Sabor.

En general el sabor de los alimentos liofilizados es bueno, como por ejemplo, la fresa liofilizada que resiste varios años de almacenamiento sin sufrir cambios de sabor. La alteración de sabor puede ocurrir por:

a. La presencia de oxígeno que podría oxidar alimentos con alto contenido de grasa, produciendo su ranciamiento.

b. La alta humedad durante el almacenamiento, que acelera la reacción deteriorativa de oscurecimiento, o reacción Maillard, que produce sabores como a "amargo" y a "quemado".⁽⁵⁾

7.2.3 Textura-suavidad.

Durante el secado, las carnes se ven afectadas por el endurecimiento. Este problema puede ser minimizado por:

a. La pre-cocción que incrementa la suavidad - de las carnes, cuando aumenta el tiempo de cocción.

b. Congelamiento rápido y a presión atmosférica que mejora la textura de los alimentos.

c. El secado de la carne cruda a una temperatura lo suficientemente baja que mantenga congelada la frontera de sublimación, durante la mayor parte del secado, ya que la presencia de agua no congelada deteriora la textura del alimento.⁽⁵⁾

7.3 VALOR NUTRICIONAL.

a) Vitaminas.

La vitamina A y el caroteno- β no son solubles en agua, y ambos son relativamente estables al calor, en la presencia de oxígeno. La liofilización por lo tanto no pone en peligro a la vitamina A ni al caroteno.

La tiamina es soluble en agua y es fácilmente destruída por el calor y el oxígeno. La pérdida puede ser hasta - del 30%.

La vitamina C puede ser perdida en el agua de blanqueado sin embargo, el proceso de liofilización es el que mejor retiene esta vitamina, y si el producto es adecuadamente

envasado, el contenido de vitamina C se mantendrá constante. La retención de vitamina C es excelente en frutas.⁽³³⁾

b) Proteínas.

La desnaturalización de proteínas se manifiesta en una pobre rehidratación. En la mayoría de los alimentos la temperatura de la superficie seca puede llegar hasta valores de 60°C sin que ocurra la desnaturalización.

7.4 CAMBIOS EN LA CALIDAD DE LOS ALIMENTOS DEBIDO A LAS REACCIONES DE DETERIORO QUIMICO Y BIOQUIMICO DURANTE EL PROCESO Y ALMACENAMIENTO.

Las reacciones de deterioro ocurridas durante la liofilización y el almacenamiento de los productos liofilizados varían desde el oscurecimiento no enzimático y la oxidación de lípidos y otros componentes alimenticios, hasta las reacciones que originan pérdidas de color, sabor, textura. (Ver Fig. 7.3).

7.4.1 Deterioración oxidativa de alimentos liofilizados.

Uno de los mayores problemas en la retención de la calidad de los alimentos liofilizados es la oxidación de lípidos (reacción de radicales libres entre el oxígeno y los lípidos no saturados) y de otros compuestos alimenticios susceptibles de oxidación, tales como pigmentos, vitaminas, y constituyentes de sabor. Estas reacciones de deterioro se producen debido a las grandes áreas superficiales presentes en alimentos liofilizados y a los muy bajos contenidos de humedad (ausencia de una película protectora de agua, llamada monocapa), que aceleran la velocidad de oxidación. La presencia de la monocapa evita el acceso

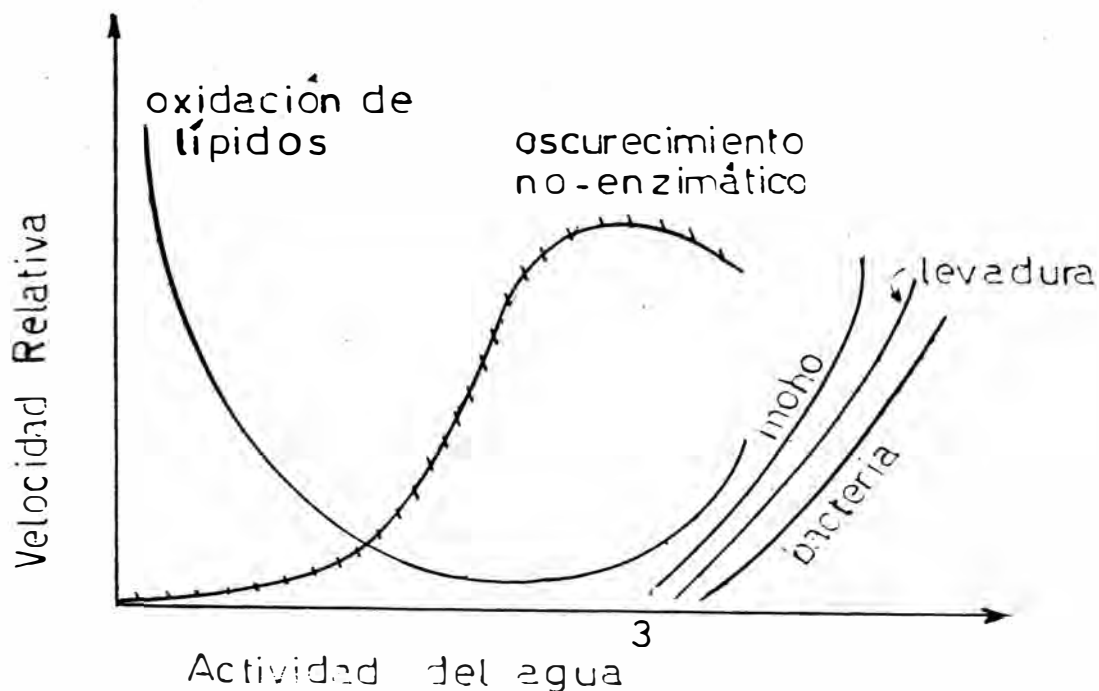


FIG. 7.3 Influencia De la Actividad del agua en las Velocidades de Deterioro(30)

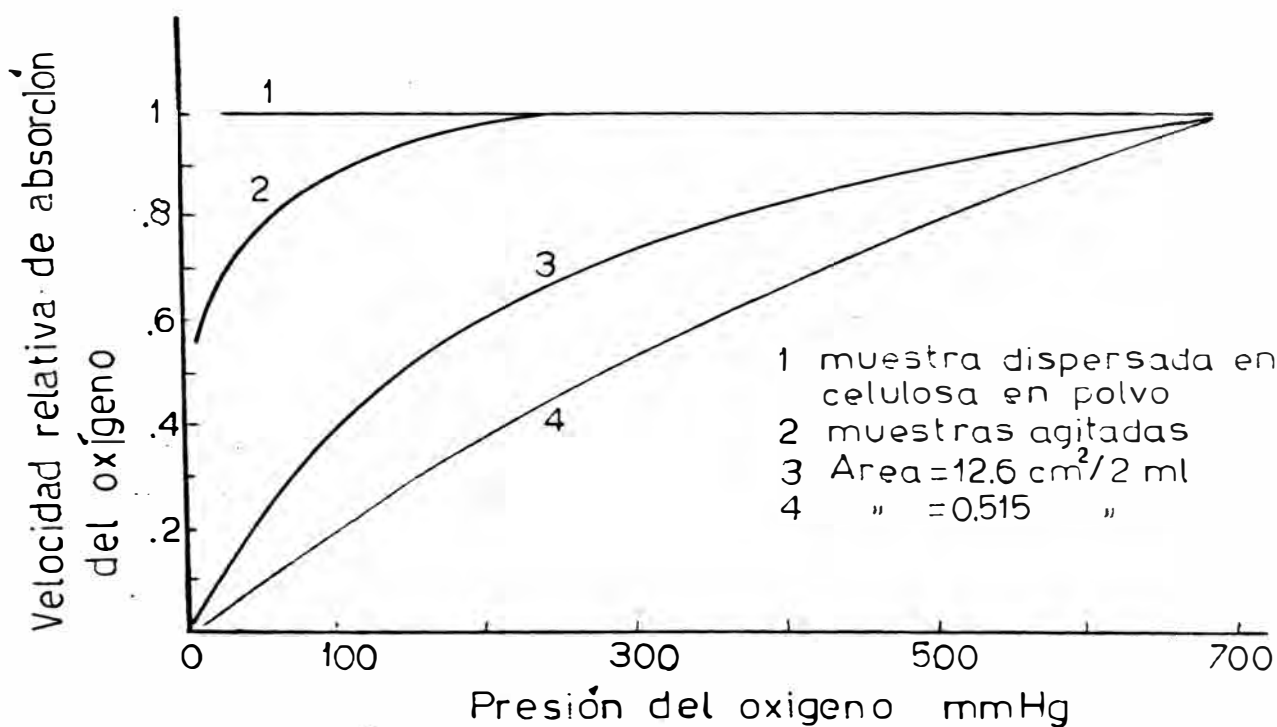


FIG. 7.4 EFECTO DE LA PRESION EN LA OXIDACION DEL ACIDO LINOLEICO OXIDADO BAJO CONDICIONES DIFERENTES(57)

del oxígeno a los grupos reactivos en el alimento, disminuyendo el efecto de oxidación al aumentar el contenido de agua; pero este incremento podría dar lugar a otras reacciones. De lo que se deduce que cada alimento tiene un determinado contenido de humedad, en el cual es alcanzada la máxima estabilidad.

El lípido principal que contribuye al deterioro por oxidación es el ácido linoléico. En la Fig. 7.4 se muestra las velocidades relativas de oxidación del ácido linoléico como una función de la presión parcial de oxígeno.^(8,27)

7.4.2 Deterioro por reacción de oscurecimiento no-enzimático o reacción Maillard.

La liofilización a bajos contenidos de humedad inhibe esta reacción. Para inhibirla completamente se requiere de una ausencia completa de agua, lo que no sólo es impráctico económicamente, sino que además contenidos de humedad extremadamente bajos pueden acelerar otro tipo de reacciones, como la oxidación de lípidos. En la Fig. 7.5 se muestra una curva típica de la reacción Maillard vs. el contenido de agua, para el caso de la leche seca descremada. La velocidad de reacción es proporcional a la temperatura, de modo que es favorable el almacenamiento a temperaturas bajas.

Las reacciones Maillard involucran a los grupos carbonil de un azúcar reducido y al grupo amino de un aminoácido o proteína. No obstante la reacción también puede ocurrir entre ácido orgánico y ácido ascórbico, ácidos orgánicos y proteínas u otros grupos amino y entre casi todos los constituyentes químicos

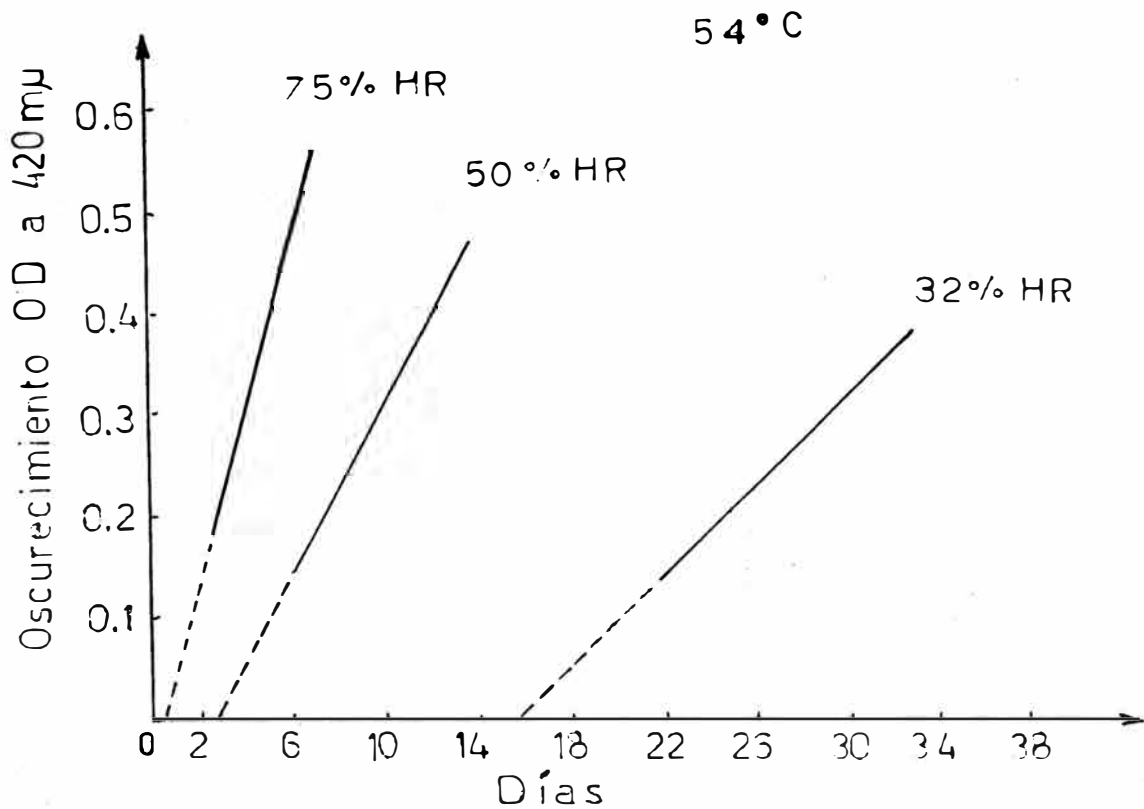


FIG. 7.5 OSCURECIMIENTO NO ENZIMÁTICO DE LECHE DES-CREMADA LIOFILIZADA⁽³⁰⁾

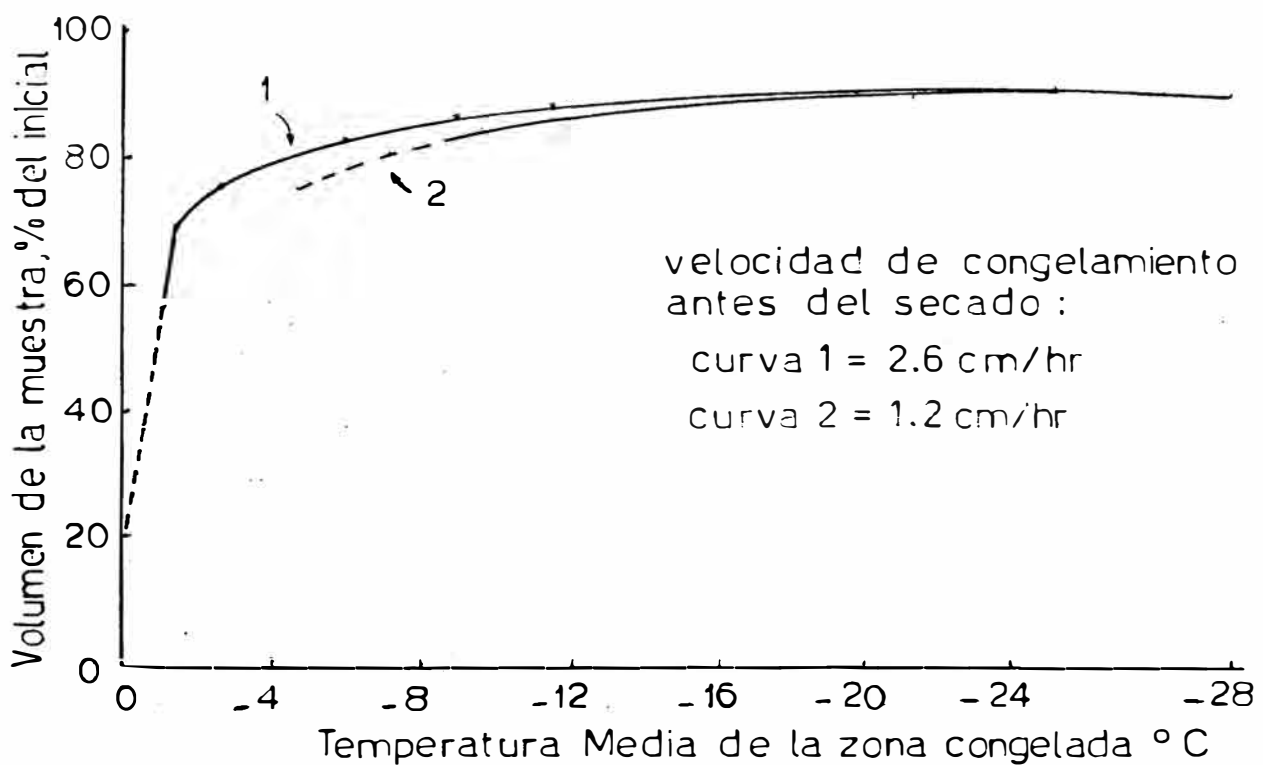


FIG. 7.6 ENCOGIMIENTO DE PAPA EN FORMA DE CUBOS A DIFERENTES TEMPERATURAS DE LA ZONA CONGELADA. (DESPUES DE LIOFILIZADO)⁽²⁷⁾

mente reactivos de los alimentos. Los productos de reacción son sustancias insolubles, de color marrón que alteran el color original del alimento produciendo un sabor amargo y la pérdida del valor nutritivo, ya que el ácido ascórbico participa en estas reacciones.

La reacción Maillard es esencialmente inhibida en la mayoría de las frutas, a contenidos de humedad debajo del 2%. Para un largo período de almacenamiento se preferirán bajas temperaturas y bajos contenidos de humedad. Los contenidos óptimos de humedad para una adecuada estabilidad varían con el tipo de producto.^(8,27)

7.4.3 Deterioro por reacciones enzimáticas.

Las enzimas que originan las reacciones enzimáticas son enzimas intrínsecas del producto o enzimas extrañas como microorganismos. Las reacciones enzimáticas más importantes son: la descomposición de las grasas por acción de las lipasas, fosfolipasas, lipoxidasas y peroxidasas en alimentos que contienen grasas (como en carnes o pescados liofilizados) y las reacciones enzimáticas de oscurecimiento de color en frutas y verduras provocadas por las peroxidasas y fenoloxidasas.

Las reacciones enzimáticas son inhibidas por la remoción de humedad, suspendiéndose la actividad enzimática mientras el alimento se encuentra seco. Las enzimas pueden o no ser destruidas durante el secado.

La acción de las enzimas durante el almacenamiento puede evitarse o disminuirse por cocción o blanqueado del alimen

to antes de la deshidratación; por ejemplo, los champiñones no blanqueados liofilizados se vuelven negros cuando se rehidratan en agua fría; las manzanas, melocotones y peras, así como otras frutas oscurecen en la rehidratación.^(8,27)

La acción enzimática, ya sea después de la rehidratación o durante el almacenamiento es indeseable. Sin embargo, es necesaria en las cebollas y ajos para el desarrollo del sabor.

7.5 ENCOGIMIENTO.

El agua congelada presente en la mayor parte del secado proporciona al alimento una estructura rígida que evita el encogimiento, dando como resultado un producto poroso que hace posible una rápida y casi completa rehidratación.

En la Fig. 7.6 se presenta la relación del volumen de una muestra después del congelamiento y secado al volumen inicial vs. la temperatura media de la zona congelada. El encogimiento de la muestra (papas cortadas en cubos), fue mayor para velocidades más lentas de congelamiento y para más altas temperaturas medias de la zona congelada. Kluge y Reiss sugirieron que el encogimiento fue mayor para velocidades de congelamiento más lentas, debido a la formación de cristales de hielo intercelulares más grandes ya que el agua congelada proporciona la estructura, evitando que porciones de la muestra ocupada por agua no congelada colapsen cuando el agua sea removida. Por lo que se indicó que el encogimiento ocurre durante la primera parte de la sublimación y no en las etapas terminales o finales de secado.⁽²⁷⁾

7.6 CONTENIDO OPTIMO DE HUMEDAD RESIDUAL.

Una regla empírica en la liofilización ha sido reducir el contenido de humedad a 2% o menos, pero tales porcentajes pueden representar pérdidas en la capacidad del liofilizador.

De acuerdo a la teoría de adsorción de Brunaver-Emmet-Teller (BET), el contenido de humedad correspondiente a la capa monomolecular de agua adsorbida representa el contenido óptimo de humedad. La humedad en exceso de este valor sería indeseable ya que facilitaría el oscurecimiento no enzimático y otras reacciones indeseables.

Comercialmente, los contenidos finales de humedad, comúnmente alcanzados se basan en las cuatro curvas típicas de sorción de humedad que fueron encontradas para describir la mayoría de los alimentos deshidratados:

- Féculas, tales como habichuelas, granos de café y arroz, a 72^oF tienen un valor de monocapa de 6% (15% de H.R.).
- Alimentos ricos en proteínas, tales como carne, pescado, huevos y queso a 72^oF tienen un valor de monocapa de 3.5% de humedad en una base libre de grasa (8% de H.R.).
- Vegetales, con alto contenido de azúcar, tales como pimiento, zanahoria y guisantes tienen un valor de monocapa de 2% de humedad (6% de H.R.) a 40^oF.
- Las frutas representan el cuarto grupo, que debido al muy alto contenido de azúcar requiere de muy bajos niveles de humedad (deshidratación casi completa) para su estabilidad.

Salwin⁽⁵⁾(1962) y Kuprianoff⁽⁵⁾ (1958) han señalado los problemas que ocurren con los métodos usuales de mediciones de hume

dad: tal como la presencia de materiales volátiles, los que dan valores altos; la naturaleza higroscópica de algunos alimentos - que tienden a absorber humedad; y las dificultades de muestreo, particularmente con mezclas de alimentos. La amplia variedad de métodos en uso y las muchas formas de reportar los resultados, hicieron que sea extremadamente difícil comparar los trabajos en varios laboratorios. Salwin recomendó el uso de mediciones presión de vapor-humedad como un método para minimizar o eliminar - muchos de estos problemas.⁽⁵⁾

CAPITULO VIII

CRITERIOS DE DISEÑO PARA PLANTAS LIOFILIZADORAS

8.1 PROBLEMAS DE PROCESO.

Los problemas de proceso, que deben ser superados en el diseño de un liofilizador son:

- a) Abastecimiento de una cantidad suficiente de calor para producir la sublimación del hielo.
- b) Transferencia eficiente de calor desde la fuente de calor hacia la superficie del alimento.
- c) Transferencia de calor a través del alimento hacia la superficie o frontera de sublimación, ya sea a través de la capa seca o a través de la capa congelada o a través de ambos.
- d) Transferencia de vapor de agua desde la frontera de sublimación hacia la superficie del alimento a través de la capa seca.
- e) Transferencia de vapor de agua desde la superficie del alimento al sumidero de humedad.
- f) Remoción de vapor de agua y regeneración del sumidero de humedad.
- g) Mantenimiento de una temperatura lo suficientemente baja de la zona congelada para minimizar el colapso de la estructura y las reacciones deteriorativas durante el secado.
- h) Retención efectiva de las especies de sabor y aroma volátiles, manteniendo bajas temperaturas.
- i) Facilidades para la entrada y salida del alimento, con -

un mínimo de complejidad y tiempo de trabajo.

8.2 DISEÑO DE LA CAMARA DE SECADO.

Las cámaras más antiguas fueron de forma rectangular. Ver Fig. 8.1. Las cámaras cilíndricas también son usadas, pero como requieren más espacio de piso para un área de placa determinado, son diseñadas con las unidades del condensador dentro de la cámara de secado, para que la capacidad cúbica sea utilizada al máximo. Ver Fig. 8.2.

Para eliminar los bordes rectos de las cámaras rectangulares, en los que se pueden acumular suciedad, polvo y microorganismos, las esquinas de las cámaras deben ser redondeadas.

Las cámaras de vacío varían ampliamente de tamaño. Los modelos comerciales varían de 2 a 8 pies de altura y de 2 a 6 pies de ancho. No hay criterio para el tamaño óptimo. Las guías más importantes han sido la magnitud de la operación, la probabilidad de humedecimiento durante la descarga, la probabilidad del deshielamiento durante la carga, y el riesgo involucrado si existe falla mecánica. (5,42)

8.3 ARREGLO DE ANAQUELES DE PLACAS CALIENTES.

8.3.1 Placas fijas.

Las primeras unidades de liofilización fueron construidas con anaqueles de placas fijas a la cámara (Fig. 8.1).

Los diseños de anaquel de placas calientes fijas con sistemas de monorraiel incorporados, tienen las placas voladizas en ambos lados, con una zona libre, entre ambas secciones derecha e izquierda (Fig. 8.3 y 8.4). Los espaciados entre placas-

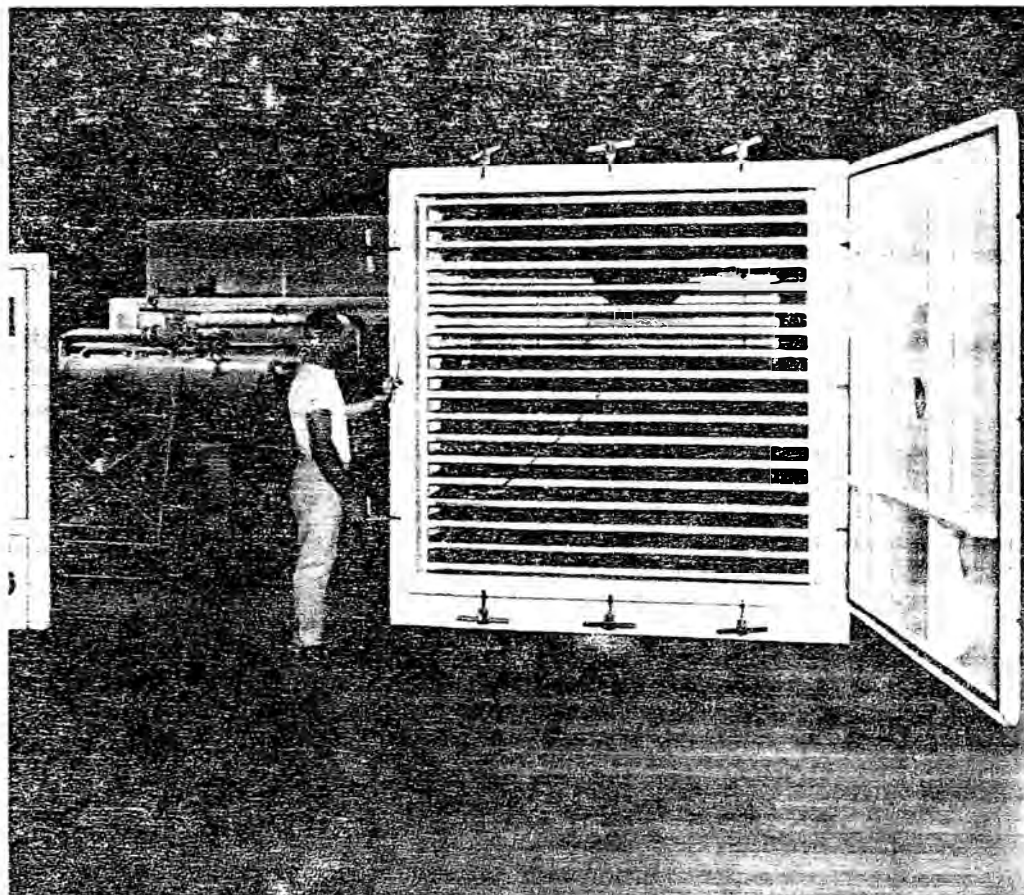


FIG. 8.1 CÁMARA DE LIOFILIZACIÓN RECTANGULAR con placas fijas y condensador externo (cortesía de Del Vac Co. California).⁽⁵⁾

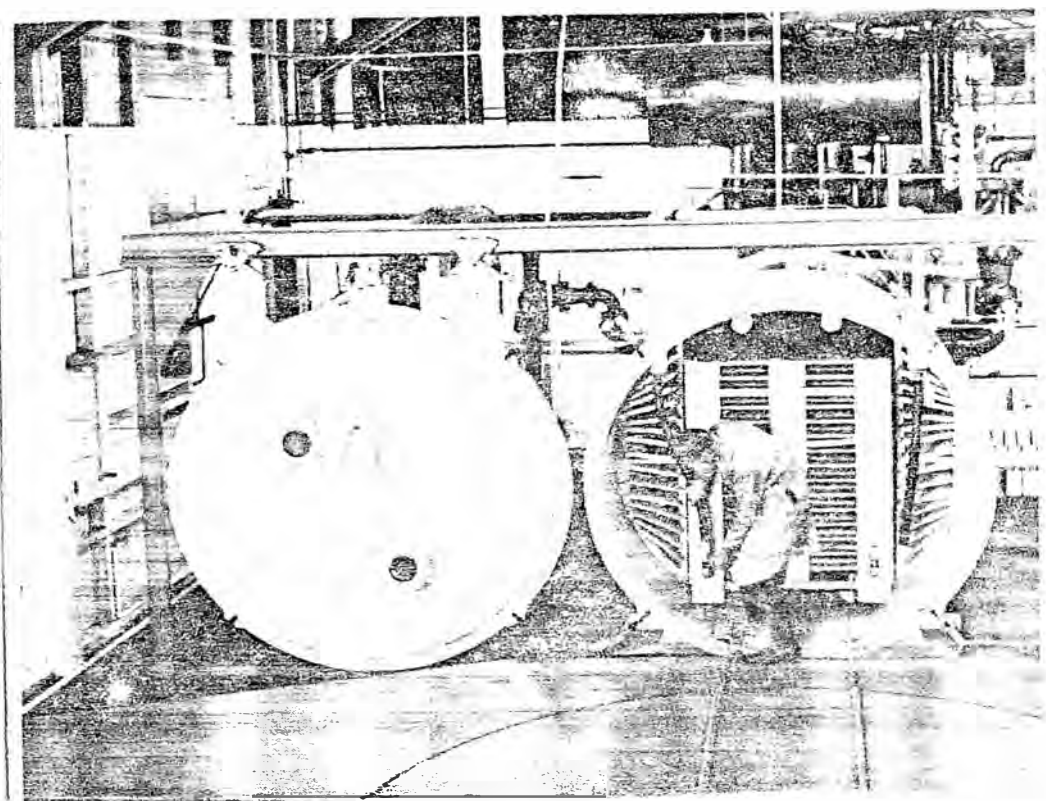


FIG. 8.2 LIOFILIZADOR CILÍNDRICO con condensador interno (cortesía de la corporación FMC San José, California).⁽⁵⁾

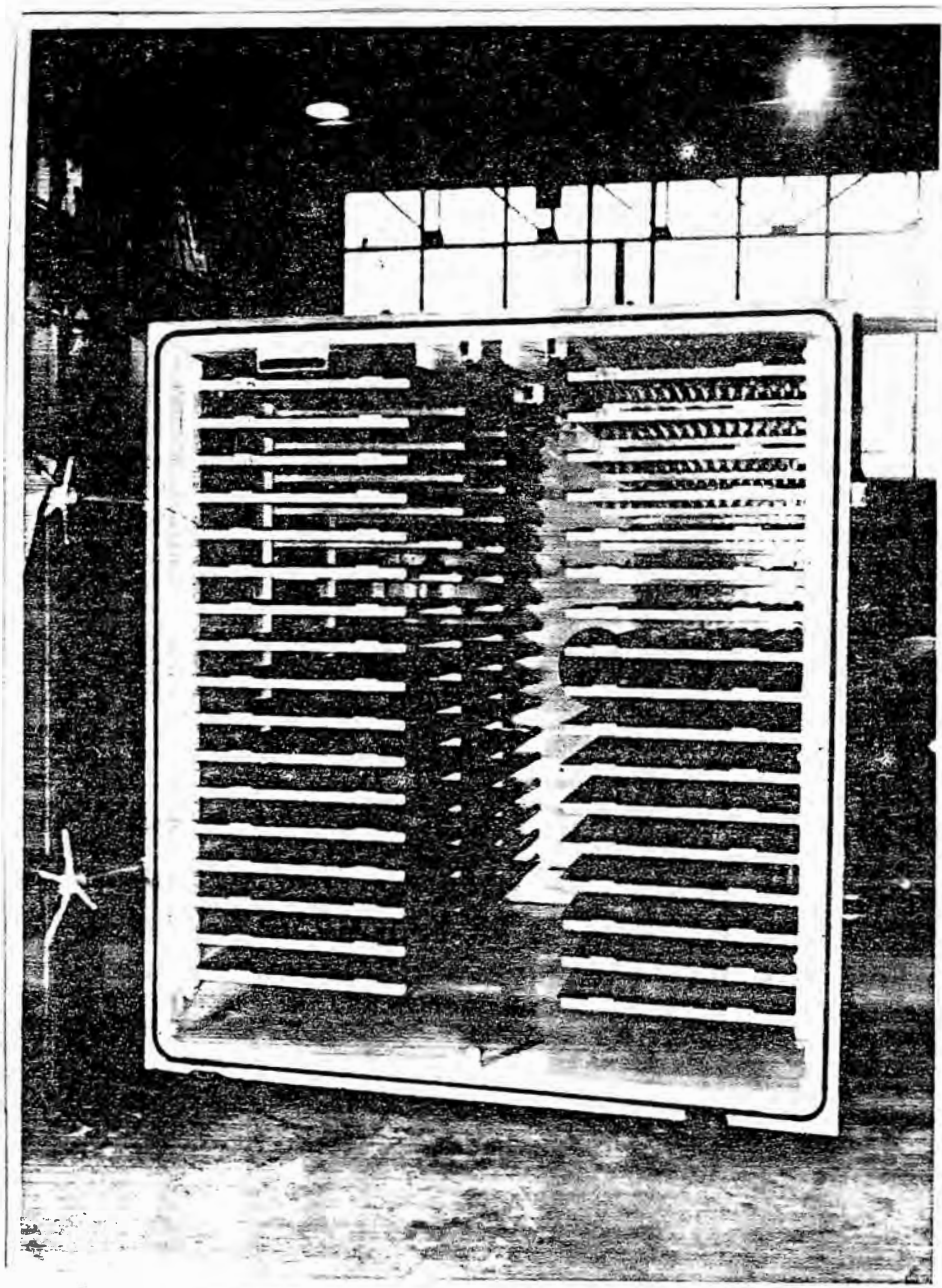


FIG. 8.3 CÁMARA DE LIOFILIZACIÓN CON PLACAS voladizas para una carga rápida (cortesía de Corp. Vacudyne Chicago, Illinois)⁽⁵⁾

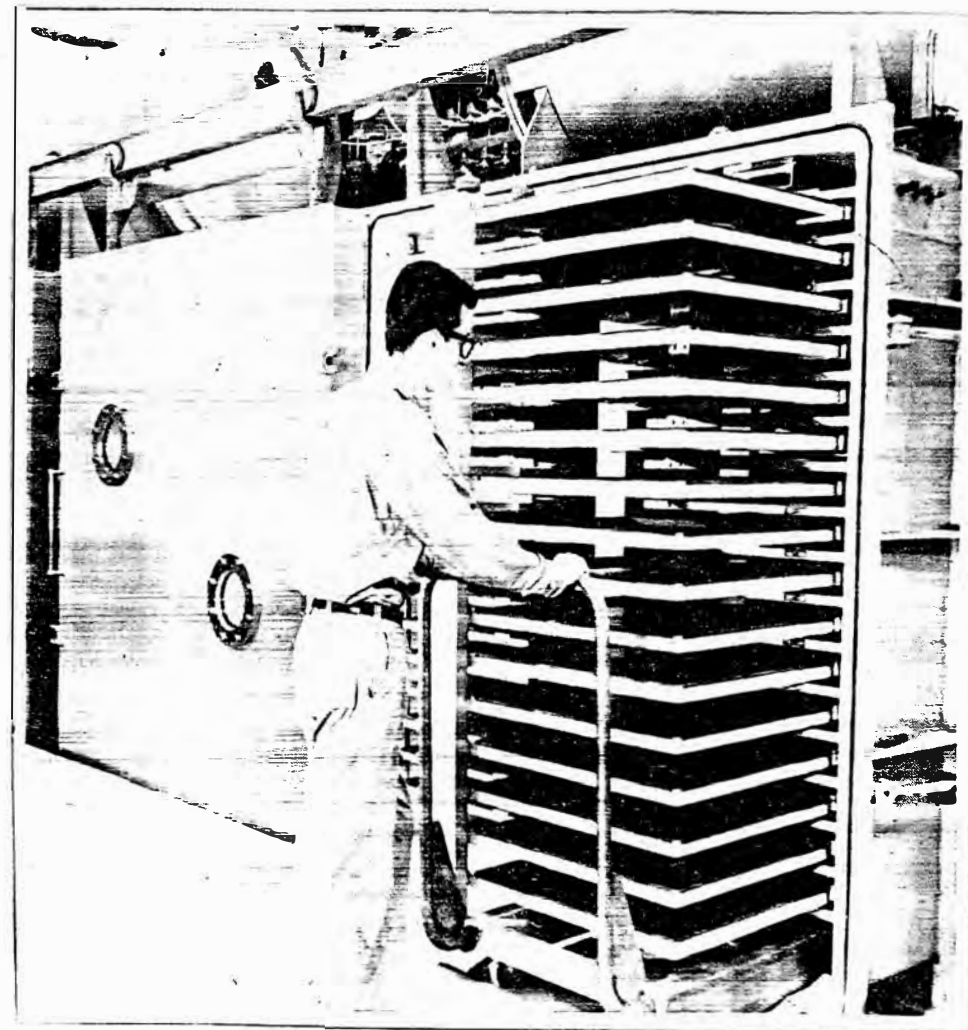


FIG. 8.4 MÉTODO DE CARGA para el liofilizador de placas voladizas. (cortesía de Vacudyne Chicago, Illinois)⁽⁵⁾

son relativamente grandes para los soportes de bandejas voladizas. Las bandejas son cargadas en cuartos fríos, en carros especiales y colocadas dentro de la cámara por deslizamiento de dos carros (uno a cada lado), quedando insertadas en la cámara de secado como una unidad. Cuando el alimento está seco es removido similarmente y transportado a un cuarto de empacado (a baja humedad).

Los anaqueles fijos generalmente tienen un distribuidor externo, cuando se usa un sistema convencional de generación de calor. Esto es una ventaja, pero el reemplazo del anaquel en caso de fugas del fluido de transferencia de calor es más difícil y caro.^(5,42)

8.3.2 Placas movibles.

Se mueven unas con respecto a otras (Fig. 8.5) y exclusivamente se usan para la liofilización acelerada (AFD).

8.3.3 Placas enclavadas.

El alimento es atravesado antes del congelamiento con dos juegos opuestos de clavos de aluminio acoplados a las placas metálicas. (Ver Fig. 8.6) y se usan placas desmontadoras para extraer el material seco. Las desventajas son los costos y el tiempo de vida relativamente corto de las placas, además de la dificultad de limpieza de las mismas.⁽⁵⁷⁾

8.3.4 Anaqueles transportables.

El anaquel tipo carretilla ofrece los medios más ventajosos de operación y limpieza. Las unidades más eficientes son diseñadas con espaciados entre placas de casi 2 pulgadas y con

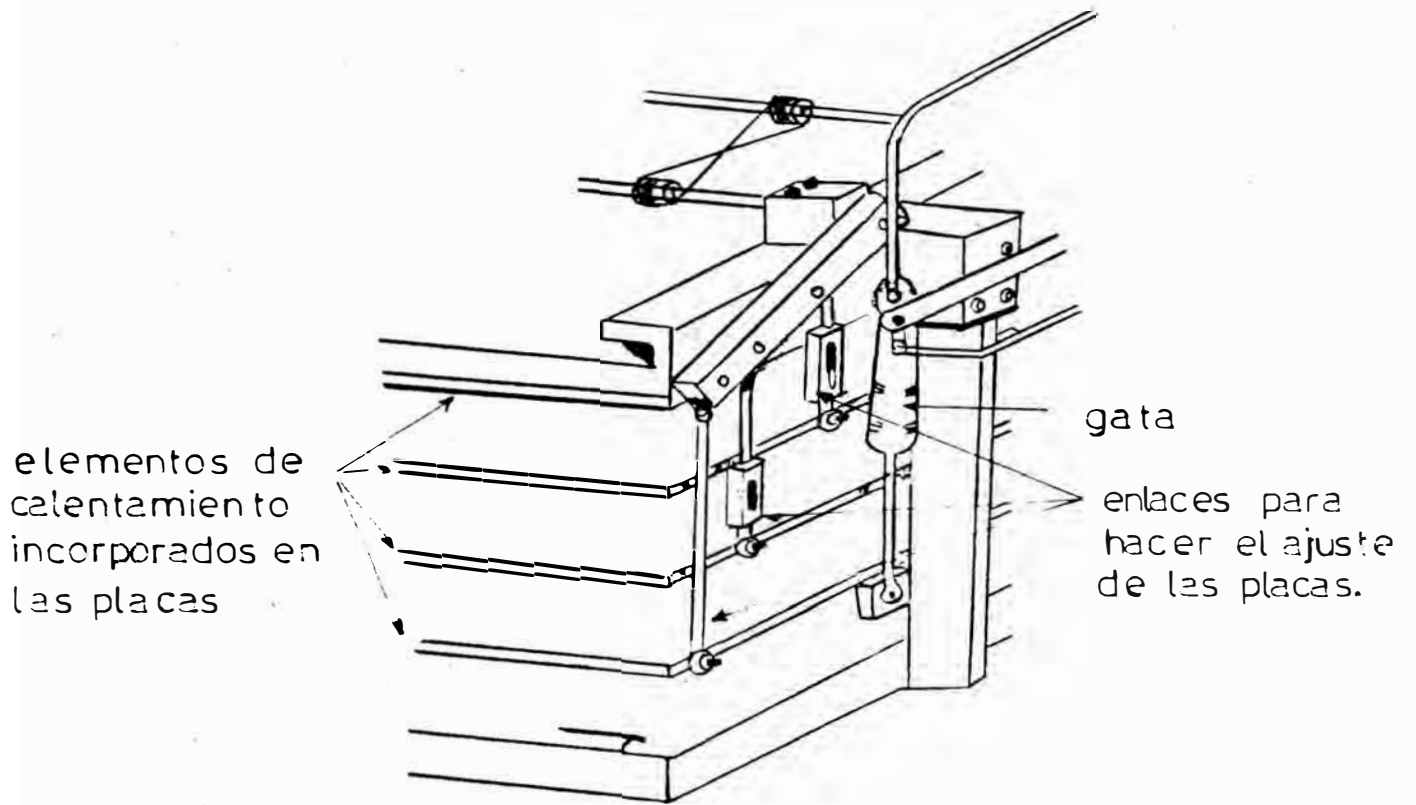


FIG. 8.5 PLACAS A PRESIÓN para mayor contacto que acelera la transferencia de calor y disminuye el tiempo de secado. Se usa gata hidráulica.(68)

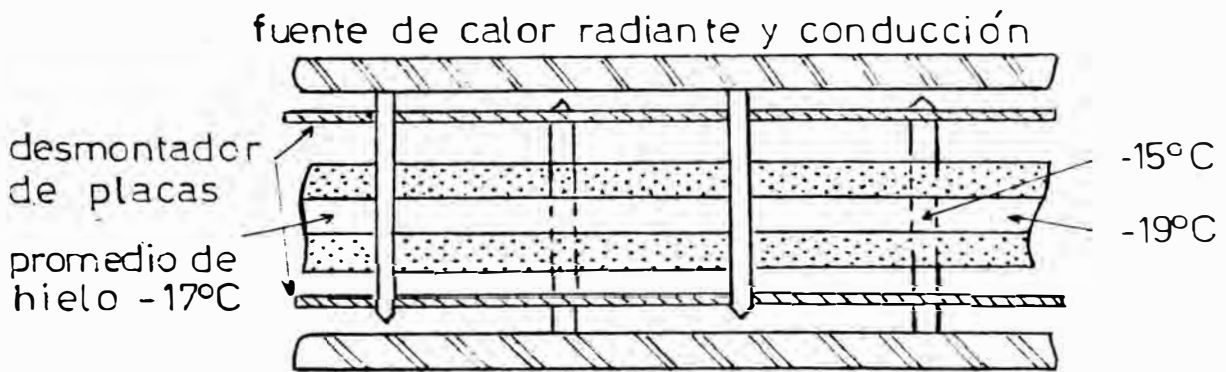


FIG. 8.6 PLACAS ENCLAVADAS.⁽⁵⁾

una superficie total de calentamiento de 800 a 1000 pies cuadrados en una cámara de 500 pies cúbicos.

Una desventaja es que los distribuidores totales en los anaqueles tipo carretilla requieren de una conexión interna flexible a la fuente del fluido de calentamiento. En una cámara de vacío que opera a temperaturas muy bajas puede ser una operación molesta que se minimiza con un buen diseño.

En general hay dos tipos de anaquel tipo carretilla: con ruedas para el transporte por riel (Fig. 8.7) y con ruedas giratorias (Fig. 8.8). Los anaqueles tipo carretilla con ruedas giratorias pueden ser remolcados por vagones industriales por lo que, su manejo, almacenamiento y despacho no estará limitado a la distribución de rieles; mientras que, los anaqueles transportados por rieles necesitan vehículos especiales para transportarse y un mecanismo de remolque.

8.3.5 Placas-espaciado entre placas.

Para llevar a cabo el proceso de liofilización el alimento es colocado en bandejas en contacto con las placas o ligeramente elevadas sobre ellas, dependiendo de la transferencia de calor ya sea por conducción o por radiación-convección respectivamente.

El espacio entre las placas depende del alimento que se va a secar. Alimentos como camarones, pollo y vegetales se pueden colocar en varias capas y el espacio entre placas variará de 2 a 5 pulg. Los líquidos congelados son usualmente secados en capas delgadas y el espacio entre placas es de 1.5 a 2 pulg. No hay criterio rígido para el espaciado de bandejas entre placas;

FIG. 8.7 Anaqueles de placas transportados por rieles.⁽⁴²⁾

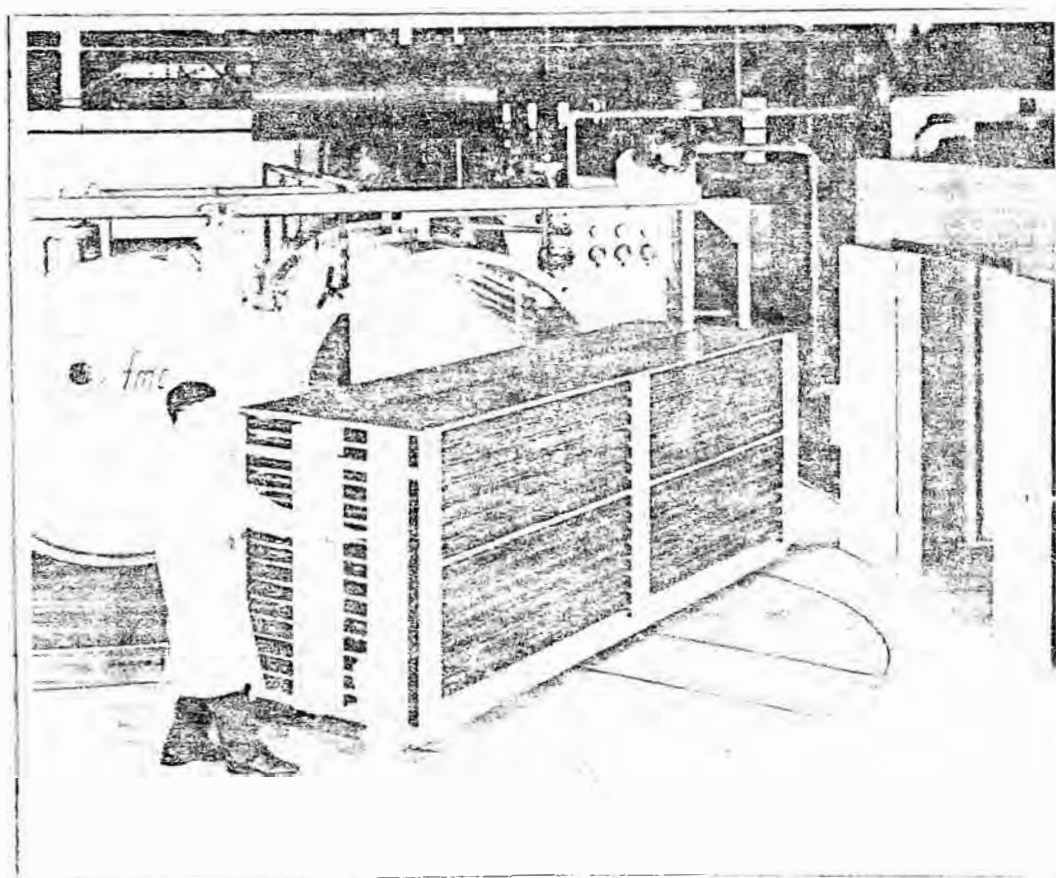
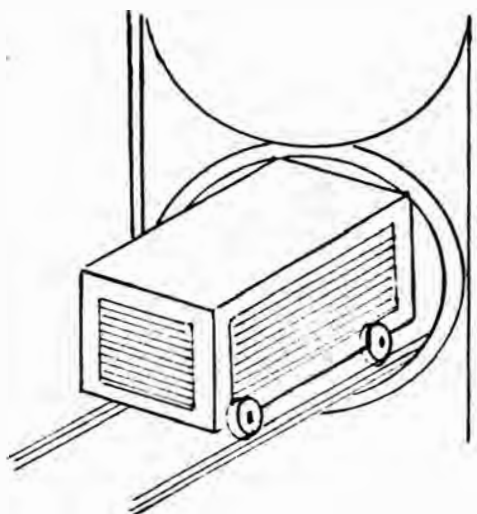


FIG. 8.8 Anaquel de placas transportados por ruedas giratorias (cortesía de la corp. FMC San José, California).⁽⁵⁾

por regla empírica el espaciado conveniente entre placa y fondo de la bandeja es de 1/4 pulg. Teóricamente el espaciado entre la superficie superior del alimento y la placa superior dependerá - de lo siguiente: la caída de presión de los escapes de vapor, la desigualdad de la superficie, el peligro de tostación y la utilización óptima del espacio. Estos factores son casi imposibles de evaluar, por lo tanto será la experiencia la que decida este espacio. El espaciado superior tope es usualmente de 1/4 a 1/2 pulgada y la sensibilidad al tostamiento es usualmente el factor determinante principal.⁽⁵⁾

8.4 BANDEJAS.

Además de las bandejas comúnmente usadas en el proceso de liofilización, que son de material sólido, hay otros tipos de bandejas, que han sido mejoradas para acelerar la velocidad de secado. Entre las más comunes tenemos:

8.4.1 Bandejas ahuecadas.

Son ampliamente usadas en el secado con transferencia de calor por radiación, para que la transferencia de vapor - se produzca por ambos lados del alimento. (Fig. 8.9). Su uso - está limitado para alimentos sólidos enteros o particulados, de manera que puedan mantenerse sobre las bandejas.

8.4.2 Bandejas aleteadas.

Son hechas de aluminio. Sus aletas mejoran grandemente la transferencia de calor hacia el producto, disminuyendo enormemente el ciclo de secado (Fig. 8.10). Se usan tanto para alimentos líquidos, como para sólidos particulados de tamaño li

mitado a la distancia entre aletas.

8.4.3 Bandejas con medios de raspado de la superficie seca del alimento.

En la Fig. 8.11 se muestra este tipo de bandeja que es usada de manera exclusiva para alimentos líquidos. Este tipo de bandeja es empleado en un sistema con transferencia de calor por radiación hacia el alimento congelado e involucra la remoción sucesiva de las finas capas de alimento seco para:

- Minimizar la transferencia de calor por conducción a través de la capa seca.
- Minimizar el tiempo de exposición de la superficie del alimento seco al calor de las placas.
- Incrementar la velocidad de sublimación efectiva, de modo que el tiempo total de sublimación sea reducido.

La operación de llenado referente a la Fig. 8.11 es:

El alimento líquido es abastecido vía los conductos 22 a las bandejas 36 hasta un nivel limitado por el agujero de salida 48. Una vez que el alimento está congelado, se procede a secar y cuando se forma una capa seca en la superficie 156 del alimento entra en funcionamiento una cuchilla raspadora 66, cuyo eje 70 atraviesa la bandeja 14 de derecha a izquierda. La capa seca es vaciada en el extremo abierto de la bandeja y receptionada por un colector. Así, una nueva frontera de hielo es expuesta al calor de las placas radiantes, evitándose la conducción a través de la capa seca. Luego el mecanismo eleva la cuchilla raspadora una leve distancia sobre el alimento para evitar el raspado de retor

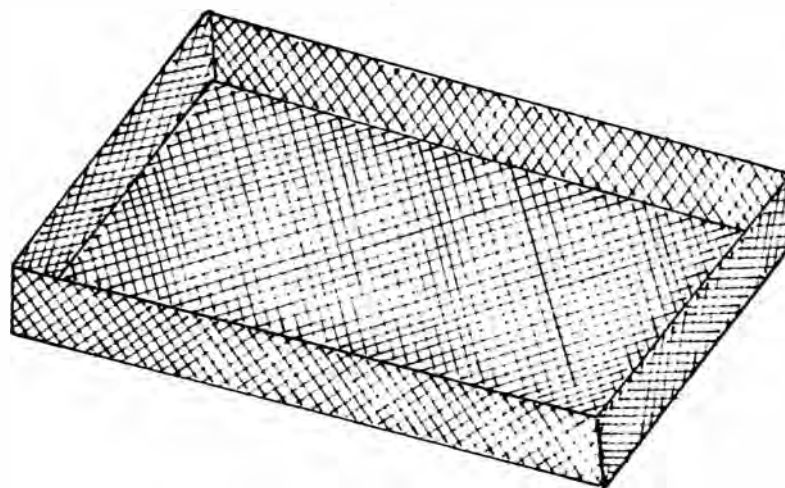


FIG. 8.9 BANDEJA AHUECADA

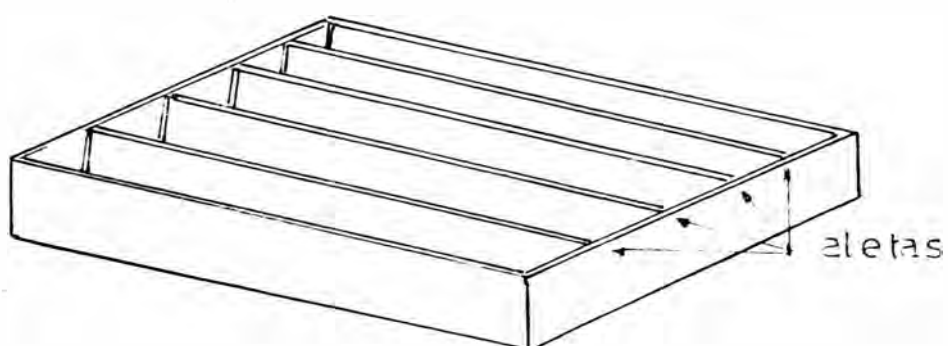


FIG. 8.10 BANDEJA CON ALETAS

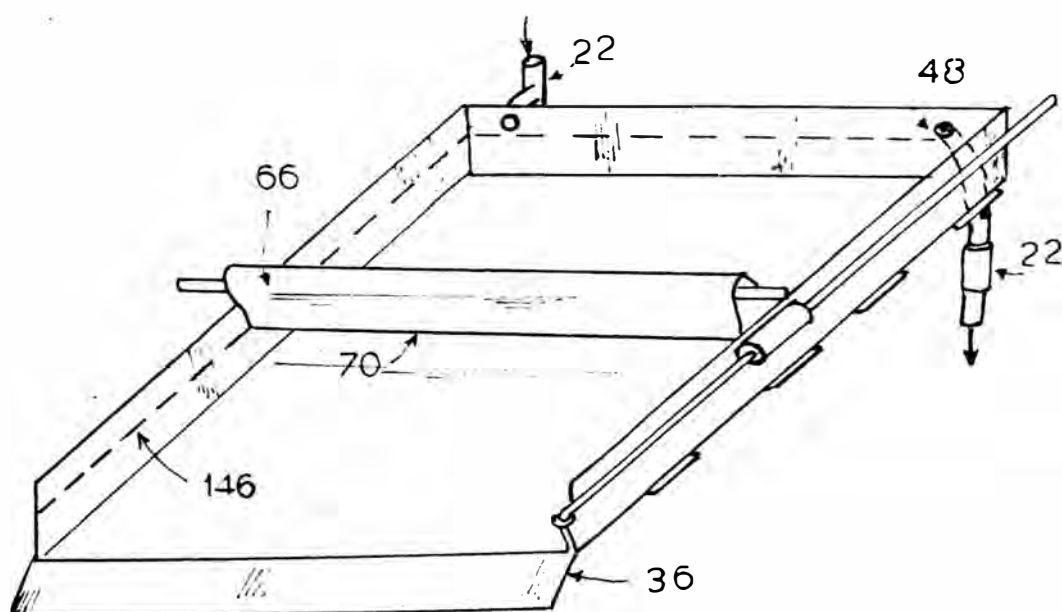


FIG. 8.11 Bandeja con medios de raspado de la superficie seca del producto.⁽⁵²⁾

no.

8.5 CONDENSADORES REFRIGERADOS.

Comúnmente, entre el 55% y 90% del peso del alimento cargado a un liofilizador es agua, que se expandirá por un factor de casi 10^7 del volumen inicial, en la sublimación. En consecuencia grandes volúmenes deben ser manejados, y el sistema del condensador es una de las partes más críticas y caras de un liofilizador.

El vapor de agua desublima como hielo en el condensador formándose una capa de hielo. Esta capa de hielo debe ser removida circulando un medio de calentamiento a través del condendador. Por lo tanto, un aspecto importante es la colocación y diseño de los condensadores refrigerados, para los cuales hay dos técnicas:

- Unidades de condensador externo conectadas a la cámara por medio de tuberías, o
- Unidades de condensador interno, localizadas adyacentes a las placas calientes (dentro de la cámara).^(5,42)

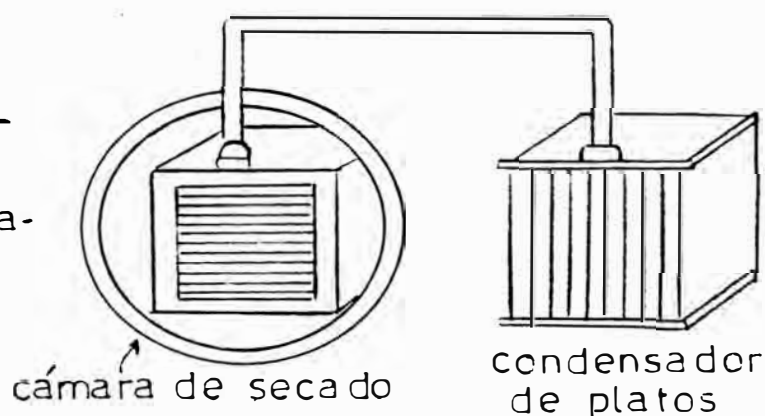
8.5.1 Condensador externo.

Las primeras plantas fueron diseñadas con unidades - de condensador de tipo externo. Se seleccionaban unidades comerciales ya fabricadas y se les conectaba a la cámara de secado con un distribuidor o colector (Ver Fig. 8.12).

En general cuando se usan condensadores refrigerados (con sistemas de vacío mecánico), usualmente están separados de las cámaras de secado. Los argumentos que favorecen esta separación son:

- a) Los condensadores externos pueden ser colocados en paralelo, permitiendo cambiar los condensadores - en cualquier momento durante el ciclo de secado.
- b) El condensador puede ser regenerado y aislado en la parte final del ciclo de secado, lográndose de este modo ahorros de tiempo en el inicio del sgte. ciclo.
- c) El condensador puede ser totalmente aislado en caso de producirse fugas del fluido refrigerante y ser inmediatamente reemplazado con una unidad contigua simplemente por medio de válvulas, proporcionando un factor de seguridad.
- d) Las pérdidas de calor desde las placas son reducidas, minimizando la cantidad de refrigeración.

FIG.8.12 Condensador de platos externo a la cámara de secado.⁽⁴²⁾



Entre las desventajas tenemos: es más caro y la distribución de las unidades es más complicada e inflexible, ya que el condensador debe ser conectado a la cámara de secado por una gran línea de transferencia de vapor y equipado con una válvula para permitir su aislamiento. La línea de transferencia de va -

por proporciona una caída adicional de presión (resistencia a la transferencia de masa externa) y esto significa que para una temperatura de refrigerante determinado, y para una carga de hielo específica, el condensador externo requerirá un área de transferencia mayor que los condensadores internos.^(5,42)

8.5.2 Condensador Interno.

Los condensadores internos están basados en un diseño modular. Cada cámara de vacío tiene su propio condensador diseñado para secar una carga definida de alimento en un ciclo de secado determinado.

Para darse cuenta de todas las ventajas del condensador de platos fríos localizado internamente, es necesario considerar las características del diseño modular:

- El módulo es removible y reemplazable con relativa facilidad e intercambiable para máxima economía.

- Tiene distribuidores integrales para el abastecimiento y descarga del fluido de refrigeración.

- Tiene un sistema de descongelamiento que funde una carga de hielo específica en un tiempo determinado.

- Tiene protectores totales de radiación (sistema baffle) contra las pérdidas por radiación directa desde las placas calientes hacia los platos del condensador (sin que esto signifique un bloqueo del camino libre de las moléculas de agua) y para minimizar las fugas de calor a través del casco de la cámara.

- Los platos del condensador están uniformemente espaciados para evitar la formación de suciedades en los anaqueles.

- El armazón para cada unidad permite una fácil limpieza.

pieza.

Si no se consideran las características del diseño modular las desventajas serían: mayor carga de refrigeración debido al peligro de fusión del hielo y humedecimiento del producto, mayores pérdidas de tiempo en la carga y descarga del alimento, etc.

Una unidad de condensador de diseño modular tiene las sgtes. ventajas sobre los condensadores externos a la cámara de secado:

- Camino más directo desde el alimento congelado hacia el condensador.
- Máxima utilización del espacio en las cámaras cilíndricas.
- No es necesario una cámara de vacío separada para el condensador.
- Más eficiente distribución, requiriendo menos espacio de piso.
- Las unidades pueden ser mantenidas casi tan fácilmente como los condensadores externos, pero sólo pueden ser regeneradas al final del ciclo de secado.
- No es necesario tuberías de conexión, ni válvulas desde la cámara de secado a los condensadores.
- Es menos la carga en el sistema de vacío.
- El espacio entre las placas calientes y los platos de los condensadores es diseñado para la más eficiente transferencia de calor y humedad.

Para ambos condensadores, tanto internos como externos es importante asegurar el acceso uniforme de vapor de agua a

todos los puntos de la superficie del condensador para evitar la distribución no uniforme de hielo.^(5,42)

8.5.3 Superficie de condensación.

La carga de refrigeración usualmente es máxima al comienzo del ciclo. En un sistema bien diseñado, hay una buena relación entre la presión de la cámara de secado y la presión de vapor de hielo a la temperatura del refrigerante.

En el diseño de la superficie real de condensación se usa una variedad de tuberías o platos. El área requerida se determina por lo general, por la carga total de agua de alimento y el espesor de la capa de hielo. Ya que estos factores varían ampliamente, la práctica común es dimensionar el área de condensación igual al área de los anaqueles de placas calientes es decir, en la relación de 1:1. La mayoría de los condensadores están probablemente sobrediseñados, pero este exceso no resulta antieconómico.

También es usada la relación del área de los anaqueles de placas calientes o condensadores de platos fríos al volumen de la cámara de vacío. La más alta relación en el mercado es de casi 2:1, esto es 2 pies² de placa de calentamiento o de platos fríos por pie³ de volumen.

Un procedimiento más satisfactorio sería diseñar los condensadores en la máxima velocidad de evolución de vapor desde el secador.⁽⁴²⁾

8.5.4 Descongelamiento del condensador.

En pequeñas instalaciones el condensador puede ser -

descongelado entre carga y descarga de la cámara de secado. En instalaciones grandes donde las operaciones de carga y descarga están mecanizadas, es ventajoso usar un condensador auxiliar, y el condensador principal se puede descongelar hacia el final del ciclo, preparándolo para el siguiente.

En la operación de descongelamiento, se admite vapor a presión atmosférica en la cámara, que entra en contacto directo con el hielo en el lado externo de los serpentines o platos. Con esta técnica se pueden remover 2000 lb. de hielo en 6 minutos. Pero en ciertos sistemas, se puede bombear gas caliente a través del condensador para aflojar el hielo, que es luego removido mecánicamente o manualmente.^(5,42)

8.6 SISTEMAS DE REFRIGERACION.

La importancia de la refrigeración en la liofilización es - mantener temperaturas muy bajas en la superficie de condensación para condensar el vapor de agua resultante de la sublimación del alimento congelado y evitar que dichos vapores se introduzcan en la bomba.

La capacidad de una máquina de refrigeración se expresa por su capacidad de producción de hielo en 24 horas, mediante una unidad denominada ton. Se dice que la capacidad de refrigeración de una máquina es de 1 ton, cuando es capaz de absorber en 24 horas el calor que se libera en la congelación de 1 tonelada de agua (2000 lb) a 0°C (32°F).

$$1 \text{ Ton} = 200 \text{ BTU/min} = 50600 \text{ Kcal/min} = 4.71 \text{ CV.}$$

Existen dos tipos de sistemas de refrigeración. Ambos tienen en común la obtención de una región fría por vaporización de

un fluido refrigerante en un evaporador a baja temperatura y presión. En ambos sistemas de refrigeración por compresión o por absorción son imprescindibles las siguientes operaciones:

- a) Evaporación del agente refrigerante.
- b) Extracción del vapor producido en el evaporador.
- c) Condensación del vapor.
- d) Devolución del líquido producido por la condensación a fin de ser nuevamente evaporado y repetir el ciclo.

8.6.1 Refrigeración por compresión de vapor.

En las Figs. 8.13 y 8.14 se muestra este sistema de refrigeración en el que se presentan los elementos indispensables que lo comprenden:

8.6.1.1 Evaporador.

Se encuentra instalado dentro del espacio-refrigerado. Constituye el dispositivo en cuyo interior el líquido refrigerante se convierte en vapor absorbiendo calor del ambiente a refrigerar.⁽⁹⁾

8.6.1.2 Condensador.

Donde el calor latente del gas es extraído y eliminado por el sistema de enfriamiento y, en consecuencia el agente refrigerante en estado de vapor vuelve al estado líquido.

8.6.1.3 Compresor.

Es una bomba cuya misión es extraer vapor - del evaporador y comprimirlo dentro del condensador. Su temperatura es elevada tal que pueda entregar el calor latente de vapo-

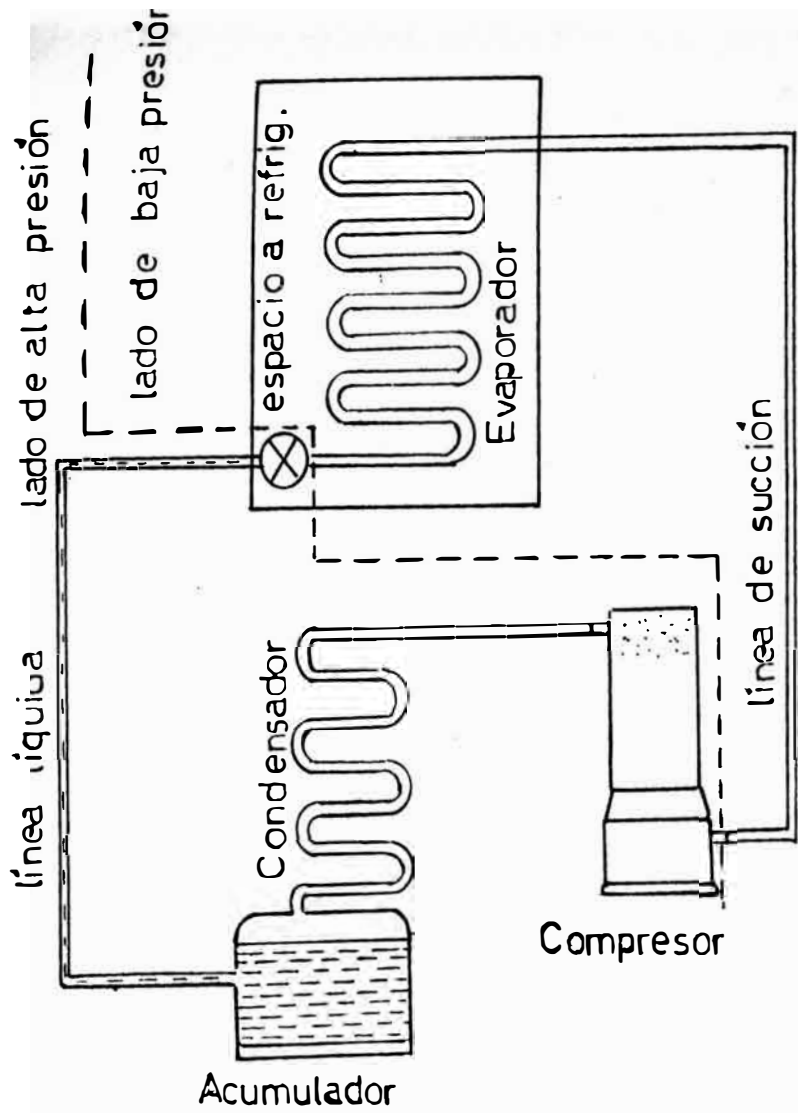


FIG. 8.13 REFRIGERACIÓN POR COMPRESIÓN DE VAPOR DE $\text{NH}_3^{(7)}$

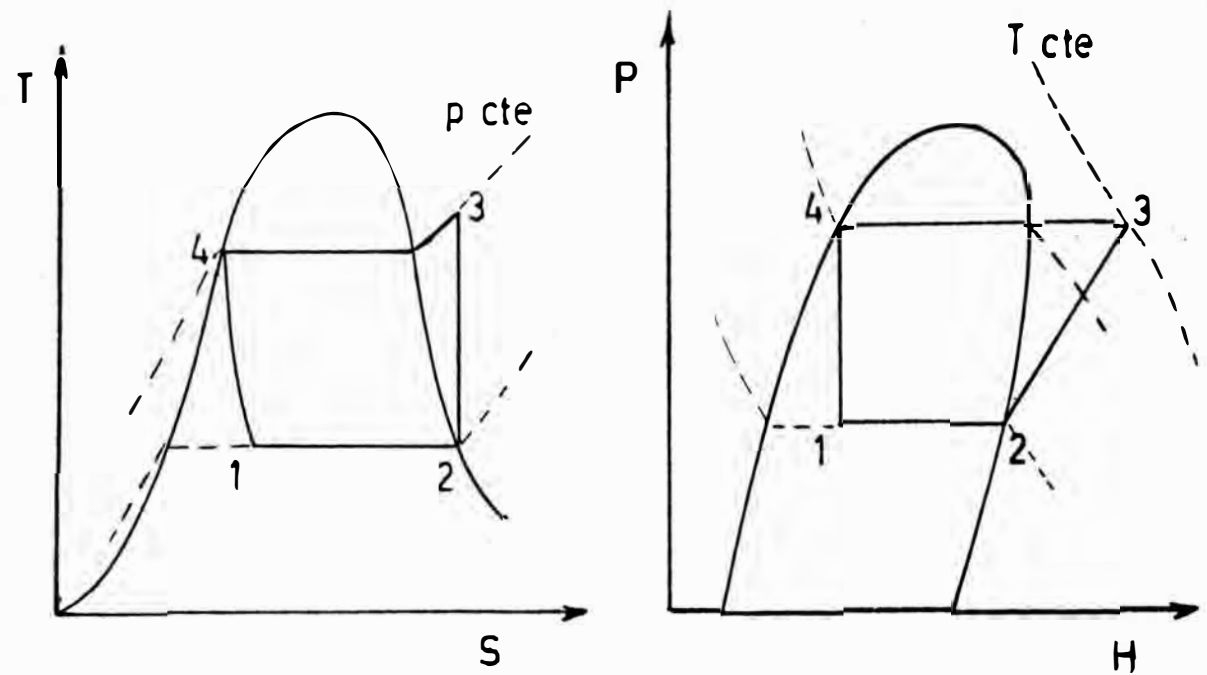
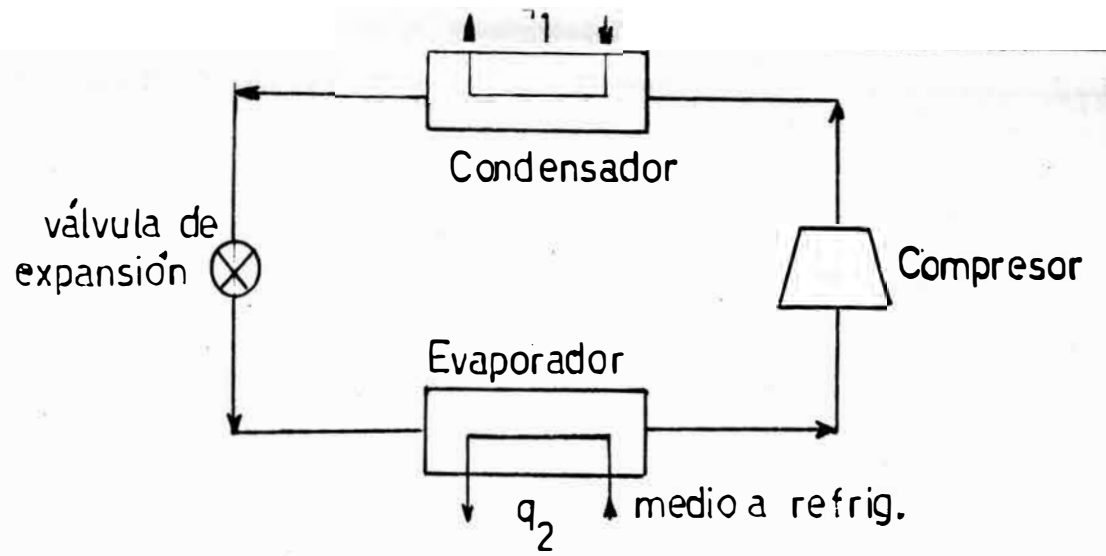


FIG. 8.14 DIAGRAMAS T-S Y P-H ⁽⁷⁾

rización absorbido en el evaporador. Requiere de un motor para su accionamiento que por lo general es eléctrico.⁽⁹⁾

8.6.1.4 Válvula de expansión.

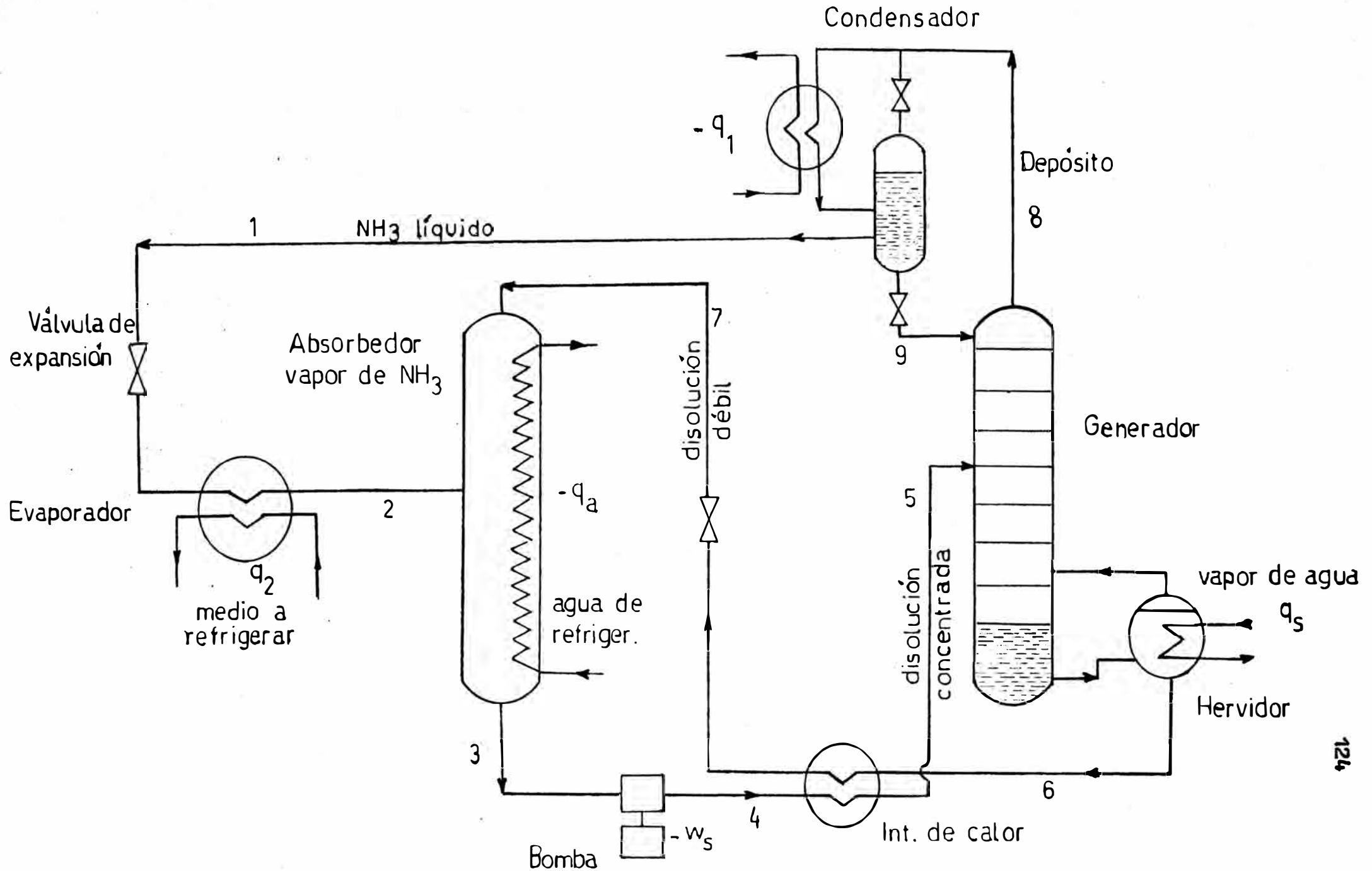
Esta válvula de control se encuentra en la entrada del evaporador. Es el dispositivo por medio del cual la presión del refrigerante líquido es reducida de modo que pueda iniciarse el proceso de absorción de calor en el evaporador. Mediante el ajuste de la válvula es posible mantener una presión definida de evaporación.

El ciclo de refrigeración de este sistema se puede explicar de la siguiente manera: La expansión del líquido refrigerante en la válvula de control hace disminuir la presión y temperatura en el interior del evaporador, produciéndose la evaporación del líquido refrigerante (debido a la absorción de calor) que produce el enfriamiento del espacio en el que se encuentra instalado el evaporador. El vapor succionado y comprimido por el compresor a un nivel térmico superior, entrega calor condensándose y obteniéndose nuevamente líquido refrigerante. Este líquido condensado por efecto de la presión es forzado dentro de un recipiente acumulador, y circula hacia la válvula de expansión que regula la cantidad de refrigerante que ingresa al evaporador repitiéndose el ciclo.⁽⁹⁾

8.6.2 Refrigeración por absorción.

El ciclo de refrigeración por absorción más difundido utiliza amoníaco como refrigerante y agua como absorbente. Las Figs. 8.15 y 8.16 muestran los diagramas de flujo de tal pro

FIG. 8.15 REFRIGERACIÓN POR ABSORCIÓN DE NH_3 ^(b)



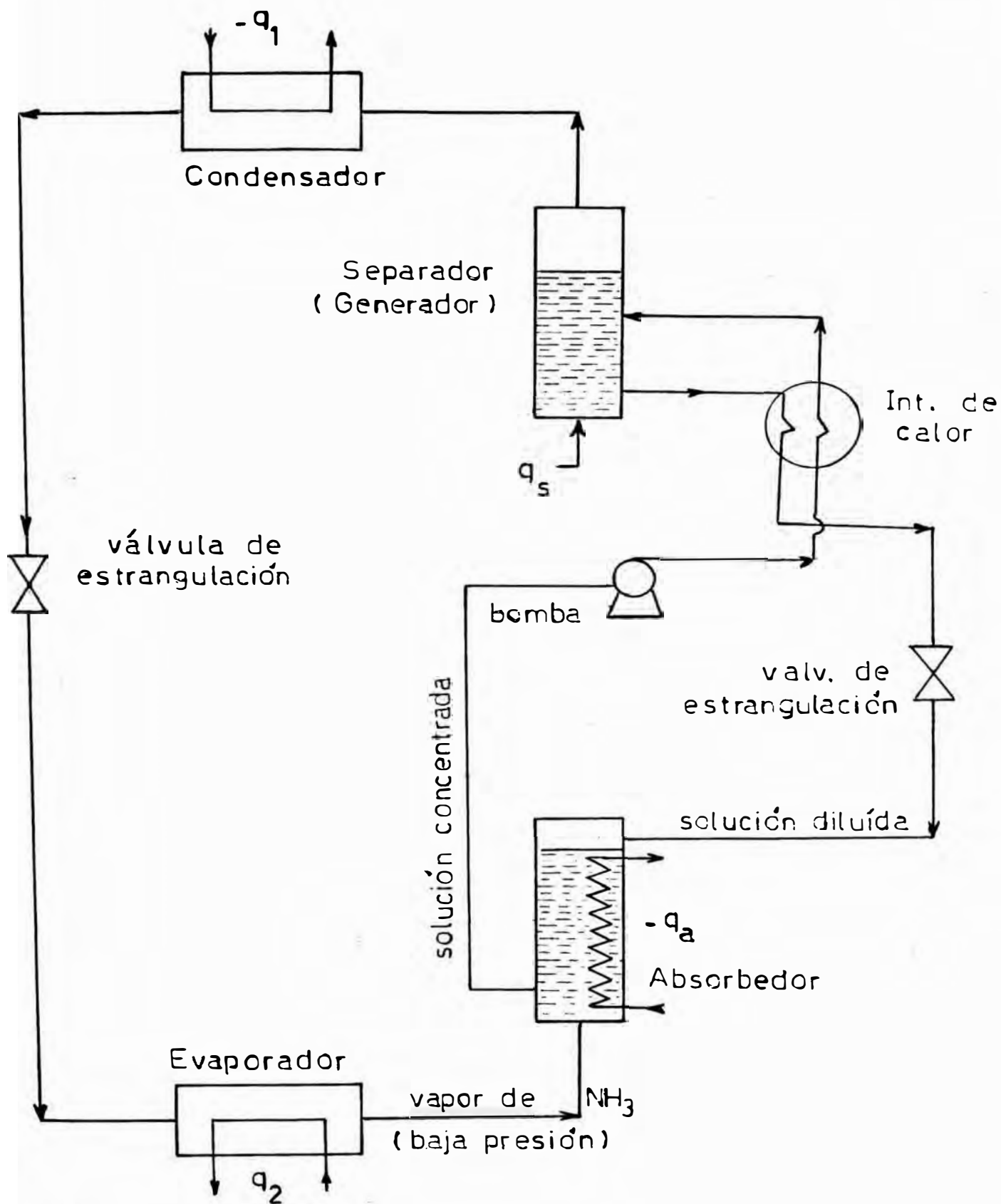


FIG. 8.16 SISTEMA DE REFRIGERACIÓN POR ABSORCIÓN⁽⁶⁾

ceso. En ambos diagramas el amoníaco líquido que procede del depósito (o condensador) se estrangula en una válvula de expansión donde se vaporiza parcialmente y pasa después al evaporador. El vapor de amoníaco pasa a un absorbedor donde es absorbido por una disolución débil de amoníaco. Con objeto de reducir la cantidad de esta disolución por unidad de amoníaco absorbido, es necesario enfriar el absorbente a una temperatura próxima a la del agua de refrigeración disponible y proporcionar una superficie intermedia de enfriamiento en el absorbente.

La disolución concentrada de amoníaco pasa por un cambiador de calor donde se calienta en contracorriente con la disolución débil, que después de enfriarse entra por la parte alta - del absorbedor. La disolución concentrada se suministra a una columna generadora y recibe calor de una fuente, con lo cual se evapora el amoníaco. Los vapores (en la Fig. 8.15) se condensan en la parte alta de la columna y una porción del mismo refluye, efectuándose una destilación fraccionada. Es evidente que el generador debe operar a una presión suficientemente alta para producir la condensación del amoníaco a la temperatura del agua de refrigeración disponible, mientras los vapores (en la Fig. 8.16) a presión y temperaturas altas ingresan al condensador, donde ceden su calor al agua de refrigeración. (9,20,61)

8.7 SISTEMAS DE CALENTAMIENTO.

Los sistemas de calentamiento pueden clasificarse en: sistemas de calentamiento convencional y eléctrico.

8.7.1 Sistemas de calentamiento convencional.

La principal innovación en los sistemas de calenta--

miento convencional por circulación de líquidos, es el uso de flúidos de transferencia de calor, diferentes al agua en la necesidad de lograr temperaturas de proceso más altas, para incrementar la velocidad de secado. Las propiedades más importantes para la elección de flúidos de transferencia de calor son:

- a) Conductividad térmica, capacidad de calor, que deben ser altas ya que afectan la velocidad de circulación requerida.
- b) Presión de vapor que idealmente debe ser baja, de modo que no sean necesarias placas de gran resistencia.
- c) Punto de fluidez o vaciado, que deberá ser bajo, particularmente si el congelamiento es realizado en la cámara de vacío.
- d) Viscosidad baja que significa caídas de presión más bajas y una selección más amplia de bombas y placas.
- e) Toxicidad, se deben evitar flúidos de extrema toxicidad debido a que pueden ocurrir fugas que no sean detectadas.

El método de calentamiento de estos flúidos es también importante, ya que temperaturas excesivas destruirán la estructura de muchos de los flúidos orgánicos y sintéticos. El intercambio de calor con vapor es seguro, ya que el líquido de transferencia de calor nunca excede la temperatura del vapor. Cuando existe un peligro de sedimentación parcial, debe tenerse cuidado en proteger las bombas de circulación con filtros convencionales.

Muchos de los flúidos de transferencia de calor orgánicos pueden ser oxidados a ácidos que son extremadamente corrosivos por lo tanto estos flúidos deben ser protegidos del aire con nitrógeno. Los aceites minerales parafínicos son posibles formadores de ácidos. Los aceites aromáticos no forman ácidos -

con facilidad, pero se sedimentan o engoman en presencia de aleaciones de cobre.

El agua tiene propiedades ideales como: alta capacidad calorífica, baja viscosidad, baja actividad corrosiva y ninguna toxicidad. Sus mayores deficiencias son: altas presiones de vapor y punto de congelamiento relativamente alto, que limita su uso a temperaturas entre 40 y 190 °F.

El agua sobrepresionada ha sido usada hasta 300°F requiriéndose de placas más resistentes de lo normal y teniendo cuidado en proporcionar una presión de succión suficiente a la bomba de circulación. Las placas de acero inoxidable son compatibles con el agua sobrepresionada ya que presiones más altas de 100 psi (325°F) pueden ser usadas, siendo el deterioro por corrosión mínimo.

El vapor de condensación es un buen medio de transferencia de calor, ya que las velocidades de transferencia de calor son altas (el vapor de condensación tiene coeficientes pelliculares mayores de 1000 BTU/hr ft² °F, comparados con valores de 100 a 200 para la circulación de líquidos) y la temperatura es regulada convenientemente por control de presión. Para el uso de vapor a temperaturas debajo de 212°F es necesario hacer un vacío en el sistema. Según algunos investigadores la mezcla aire-vapor hace el mismo trabajo. Ambos, vapor a alta presión y en vacío pueden ser usados en el mismo arreglo de calentamiento, dando un amplio rango de temperaturas de operación. También ~~agua~~ de enfriamiento puede circular en el mismo sistema para disminuir la temperatura de las placas al final del secado. (5,42)

8.7.2 Sistemas de Calentamiento Eléctrico.

El calentamiento eléctrico es otro medio de proporcionar energía de sublimación. En realidad es una fuente de energía flexible adaptable a muchas condiciones ambientales diferentes y a productos variados. En general hay tres tipos de sistemas de calentamiento eléctrico: inducción, dieléctrico y microondas. Es te último es el único tipo de calentamiento eléctrico factible de usarse en plantas de liofilización.^(5,42)

8.8 MATERIALES DE CONSTRUCCION.

Los aceros dulces al carbono son los metales más usados para la cámara de secado, la cámara del condensador y para las placas; a veces se revisten las cámaras de secado con esmalte epoxi o revestimientos similares. Se usan aceros inoxidable, mayormente 316 o 304 para la construcción de paredes en diseños particulares y en algunas unidades para productos farmacéuticos.

En la construcción de placas se usa: acero al carbono, acero inoxidable y aluminio. Las placas de acero al carbono son las más baratas y usadas; así también son las más pesadas y soportan presiones bajas (normalmente 50 psi para servicio de vacío). Esto es perfectamente satisfactorio para la mayoría de los líquidos de transferencia de calor, pero no es apropiado para agua so brepresionada o vapor. Las placas de acero inoxidable soportan presiones mucho más altas y se usan satisfactoriamente para los medios de transferencia de calor usados comúnmente. Con sistemas de vapor en vacío o agua sobrepresionada, las placas de acero inoxidable son usadas casi exclusivamente, debido tanto a su resistencia a la presión como a la corrosión. Las cualidades an

ticorrosivas del aluminio pueden resultar económicas a pesar de sus altos costos iniciales, debido a que se evitan posibles paradas del proceso para la reconstitución de las superficies corroídas.

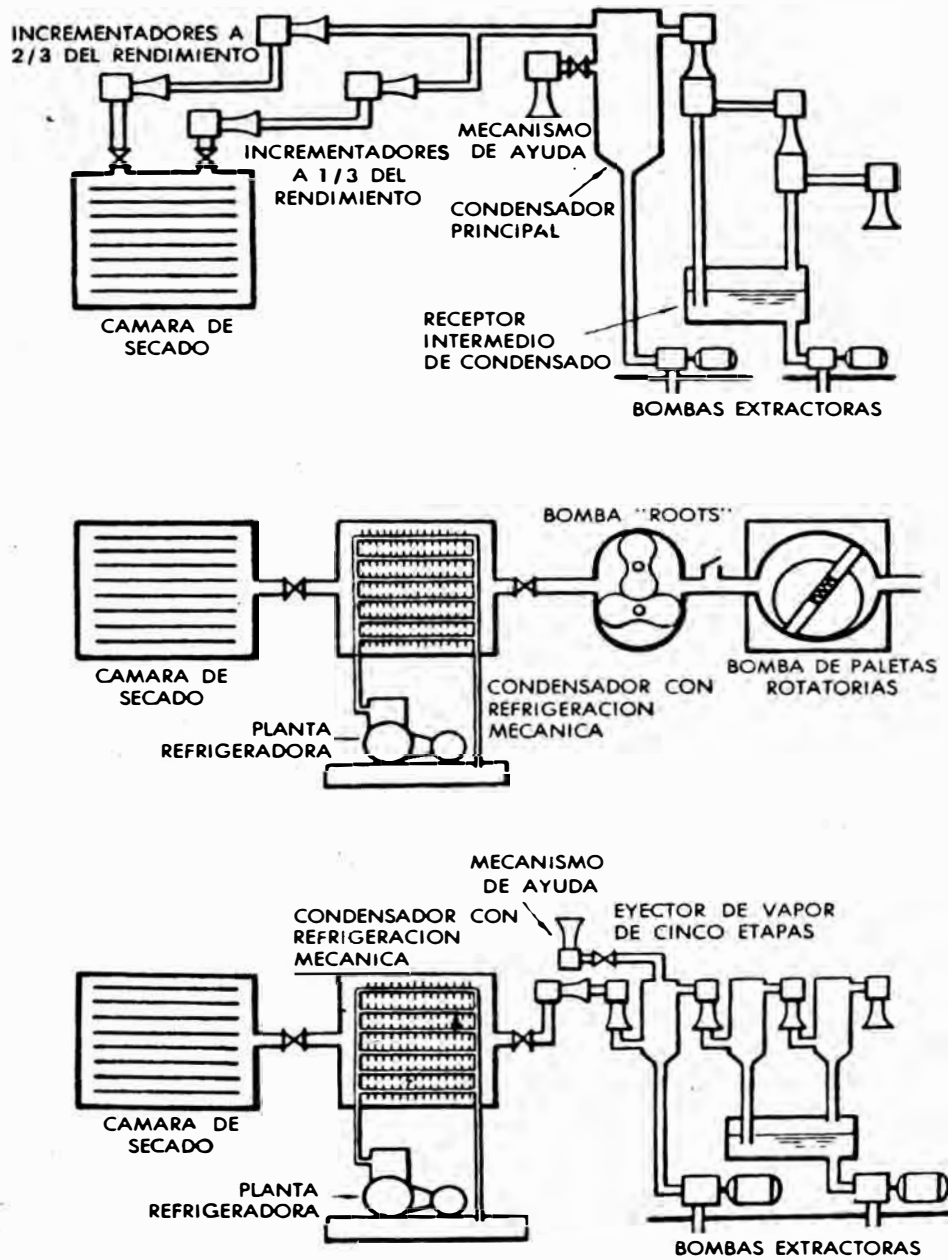
Las bandejas ya sean sólidas o perforadas, son casi exclusivamente de aluminio debido a su resistencia a la corrosión, peso ligero, facilidad de fabricación, alta conductividad térmica comparada con la de acero inoxidable y costo relativamente bajo. Las bandejas ribeteadas son hechas de aluminio por proceso de extrusión y son usualmente anodizadas, para incrementar la emisividad y la protección contra la corrosión; la ventaja es casi insignificante ya que cualquier aluminio tiene una emisividad de 0.9 o más. A veces también las placas son ennegrecidas para incrementar la emisividad.⁽⁵⁾

8.9 SISTEMAS DE EVACUACION.

Hay esencialmente dos tipos de sistemas de evacuación: condensadores refrigerados con bombas mecánicas y eyectores de vapor de múltiples etapas. Entre otras alternativas tenemos los eyectores de vapor con condensadores refrigerados, absorción y adsorción. Los tres últimos son bastante raros para usos de vacío comerciales. Ver Fig. 8.17.

8.9.1 Bombas mecánicas y condensadores refrigerados.

En este sistema, los vapores del alimento son condensados y congelados en un condensador refrigerado y los no condensables son removidos por un sistema de bombas mecánicas. Es el sistema más usado, ya que parece ser el más flexible, el que re-



Cortesía de Columbine Press, Gran Bretaña, y A/S Atlas, Dinamarca

FIG. 8.17 SISTEMAS DE EVACUACION: Eyectores de vapor y Bombas mecánicas - condensador refrigerado.⁽⁵⁶⁾

quiere menos espacio y permite la operación del sistema a cualquier nivel de presión elegido por un simple ajuste de la válvula de expansión. Es el más apropiado si el proceso requiere muy bajas presiones. Un factor importante en los costos de operación es el costo local de electricidad.

El tamaño de la bomba de vacío depende del tamaño de la cámara y el tiempo permitido para la evacuación (a fin de evitar la fusión del alimento congelado al inicio de la liofilización). Una amplia variedad de bombas de vacío o varias combinaciones pueden ser usadas. La selección apropiada depende de la distribución del sistema, así como de los requerimientos teóricos. Si el tiempo de secado es bastante grande, se usan combinaciones de bombas (rotatorias de aire y reforzadoras), para disminuir el costo. Para cámaras múltiples de secado se tiene una gran bomba mecánica, que se usa para hacer vacío en todas las cámaras, siendo necesaria sólo una pequeña bomba durante el ciclo para remover los no condensables, que se han podido filtrar hacia la cámara.

Los filtros en la entrada de la bomba evitan la entrada de sólidos u objetos extraños, durante un período de para o un ciclo de mantenimiento. Durante los períodos normales de operación, se pueden remover estos filtros para minimizar la resistencia de las líneas de tuberías. Las uniones para la expansión de tuberías cerca de la entrada de las bombas son recomendadas para minimizar las vibraciones de la bomba hacia el sistema de tuberías. Sin embargo, es posible diseñar un sistema de tuberías sin uniones de expansión. Los cimientos de las bombas y los cojinetes para prevenir la vibración son también útiles en la instalación adecuada de las bombas de vacío.^(5,42)

8.9.2 Eyectores de vapor.

Los eyectores de vapor al igual que las bombas mecánicas mantienen el vacío en las cámaras de secado, pero tienen la ventaja de comprimir el vapor de agua de los alimentos y condensarlo.

Su principal desventaja radica en el hecho que operan a una velocidad de bombeo determinada, es decir son diseñados para una presión de operación específica. Como deben ser lo suficientemente grandes para manejar la carga de vapor del alimento al comienzo del ciclo de secado, y ya que esta carga va disminuyendo en el transcurso del secado, se estaría desperdiciando el uso de vapor de agua por el subempleo del eyector. Esta es la razón por la cual los costos de operación son más altos que los de sistemas refrigerados, a menos que exista un arreglo paralelo de unidades de menor capacidad. No resulta económico el uso de eyectores de vapor para presiones de operación debajo de 750 micras de mercurio.

Por otro lado, la construcción de eyectores es relativamente simple, son baratos de construir y como son diseñados para cargas constantes son adecuados para el secado continuo o semicontinuo, donde la carga de vapor en cualquier punto es relativamente constante.

Un método comúnmente usado para adaptar eyectores de vapor más eficientemente a las variaciones de los ciclos de secado es, dividir la carga de vapor entre varios eyectores paralelos que se van poniendo en funcionamiento, dependiendo de la carga de vapor en el transcurso del secado. El costo es mayor para varias

unidades pequeñas que para unas cuantas grandes, pero hay un ahorro en el consumo de vapor. Usando un arreglo de varios eyectores, el sistema de evacuación puede ser igualado a la curva de secado tan exactamente como se desee. Ver Fig. 8.18.

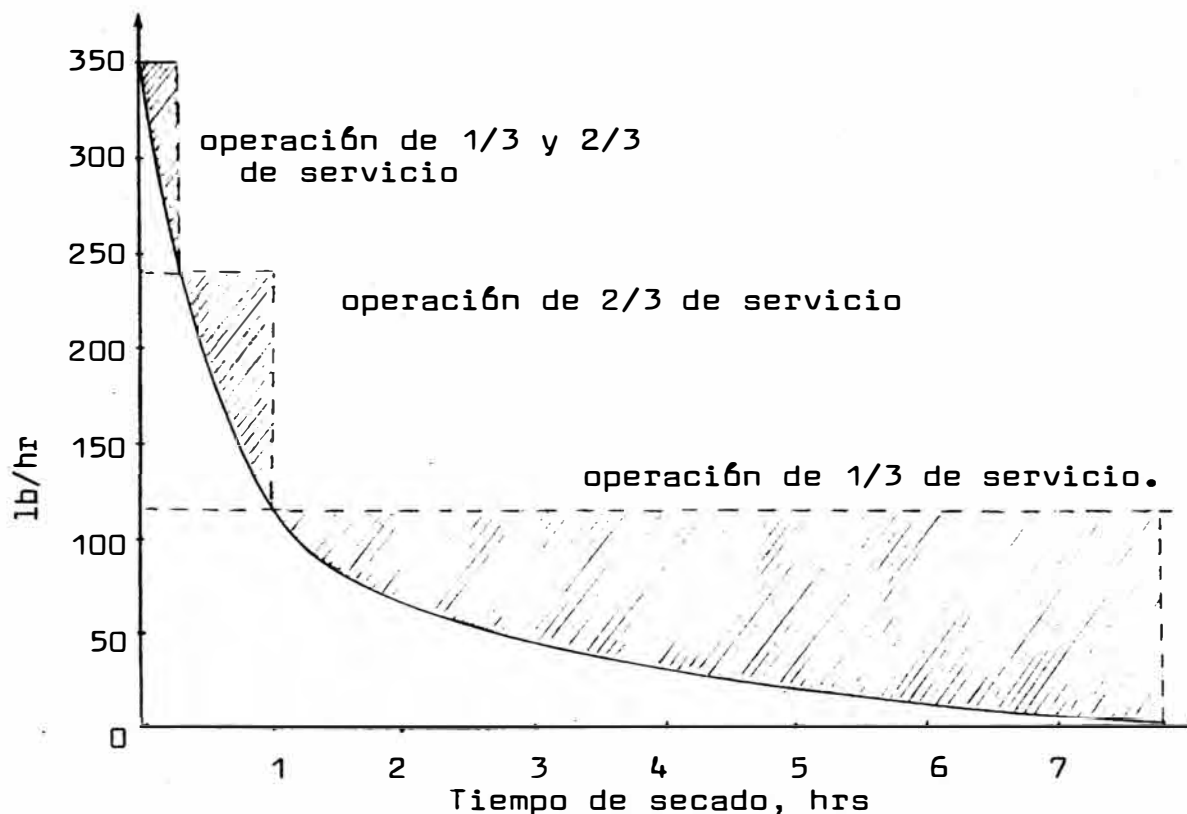


FIG. 8.18 CURVA DE SECADO que muestra el desperdicio de vapor por el uso de eyectores.⁽²⁾

8.9.2.1 Sistemas de eyectores de múltiples etapas-doble servicio.

Un sistema de este tipo es mostrado en la Fig. 8.19. Consiste principalmente de dos eyectores de vapor en paralelo, uno de los cuales contribuye con 2/3 del servicio y el otro con 1/3, los que comprimen los vapores desde 1 hasta 30 mmHg condensándolos en un condensador.

El condensador es evacuado por un sistema de tres eyectores de vapor en serie, que comprimen los gases no condensables desde 30 mmHg hasta la presión atmosférica. Un eyector de vapor (Booster) disminuye el período de evacuación inicial.

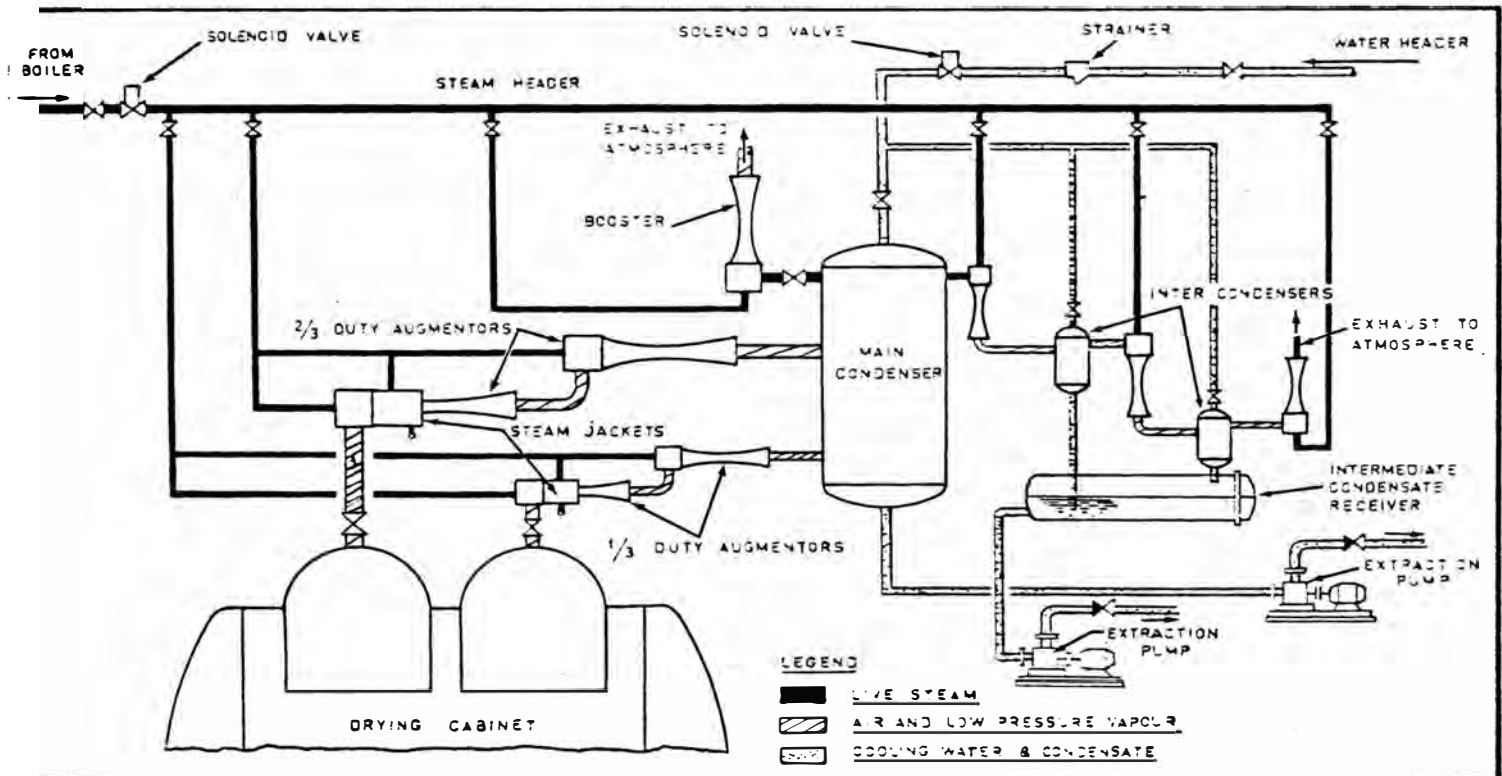


FIG. 8.19 SISTEMA DE EYECTORES EN PARALELO (54)

Como trabaja este sistema.- Teniendo la cámara cargada y las puertas cerradas, todos los eyectores incluyendo el Booster son puestos en funcionamiento. Cuando la presión ha bajado a 100 mmHg (lo que demora unos 2 minutos) el booster es desconectado. Un vacío final de 1 mmHg se alcanza en 2 a 3 minutos, iniciándose luego el calentamiento y la evaporación. Al cabo de 1 hora, la velocidad de evaporación ha disminuído lo suficiente, para que el sistema eyector de 1/3 de servicio sea detenido y el secado continúe durante aproximadamente 2 horas, con el

sistema de eyector de 2/3 de servicio. Luego el sistema de 1/3 de servicio vuelve a ponerse en funcionamiento y el sistema de 2/3 de servicio es desconectado durante el resto del ciclo. Con este método de operación se alcanza una economía considerable en el uso de vapor y consumo de agua. (2,5,54)

8.9.2.2 Arreglo óptimo de los eyectores de vapor.

Cuando se emplean las unidades de 1/3 y 2/3 de servicio se opera con máxima eficiencia en sólo tres puntos de la curva de secado (Fig. 8.18. ejm. 2/3, 1/3 y el total de servicio). Bajo estas condiciones las áreas achuradas sobre la curva representan el vapor desperdiciado en todo el ciclo. En la práctica este desperdicio puede ser reducido regulando el abastecimiento de vapor a los eyectores. Adicionando unidades paralelas de dos etapas al sistema y los respectivos servicios rearrreglados, es posible alcanzar un ciclo de secado más económico. Incrementando el número de eyectores se incrementan los costos iniciales del sistema de evacuación. Un número más alto de puntos de operación incrementa las dificultades del control físico, pero se ha encontrado que el uso de eyectores escalonados en las relaciones 1/7, 2/7, 4/7 del servicio total sería un arreglo práctico en grandes instalaciones. Esto permite siete puntos de operación y reduce a casi 50% el desperdicio de vapor encontrado con el arreglo de 2/3, 1/3.

8.9.2.3 Eficiencia de los eyectores.

Cualquiera sea el arreglo de eyectores, el uso de vapor debe mantenerse al mínimo. La eficiencia de los -

eyectores varía ampliamente, lográndose relaciones vapor de agua de la planta/vapor de agua producido por los alimentos tan bajas como 4:1, sin embargo eficiencias más altas están relacionadas con costos iniciales más altos.

La cantidad de trabajo realizado por los eyectores dependerá de la relación de compresión requerida, que depende de la diferencia de presiones de la cámara y del condensador. La relación de vapor de agua usada/vapor producido por el alimento a una temperatura determinada de agua de enfriamiento representa un rendimiento global y no indica la eficiencia absoluta del eyector por estar también considerada la eficiencia del condensador. (2,9,54)

8.9.2.4 Agua.

El agua de enfriamiento puede venir de cañerías, ríos, pozos, lagos o mar. Una fuente natural sería la elección obvia, ya que únicamente los costos de bombeo serían considerados. Si se va a usar cañerías de agua, una torre de enfriamiento es necesaria, porque el agua puede ser re-usada, ya que el consumo de agua corriente en las tuberías tendría un costo prohibitivo en la mayoría de los casos.

8.9.3 Elección entre eyectores de vapor y condensadores-refrigerados-bombas mecánicas.

La correcta elección del equipo de evacuación es de mucha importancia y depende de las condiciones de trabajo, disponibilidad y costos de los servicios principales de la planta.

Los eyectores de vapor generalmente son de bajo cos--

to de instalación, pero de alto costo de operación, debido a los grandes volúmenes de vapor de agua usados, a menos que se disponga de abundante vapor y agua de enfriamiento. El sistema bomba-mecánica-condensadores refrigerados es de alto costo inicial, pero generalmente está justificado por su bajo costo de operación. Los costos anuales de operación vs. los costos iniciales deben ser factores determinantes en la elección del sistema de evacuación.

8.9.4 Adsorbentes y absorbentes.

Los sistemas adsorbentes y absorbentes son generalmente caros para operaciones en pequeña escala. Los adsorbentes han sido usados para secar gases en experimentos de liofilización atmosférica (Woodward, 1961). Rest (1960) propuso un sistema en el que el vapor de agua de la cámara de secado es absorbido por un líquido de baja volatibilidad. El líquido absorbedor es extraído por una bomba mecánica de vacío. La ventaja principal es que el líquido absorbente puede ser removido y regenerado fuera del sistema de secado. Esto eliminaría la necesidad de paradas periódicas para deshielar los condensadores y sería ventajoso en una operación verdaderamente continua. En la actualidad este sistema de evacuación no es usado a nivel industrial.⁽²⁷⁾

8.10 SISTEMAS DE CONTROL.

La instrumentación cumple un rol importante en el control de calidad del producto. Hay dos variables de proceso principales que pueden ser controladas en un equipo de liofilización convencional:

- La temperatura de la placa y,

- La presión de la cámara.

En un equipo de liofilización acelerada (AFD) la distancia o presión entre placas es controlada por sistemas hidráulicos - convencionales.

En unidades con circulación de fluidos de calentamiento, la temperatura de la placa con el tiempo es controlada por una mezcla proporcional de fluidos calientes y fríos en respuesta a las mediciones de temperatura (por termocupla o neumática). Los controles de encendido y apagado también son usados pero son de menor exactitud.

Las temperaturas del fluido de transferencia de calor pueden ser controladas por termómetros que mandan una señal de aire hacia el controlador. Usando termocuplas, el punto de control puede ser la temperatura del alimento, la temperatura del fluido, la temperatura de la superficie de la placa, etc. (Fig. 8.20). Las termocuplas o mejor aún, los elementos de resistencia pueden ser rearrreglados para que una señal de temperatura promedio sea alimentada al controlador, manteniendo la temperatura del sistema a un valor seguro.

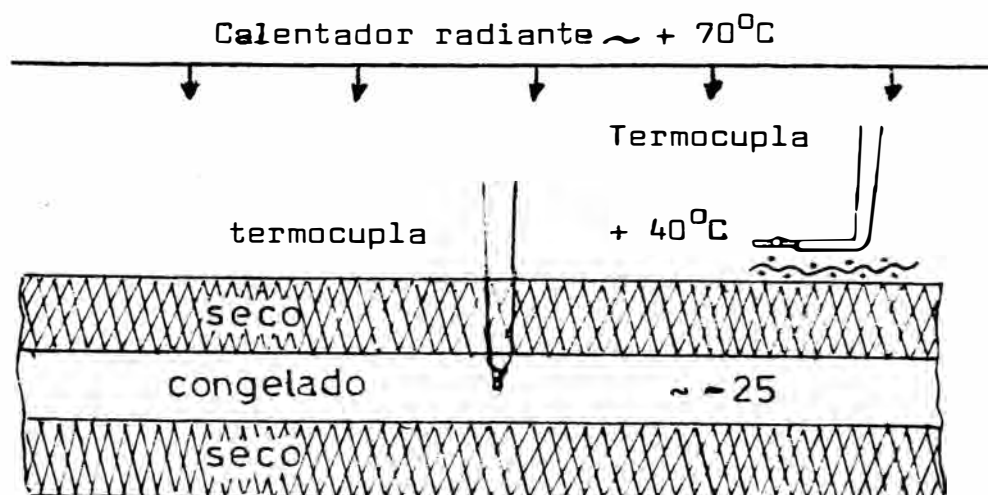


FIG. 8.20 CONTROL DE TEMPERATURAS POR TERMOCUPLAS.⁽⁵⁷⁾

Como los varios tipos de termómetros (termocuplas, resistencia térmica y otros) dan lecturas de temperaturas promedios dentro del alimento, son inadecuadas cuando el control es crítico. Dos métodos han sido desarrollados para los sistemas en que el calor es transferido a través de la masa congelada, o en sistemas de calentamiento radiante que están limitados por transferencia de vapor.⁽⁵⁷⁾

8.10.1 Control de temperatura por conductividad eléctrica.

Ver Fig. 8.21. El método de Rey para detectar la temperatura eutéctica ha sido adoptado para controlar el grado de calentamiento hasta un valor máximo, en el que se mantenga el estado congelado. Cuando la temperatura eutéctica es alcanzada, un cambio repentino en la conductividad térmica indica un punto de peligro, requiriéndose de un sistema de calentamiento que responda rápidamente para evitar sobrepasar el límite. Tal respuesta podría ser alcanzada controlando la presión de entrada del fluido de calentamiento. En el caso de que exista un contacto térmico lo suficientemente bueno entre el producto y la placa, de modo que su diferencia de temperaturas sea ligera, la interrupción o disminución del calentamiento produce una inmediata caída de la temperatura del producto debido a la sublimación.⁽⁵⁷⁾

8.10.2 Controlador barométrico.

Ver Fig. 8.22. Neumann⁽⁵⁷⁾ encontró un medio para determinar las temperaturas interfaciales durante la liofilización, aislando la cámara de secado del condensador a intervalos de tiempo. Si no hay entradas de aire hacia la cámara, la presión debido a la evolución de vapor se eleva rápidamente hasta -

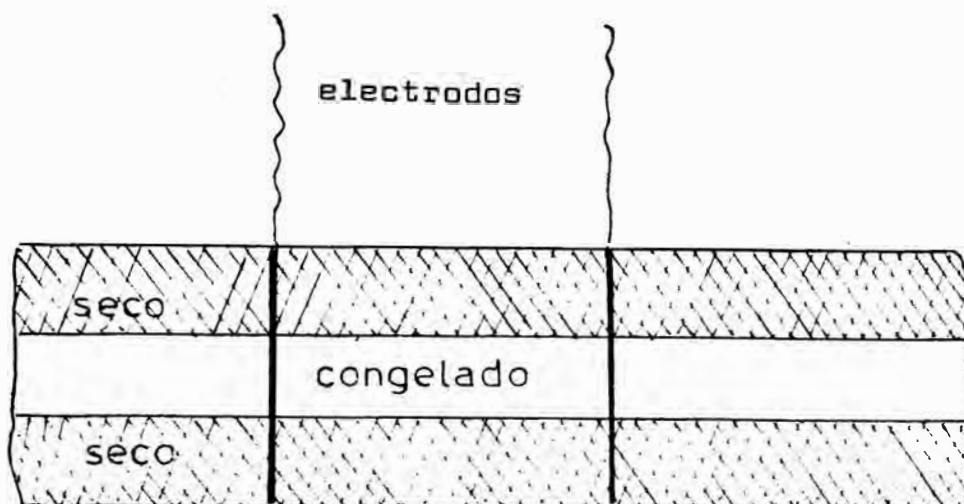


FIG. 8.21 CONTROL DE TEMPERATURA POR RESISTENCIA ELECTRICA.⁽⁵⁷⁾

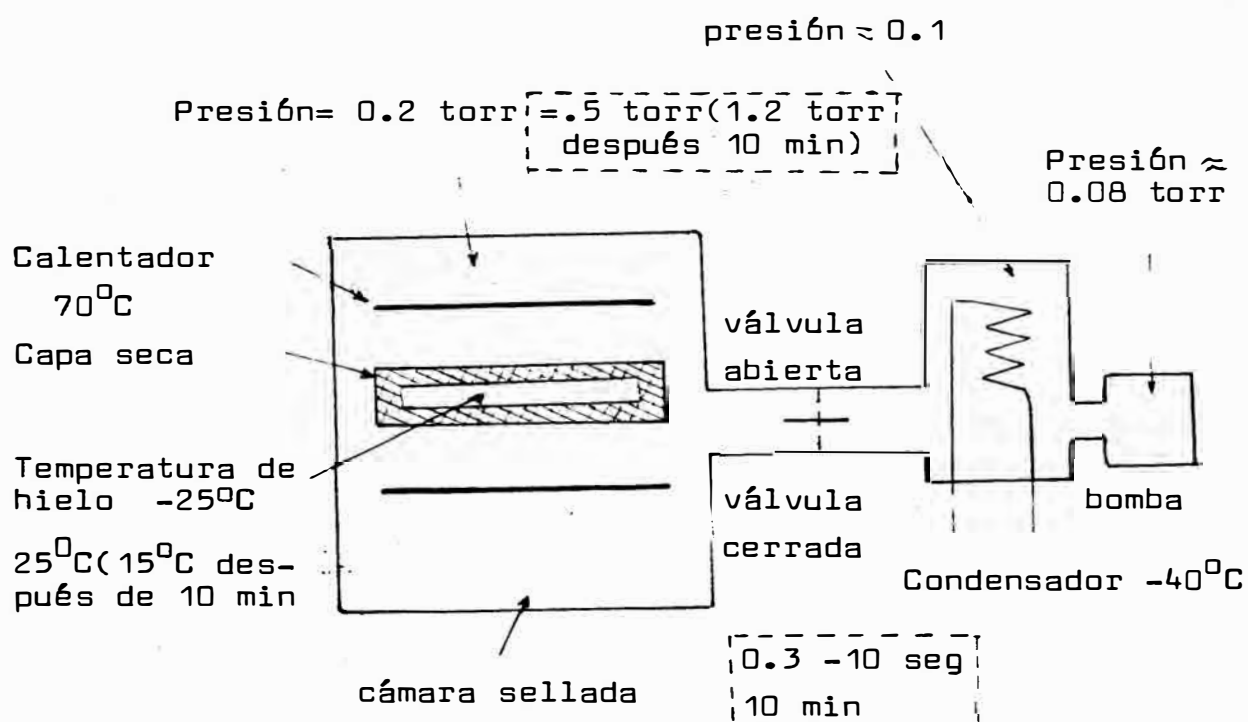


FIG. 8.22 CONTROL DE TEMPERATURA POR EL METODO BAROMETRICO. Lo encerrado en líneas punteadas indica las condiciones-- después de cerrar la válvula entre la cámara de secado y el condensador. La superior indica (temperatura o presión equivalente) cuando la válvula a sido cerrada durante 0.3 a 10 seg. La inferior indicá la condición cuando la válvula a sido cerrada durante 10 - minutos.⁽⁵⁷⁾

alcanzar la presión de saturación a la temperatura interfásica promedio, luego la presión se eleva más lentamente debido al incremento en la temperatura interfásica del alimento (que continúa recibiendo calor), y la sublimación rápidamente cesa.

En las etapas iniciales de secado, una lectura debe ser tomada después de 5 segundos de aislamiento. Sin embargo cuando el secado prosigue, el vapor evoluciona más lentamente, y el tiempo de aislamiento debe ser incrementado. Este método puede ser usado para controlar la velocidad de calentamiento.⁽⁵⁷⁾

8.10.3 Control de la presión-uso de manómetros.

La presión, por lo general no es controlada en la liofilización comercial, pero en algunas unidades experimentales hay sistemas de control de la presión de la cámara, para estudiar los efectos de esta variable en el proceso. En un sistema que usa condensadores refrigerados (bombas mecánicas), la presión de la cámara es controlada generalmente por una válvula mariposa entre la cámara y los condensadores.

La medición de la presión en los sistemas de liofilización, puede ser compleja si se requiere de un alto grado de exactitud. Leck⁽⁵⁷⁾ (1957) presentó una discusión detallada de los métodos para la medición de presión en sistemas de vacío, entre los que tenemos:

- Manómetro McCleod con una cámara de adsorción.
- Alfatrón.
- Manómetro Pirani o termocupla.
- Manómetro Bourdon.

El manómetro McCleod estándar es inexacto para ga-

ses condensables. Flosdorf intentó superar este problema insertando un sólido adsorbente, para remover el vapor de agua. Flosdorf cree que el manómetro entonces mide únicamente la presión parcial del gas inerte.

El manómetro Bourdon probablemente mide las presiones totales y la composición del gas debe ser conocida para interpretar las lecturas de los manómetros Pirani y Alfatrón.

En la industria o laboratorio, se elige un tipo de manómetro como estándar y la experiencia se realiza alrededor de la lectura de este aparato. En casi todos los casos las presiones de operación son lo suficientemente bajas (0.5 a 1.0 torr), que no importan errores en la exactitud absoluta con tal que el instrumento sea preciso.

8.11 OTROS FACTORES A CONSIDERAR.

Mientras que las diversas divisiones en una planta de lioflización dependen del diseño de la cámara de vacío y sus auxiliares, se debe además considerar otros factores. Por ejm. un cuarto frío de grado cero para la recepción de los productos congelados y cargado en los anaquelés tipo carretilla, y un cuarto seco para el ampacado del producto final.

El cuarto donde está instalado la cámara de secado con sus pañeles de control debe estar limitado a las operaciones del proceso, evitándose la instalación de máquinas grandes que deben estar en un cuarto de máquinas.

Las paredes del cuarto frío y del cuarto seco deben ser modificables para la adecuación de nuevas temperaturas y humedades. La expansión de la planta se debe considerar en la planificación.

CAPITULO IX

METODOS DE PROCESO NO CONVENCIONALES

En este capítulo se hace un resumen de métodos de proceso - diferentes al convencional (por conducción y radiación), que han sido desarrollados con el fin de reducir los costos, acelerar la velocidad de secado y/o mejorar la calidad de los alimentos liofilizados.

9.1 LIOFILIZACION ATMOSFERICA.

Este método se desarrolló con el fin de evitar el uso de sistemas de vacío, y sólo es posible si los gases circundantes están lo suficientemente fríos.

9.1.1 Liofilización atmosférica con calor abastecido por convección.

Charm⁽⁶⁾ (1963) asumió que la "liofilización a presión atmosférica es similar al secado convencional por aire" y cumple con la siguiente ecuación:

$$dw/dt = k_g A (H_s - H_a) = h A (T_a - T_s)/\lambda$$

donde:

dw/dt = peso de agua removida por unidad de tiempo (velocidad de secado inicial).

H_a = humedad del aire.

H_s = humedad saturada del aire a la temperatura de la superficie.

k_g = coeficiente de transferencia de masa.

h = coeficiente de transferencia de calor.

- A = área de transferencia.
 T_a = temperatura del aire.
 T_s = temperatura de la superficie de hielo.
 λ = calor latente de sublimación.

9.1.2 Liofilización atmosférica con calor radiante.

Teóricamente es posible disminuir el tiempo de secado aplicando calor radiante al alimento. En este caso no se considera la variación de k_g o h efectivo en el transcurso del secado, siendo la ecuación de la velocidad inicial de secado:

$$\frac{dw}{dt} = \frac{h A (T_a - T_s) + \epsilon h_r A (T_w - T_s)}{\lambda} - k_g A (H_s - H_a)$$

donde:

- ϵ = emisividad del alimento.
 h_r = coeficiente de transferencia de calor por radiación.
 T_w = temperatura de la placa radiante.

Lewis y Mateles⁽⁶⁾ estudiaron la posibilidad de la liofilización atmosférica de alimentos sólidos, como: espárragos, zanahorias, guisantes y pollo. En la liofilización de zanahoria en rodajas, hubo poca diferencia en la velocidad inicial de secado con temperaturas de aire de 24, 28, y 140°F. Sin embargo, luego se produjo una disminución rápida de la velocidad en las corridas a las dos temperaturas más bajas, de modo que los tiempos requeridos para secar hasta el 90% de humedad fueron 65, 45 y 25 horas respectivamente. Los productos liofilizados fueron superiores a los alimentos similares secados con aire a temperaturas más altas.

9.1.3 Liofilización atmosférica por solventes.

El costo del secado por solventes no resulta elevado si se recupera el solvente y se regenera el desecante; sin embargo, los prolongados tiempos de secado limitan su uso a casos donde otros métodos de liofilización no son satisfactorios.⁽³⁹⁾

Procedimiento de las pruebas-resultados.

Las pruebas se realizaron en el equipo mostrado en la Fig. 9.1. Las muestras dentro de tubos de prueba conteniendo un solvente (alcohol etílico o éter etílico), con o sin desecante (sílica gel), se colocaron en un frasco Dewar. En el proceso de secado el hielo del alimento previamente congelado por inmersión en el solvente, se disuelve gradualmente en éste, siendo absorbido por el desecante.

Se determinaron las velocidades relativas de secado a temperatura ambiente y a -75°C , con o sin desecante. El secado fue más rápido a temperatura ambiente que a -75°C ; fue más rápido con éter que con alcohol a cualquier temperatura y la extracción de humedad fue mayor en presencia de un desecante (Ver Tabla 9.1). La agitación del material y los contenidos bajos de humedad inicial aceleran la velocidad de secado.

La liofilización por solventes puede usarse en un proceso de secado de dos etapas, donde el alimento es primero liofilizado a vacío a casi el 10% de humedad y luego por el método de extracción por solventes a bajas temperaturas se extrae la humedad residual. La remoción de esta humedad residual por liofilización convencional implicaría calentar el alimento hasta casi -

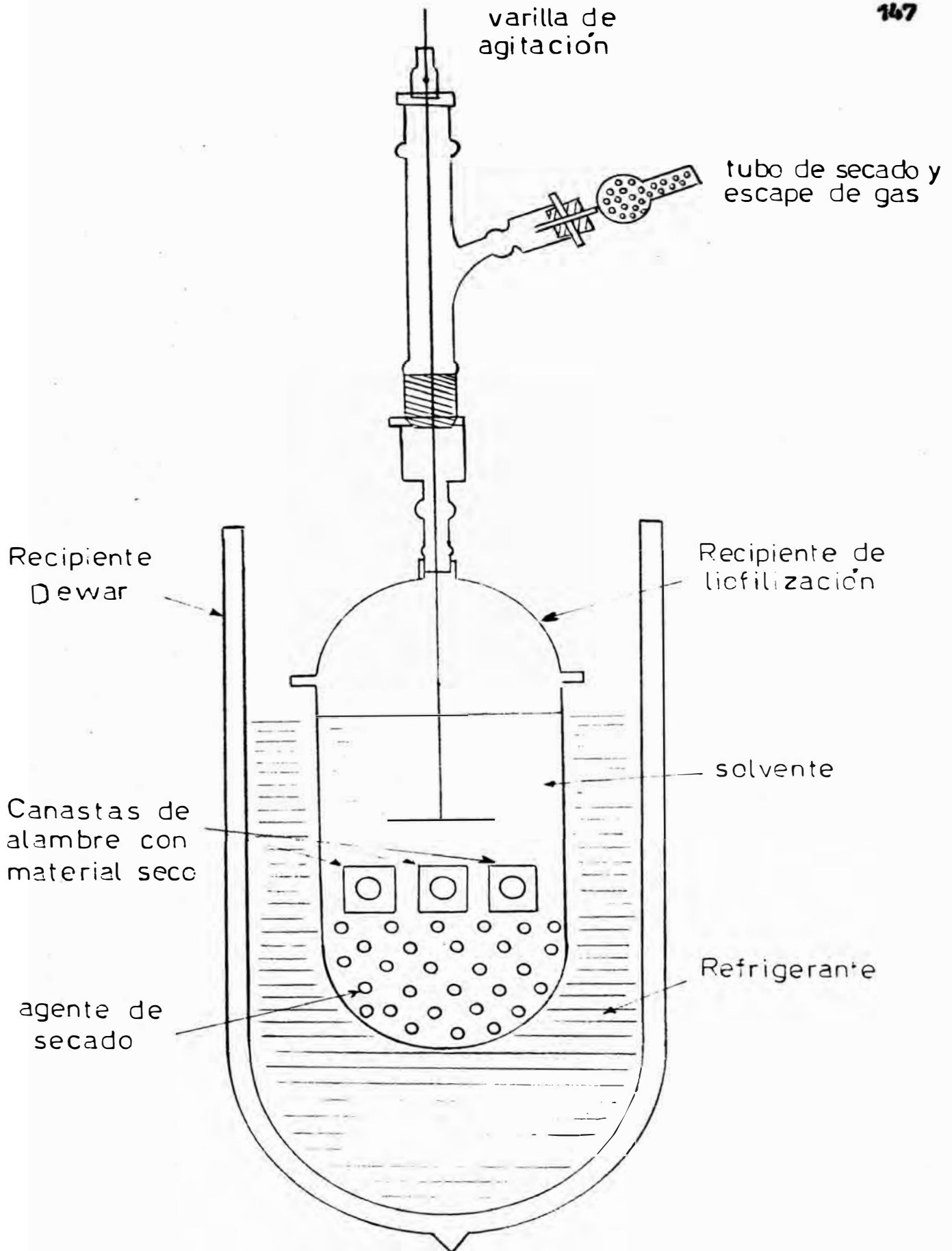


FIG. 9.1 UNIDAD DE LABORATORIO DE UN LIOFILIZADOR ATMOSFERICA POR SOLVENTES. El producto congelado se disuelve en éter etílico a -75°C y la humedad resultante es adsorbida por un desecante.⁽³⁹⁾

la temperatura ambiente, produciéndose la pérdida de volátiles y la alteración de la estructura o rehidratación. Durante el secado por solventes se pueden incorporar aditivos como nutrientes, antioxidantes, películas protectoras comestibles, etc. para mejorar la calidad del producto.

Tabla 9.1

Influencia del tipo de solvente en la velocidad de secado

Solvente	tiempo de secado, días	% de pérdida de humedad T ^o amb. (25 ^o C)	hielo seco (-75 ^o C)
alcohol absoluto	3	80.5	18.5
alcohol absoluto	6	89.5	59.0
éter etílico	3	100.0	48.5
éter etílico	6	100.0	80.1

Influencia del desecante en la velocidad de secado a -75^oC usando éter etílico como solvente

Tiempo de secado horas	% de extracción de humedad con desecante	sin desecante
13	44.3	33.9
26	63.5	52.7
39	66.6	52.5

9.1.4 Liofilización sin vacío-por transporte.

Sólo los alimentos de poco contenido de azúcar pueden ser liofilizados por este método, ya que alimentos de alto contenido de azúcar requieren de muy bajas temperaturas para evitar el encogimiento, siendo los tiempos de secado muy largos. Qotra limitación es la dimensión del alimento que debe ser menor - de 1/4 pulgada.

La temperatura es la variable de operación más importante, mientras que la velocidad de flujo del gas casi no afecta el tiempo de secado. Considerando el consumo de energía, la ope

ración continua del equipo y la calidad del alimento, se puede lograr un producto de calidad a más bajo costo que con la liofilización convencional a vacío.⁽⁶⁴⁾

Funcionamiento del equipo.

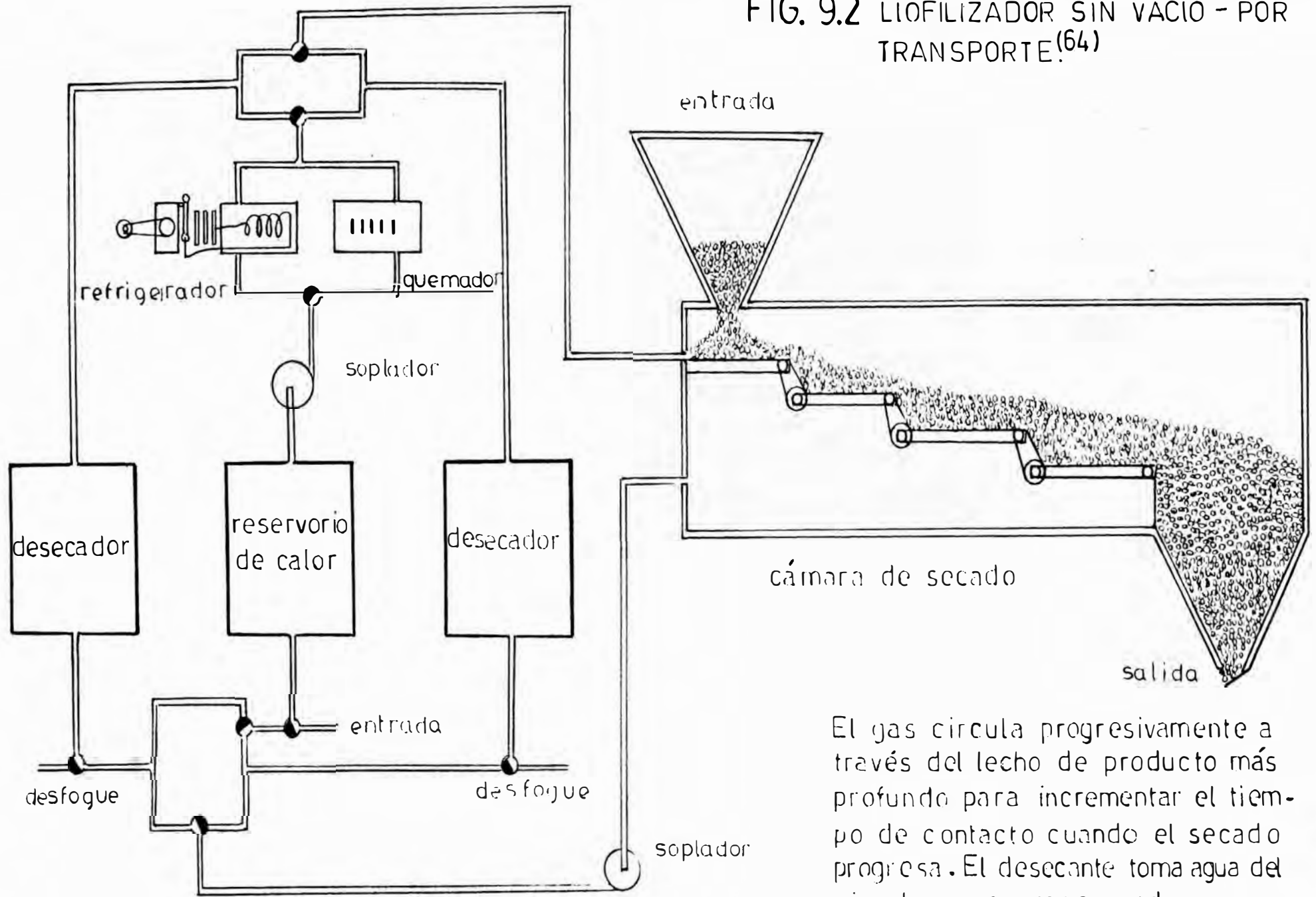
En la Fig. 9.2 se muestra el equipo experimental que consta de una cámara de secado, un reservorio de calor, dos sopla-dores, una unidad de refrigeración, un calentador, y un sistema-de transporte. El proceso se divide en dos partes: secado y re-generación de los desecadores.

El gas seco ingresa a la cámara de secado sobre los-transportadores y pasa a través del lecho del alimento. La pro-fundidad del lecho se incrementa a medida que el flujo avanza - desde la entrada hasta la salida del alimento. Esto se logra me-diante una cascada de transportadores, en la que cada banda se - mueve más lentamente que la anterior, teniendo en cuenta que la-velocidad de secado decrece a medida que transcurre el secado. El gas que transporta la humedad ingresa a la cámara desecadora- donde es absorbida la humedad y recuperado el calor de sublima- ción que pierde el gas en el secador. Cuando un desecador llega a saturarse, debe ser regenerado mientras el otro está en opera- ción. Cada desecador contiene alúmina activada que debe ser re- generada después de unas 100 horas de operación.⁽⁶⁴⁾

9.2 LIOFILIZACION ACELERADA-AFD (Acceleration Freeze-Drying).

Este método fue desarrollado para acelerar la velocidad de- liofilización por conducción. Las placas de calentamiento son - accionadas por gatas hidráulicas que pueden aplicar presión (has

FIG. 9.2 LIOFILIZADOR SIN VACÍO - POR TRANSPORTE.⁽⁶⁴⁾



El gas circula progresivamente a través del lecho de producto más profundo para incrementar el tiempo de contacto cuando el secado progresa. El desecante toma agua del aire, luego es regenerado.

ta unos 8 psi dependiendo del alimento) para lograr un contacto térmico uniforme con las superficies inferior y superior de cada capa de alimento. Ver Figs. 8.5 y 9.3.

9.2.1 Ciclo de secado.

Asumiendo una sola cabina que es operada con un sistema de vacío (eyector de vapor de cuatro etapas), el ciclo de secado será como sigue:

El alimento es extendido sobre las bandejas en capas uniformes usando mallas de metal expandido. Las bandejas cargadas en un enrejado son colocadas en una unidad de congelamiento por corriente de aire. Cuando el alimento es congelado a casi -20°C (-4°F), las bandejas son sacadas del congelador y colocadas sobre las placas de la cámara.

Se hace una rápida evacuación de aire de la cámara para evitar el descongelamiento. Cuando la presión de la cámara es menor que la presión de vapor del hielo, se inicia la sublimación y la temperatura del alimento cae rápidamente a casi -30°C (-22°F). Se hace presión entre las placas, que va en aumento en el transcurso del secado. Para elevar la temperatura de las placas, se circula vapor de agua y se mantiene a 140°C durante 30 minutos y para enfriarlas se usa un intercambiador de calor o se inyecta agua fría directamente en el circuito de calentamiento. El secado termina cuando el alimento está a la misma temperatura que las placas de calentamiento. Ver Fig. 9.4.

9.3 LIOFILIZACION POR MICROONDAS.

En el calentamiento por microondas, la energía se disipa se

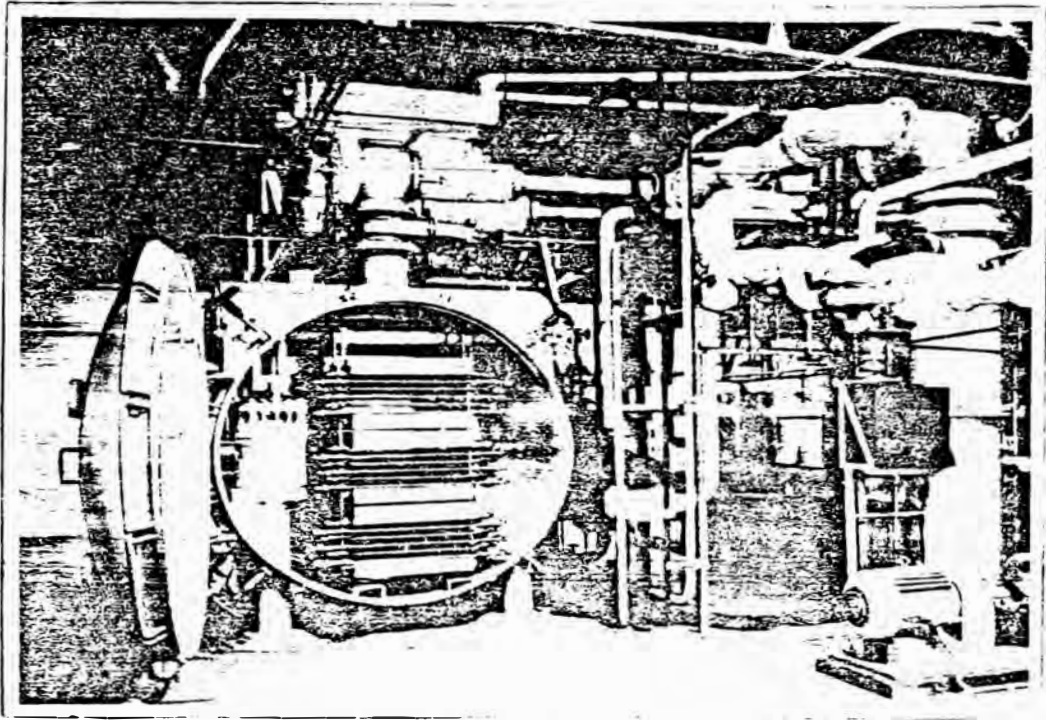


FIG. 9.3 EQUIPO DE LIOFILIZACIÓN ACELERADA (AFD)
Cortesía de ATLAS Copenhagen, Dinamarca.⁽⁵⁾

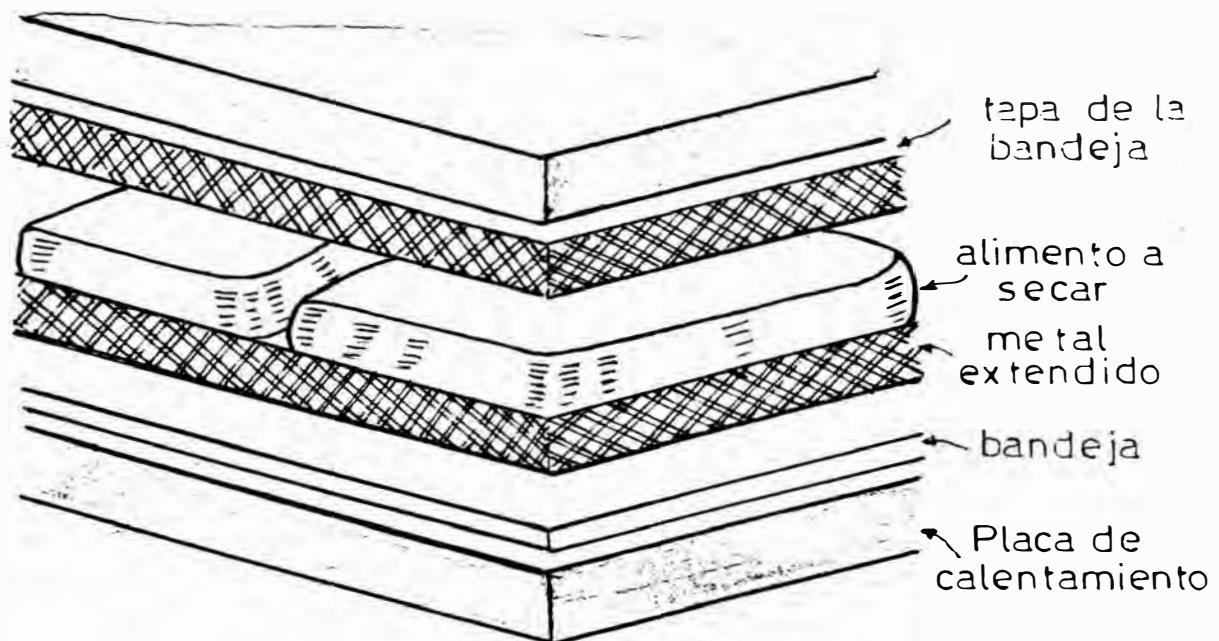


FIG. 9.4 EL VAPOR ESCAPA fácilmente a través del metal extendido que separa las placas de calentamiento del alimento. Esto acelera la liofilización.⁽¹²⁾

lectivamente en sustancias de alta constante dieléctrica (alto-factor de pérdida). Teniendo el agua de los alimentos un alto-factor de pérdida el calor será absorbido directamente por el agua del alimento evitándose la conducción de calor a través de la capa seca.

La liofilización por microondas ha sido considerada porque:

- Disminuye el tiempo de proceso, incrementando el rendimiento de la cámara.
- Se pueden procesar alimentos gruesos y delgados con igual facilidad sin considerar sus formas.
- Es selectiva para el hielo, de modo que el producto seca a la temperatura más baja.

El desarrollo de generadores de alta frecuencia con costo razonable y vida más larga de operación ha hecho que este método resulte un éxito en el secado de alimentos.

9.3.1 Comparación entre la liofilización convencional y la liofilización por microondas.

En la liofilización convencional, la sublimación ocurre espontáneamente cuando la presión de la cámara es reducida, pero se acelera grandemente si se abastece calor al alimento congelado. Inicialmente el calor abastecido por conducción o radiación no deshiela el alimento, ni tiene mucho efecto sobre la temperatura de la capa seca del alimento. Pero cuando la frontera de hielo retrocede, el efecto de enfriamiento por sublimación se reduce y la capa seca eleva su temperatura. Este método es lento debido a que el calor debe atravesar la capa seca del alimento.

A diferencia de esto, la energía de microondas es absorbida directamente por el hielo. Así, el secado puede ser llevvado a cabo en muy poco tiempo, mientras que la capa seca exterior del alimento permanece fría. Numerosos productos han sido liofilizados por microondas, inclusive alimentos bastante gruessos.

Una ventaja del proceso de microondas es que permite el uso eficiente del espacio de la cámara ya que no se requieren placas de calentamiento. Las bandejas usadas son de plástico, que no absorben energía de microondas. Debido a la naturaleza de la penetración de la energía, el alimento puede ser colocado al azar en las bandejas. En los secadores convencionales, el alimento debe ser colocado uniformemente sobre las bandejas para evitar el calentamiento desigual. Los liofilizadores convencionales pueden ser convertidos a liofilizadores de microondas sustituyendo por bandejas de plástico los anaqueles de metal. En la Fig. 9.5 se muestra un liofilizador experimental.⁽⁷⁾

9.3.2 Disminución de los costos de secado.

Para reducir el costo de energía se puede usar la liofilización por microondas en combinación con la liofilización convencional por radiación: la liofilización convencional para remover del 60 - 80 % de humedad del alimento durante las primeras horas del proceso (donde la sublimación es rápida) y la liofilización por microondas, para remover el resto de la humedad, cuya extracción sería demasiado lenta usando liofilización convencional. El uso de estos dos métodos hace más corto el ciclo

de secado y probablemente menos caro que usando uno de ellos.

Este sistema de energía dual ofrece mayores ventajas económicas debido a:

- Mayor rendimiento del equipo ya que pueden hacerse más corridas al día.
- Se requiere menos energía de microondas, ya que se usa solamente para remover los últimos porcentajes de humedad.^(7,5)

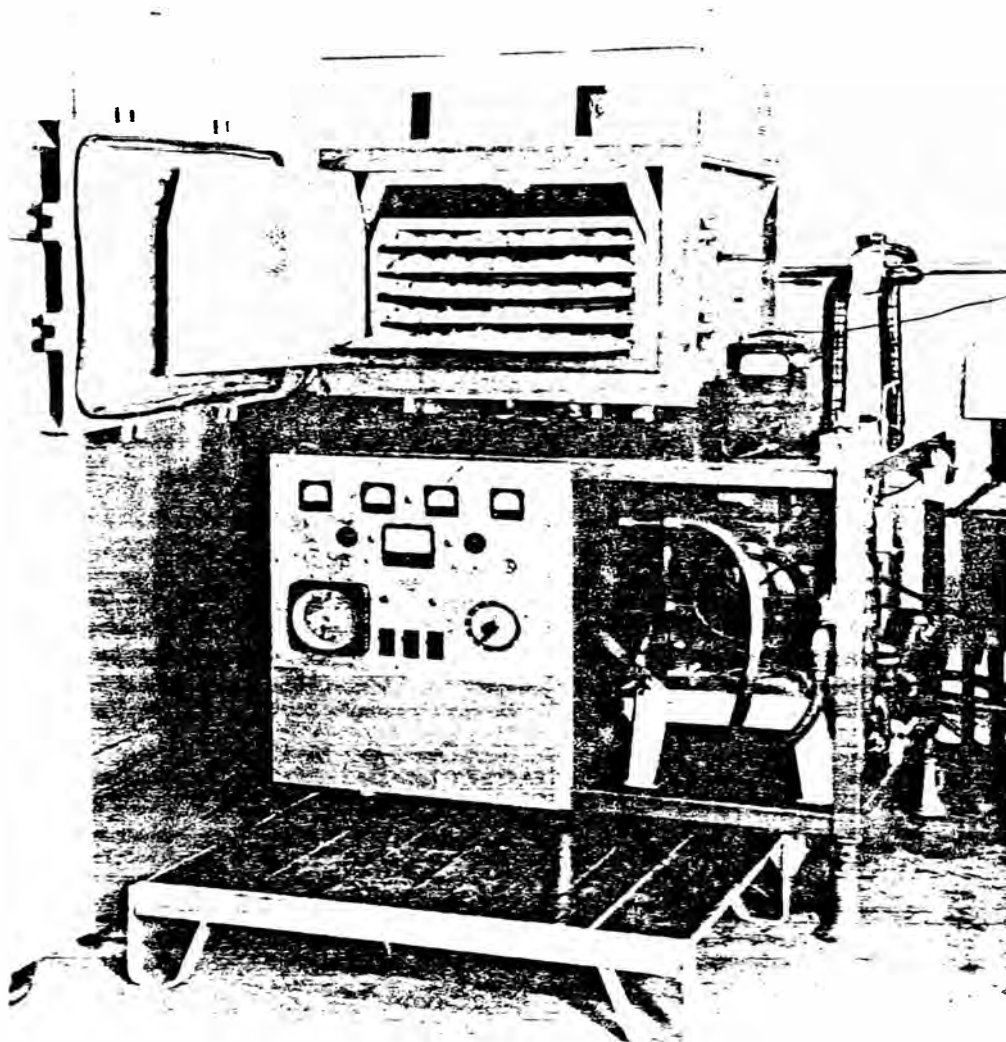


FIG. 9.5 LIOFILIZADOR EXPERIMENTAL DE MICROONDAS.⁽⁵⁾

9.3.3 Problemas de proceso.

- Ionización, la energía de microondas puede producir una descarga luminiscente dentro de la capa seca, causando la decoloración y deterioro del sabor. Se ha desarrollado un sistema de control Ref. 51) para percibir la descarga luminiscente y poder reducir la entrada de energía de microondas a un nivel de potencia que evite fundir el alimento congelado. Ver Fig. 9.6.
- Bajo factor de pérdida para el hielo, por lo que la energía de microondas es disipada casi íntegramente al agua ligada o no-congelable en el alimento.
- Calentamiento desigual, las piezas del alimento más grandes - contienen una relación más grande volumen a superficie de agua y desde luego alcanzarán una temperatura del centro más alta - durante el calentamiento. También el factor de pérdida incrementa la temperatura más alta, causando localmente partes calientes que tienen a fundir.

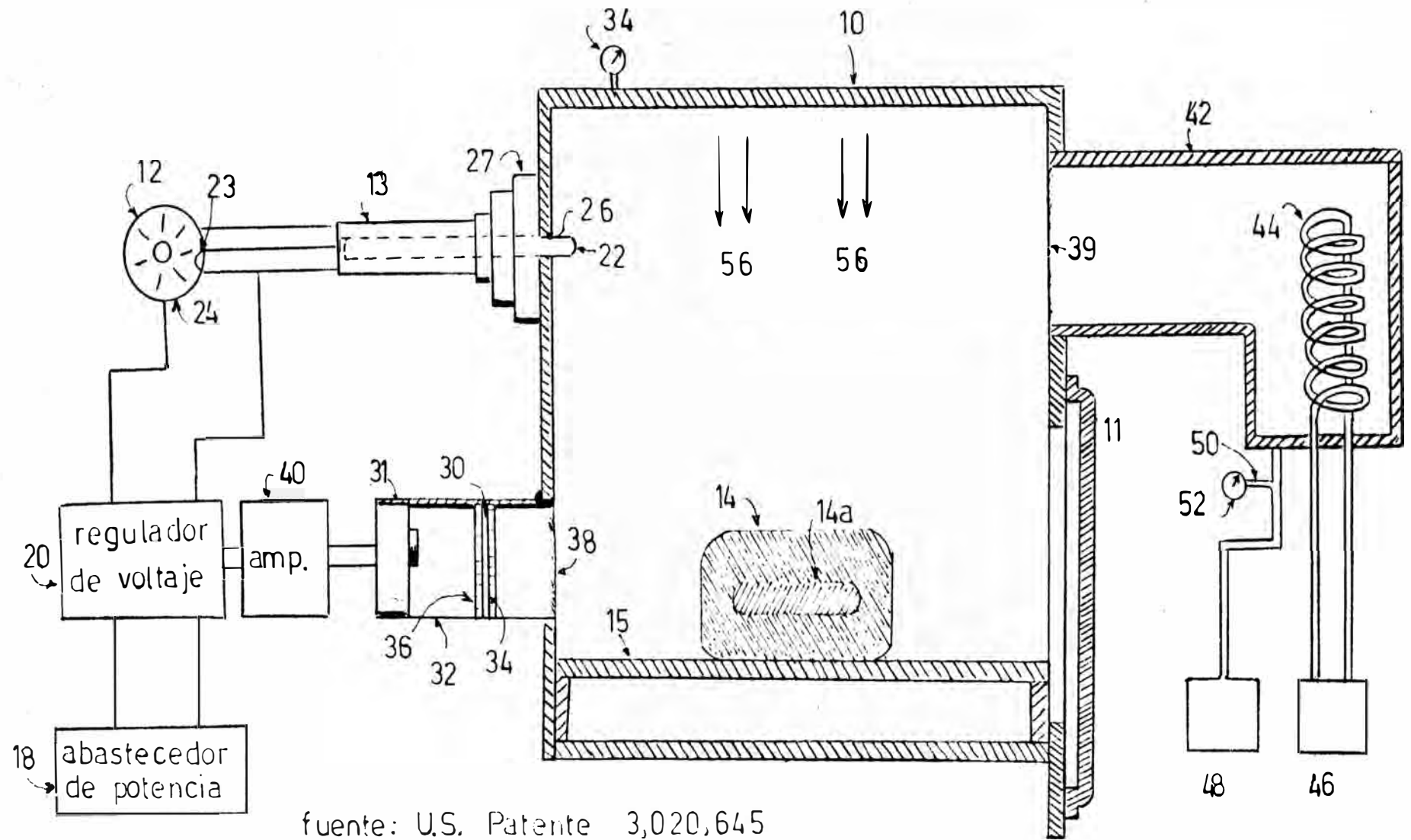
Es decir, que cuando se usa energía de microondas o de radiofrecuencia es importante mantener la velocidad de aplicación de energía debajo del punto de fusión del alimento congelado; si no se toma esta precaución y algo de líquido funde sobre la sustancia que está siendo secada, este líquido absorberá energía de radiofrecuencia y se calentará al igual que la región de alimento seco que lo rodea, pudiendo quemarse.

9.4 LIOFILIZACION DE LECHOS FLUIDIZADOS.

Este método se usa para liofilizar líquidos y materiales - cortados en piezas pequeñas. Los alimentos se congelan antes -

FIG. 9.6

PERCEPCION DE DESCARGA LUMINISCENTE EN EL CALENTAMIENTO POR MICROONDAS.



fuelle: U.S. Patente 3,020,645

de la liofilización de tres formas:

- a) Congelamiento en bloques o escamas, seguido de trituración y tamizado.
- b) Congelamiento por atomización del líquido en aire frío.
- c) Congelamiento evaporativo por atomización a una presión debajo del punto triple.⁽⁵⁾

9.4.1 Equipo de congelamiento.

El equipo consiste de una cámara de congelamiento - donde el líquido es atomizado. Se circula aire refrigerado o ni trógeno a través de la cámara y del intercambiador por medio de un ventilador. El polvo congelado colectado en la cámara de ato mización (Ver Fig. 9.7) puede ser transportado directamente al - equipo de secado o almacenado para el secado posterior. Las pro piedades del polvo dependen del alimento y de la temperatura de congelamiento. En el congelamiento evaporativo por atomización, el líquido a la presión debajo del punto triple congelará inme-- diatamente y liberará calor de fusión por evaporación.⁽¹⁷⁾

9.4.2 Funcionamiento del equipo de liofilización.

Como se ve en la Fig. 9.8 una carga de polvo que con tiene agua entra a un tanque de alimentación y desgasificación, conectado a un pequeño condensador y a una bomba de vacío. El - sistema de alimentación es un pequeño sublimador separado. El pol vo es transportado a través de la válvula de vacío hacia el tan- que del alimento e ingresa a la cámara de secado a una velocidad constante. La rotación de los tubos-filtro conectados en serie dentro de la cámara, mantiene el polvo en constante movimiento - durante el secado a manera de un lecho fluidizado. El polvo re-

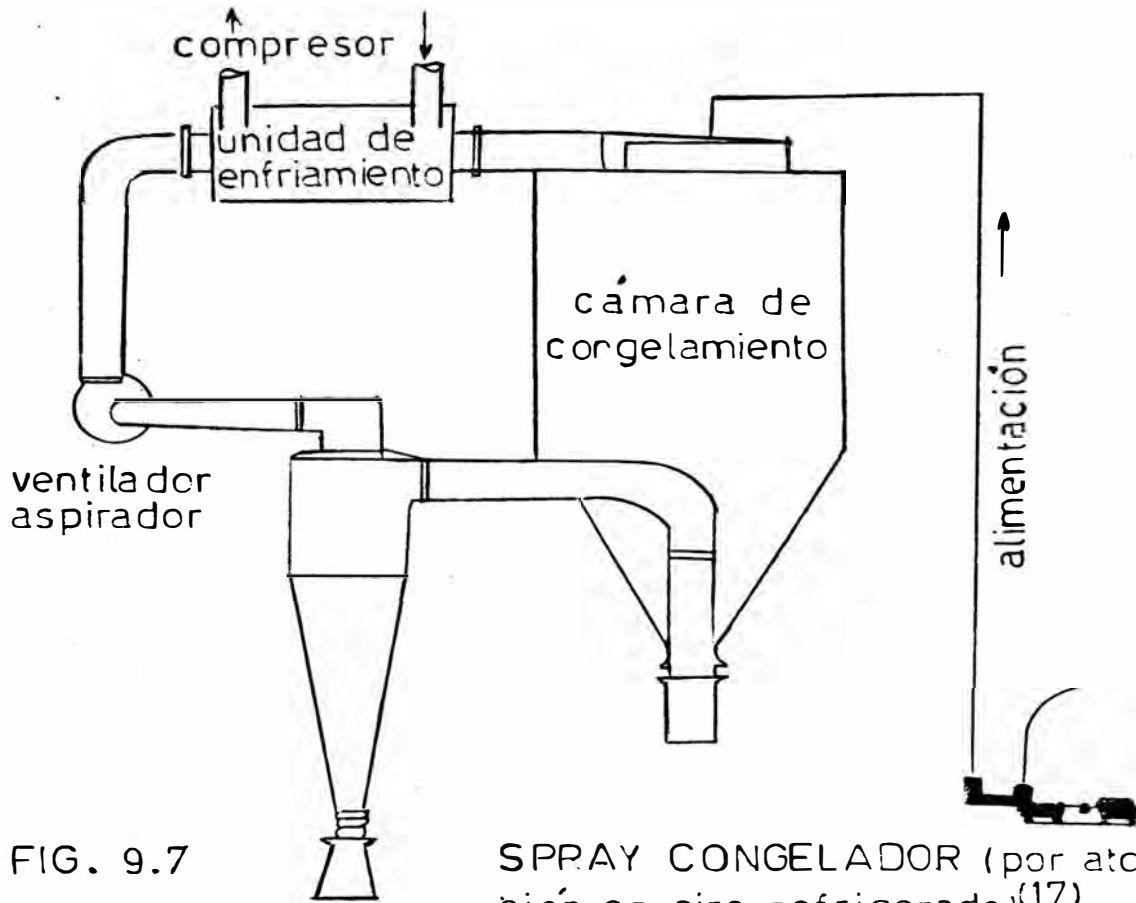


FIG. 9.7

SPRAY CONGELADOR (por atomización en aire refrigerado)⁽¹⁷⁾

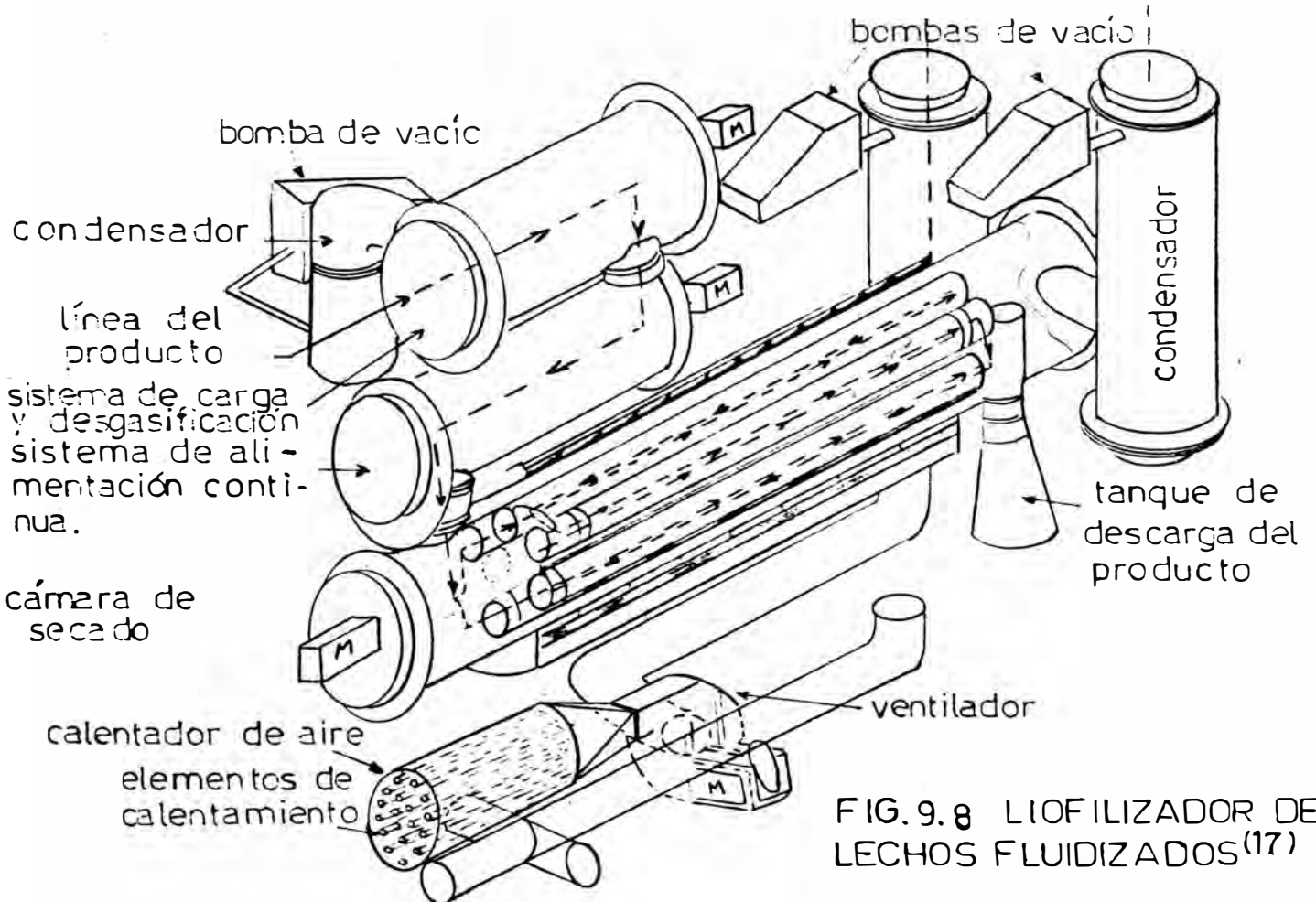


FIG. 9.8 LIOFILIZADOR DE LECHOS FLUIDIZADOS⁽¹⁷⁾

cibe calor al ponerse en contacto con los tubos-filtro, pasando a través de ellos hacia un tanque de descarga, mientras el vapor pasa al condensador sin ningún residuo de polvo. El sistema de liofilización consta de dos condensadores con bombas de vacío. El calor de sublimación procede del casco de la cámara de vacío, que es usado como placa de calentamiento. El casco es a su vez calentado por circulación de aire caliente a través de canales - alrededor de la cámara.⁽¹⁷⁾

9.5 LIOFILIZACION TUBULAR PARA LIQUIDOS.

El líquido es congelado y secado en el mismo equipo. Se logra una excelente retención de volátiles, debido a que el alimento está expuesto a calor uniforme a bajas temperaturas durante el secado.

Una característica importante de estos liofilizadores es el uso del principio bomba-calor. El gas amoníaco a elevada presión proporciona el calor de sublimación que fue extraído del líquido durante su congelamiento, lo que minimiza el consumo de energía. Este principio puede ser usado debido a las bajas temperaturas de secado.⁽⁵⁰⁾

9.5.1 Equipo y operación.

En la Fig. 9.9 se muestra la cámara del liofilizador cerrada por la parte superior y de fondo movable, en cuyo interior se encuentra un haz de tubos verticales encerrado entre dos placas y un casco. El espacio interior de los tubos está conectado a un sistema de refrigeración de amoníaco.

Una vez que el líquido es cargado al liofilizador-

por la parte inferior de la cámara se cierra la válvula del fondo y se procede a congelar. Durante el congelamiento, se evapora amoníaco alrededor del haz de tubos, formándose una capa de líquido congelado en la parte interna de los tubos. Luego se abre la válvula del fondo para que caiga el líquido no congelado. Se cierra la válvula y se hace vacío en la parte interna de los tubos. Cuando la presión es menor de 1 mm Hg se circula amoníaco gaseoso que se condensa en la parte externa de los tubos para que ocurra la sublimación del alimento congelado. Cuando se completa el secado, el producto en forma de "tubo" cae por la parte inferior de la cámara donde se desmenuza por un dispositivo de pulverización.⁽⁵⁰⁾

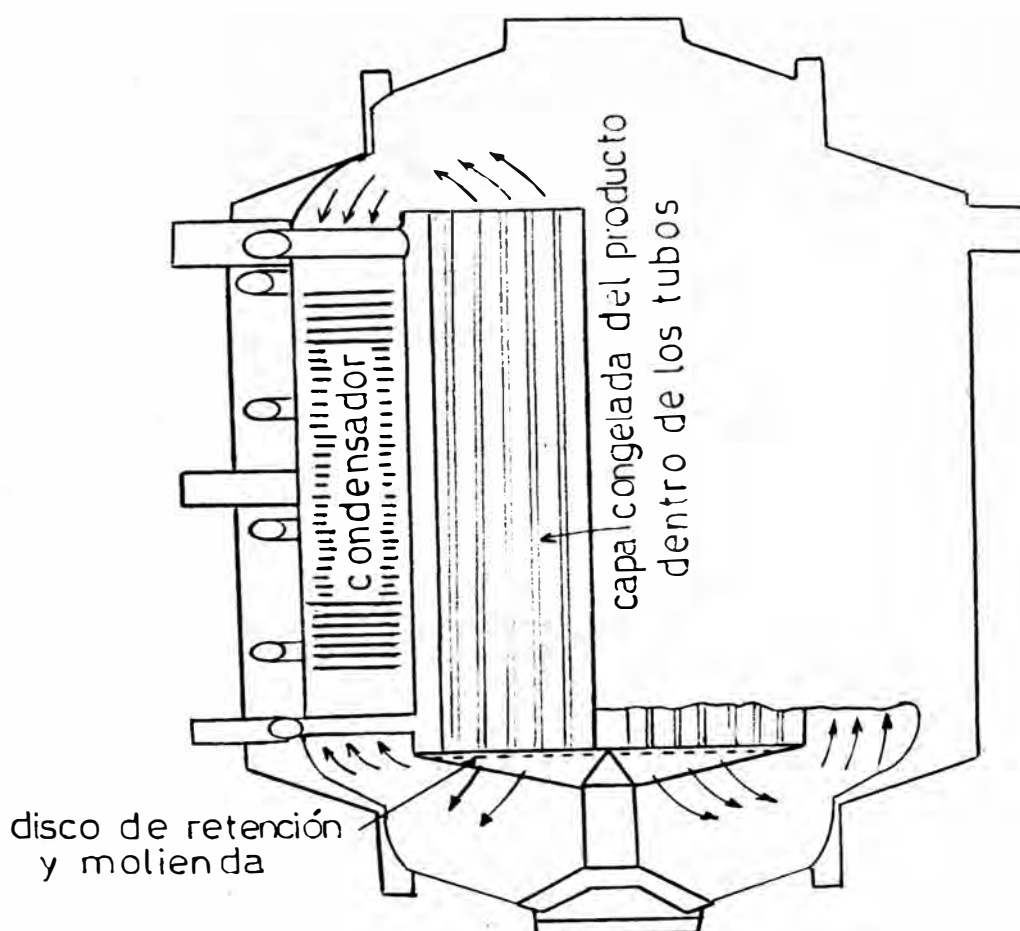


FIG. 9.9 LIOFILIZADOR TUBULAR.⁽⁵⁰⁾

9.6 LIOFILIZACION CONTINUA.

Se han hecho grandes esfuerzos para lograr el desarrollo de sistemas continuos o semicontinuos. Un sistema continuo permitiría el uso óptimo del equipo por las siguientes razones:

- Máxima producción, ya que podría operar en forma continua con una carga de vapor máxima constante que permite el uso más eficiente de los sistemas de evacuación.
- El equipo podría ser dimensionado con más exactitud de acuerdo a las condiciones locales de secado.
- Ahorros de trabajo y de tiempo en la carga y descarga.
- Mayor uniformidad del producto.
- Disminuiría el tiempo de secado por reorientación continua de las partículas de alimento con relación a la fuente de calentamiento.

Sin embargo, los argumentos principales contra los sistemas continuos o semicontinuos son:

- Una falla mecánica o de cualquier otro tipo podría ocasionar la pérdida de una cantidad muy grande de producto.
- Los necesarios períodos de limpieza ocasionarían la paralización completa de la producción.
- Poca flexibilidad, ya que se liofilizan productos específicos.
- Si las cantidades de un producto no son lo suficientemente grandes no se justifica este tipo de operación.
- El obstáculo principal es la falta de buenos métodos de carga continua de los alimentos congelados y de remoción del producto seco.

9.6.1 Equipo y operación.

Un sistema semicontinuo túnel-carretilla diseñado por Vickers (ver Fig. 9.10) , consiste de un túnel que puede cargar hasta casi 30 toneladas/día y de condensadores refrigerados montados externamente a lo largo del túnel, con cargas variables de vapor. El diseño permite el descongelamiento automático.

El alimento a ser procesado es esparcido sobre las bandejas colocadas entre placas calentadoras dentro de los carrillos que circulan a través del túnel. Las placas que son calentadas eléctricamente se conectan y desconectan automáticamente en etapas regulares para lograr las variaciones de temperatura deseadas, que se controlan a lo largo del túnel.

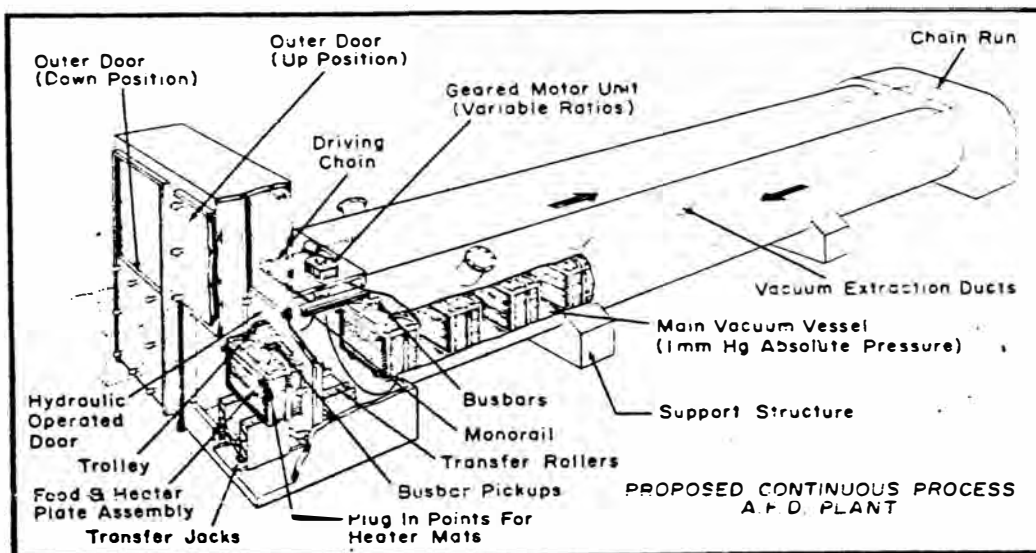


FIG. 9.10 SISTEMA SEMICONTINUO: Túnel-carretilla. (71)

CAPITULO X

PARTE EXPERIMENTAL

10.1 INTRODUCCION.

El objetivo de la parte experimental fue determinar las condiciones óptimas de operación con el fin de obtener la más alta calidad de nuestro producto y de acuerdo a los resultados encontrados escalar y diseñar una planta de producción.

El trabajo experimental se llevó a cabo en el laboratorio de Procesos Químicos de la Facultad de Ingeniería Química de la U.N.I.

10.2 TRABAJO EXPERIMENTAL.

10.2.1 Materia prima.

La materia prima utilizada fue cebollita china, cuyo nombre científico es ALLIUM FISTULOSUM L. perteneciente a la familia Lillíacea.

TABLA 10.1

Composición de la cebolla china

<u>Componentes Mayores (gr)</u>		<u>Minerales (gr)</u>	
Agua	88.7	Calcio	141.00
Proteínas	2.3	Fósforo	61.00
Extracto etéreo	0.4	Hierro	1.10
Carbohidratos	7.5		
Cenizas	<u>1.1</u>	<u>Vitaminas (mgr)</u>	
Total	100.0	Caroteno	0.00
Calorías	39.0	Tiamina	0.02
Fibra cruda	1.3	Rivoflavina	0.01
		Miacina	0.40
		Ac. ascórbico reducido	10.50

10.2.2 Equipos y materiales.

- Liofilizador marca STOKES con capacidad máxima de 2 Kg.
- Termómetros con rango de temperaturas entre -30°C - 250°C .
- Estufa a 110°C .
- Balanza de precisión de 0.1 mg.
- Desecadores a vacío conteniendo sustancias higroscópicas.
- Congelador a -20°C .
- Solución de hipoclorito de sodio a 25 ppm.
- Fiola de 50 ml.
- Soluciones estándar de cloruro de calcio (Cl_2Ca) a diferentes concentraciones para el control de la humedad a 25°C .
- Soluciones estándar de ácido sulfúrico (H_2SO_4) a diferentes concentraciones para el control de la humedad a 25°C .

10.2.3 Descripción del liofilizador.

El equipo usado en el trabajo experimental es un liofilizador marca STOKES, modelo 21. Esta unidad de laboratorio está especialmente diseñada para trabajos de investigación de tiempos de secado vs. calidad del producto a diferentes condiciones de proceso. Esta unidad comprende:

- Una cámara de vacío.
- Anaqueles de calentamiento.
- Bandejas para la carga del alimento.
- Balanza interna de precisión.
- Condensador interno de platos.
- Sistema de refrigeración.
- Instrumentación y control.

Cámara de secado.

La cámara es una vasija rectangular de acero al carbono. Las dimensiones internas de la cámara son: 14" de ancho x 22" de altura x 27" de profundidad. La puerta transparente de la cámara permite observar la escala de la balanza y el producto durante todo el proceso.

Placas de Calentamiento y bandejas.

Las placas calentadas eléctricamente están ubicadas en la parte superior de la cámara. El calor es abastecido por las dos placas de calentamiento localizadas arriba y abajo de la bandeja cargada con el alimento. La placa superior se puede ajustar verticalmente, con el fin de variar la distancia entre placa y bandeja. El sistema de calentamiento es capaz de mantener la temperatura hasta casi 300°F.

La bandeja cargada con el alimento congelado puede reposar sobre la placa inferior o puede estar soportado entre las dos placas por medio de unas agarraderas (conectados a la balanza Mettler. Por tanto la transferencia de calor puede ser por radiación o por conducción.

Balanza de precisión Mettler-Método de pesado.

Una balanza Mettler con una escala de lectura continua está montada dentro de la cámara de vacío. La capacidad de la escala es de 2,000 gr (4.4 lb). Esta balanza de precisión permite la determinación continua o periódica de la pérdida de humedad del alimento, sin interrumpir el proceso.

Un mecanismo de elevación operable externamente mientras -

está bajo vacío, permite que los brazos que soportan la bandeja sobre la balanza sean enganchados o desenganchados. Las lecturas de la carga intermitente o lectura de escala continua son posibles para la determinación de la pérdida de peso.

Condensador-descongelamiento.

Es un plato de acero cubierto de zinc, de unos 2 pies² de superficie localizado en la parte posterior de la cámara. Una pantalla de calor reflectiva está localizada entre las placas y el plato condensador para minimizar la carga de calor en el sistema de refrigeración. El plato condensador es enfriado por expansión directa del refrigerante freón-12 en el plato.

Una mirilla de 3" de diámetro se encuentra en la parte posterior de la cámara que permite ver las condiciones de hielo sobre el condensador. Se dispone de un drenaje interno conducido por tuberías para la remoción de condensados causados por el descongelamiento.

El descongelamiento debe efectuarse al final de cada ciclo de secado, de lo contrario el hielo formado puede hacer que el condensador pierda eficacia si se lleva a cabo un segundo ciclo de secado. Para descongelar se procede de la siguiente manera: se interrumpe el sistema de enfriamiento, se abre la cámara y la válvula de drenaje, derritiéndose el hielo. Para acelerar el descongelamiento, las placas pueden ser calentadas. Cuando se completa el descongelamiento, el interior húmedo de la cámara puede ser secado con un trapo.

Sistema de vacío.

Se hace el vacío con una bomba rotatoria de dos etapas acq

plada al liofilizador. Se dispone de una válvula para aislar la bomba de la cámara de secado. La operación de la bomba es controlada por botones de contacto "ON" y "OFF".

Sistema de Refrigeración.

El sistema de refrigeración es por compresión de Freón -12.

Sistema de circulación de aceite.

Este sistema consiste de una bomba, un calentador eléctrico de 3,000 watts, un enfriador de aceite, un tanque de expansión tuberías y accesorios. Una vez encendido el sistema de calentamiento, se gira el botón selector de calor del panel a la temperatura deseada y el interruptor de palanca del controlador de temperatura se pone en la posición AUTO.

El enfriamiento del aceite del sistema de calentamiento puede ser efectuado por circulación de agua fría a través del enfriador de aceite. Normalmente esto se hace al final del ciclo de secado con el sistema de calentamiento en la posición OFF y manteniendo la bomba de circulación de aceite en la posición ON.

Instrumentación.

Un controlador para regular la temperatura de la superficie de las placas, proporcionará un método para la obtención idéntica y repititiva de ciclos con un programa de calentamiento, resultando un producto liofilizado de calidad y secado uniforme de ciclo a ciclo.

Un manómetro de vacío McLeod de lectura continua, para medir la presión de la cámara en cualquier tiempo.

Una caja de empalmes para termocuplas dentro de la cámara

de secado que facilita el registro de temperaturas. Los alambres de termocuplas se colocan en el producto antes del congelamiento y se enchufan en los empalmes de termocuplas cuando las bandejas con el producto se colocan dentro de la cámara.

10.2.4 Etapas del trabajo experimental.

- 1) Selección de la cebolla fresca de la mejor calidad.
- 2) Elección de las partes no comestibles de la cebolla china, como raíces fibrosas adheridas al bulbo y terminaciones deterioradas de las hojas.
- 3) Lavado con agua potable para eliminar residuos de tierra, polvo y otras sustancias extrañas.
- 4) Lavado con solución de hipoclorito de sodio a 25 ppm (25 mg/lt de solución) para la eliminación de agentes microbiales y siendo esta solución ligeramente básica, también evita la decoloración de la clorofila contenida en la cebolla.
- 5) Cortado de la cebolla en partes de aproximadamente 1/2 cm de longitud.
- 6) Determinación del contenido inicial de humedad⁽¹⁾ (ver apéndice).
- 7) Llenado de la bandeja con la cebolla, que debe estar uniformemente repartida sobre la superficie de la bandeja.

Ubicación de los cinco termómetros en diferentes posiciones para medir las siguientes temperaturas:

T_1 = Temperatura del centro del alimento, en la parte media de la bandeja, °C.

T_2 = Temperatura de la superficie del alimento, °C.

T_3 = Temperatura de la bandeja, °C.

T_4 = Temperatura de la placa, °C.

T_5 = Temperatura del centro del alimento, en la parte posterior de la bandeja, cerca del plato condensador, $^{\circ}\text{C}$.

Los termómetros se colocan antes de congelar el alimento.

8) Congelamiento llevado a cabo por dos métodos:

a) Congelamiento evaporativo en la cámara de secado.

Este congelamiento es rápido, aproximadamente de 1 hora, que es tiempo suficiente para el congelamiento total de la cebollita china.

b) Congelamiento por contacto indirecto con un medio refrigerante (en el congelador de una refrigeradora)

Durante 10 horas al cabo de las cuales se seca el alimento congelado y antes de liofilizarlo se le somete a un congelamiento evaporativo por espacio de 1/2 hora para llegar a la temperatura deseada de -30°C , con el fin de prevenir el descongelamiento que pudiera ocurrir durante el cargado del alimento.

La temperatura de -30°C es la temperatura de congelamiento total de la cebolla, recomendada para la mayoría de los alimentos⁽⁵⁶⁾. Para la cebollita china comprobamos experimentalmente que en efecto a esta temperatura se encontraba completamente congelada. Durante el congelamiento evaporativo se mantiene en funcionamiento el sistema de refrigeración y la bomba de vacío.

9) Secado, que se realiza dentro de la cámara del liofilizador, mediante transferencia de calor por radiación desde las placas hacia el alimento congelado contenido en la bandeja, que está sostenida por agarraderas (fijas a la balanza) que la mantienen suspendida entre las dos placas de calentamiento.

Se pone en funcionamiento el sistema de calentamiento manteniéndose encendido el sistema de refrigeración y el sistema de vacío.

Las corridas de secado las realizamos variando las condiciones de proceso: presión de la cámara y temperatura de las placas, con el fin de lograr las condiciones óptimas.

Primero trabajamos a una temperatura de placa constante durante todo el tiempo de secado, en las corridas posteriores fijamos un programa de temperaturas que iban disminuyendo en el transcurso del secado.

Se trabajó en un rango de presiones de la cámara de vacío entre 50-750 micras de Hg (μ Hg). En cada corrida se detallarán las condiciones de trabajo.

El punto final de secado se determina siguiendo la curva de peso de la muestra vs. el tiempo. Cuando ya no se detectan pérdidas de peso, es decir cuando la curva de secado es paralela a la abscisa tiempo y también cuando las temperaturas T_1 , T_2 , T_3 , T_4 y T_5 son aproximadamente iguales.

Una vez alcanzado el punto final se procede a romper el vacío con aire ambiental y el producto es inmediatamente envasado en frascos de vidrio previamente secos o en bolsas de polietileno.

10)Rehidratación, se efectúa añadiéndose agua al producto liofilizado. La temperatura del agua en las pruebas de rehidratación fueron: 25°C, 50°C y 80°C.

10.3 RESULTADOS Y ANALISIS.

10.3.1 Cálculos de isoterma de adsorción.

Las isotermas de adsorción a cualquier temperatura se calculan con el fin de hallar el valor máximo de agua (humedad) de la cebolla china deshidratada, que permita la mayor estabilidad durante su almacenamiento. La isoterma de adsorción fue calculada a la temperatura ambiente (25°C) que es la temperatura normal de almacenamiento.

Procedimiento.

- Una muestra de cebollita china se seca completamente en una estufa a 110°C (temperatura constante).
- Se pesa el producto seco en una balanza de precisión.
- Las muestras se colocan en desecadores a diferentes ambientes de humedad relativa. Una vez puestas en los desecadores se aplica vacío y se mantienen así durante 48 horas a temperatura constante de 25°C.
- Transcurridas las 48 horas se determina la humedad ganada por la muestra seca. Estos valores se dividen entre el contenido de sólidos secos para obtener el contenido de humedad en equilibrio. Con estos datos se grafica la isoterma.

Cálculos y tablas.

Considerando:

a_w = Actividad del agua = p/p_0 .

m = Moles de soluto anhidro.

% = Porcentaje en peso de soluto anhidro.

p = Presión de vapor de la solución.

P_0 = Presión de vapor del agua pura.

H.R. = Humedad relativa = $a_w \times 100$.

TABLA 10.2

Concentraciones de las soluciones de Cl_2Ca a determinadas presiones de vapor, a la temperatura de $25^\circ C$.⁽⁶³⁾

<u>Actividad</u>	<u>m</u>	<u>%</u>
0.95	0.927	9.33
0.90	1.584	14.95
0.80	2.579	22.25
0.70	3.400	27.40
0.60	4.188	31.73
0.40	5.912	39.36
0.30	7.183	44.36

TABLA 10.3

Concentraciones de las soluciones de H_2SO_4 a determinadas presiones de vapor, a la temperatura de $25^\circ C$.⁽⁶³⁾

<u>Actividad</u>	<u>m</u>	<u>%</u>
0.20	13.94	57.76
0.10	18.48	64.45
0.05	23.17	69.44

M = gramos de agua adsorbida/gramos de sólidos secos.

C = Constante.

V_m = Valor de la monocapa (gramos de agua adsorbida/gramos de sólidos secos).

Ecuación de B.E.T.:

$$\frac{a_w}{(1 - a_w)M} = \frac{1}{V_m C} + \frac{a_w (C - 1)}{V_m C}$$

TABLA 10.4

Datos para graficar $a_w/(1-a_w)(M)$ vs a_w

a_w	<u>Sólidos se</u> <u>cos (s.s.)</u>	agua+s.s.	agua (humedad)	agua/s.s. (M)	$\frac{1}{(1-a_w)M}$
0.05	0.3021	0.3115	0.0034	0.03100	1.7
0.10	0.3015	0.3134	0.0119	0.03950	2.8
0.20	0.3009	0.3159	0.0150	0.04985	5.0
0.30	0.3046	0.3229	0.0183	0.06000	7.1
0.40	0.3012	0.3223	0.0211	0.07000	9.5
0.60	0.3053	0.3435	0.0382	0.12510	---
0.70	0.3044	0.3569	0.0525	0.17250	---
0.80	0.3052	0.3904	0.0852	0.27920	---
0.90	0.3011	0.4276	0.1265	0.42000	---
0.95	0.3022	0.4624	0.1602	0.53010	---

De la Fig. 10.1 y considerando la ecuación de B.E.T.:

$1/(V_m C) = 0.6$ Intercepción de la ec. de B.E.T. con la ordenada.

$(C-1)/(C V_m) = 22$ pendiente de la ec. de B.E.T.

Resolviendo las ecuaciones anteriores:

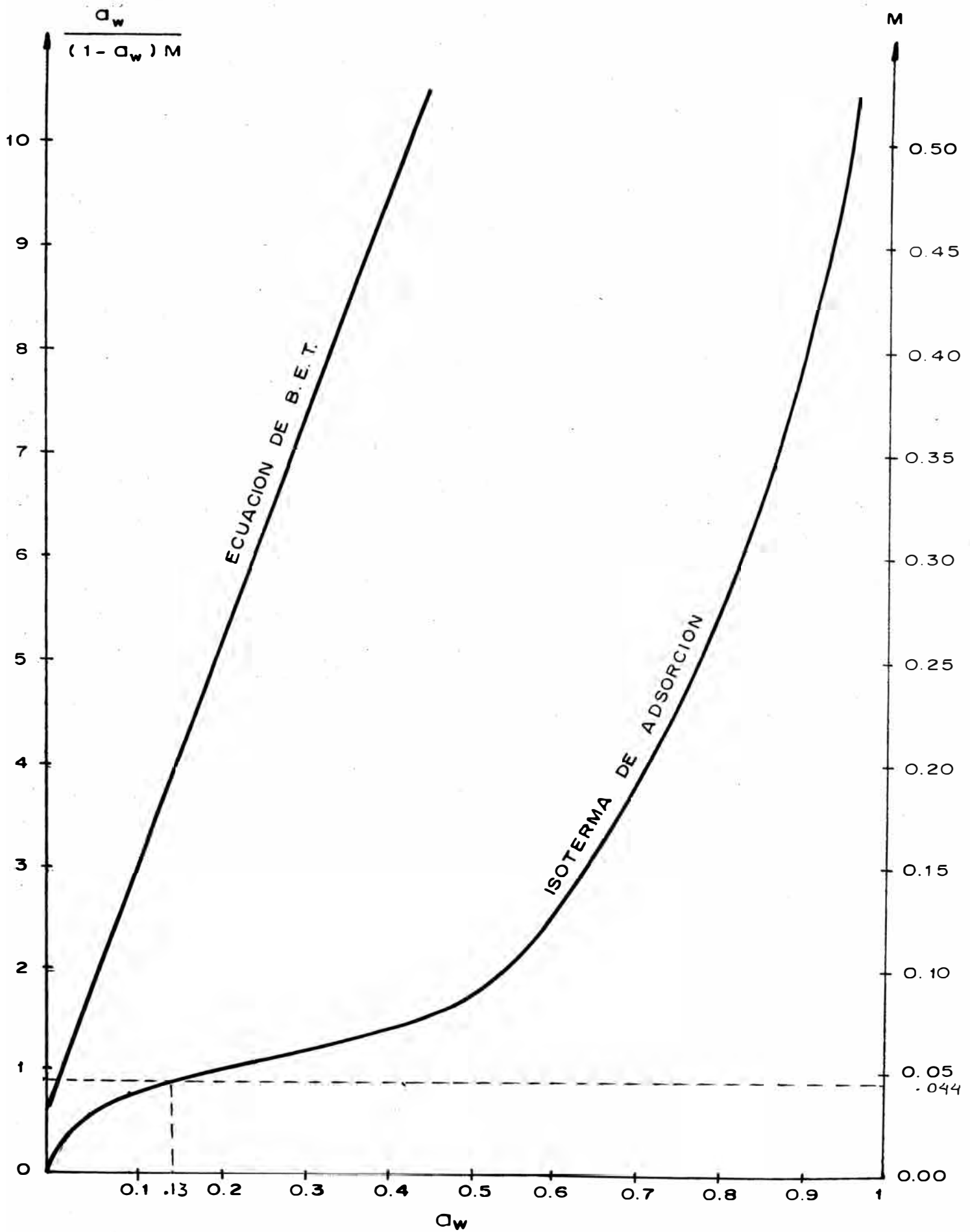
$V_m = 0.04425$ gr H_2O /gramos de sólidos secos (4.4 %).

$C = 37.67$.

La recta $y = V_m$ intercepta a la curva de adsorción en: (0.13 , 0.044) es decir que para un valor de monocapa de 0.044 le corresponde una humedad relativa (H.R.) de 13%.

Conclusión: Los porcentajes de humedad para la cebollita china-deshidratada deben estar alrededor de 4.4 % para que la estabilidad durante el almacenamiento sea máxima.

FIG. 10.1 ISOTERMA DE ADSORCION Y ECUACION DE B.E.T.



10.3.2 Efecto del tratamiento previo a la congelación.

Se ha comprobado experimentalmente que la adición de hipoclorito de sodio además de eliminar los agentes microbiales, estableció un medio ligeramente alcalino que hizo posible la retención de la clorofila, manteniendo el verdor de la cebolla.

No fue necesario blanquear la cebolla china porque al efectuar la prueba de actividad de la enzima peroxidasa (adición de solución de guayacol y agua oxigenada al 1%) no se observó una reacción positiva (cambio de coloración) lo que indicaba la inactividad de la enzima causante de los cambios organolépticos.

10.3.3 Efecto de las condiciones de congelamiento.

Determinación del tiempo de congelamiento.

a) En el congelamiento evaporativo.

Se realiza en la cámara de secado aplicando vacío. A intervalos de tiempo de 15 minutos se rompía el vacío de la cámara y mediante observación visual y el tacto se determinaba si el alimento estaba o no completamente congelado. Variando los pesos de cebolla por área de bandeja se encontró que el tiempo total de congelamiento estaba en el rango de 45 a 60 minutos y la temperatura del centro del alimento oscilaba entre -26°C y -30°C (a una presión de 100 micras de Hg)

Concluyendo: Que para las corridas experimentales el tiempo suficiente para el congelamiento total de la máxima carga de cebolla por área de bandeja será de 1 hora.

b) En el congelamiento por contacto indirecto con un medio refrigerante.

Se realizó en el congelador de una refrigeradora. A intervalos de 1 hora se observaba si el producto estaba ya congelado, encontrándose un tiempo de congelamiento de 10 horas a una temperatura de -20°C .

Influencia del método de congelamiento en la velocidad de secado y calidad del producto.

La cebolla china al ser congelada por evaporación en la cámara de secado pierde más del 20% del contenido de agua inicial, lo que disminuye el tiempo de secado, en comparación con la velocidad obtenida en el congelamiento lento en la refrigeradora, pero la cebolla al perder agua por evaporación sufre un ligero encogimiento.

En el congelamiento en el freezer de la refrigeradora no se produce encogimiento porque no hay pérdida de agua por evaporación, pero el tiempo total de secado y congelamiento es mayor.

De lo que concluimos que aunque el tiempo de secado se incrementa con el congelamiento lento en comparación con el congelamiento evaporativo, vamos a usar el congelamiento lento para la cebollita china porque el producto seco obtenido por este método es de mejor calidad.

10.3.4 Determinación de las condiciones óptimas de secado.

Determinación del programa de temperaturas.

La cebolla china fue liofilizada con programas diferentes de temperaturas de las placas de calentamiento.

Análisis de la corrida Nº 1.

En la corrida Nº 1 se trabajó a una temperatura de la placa de 120°F durante todo el ciclo de secado, pero el tiempo de secado resultó demasiado prolongado (habiendo transcurrido 11 horas de secado y la cebolla aún contenía un alto porcentaje de humedad).

En las corridas siguientes, se elevó la temperatura inicial de la placa de calentamiento para acelerar el ciclo de secado, pero evitando siempre que la temperatura del centro del alimento no sobrepase los 0°C (para evitar la fusión del alimento congelado). Si esta temperatura del alimento se elevaba demasiado, reducíamos la temperatura de la placa, resultando entonces un programa escalonado de temperaturas decrecientes.

Análisis de las corridas 2, 3 y 4.

Nuestro primer problema fue hallar la temperatura inicial de calentamiento. En el rango de temperaturas de $300 - 240^{\circ}\text{F}$, la temperatura del centro del alimento y de la superficie del alimento se elevaba demasiado rápido, por lo que no se podía trabajar en este rango.

En el rango de $230 - 220^{\circ}\text{F}$ de temperatura inicial (corridas 2 y 3) se podía mantener la temperatura del alimento debajo de 0°C durante un tiempo de alrededor de 2 1/2 a 3 horas-

Esto era satisfactorio para nuestro proceso, pero por otro lado notamos un ligero encogimiento en el producto, que fue aumentando en el transcurso del secado. Durante el secado se fue bajando paulatinamente la temperatura de la placa con una variación de 40°F . El primer cambio de temperatura fue: 230 a 190°F y 220 a 180°F según las corridas 2 y 3 respectivamente, esto se hizo en base a la temperatura del centro del alimento, la que debía mantenerse en el rango de -10°C a 0°C ya que la primera parte del secado ocurre netamente por sublimación, y es esta la etapa en que la estructura del alimento queda fijada. Las otras variaciones de la temperatura las hicimos teniendo en cuenta la temperatura de la superficie del alimento, que no debía sobrepasar los 60°C , para evitar la desnaturalización de proteínas.

De los resultados obtenidos en las corridas Nº 2 y 3 concluimos que las temperaturas de las placas en el rango de $230 - 220^{\circ}\text{F}$, incluyendo 220°F , no eran las apropiadas y en las siguientes corridas se trabajó con una temperatura inicial de placa de 210°F , no observándose el encogimiento anteriormente encontrado y resultando un producto de mejor estructura (aparición). Para hallar las otras temperaturas decrecientes de la placa se procedió de igual manera que en las corridas anteriores, encontrándose el siguiente arreglo de temperaturas: $210 - 180 - 150 - 120^{\circ}\text{F}$. El tiempo que se mantenía cada temperatura se puede ver en los resultados de las corridas respectivas.

Determinación de la presión óptima de la cámara de secado.

En las corridas Nº 1, 2, 3 y 4 se trabajó con un va

cío de cámara de 50 - 100 micras de Hg , que se trató de mantener constante.

Análisis de la corrida Nº 5.

En la corrida Nº 5 se puede ver la influencia de la presión en el tiempo de secado, manteniendo el mismo arreglo de temperaturas que en la corrida Nº 4 para poder comparar. El rango de presiones en esta corrida fue de 50 - 675 micras de Hg, resultando un tiempo de secado de 7 horas, mientras que en la corrida Nº 4 el tiempo fue de 7 1/2 horas.

Concluyéndose que no hay necesidad de usar presiones tan bajas (50-100) micras de Hg, porque el tiempo de secado y la calidad del producto no se alteran usando presiones ligeramente mayores, pero sin sobrepasar la presión a la cual podría producirse la fusión intersticial (750 micras de Hg) para la mayoría de los alimentos.

Habiendo encontrado el programa de temperaturas de las placas de calentamiento y el rango de presión a usar, realizamos la corrida Nº 6.

Análisis de la corrida Nº 6.

Al igual que en la corrida Nº 5, lavamos la cebolla china con hipoclorito de sodio a 25 ppm y mantuvimos el rango de presiones y el programa de temperaturas, variando únicamente el método de congelamiento, ya que el congelamiento evaporativo usado en las anteriores corridas producía un ligero encogimiento.

Con las condiciones usadas en esta corrida se obtuvo el producto de mejor calidad.

10.3.5 RESULTADOS DE LAS CORRIDAS.

Considerando:

T_1 = Temperatura del centro del alimento ($^{\circ}\text{C}$).

T_2 = Temperatura de la superficie del alimento ($^{\circ}\text{C}$).

T_3 = Temperatura de la bandeja ($^{\circ}\text{C}$).

T_4 = Temperatura de la placa de calentamiento ($^{\circ}\text{C}$).

P = Presión de la cámara de secado (micras de Hg.).

T = Temperatura del plato condensador ($^{\circ}\text{F}$).

W = Peso de la cebolla en cualquier tiempo "t" (gramos),

La humedad inicial del alimento se da en base húmeda (peso de agua/peso total).

La humedad final del alimento se da en base seca (peso de agua/ peso de sólidos secos).

El porcentaje de agua perdida en el congelamiento evaporativo y en el congelamiento lento esta en base a la humedad inicial del alimento fresco.

Corrida N^o 1:

- 1) Lavado con agua clorada.
- 2) Congelamiento evaporativo durante 1 hora.
- 3) Distancia entre placas.= 8 cm.
- 4) Programa de temperaturas para el secado: a 120°F durante todo el tiempo de secado.

5)	Peso total	Peso de agua humedad, grs	Peso de sólidos, grs	% de humedad
Inicio	646.0	617.900	28.100	95.65 (B.H.)
Congelamiento de 1 hora	495.0	466.900	28.100	23.37 % de H_2O perdida
A las 11 hrs de secado	160.5	132.400	28.100	4.71 (B.S.)

- 6) Presión de trabajo: 65 - 100 micras de Hg.
- 7) Temperatura del condensador: -18 a -23°F.
- 8) La temperatura T_1 alcanza 0°C al cabo de 2h:50' de empezado el secado.
- 9) Esta corrida no se concluyó porque el tiempo de secado resultaba demasiado grande.

Corrida Nº 2.

- 1) Lavado con agua clorada.
- 2) Congelamiento evaporativo durante 1 hora.
- 3) Distancia entre placas = 8 cm.
- 4) Programa de temperaturas:

Congelamiento durante 1 hora.

Calentamiento:

A 230°F durante 2 h : 00'

A 190°F durante 1 h : 00'

A 150°F durante 0 h : 15'

A 110°F durante 1 h : 45'

Secado durante 5 horas

Total durante 6 horas.

5)	Peso total	Peso de agua humedad, grs	Peso de sólidos, grs	% de humedad
Inicio	518.0	481.45	36.55	92.94 (B.H.)
Congelamiento de 1 hora	393.0	356.45	36.55	25.96 % de H ₂ O perdida
Final	38.0	1.42	36.55	3.885(B.S.)

6) Temperaturas	Inicial	A la hora de congelado	Final del ciclo de secado
T_1	21.0°C	-29.0°C	65.0°C
T_2	21.0°C	-23.0°C	65.0°C
T_3	22.0°C	- 8.0°C	65.0°C
T_4	23.0°C	11.0°C	65.0°C

- 7) Presión de trabajo: 45 - 100 micras de Hg.
- 8) Temperatura del condensador: -19 a -24°F .
- 9) Tiempo en que la temperatura T_1 alcanza $0^{\circ}\text{C} = 2 \frac{1}{2}$ hr de empezado el secado.
- 10) Evolución de vapor: 0.0046 gr/seg - 0.059 gr/seg
- 11) Producto: seco y con un marcado encogimiento.

Corrida Nº 3.

- 1) Lavado con agua clorada.
- 2) Congelamiento a vacío durante 1 hora.
- 3) Distancia entre placas = 8 cm.
- 4) Programa de Temperaturas:

Congelamiento durante 1 hora.

Calentamiento:

A 220°F durante 2 h : 15'

A 180°F durante 1 h : 00'

A 130°F durante 2 h : 05'

Secado durante 5 h : 20'

Total durante 6 h : 20'

5)	Peso total	Peso de agua humedad, grs	Peso de sólidos, grs	% de humedad
Inicio	528.0	488.475	39.525	92.50 (B.H.)
Congelamiento de 1 hora	405.8	366.275	39.525	25.00 % de agua perdida
Final	40.75	1.225	39.525	3.10 (B.S.)

6) Temperaturas	Inicial	A la hora de congelado	Final del ciclo de secado
T_1	18.0°C	-30.0°C	59.5°C
T_2	18.0°C	-26.5°C	60.5°C
T_3	20.0°C	-7.0°C	62.0°C
T_4	20.0°C	12.0°C	62.0°C

- 7) Presión de trabajo: 50 - 170 micras de Hg.

- 8) Temperatura del condensador: -19 a 23°F .
- 9) Tiempo en que la Temperatura T_1 alcanza 0°C = 2h 50' de empezado el secado.
- 10) Evolución de vapor de agua: 0.0011 gr/seg a 0.053 gr/seg.

Corrida No 4.

- 1) Lavado con agua clorada.
- 2) Congelamiento a vacío durante 1 hora.
- 3) Distancia entre placas = 8 cm.
- 4) Programa de temperaturas:

Congelamiento durante 1 hora

Calentamiento:

A 210°F durante 3 h : 45'

A 180°F durante 0 h : 40'

A 150°F durante 0 h : 15'

A 120°F durante 1 h : 50'

Secado durante 6 h : 30'

Total durante 7 1/2 horas

5)	Peso total	Peso de agua humedad, grs	Peso de sólidos, grs	% de humedad
Inicio	600.0	563.089	36.911	93.85 (B.H.)
Congelamiento de 1 hora	477.0	438.089	36.911	22.20 % de agua perdida
Final	38.0	1.089	36.911	2.87 (B.S.)

6) Temperaturas	Inicial	A la hora de congelado	Final del ciclo de secado
T_1	16.5°C	-24.5°C	59.0°C
T_2	17.0°C	-24.0°C	59.0°C
T_3	19.0°C	-9.0°C	59.0°C
T_4	19.0°C	9.0°C	60.0°C

- 7) Presión de trabajo: 40 - 80 micras de Hg.
- 8) Temperatura del condensador: -22 a -30°F

9) Tiempo en que la temperatura T_1 alcanza $0^{\circ}\text{C} = 3 \text{ h}:10'$ de empezado el secado.

10) Evolución de vapor de agua: $0.00275 - 0.060 \text{ gr/seg.}$

Corrida Nº 5.

1) Lavado con agua clorada.

2) Lavado con hipoclorito de sodio a 25 ppm.

3) Congelamiento evaporativo durante 1 hora.

4) Distancia entre placas = 8 cm.

5) Programa de temperaturas:

Congelamiento durante 1 hora.

Calentamiento:

A 210°F durante 2 h : 30'

A 180°F durante 1 h : 10'

A 150°F durante 1 h : 00'

A 120°F durante 1 h : 20'

Secado durante 6 horas.

Total durante 7 horas.

6) Temperaturas	Inicial	A la hora de congelado	Final del ciclo de secado
T_1	20.0°C	-21.0°C	64.0°C
T_2	20.0°C	-16.0°C	64.0°C
T_3	20.0°C	-6.0°C	64.0°C
T_4	20.0°C	13.0°C	65.0°C

7) Presión de trabajo: 50 - 675 micras de Hg.

8) Temperatura del plato condensador: -18° a 30°F .

9) Tiempo en que la temperatura T_1 alcanza $0^{\circ}\text{C} = 3\text{h}:10'$ de empezado el secado.

Corrida Nº 6.

- 1) Lavado con agua clorada.
- 2) Lavado con hipoclorito de sodio a 25 ppm.
- 3) Congelamiento previo en una refrigeradora a -20°C durante 10 horas.
- 4) Congelamiento evaporativo en la cámara de secado durante 1/2 hora.
- 5) Distancia entre placas = 8 cm.
- 6) Programa de temperaturas:

Congelamiento durante 1/2 hora

Calentamiento:

A 210°F durante 2 h : 55'

A 180°F durante 1 h : 25'

A 150°F durante 2 h : 10'

A 120°F durante 1 h : 30'

Secado durante 8 horas.

Total durante 8 1/2 horas.

7)	Peso total	Peso de agua humedad, grs	Peso de sólidos, grs	% de humedad
Inicio	550.0	516.175	33.825	93.85 (B.H.)
Congelamiento previo	549.5	515.675	33.825	0.097 % de H_2O perdida
Congelamiento de 1/2 hora	521.5	487.675	33.825	5.5 % de humedad inic.
Final	35.5	1.675	33.825	4.3 (B.S.)

8)	Temp.	Inicio	Cong. Previo	Al empezar cong. a vacío	Final del cong. a vacío	Final del ciclo de secado
T_1	20°C	-20°C	-13°C	-27.5°C	59.5°C	
T_2	20°C	-20°C	-10°C	-19.5°C	60.0°C	
T_3	20°C	-20°C	0°C	2.0°C	60.0°C	
T_4	20°C	-----	18°C	10.0°C	60.0°C	

- 9) Presión de trabajo: 55 - 750 micras de Hg.
- 10) Temperatura del plato condensador: -24° a -30°F .
- 11) Evolución de vapor de agua: 0.0045 gr/seg a 0.061 gr/seg.
- 12) Tiempo en que la temperatura T_1 alcanza $0^{\circ}\text{C} = 3 \text{ h} : 40'$ de em
pezado el secado.
- 13) La cebollita china liofilizada obtenida en esta corrida resul
tó de mejor calidad que las obtenidas en las corridas anterio
res.

TABLA 10.5

DATOS DE LA CORRIDA Nº 1

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
<u>CONGELAMIENTO A VACIO</u>							
0h 00'	-22.0	23.0	24.0	24.0	atm	-18	646.0
0h 05'	- 7.0	- 7.0	11.0	22.5	950	---	551.0
0h 10'	-22.0	-22.0	2.0	20.5	850	-18	518.0
0h 20'	-26.0	-26.0	- 4.0	18.0	70	-22	507.0
0h 30'	-27.0	-26.0	- 6.0	16.0	65	-23	505.0
0h 40'	-27.0	-26.0	- 7.0	14.0	65	-22	502.0
0h 50'	-27.0	-26.0	- 7.0	14.0	70	-22	499.0
1h 00'	-27.0	-26.0	- 7.0	13.0	70	-20	495.0
<u>CALENTAMIENTO CONSTANTE A 120°F (43.3°C)</u>							
1h 05'	-25.5	-23.0	3.0	30.5	65	-20	489.0
1h 15'	-24.0	-20.5	10.0	38.0	65	-20	483.0
1h 25'	-23.0	-20.0	13.0	40.0	--	-20	477.0
1h 30'	-23.0	-20.0	14.0	41.0	--	-19	473.0
1h 40'	-22.0	-18.5	16.0	43.0	80	-19	463.0
2h 00'	-21.0	-17.0	20.0	45.0	80	-18	423.0
2h 30'	-16.0	-11.0	25.0	48.0	80	-19	374.0
3h 00'	-11.5	- 8.0	29.0	50.0	85	-19	343.0
3h 30'	- 4.0	- 2.0	32.5	52.0	90	-19	307.0
4h 00'	2.0	4.5	35.0	53.0	95	-19	273.0
4h 30'	8.0	11.0	38.0	54.0	95	-19	250.0
5h 00'	11.0	14.0	40.0	55.0	--	-19	230.0
5h 30'	15.0	17.5	42.5	55.0	100	-18	220.0
6h 00'	19.0	22.0	45.0	56.0	100	-19	208.0
6h 30'	23.0	27.0	46.0	57.0	100	-19	198.0
7h 00'	26.0	32.0	48.0	57.0	100	-18	190.0
7h 30'	30.0	37.0	50.0	58.0	100	-19	183.0
8h 00'	33.0	41.5	50.0	58.0	100	-19	175.0
9h 00'	38.5	46.5	51.5	58.0	---	---	167.0
10h 00'	43.5	49.0	52.0	58.0	---	---	163.0
11h 00'	46.0	49.5	52.0	58.0	---	---	160.5

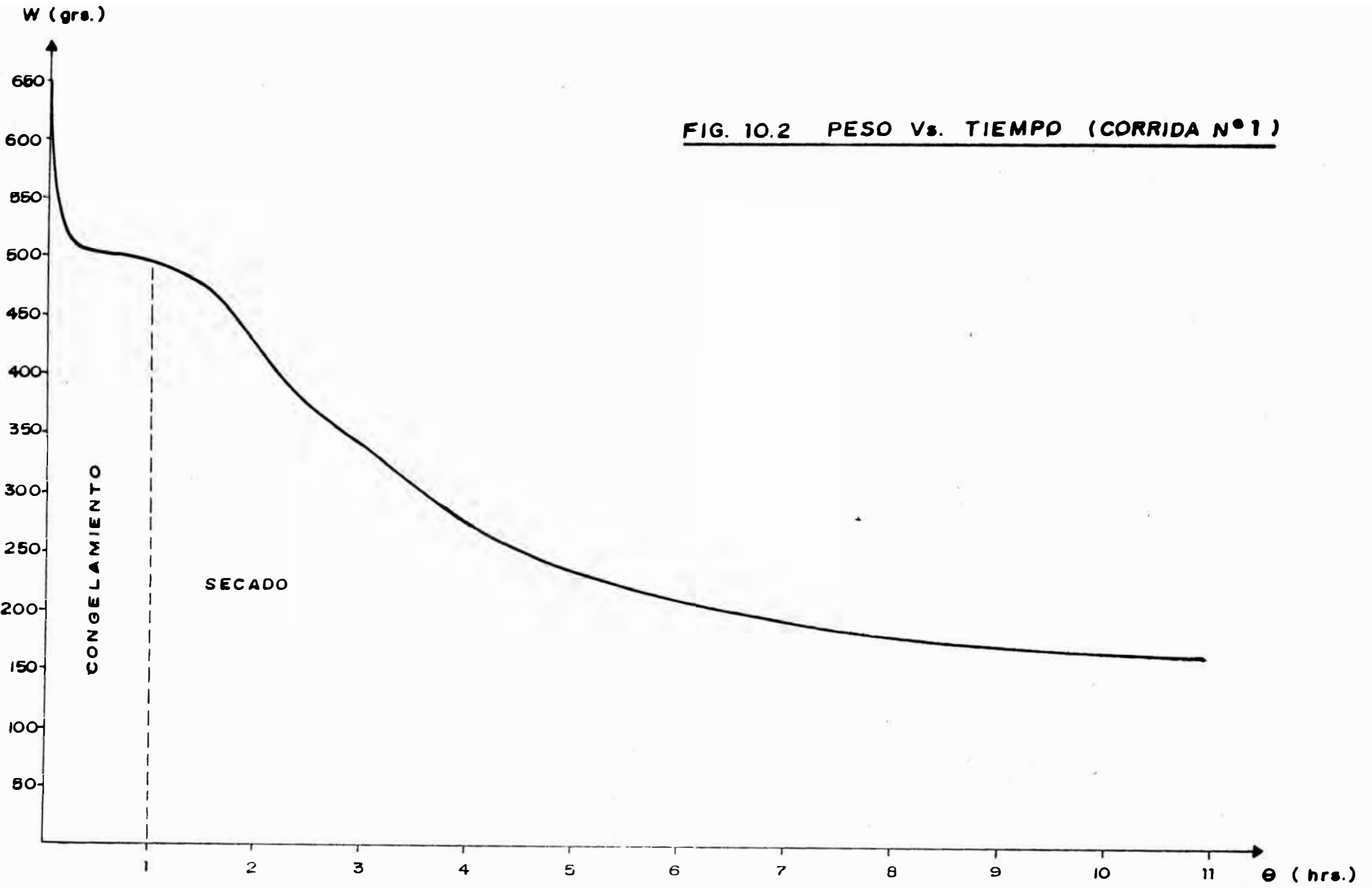


FIG. 10.2 PESO Vs. TIEMPO (CORRIDA N°1)

FIG. 10.3 TEMPERATURA vs. TIEMPO (Corrida N° 1)

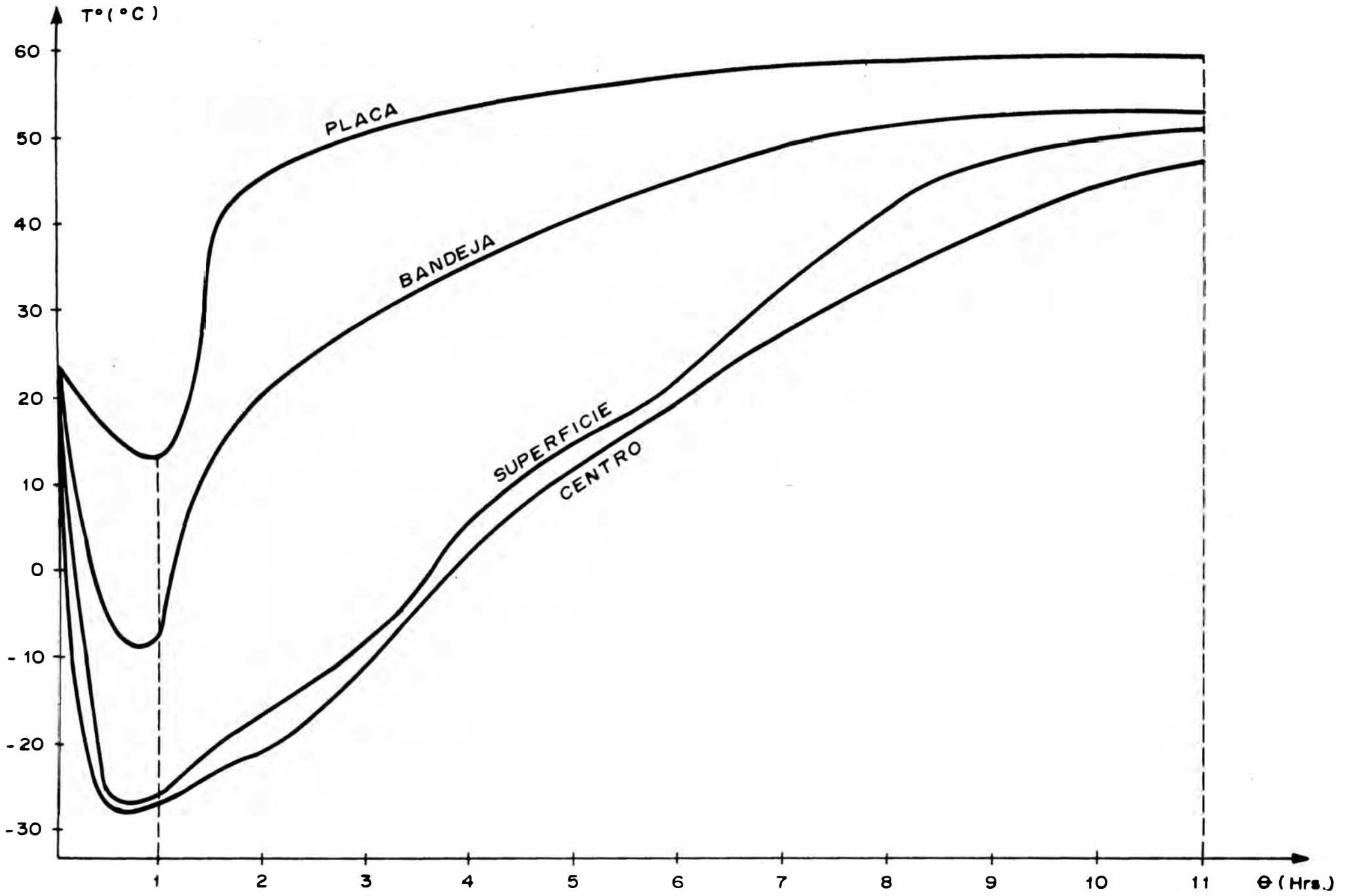


TABLA 10.6

DATOS DE LA CORRIDA Nº 2

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
<u>CONGELAMIENTO A VACIO</u>							
0h 00'	21.0	21.0	22.0	23.0	atm	---	518.0
0h 05'	7.0	11.0	18.0	21.0	4900	18	482.0
0h 10'	-21.0	-14.0	1.0	20.0	1850	-22	456.0
0h 15'	-23.0	-18.0	- 2.0	18.0	800	-23	436.0
0h 20'	-25.0	-20.0	- 5.0	16.0	200	-22	407.0
0h 25'	-26.0	-21.0	- 6.0	15.0	80	-23	416.0
0h 30'	-28.0	-22.0	- 7.0	14.0	50	-23	412.0
0h 40'	-29.0	-23.0	- 7.5	13.0	45	-24	407.0
0h 50'	-29.0	-23.0	- 8.0	12.0	65	-22	400.0
1h 00'	-29.0	-23.0	- 8.0	11.0	45	-22	393.0
<u>CALENTAMIENTO A 230°F</u>							
1h 05'	-29.0	-22.0	- 2.0	26.0	50	-22	387.0
1h 10'	-27.0	-15.0	14.0	48.0	50	-21	379.0
1h 15'	-25.0	- 9.0	30.0	67.0	50	-20	370.0
1h 20'	-24.0	- 4.0	40.0	78.0	50	-20	359.0
1h 25'	-23.0	- 1.0	46.0	82.0	50	-20	349.0
1h 30'	-22.0	1.0	49.0	84.0	50	-18	336.0
1h 35'	-22.0	3.5	52.0	85.0	55	-19	325.5
1h 40'	-21.5	5.5	54.0	86.0	55	-19	312.0
1h 45'	-21.0	8.0	56.5	87.0	60	-19	301.0
1h 50'	-20.0	10.5	59.0	88.0	55	-19	289.0
1h 55'	-20.0	13.0	60.5	88.0	60	-18	278.0
2h 00'	-20.0	16.5	62.5	88.5	60	-19	267.0
2h 05'	-19.5	19.0	64.0	88.5	60	-19	256.0
2h 10'	-19.0	22.0	66.0	89.0	60	-19	245.0
2h 15'	-18.5	25.0	67.0	89.5	60	-20	235.0
2h 20'	-17.5	27.5	66.5	90.0	60	-19	225.0
2h 25'	-16.5	30.0	70.0	90.0	60	-19	216.0
2h 30'	-15.5	32.0	71.0	90.0	60	-19	206.0
2h 35'	-15.0	33.0	72.0	90.5	60	-19	197.0
2h 40'	-13.5	35.0	72.5	91.0	60	-19	188.0
2h 45'	-12.5	36.0	73.5	91.0	60	-19	180.0
2h 50'	-11.0	37.0	74.5	91.0	60	-19	171.0
2h 55'	- 9.5	38.0	75.0	91.0	60	-19	163.0
3h 00'	- 8.5	40.0	76.0	91.0	60	-19	155.0
<u>CALENTAMIENTO A 190°F</u>							
3h 05'	- 7.0	40.0	76.0	89.0	60	-19	148.0
3h 10'	- 6.0	39.0	74.0	87.0	75	-19	140.5
3h 15'	- 5.0	38.0	72.0	84.0	75	-19	134.0
3h 20'	- 4.0	37.0	70.5	82.0	75	-20	127.5
3h 25'	- 3.0	36.0	69.0	80.0	75	-19	122.0
3h 30'	- 1.0	34.5	68.0	78.0	85	-19	-----
3h 35'	1.0	34.0	67.0	78.0	75	-19	111.5

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
3h 40'	3.5	33.0	67.0	78.0	75	-19	106.5
3h 45'	7.5	33.0	67.0	77.0	80	-20	101.5
3h 50'	113.0	33.0	67.5	77.5	80	-19	97.0
3h 55'	17.5	33.5	68.0	77.5	75	-19	92.5
<u>CALENTAMIENTO A 150°F</u>							
4h 05'	26.5	36.5	69.0	77.0	85	-20	84.0
4h 10'	31.0	39.0	69.0	77.0	85	-19	80.0
4h 15'	36.0	41.5	70.0	77.5	80	-19	76.0
<u>CALENTAMIENTO A 110°F</u>							
4h 20'	40.5	44.0	70.0	77.0	90	-20	73.5
4h 25'	44.5	46.5	70.0	76.0	100		69.0
4h 30'	47.5	49.0	68.5	74.0	100	-20	66.0
4h 35'	49.5	51.5	67.5	73.0	100	-20	63.0
4h 40'	51.5	54.0	67.0	72.0	100	-19	60.7
4h 45'	53.5	56.0	66.0	71.0	100	-19	59.0
4h 50'	55.5	58.0	65.5	70.0	100	-20	56.0
4h 55'	56.5	59.0	65.0	69.0	100	-20	54.0
5h 00'	58.5	61.0	65.0	68.0	100	-20	52.0
5h 05'	60.0	61.5	64.5	68.0	100	-20	----
5h 10'	61.0	62.0	64.0	67.0	---	---	48.0
5h 15'	62.0	63.0	64.0	67.0	100	-20	----
5h 20'	62.5	64.0	64.0	66.5	---	---	----
5h 25'	63.0	64.0	64.0	66.0	---	---	----
5h 30'	64.0	64.0	64.0	66.0	---	---	44.0
5h 35'	64.5	64.5	64.5	66.0	---	---	----
5h 40'	65.0	65.0	65.0	65.5	---	---	40.0
5h 50'	65.0	65.0	65.0	65.0	---	---	----
6h 00'	65.0	65.0	65.0	65.0	---	---	38.0

FIG. 10. 4 PESO vs. TIEMPO (Corrida N° 2)

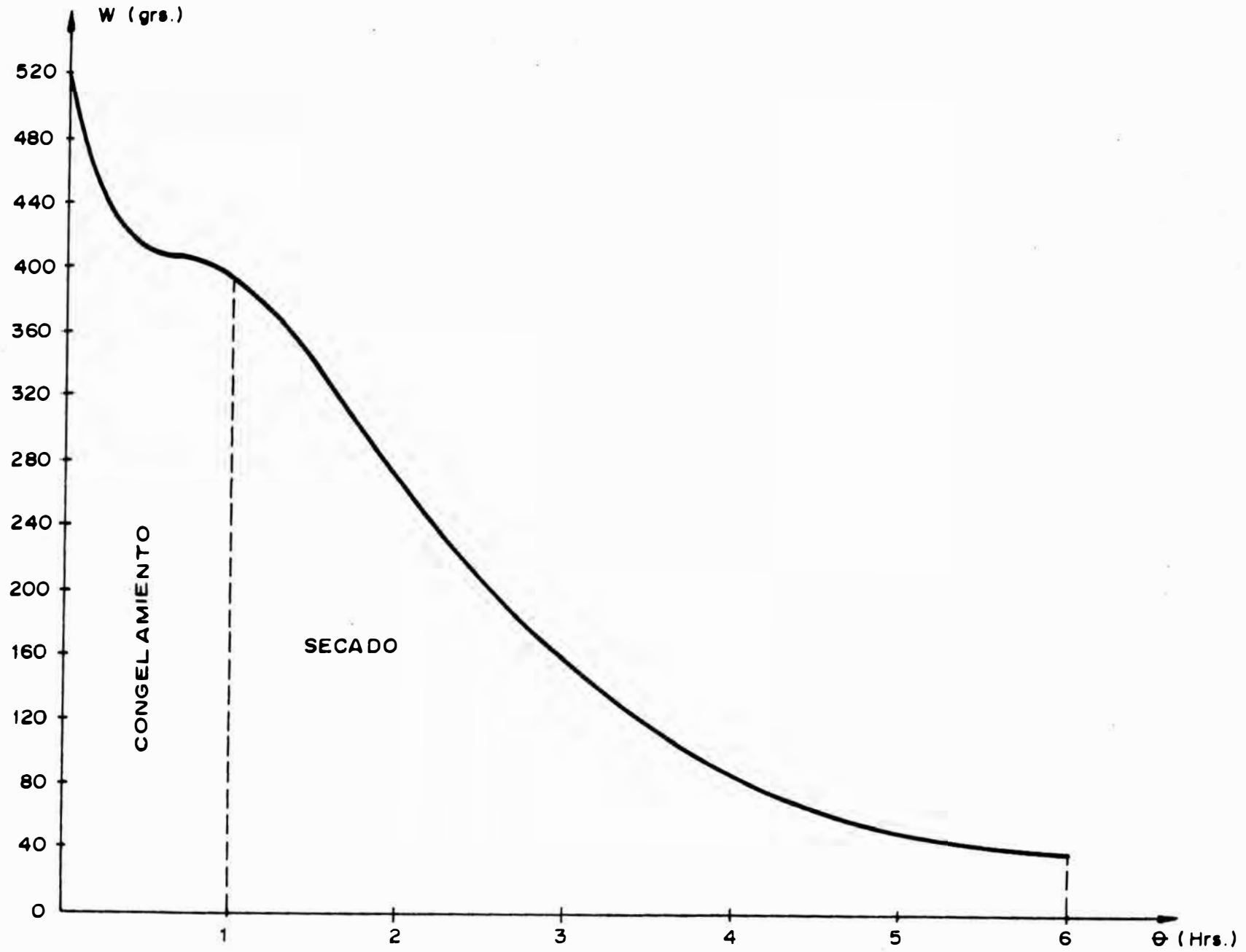


FIG. 10.5 TEMPERATURA vs. TIEMPO (Corrida N° 2)

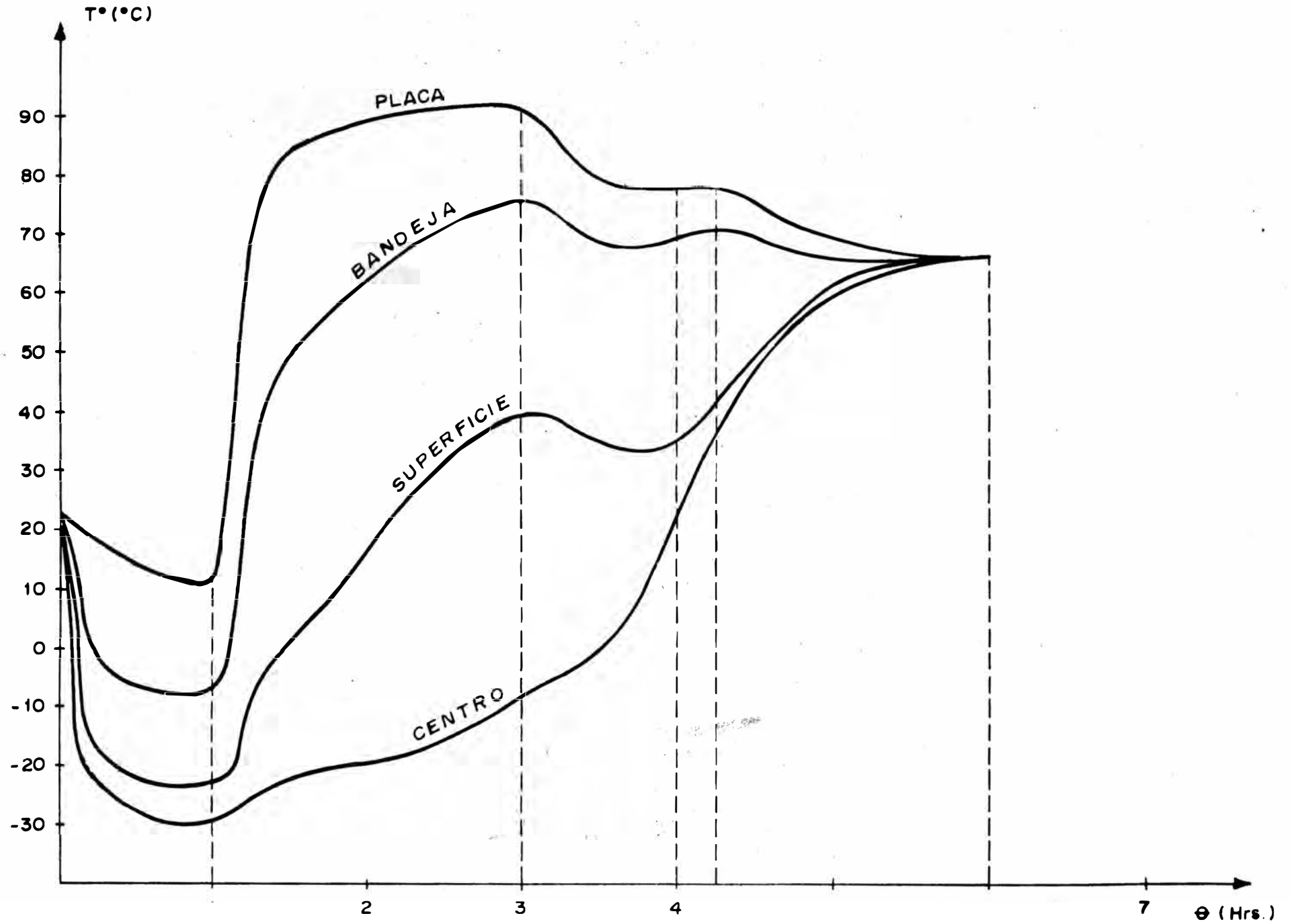


TABLA 10.7

DATOS DE LA CORRIDA Nº 3

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
<u>CONGELAMIENTO A VACIO</u>							
0h 00'	18.0	18.0	20.0	22.0	atm	---	528.0
0h 05'	6.0	8.0	18.0	21.0	---	---	-----
0h 10'	-13.0	-11.0	8.0	20.0	1000	- 2	448.8
0h 15'	-26.0	-22.0	2.0	18.0	990	-20	438.8
0h 25'	-30.0	-25.0	- 4.0	16.0	50	-25	429.8
0h 30'	-30.0	-26.0	- 5.0	15.0	50	-25	426.6
0h 40'	-30.0	-26.0	- 6.5	13.0	50	-24	418.8
0h 50'	-30.0	-26.0	- 7.0	12.0	60	-24	411.8
1h 00'	-30.0	-26.5	- 7.0	12.0	70	-24	405.8
<u>CALENTAMIENTO A 220°F</u>							
1h 10'	-29.0	-20.0	8.0	42.0	75	-22	396.8
1h 15'	-23.0	-16.0	20.0	60.0	75	-21	388.8
1h 20'	-27.0	-10.0	36.0	75.5	105	-20	376.8
1h 25'	-26.5	- 6.0	44.0	82.0	110	-20	363.8
1h 30'	-26.0	- 4.0	48.5	84.0	150	-20	350.3
1h 35'	-26.0	- 1.5	52.0	86.0	130	-19	338.8
1h 40'	-25.5	1.0	55.0	86.0	---	---	326.3
1h 45'	-25.0	3.0	58.0	87.0	---	---	318.8
1h 50'	-25.0	6.0	60.0	87.0	---	---	301.8
1h 55'	-24.0	8.5	62.5	88.0	105	-20	289.8
2h 00'	-24.0	11.0	64.0	88.0	105	-19	278.3
2h 10'	-23.0	17.0	67.0	89.0	---	-19	256.8
2h 15'	-23.0	20.0	68.0	90.0	100	-19	247.8
2h 20'	-22.5	23.0	69.0	90.0	---	-19	235.8
2h 25'	-22.0	26.0	70.0	90.5	100	-19	225.8
2h 30'	-21.0	30.0	71.5	91.0	100	-19	215.3
2h 40'	-19.0	35.5	73.5	91.5	125	-20	197.8
2h 45'	-18.5	38.0	74.0	91.5	100	-19	188.8
2h 50'	-17.0	40.0	75.0	91.5	90	-20	179.8
3h 00'	-15.0	44.0	76.5	92.0	100	-19	163.3
3h 05'	-14.0	46.0	77.0	92.0	95	-20	154.8
3h 15'	-11.5	50.0	78.0	92.0	95	-19	138.8
<u>CALENTAMIENTO A 180°F</u>							
3h 20'	- 9.5	51.0	78.0	92.0	170	-20	132.8
3h 30'	- 7.0	50.0	74.3	85.0	---	-20	118.8
3h 40'	- 4.0	49.0	72.0	82.0	105	-20	106.8
3h 50'	0.0	47.5	68.0	78.0	95	-20	97.3
4h 00'	2.0	47.0	66.0	76.0	---	-20	86.8
4h 10'	5.5	48.5	66.5	75.0	95	-20	79.3
4h 15'	7.5	49.0	67.0	74.5	105	-20	75.8

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
<u>CALENTAMIENTO a 130°F</u>							
4h 20'	10.0	50.0	67.0	74.5	100	-19	72.3
4h 30'	14.0	50.0	66.0	72.0	95	-20	65.8
4h 40'	17.0	50.0	65.0	70.0	95	-20	60.3
4h 50'	20.0	50.0	64.0	68.0	100	-20	55.3
5h 00'	23.0	51.5	63.0	67.0	---	---	51.8
5h 10'	26.5	52.5	62.5	66.0	100	-20	48.8
5h 20'	30.0	53.0	63.0	65.5	100	-20	46.3
5h 30'	35.5	54.0	62.0	64.0	---	---	45.0
5h 40'	41.0	55.0	62.0	64.0	---	---	44.0
5h 50'	48.5	56.0	62.0	63.5	100	-19	43.0
6h 00'	53.0	57.5	62.0	63.0	---	---	42.8
6h 05'	56.5	58.5	62.0	63.0	---	---	---
6h 10'	58.0	59.5	62.0	62.5	---	-20	41.5
6h 15'	59.0	60.0	62.0	62.5	---	---	---
6h 20'	59.5	60.5	62.0	62.0	---	---	40.75

FIG. 10.6 PESO vs. TIEMPO (Corrida N° 3)

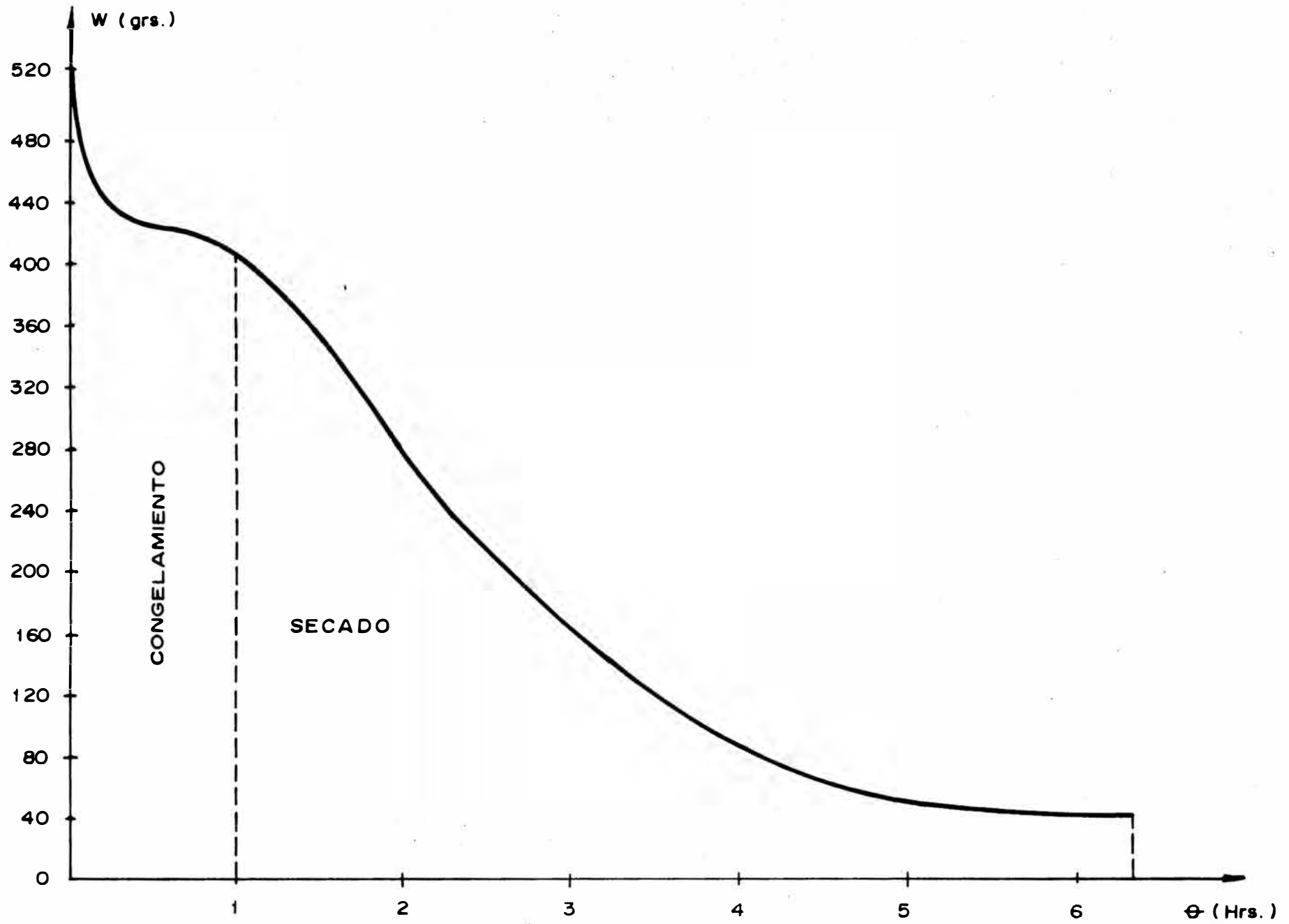


FIG. 10.7 TEMPERATURA vs. TIEMPO (Corrida N° 3)

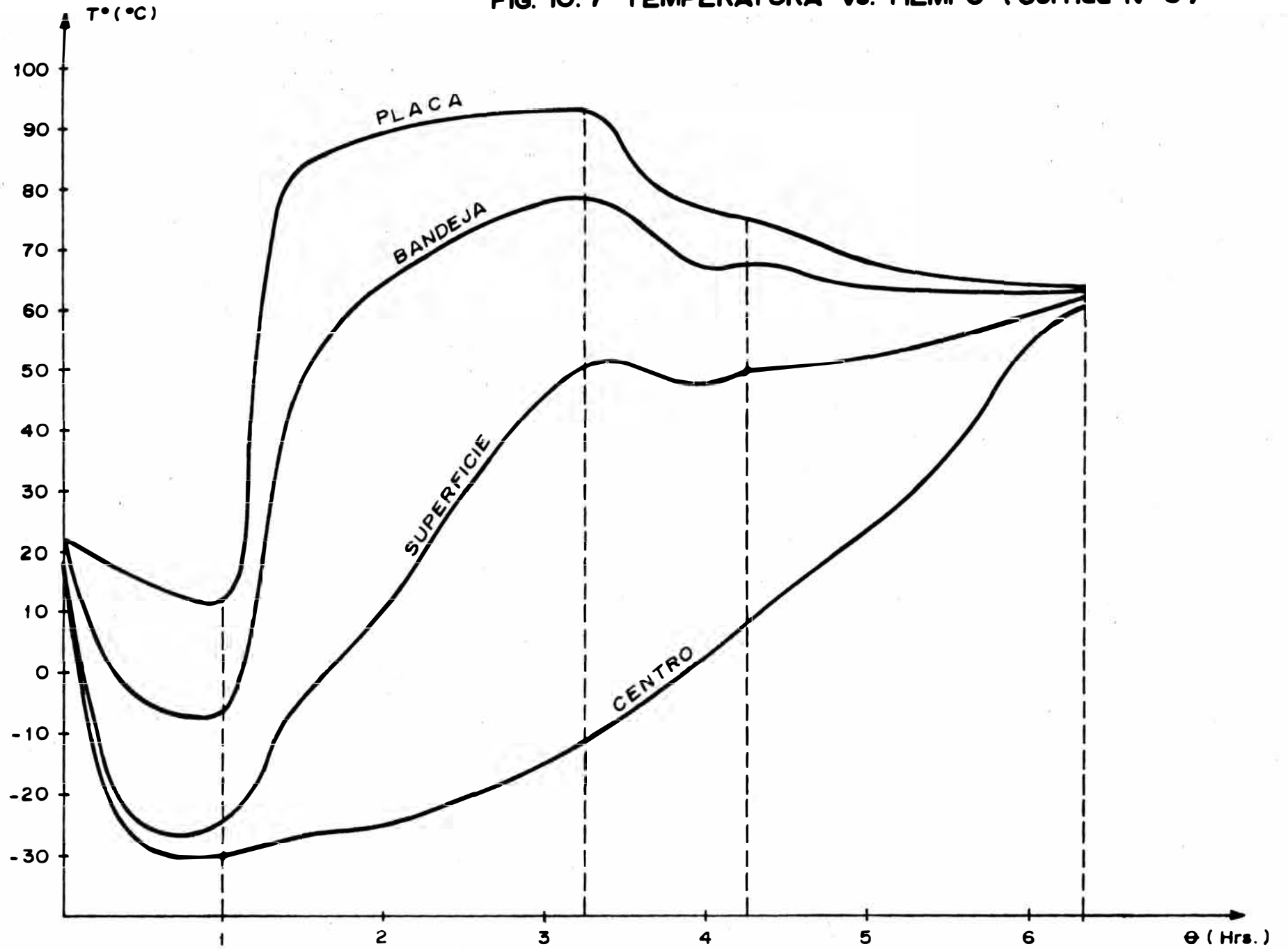


TABLA 10.8

DATOS DE LA CORRIDA Nº 4

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
<u>CONGELAMIENTO A VACIO</u>							
0h 00'	16.5	17.0	19.0	19.0	atm	---	600.0
0h 06'	- 2.0	1.0	18.0	18.0	1480	---	577.0
0h 10'	-11.0	-10.0	0.0	18.0	1450	-22	507.0
0h 20'	-16.0	-15.0	- 5.0	15.0	50	-30	498.0
0h 30'	-18.5	-18.0	- 8.0	12.5	50	-30	492.0
0h 40'	-19.5	-19.0	- 9.0	10.5	115	-29	487.0
1h 00'	-24.5	-24.0	- 9.0	9.0	300	-30	477.0
<u>CALENTAMIENTO A 210°F</u>							
1h 15'	-28.0	-27.0	- 8.5	9.0	500	-26	471.0
1h 30'	-30.0	-30.0	- 8.0	9.0	40	-30	455.0
1h 45'	-29.5	-27.0	21.0	46.0	50	-26	437.0
2h 00'	-27.0	-21.0	38.0	74.0	50	-26	401.0
2h 15'	-24.0	-19.0	42.0	78.0	50	-24	365.0
2h 30'	-22.5	-15.0	50.0	79.0	50	-25	331.0
2h 45'	-20.0	-14.0	55.0	80.0	70	-26	298.0
3h 00'	-19.5	- 9.5	57.0	81.0	50	-25	269.0
3h 15'	-18.5	- 4.5	60.0	82.0	50	-26	240.0
3h 30'	-17.5	2.0	62.0	83.0	60	-25	214.0
3h 45'	-18.0	4.0	65.0	82.0	70	-26	189.0
4h 00'	-19.0	10.0	67.0	83.0	65	-25	167.0
4h 15'	-19.0	12.5	68.0	83.0	65	-26	145.0
4h 30'	-17.0	16.0	70.0	83.0	60	-26	123.0
4h 45'	-13.0	19.5	72.0	83.0	90	-26	105.0
<u>CALENTAMIENTO A 180°F</u>							
5h 00'	- 4.0	23.5	70.0	79.0	50	-26	89.0
5h 15'	3.0	26.5	67.0	74.0	55	-26	87.0
5h 25'	11.0	32.5	66.5	75.0	55	-27	69.5
<u>CALENTAMIENTO A 150°F</u>							
5h 30'	16.0	38.0	66.0	73.0	80	-27	66.0
5h 40'	24.0	46.5	65.0	70.0	50	-28	61.0
<u>CALENTAMIENTO A 120°F</u>							
5h 45'	27.5	51.0	65.0	69.0	50	-27	58.5
6h 00'	38.0	58.5	64.5	65.0	50	-26	52.0
6h 15'	45.0	59.0	59.5	60.0	50	-26	48.0
6h 30'	53.5	59.0	59.5	60.0	50	-26	----
6h 45'	57.5	59.0	59.0	60.0	50	-26	----
7h 00'	59.0	59.0	59.0	60.0	50	-26	40.0
7h 15'	59.0	59.0	59.0	60.0	50	-20	----
7h 30'	59.0	59.0	59.0	60.0	50	-26	38.0

FIG. 10.8 PESO vs TIEMPO (Corrida N° 4)

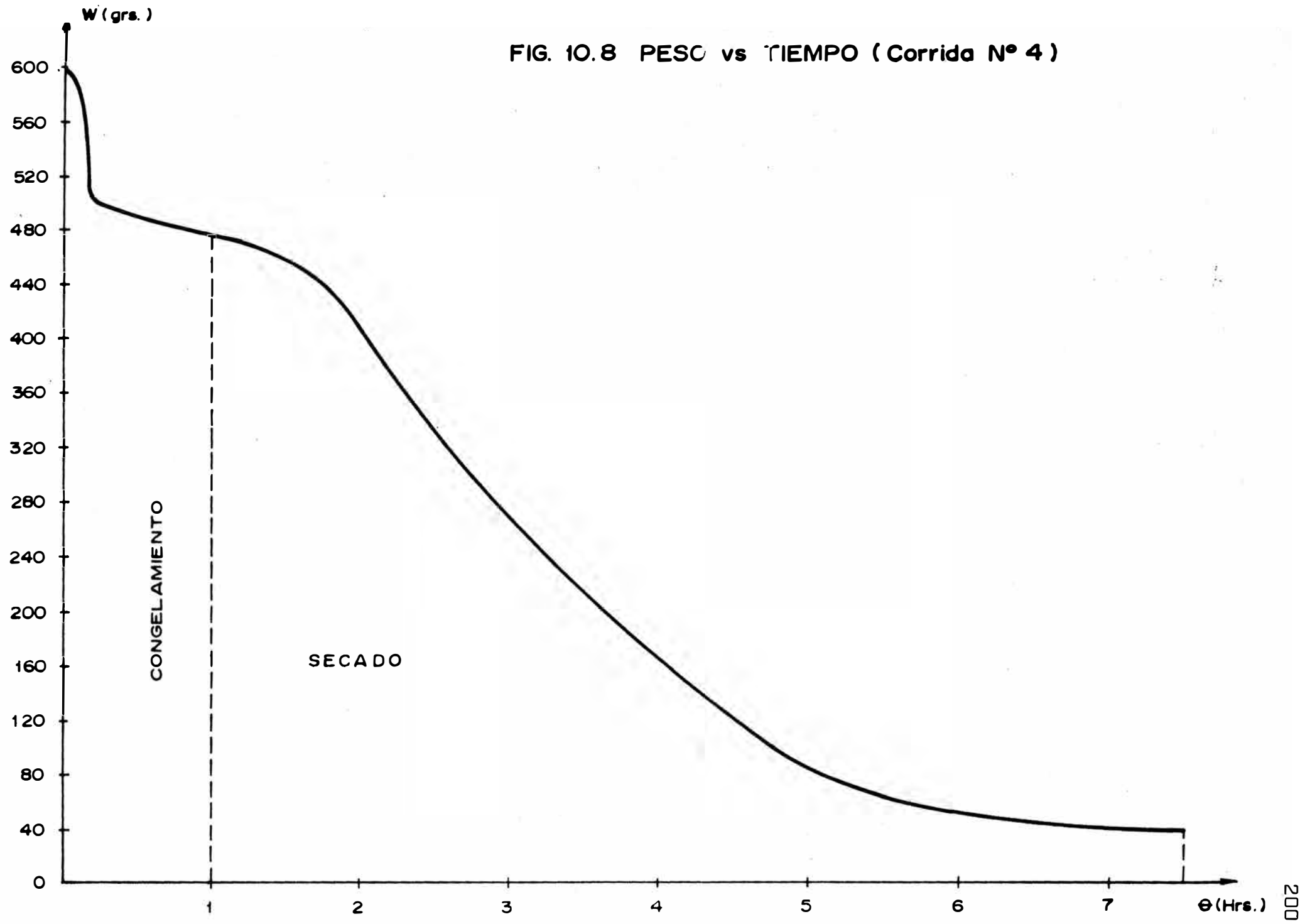


FIG. 10.9 TEMPERATURA vs. TIEMPO (Corrida N°4)

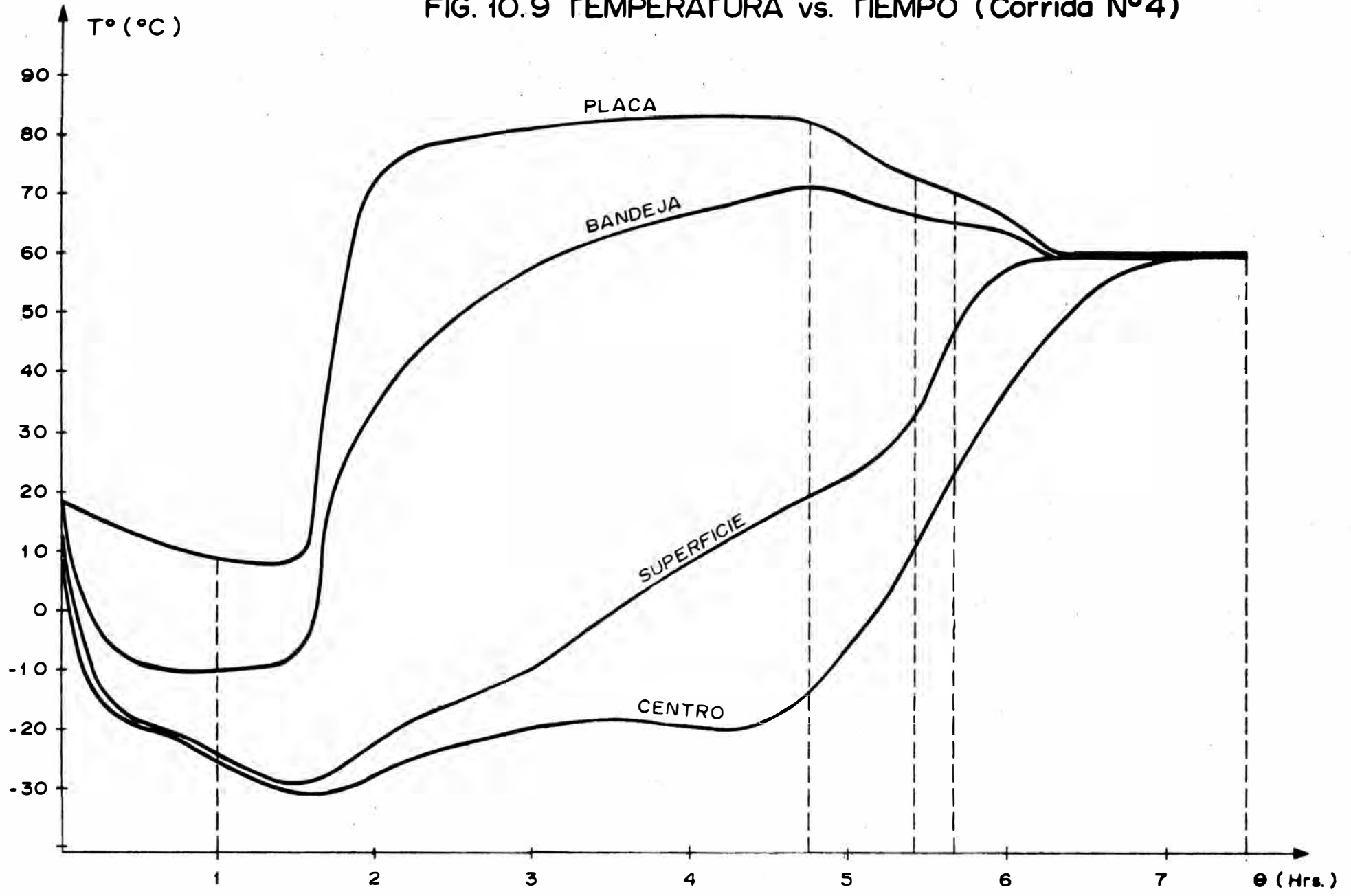


TABLA 10.9

DATOS DE LA CORRIDA Nº 5

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
<u>CONGELAMIENTO A VACIO</u>							
0h 00'	20.0	20.0	20.0	20.0	atm	---	---
0h 02'	16.0	-17.0	19.0	20.5	---	---	---
0h 06'	-11.0	-5.0	9.0	20.0	1700	18	---
0h 08'	-18.0	-12.0	6.0	18.5	1500	6	---
0h 10'	-23.0	-17.0	3.0	18.0	1000	-6	---
0h 12'	-29.0	-25.0	-1.0	18.0	300	-20	---
0h 15'	-31.0	-28.0	-4.5	17.0	50	-26	---
0h 18'	-32.0	-29.0	-7.0	16.0	50	-28	---
0h 20'	-32.0	-30.0	-7.5	16.0	50	-29	---
0h 26'	-31.0	-29.0	-9.0	15.0	50	-30	---
0h 30'	-30.5	-28.0	-9.0	15.0	50	-30	---
0h 35'	-28.5	-26.0	-9.0	14.0	50	-28	---
0h 40'	-27.0	-23.5	-8.0	14.0	50	-28	---
0h 45'	-25.0	-22.0	-8.0	13.5	50	-28	---
0h 51'	-24.0	-20.5	-7.0	13.0	55	-28	---
0h 56'	-22.0	-17.0	-7.0	13.0	55	-28	---
1h 00'	-21.0	-16.0	-6.0	13.0	60	-28	---
<u>CALENTAMIENTO A 210^oF</u>							
1h 05'	-20.0	-14.5	-5.0	18.0	55	-26	---
1h 10'	-17.0	-13.0	7.0	40.5	55	-26	---
1h 15'	-15.5	-12.0	14.0	52.5	55	-24	---
1h 20'	-14.0	-10.5	20.0	72.0	55	-23	---
1h 26'	-13.0	-9.0	40.0	81.0	55	-22	---
1h 32'	-13.0	-9.0	44.0	83.0	55	-22	---
1h 37'	-12.5	-8.0	46.0	84.0	55	-22	---
1h 45'	-12.0	-7.5	48.0	84.5	55	-22	---
1h 55'	-13.5	-7.0	56.0	84.0	90	-22	---
2h 05'	-14.5	-6.5	55.5	84.5	65	-22	---
2h 10'	-15.0	-6.0	54.0	85.0	65	-22	---
2h 15'	-15.5	-5.5	58.5	85.0	65	-22	---
2h 20'	-16.0	-5.0	60.0	86.0	350	-20	---
2h 30'	-15.0	-4.0	63.5	87.0	675	-18	---
2h 40'	-15.5	-3.0	64.0	86.5	300	-20	---
2h 45'	-15.5	-2.0	65.0	86.0	125	-22	---
2h 50'	-16.0	-1.0	66.0	86.0	100	-23	---
2h 55'	-15.5	.0	66.5	86.0	75	-23	---
3h 00'	-14.0	1.0	68.5	87.0	75	-22	---
3h 05'	-13.0	2.5	70.0	87.0	90	-22	---
3h 10'	-9.0	4.5	71.5	88.0	100	-23	---
3h 15'	-8.0	7.0	72.5	88.0	85	-22	---
3h 20'	-6.0	9.0	73.5	88.0	90	-23	---
3h 25'	-5.0	10.5	74.0	88.0	90	-23	---
3h 30'	-4.0	12.0	75.0	88.5	90	-23	---

CALENTAMIENTO A 180°F

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
3h 35'	- 3.5	13.5	75.5	88.5	90	-22	---
3h 40'	- 3.0	14.0	75.5	88.0	100	-22	---
3h 45'	- 2.0	15.0	75.5	87.5	110	-22	---
3h 50'	- 2.0	15.0	75.0	87.0	115	-22	---
3h 55'	- 1.0	15.5	75.0	86.0	120	-22	---
4h 00'	- 1.0	14.0	74.0	84.0	110	-22	---
4h 05'	- 0.5	13.5	72.5	82.5	110	-22	---
4h 10'	0.0	13.0	71.5	80.5	100	-22	---
4h 15'	0.5	13.0	70.0	79.0	100	-22	---
4h 20'	1.0	13.0	69.5	78.0	95	-23	---
4h 25'	2.0	13.5	88.5	77.0	95	-23	---
4h 30'	3.5	14.0	68.0	76.0	100	-23	---
4h 35'	6.0	15.0	67.5	75.0	100	-22	---
4h 40'	8.0	16.0	68.0	75.0	120	-23	---

CALENTAMIENTO A 150°F

4h 45'	12.0	18.0	67.5	75.0	110	-23	---
4h 50'	15.0	21.0	69.0	75.0	115	-23	---
5h 00'	24.0	37.5	70.0	75.0	115	-23	---
5h 10'	33.0	47.5	70.0	72.5	110	-23	---
5h 20'	39.0	50.0	69.5	72.0	120	-23	---
5h 30'	42.5	53.0	69.0	70.0	120	-23	---
5h 40'	48.0	55.0	68.5	70.0	120	-23	---

CALENTAMIENTO A 120°F

5h 50'	52.5	57.0	67.5	69.0	115	-23	---
6h 00'	56.0	60.0	67.0	67.0	115	-23	---
6h 10'	60.0	63.0	65.0	65.0	115	-23	---
6h 20'	62.0	64.0	65.0	65.0	115	-23	---
6h 30'	63.0	64.0	65.0	65.0	115	-23	---
6h 40'	63.0	64.0	65.0	65.0	115	-23	---
6h 50'	63.0	64.0	65.0	65.0	120	-23	---
7h 00'	64.0	64.0	65.0	65.0	120	-23	---

FIG. 10.10 TEMPERATURA vs. TIEMPO (Corrida N° 5)

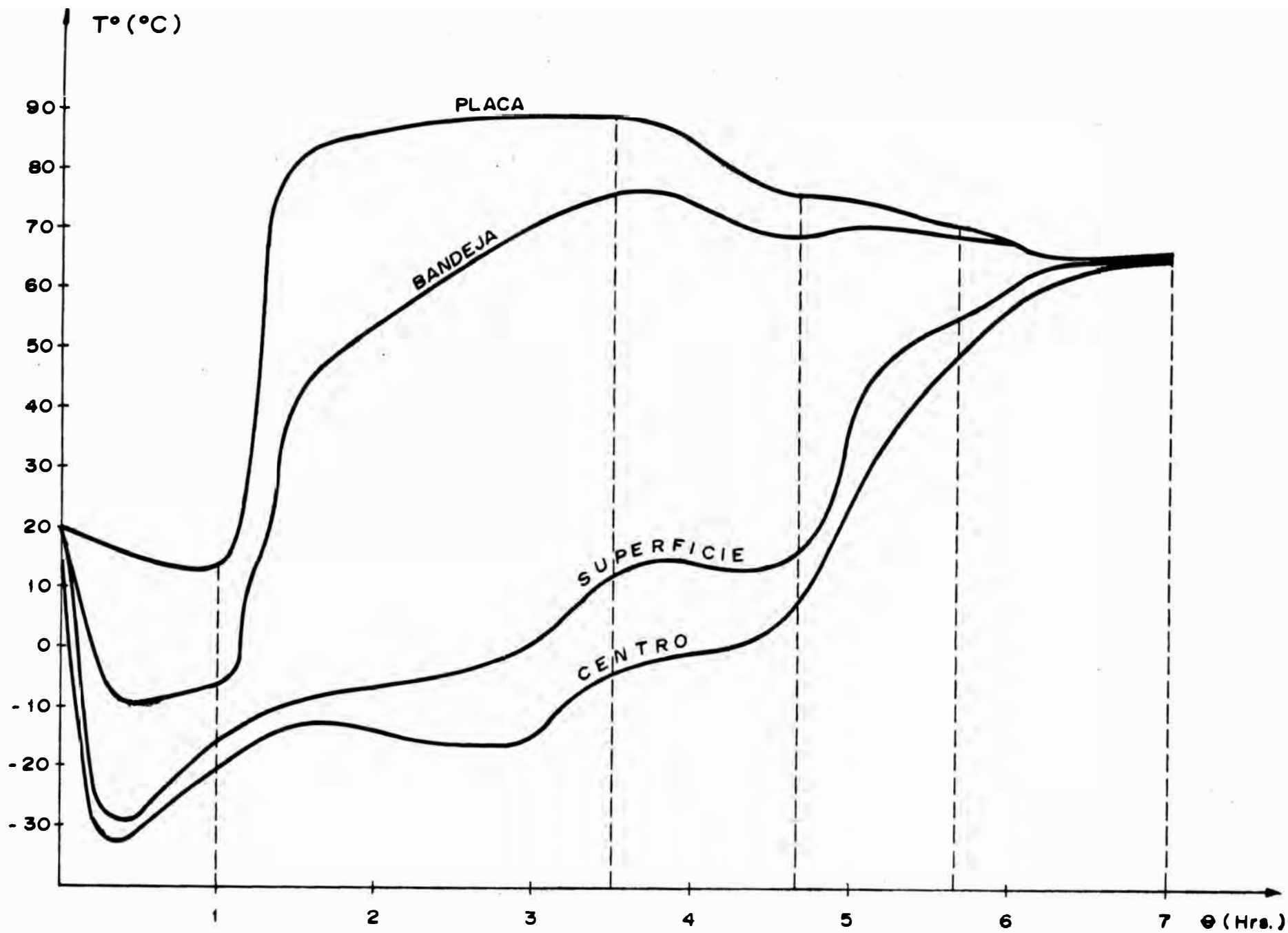


TABLA 10.10

DATOS DE LA CORRIDA N° 6

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
<u>CONGELAMIENTO A VACIO</u>							
0h 00'	-13.0	-10.0	0.0	18.0	atm	---	549.5
0h 10'	-24.0	-12.5	- 9.0	14.0	850	-26	532.5
0h 20'	-27.5	-17.5	- 7.0	11.5	560	-30	529.5
0h 30'	-27.5	-19.5	2.0	10.0	400	-30	521.5
<u>CALENTAMIENTO A 210°F</u>							
0h 40'	-27.0	-15.0	12.0	42.0	55	-28	506.5
0h 50'	-25.0	-16.0	32.5	69.0	430	-26	486.5
1h 00'	-28.0	-19.0	43.0	74.0	---	---	458.5
1h 10'	-24.0	-16.0	47.5	76.5	220	-24	435.5
1h 20'	-20.0	-12.5	50.0	78.0	475	-24	419.5
1h 30'	-23.0	- 9.5	54.0	78.0	110	-23	390.5
1h 40'	-23.0	- 9.5	57.5	79.5	145	-24	365.5
1h 45'	-22.5	- 5.5	58.0	80.0	250	-24	354.5
1h 50'	-12.5	- 2.5	59.0	80.0	435	-25	345.5
2h 00'	-24.0	1.0	62.0	80.0	100	-25	324.5
2h 05'	-24.5	3.0	63.0	80.0	100	-25	315.5
2h 10'	-22.5	7.0	63.5	80.0	220	-25	305.5
2h 15'	-21.5	10.0	64.0	81.5	380	-24	290.5
2h 20'	-20.0	13.0	65.0	82.0	510	-24	-----
2h 30'	-18.0	18.0	67.0	82.0	100	-24	269.5
2h 40'	-19.0	19.5	68.0	81.0	50	-26	252.5
2h 50'	-17.5	23.5	69.5	82.0	275	-24	-----
3h 00'	-16.0	27.5	70.0	82.5	175	-23	222.5
3h 10'	-14.0	28.0	72.5	82.0	60	-25	205.5
3h 15'	-10.5	29.5	71.5	83.0	130	-25	-----
3h 20'	-11.5	30.0	72.0	83.0	260	-25	192.5
3h 25'	- 6.5	29.0	71.0	82.0	525	-25	185.5
<u>CALENTAMIENTO A 180°F</u>							
3h 30'	-10.0	28.5	70.0	80.0	650	-24	180.5
3h 35'	-10.0	25.5	70.0	76.5	110	-26	170.5
3h 40'	-10.0	23.5	67.0	74.0	110	-25	165.5
3h 45'	- 8.5	23.5	67.0	74.0	120	-25	159.5
3h 50'	- 8.0	23.0	65.0	72.5	250	-25	153.5
3h 55'	- 4.5	23.5	64.0	72.0	400	-26	148.5
4h 00'	- 6.5	24.0	63.0	72.0	535	-25	144.5
4h 05'	- 6.0	22.5	64.0	71.0	430	-26	137.5
4h 10'	- 5.5	24.0	64.0	71.5	130	-26	134.5
4h 20'	- 5.5	25.0	64.5	72.0	250	-26	124.5
4h 30'	- 6.0	21.5	68.0	72.0	130	-26	114.5
4h 35'	- 1.0	21.0	67.0	71.0	110	-25	-----
4h 40'	- 0.5	32.5	67.0	71.0	130	-26	105.5
4h 45'	1.0	31.0	68.0	71.5	135	-25	-----
4h 50'	3.5	37.0	68.5	72.0	160	-26	97.5

Tiempo	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	P	T	W
--------	----------------	----------------	----------------	----------------	---	---	---

CALENTAMIENTO A 150°F

4h 55'	4.0	40.0	68.5	72.0	345	-26	----
5h 00'	2.5	42.5	65.0	68.0	125	-25	89.5
5h 05'	1.0	42.0	60.0	61.5	120	-25	85.5
5h 10'	- 1.5	44.0	56.0	65.0	65	-25	63.5
5h 20'	0.0	45.0	58.0	64.0	70	-25	78.0
5h 25'	3.5	45.5	58.0	62.5	150	-25	75.5
5h 30'	1.0	48.0	59.0	62.0	250	-25	72.0
5h 35'	6.0	49.0	59.0	62.0	300	-25	----
5h 40'	2.0	50.5	60.0	61.5	500	-25	----
5h 45'	1.0	51.0	60.0	60.5	125	-23	----
5h 50'	2.5	51.5	58.0	60.0	65	-25	63.0
5h 55'	2.0	52.5	59.0	60.0	65	-25	61.5
6h 00'	1.0	53.0	59.0	60.0	60	-25	59.0
6h 05'	2.5	54.0	59.5	60.0	70	-25	----
6h 10'	4.5	55.0	60.0	60.5	110	-25	55.5
6h 20'	7.0	56.0	60.0	60.5	225	-25	52.5
6h 30'	14.0	58.0	60.0	61.0	300	-25	----
6h 40'	19.5	59.0	59.0	60.5	360	-25	47.5
6h 45'	23.0	59.5	60.0	60.5	400	-25	----
6h 55'	26.0	60.0	60.0	60.5	400	-25	44.5
7h 00'	28.5	60.0	60.0	60.5	410	-26	43.5

CALENTAMIENTO A 120°F

7h 05'	31.5	60.0	60.0	60.0	440	-25	41.5
7h 15'	35.5	60.5	60.0	60.0	525	-25	----
7h 20'	40.5	60.0	60.0	60.0	600	-25	39.5
7h 30'	39.5	60.0	60.0	60.0	575	-26	38.5
7h 40'	47.5	60.0	60.0	60.0	575	-26	----
7h 50'	45.0	60.0	60.0	60.0	125	-26	----
8h 00'	52.5	60.0	60.0	60.0	100	-26	36.5
8h 15'	48.0	60.0	60.0	60.0	100	-26	----
8h 20'	52.5	60.0	60.0	60.0	125	-26	----
8h 30'	59.5	60.0	60.0	60.0	120	-26	35.5

FIG. 10.11 PESO vs. TIEMPO (Corrida N° 6)

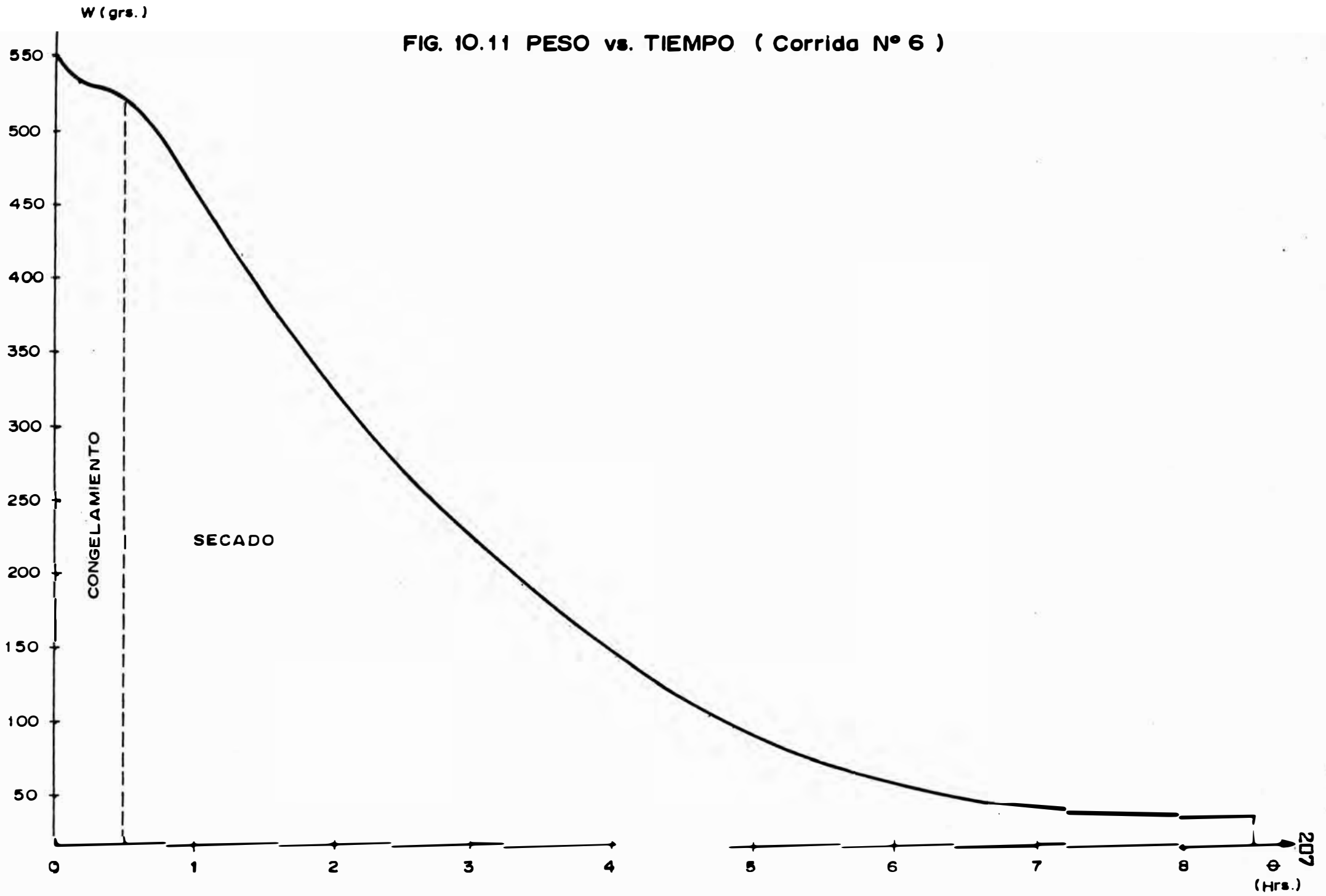
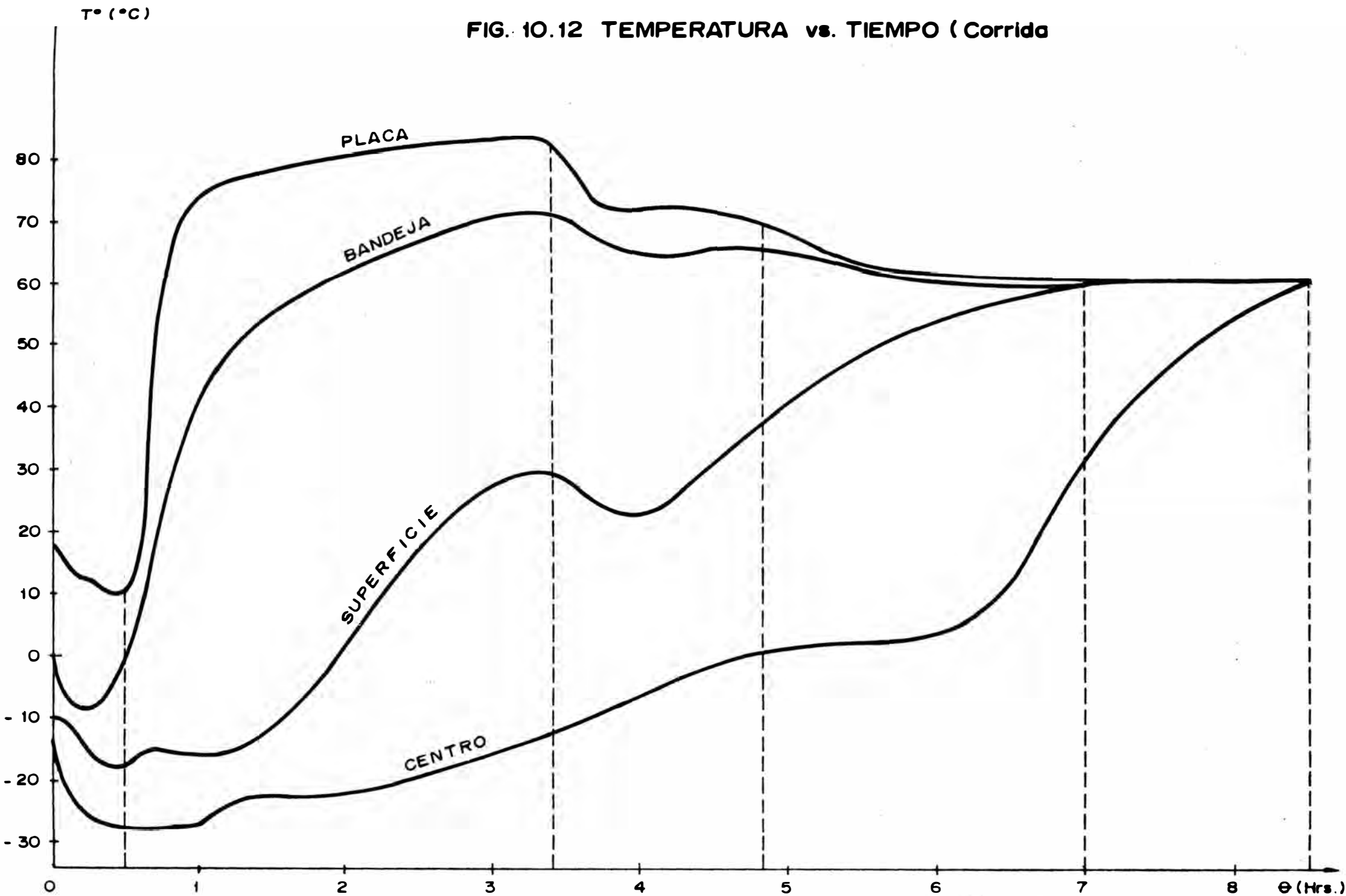


FIG. 10.12 TEMPERATURA vs. TIEMPO (Corrida



10.4 PRODUCTO TERMINADO.

10.4.1 Pruebas de rehidratación.

Dos pruebas básicas han sido empleadas para la rehidratación del producto liofilizado:

a) Medición de la cantidad total de agua adsorbida bajo ciertas condiciones específicas de tiempo y temperatura, para un peso determinado de producto liofilizado. Esta cantidad de agua - adsorbida puede a su vez darse de dos formas:

- Como porcentaje de humedad total de la cebolla china rehidratada, o
- Como razón de rehidratación, que es la relación entre el peso de agua ganada y el peso del agua perdida durante la liofilización.

b) Medición de la capacidad de retención de agua del alimento rehidratado sometido a presión.

CALCULOS Y RESULTADOS.

Por 100 gramos de producto fresco : 93.85 gramos de agua.

6.15 gramos de sólidos.

% de humedad del producto liofilizado = 8.37 %

6.15 gr de sólidos = (1 - 0.0837) peso prod. liofilizado

Peso de producto liofilizado = 6.712 gramos.

Cantidad de agua en el producto liofilizado = 6.712 - 6.15
= 0.562 gramos.

Total de agua perdida por el alimento durante la liofilización =
93.85 - 0.562 = 93.288 gramos.

Total de agua ganada por el producto liofilizado durante la rehidratación = Porcentaje en gramos - 0,562 gr.

De los resultados mostrados en las tablas 10.11 , 10.12 y 10.13 puede apreciarse que la rehidratación es casi instantánea y casi completa.

En la prueba de rehidratación a 25°C, fue necesario entre 8 y 9 minutos para lograr el máximo porcentaje de rehidratación.

En la prueba de rehidratación a 50°C, sólo fue necesario un tiempo de 4 minutos para lograr el máximo porcentaje de rehidratación.

Y en la prueba de rehidratación a 80°C únicamente fue necesario entre 1 y 2 minutos para lograr el máximo porcentaje de rehidratación.

10.4.2 Análisis de la composición del producto.

Para saber si se mantiene la composición de la cebolla, después del proceso de liofilización se realizaron análisis tanto al producto fresco como al producto liofilizado y también al producto rehidratado. Ver las tablas 10.14 y 10.15.

Sólo se puede hacer una comparación entre el producto fresco y el producto rehidratado, notándose que se mantienen las características organolépticas y el valor nutritivo.

El alto porcentaje de humedad de la cebollita china liofilizada (ver tabla 10.15) se debe a que para este análisis , se mantuvo la muestra expuesta a la humedad atmosférica durante mucho tiempo.

TABLA 10.11

DATOS PARA LA DETERMINACION DE LA CURVA DE REHIDRATACION A 25°C

Tiempo	Sólidos secos (gramos)	Humedad (gramos)	Humedad + sólidos (gr)	Producto Liofilizado	% Humedad	Razón de Rehidratación
1 minuto	0.2797	2.9427	3.2224	0.3052 total 0.0255 agua	91.32	0.973
1 minuto ^(a)	0.2797	1.4181	1.6978	0.3052 total 0.0255 agua	83.53	
3 minutos	0.2795	3.0920	3.3715	0.3050 total 0.0255 agua	91.71	0.975
3 minutos ^(a)	0.2795	1.2463	1.5258	0.3050 total 0.0255 agua	81.68	
5 minutos	0.2799	3.4030	3.6829	0.3055 total 0.0256 agua	92.40	0.9812
5 minutos ^(a)	0.2799	1.3389	1.6188	0.3055 total 0.0256 agua	82.71	
7 minutos	0.2876	3.8151	4.1027	0.3139 total 0.0263 agua	92.99	0.9853
7 minutos ^(a)	0.2876	1.5570	1.8446	0.3139 total 0.0263 agua	84.41	

8 minutos	0.2989	4.1097	4.4086	0.3076 total 0.0257 agua	93.22	0.9932
8 minutos ^(a)	0.2989	1.2950	1.5939	0.3076 total 0.0257 agua	81.25	
9 minutos	0.2819	3.8882	4.1701	0.3076 total 0.0257 agua	93.24	0.2935
9 minutos ^(a)	0.2819	1.4428	1.7247	0.3076 total 0.0257 agua	83.66	

(a) capacidad de retención de agua del alimento rehidratado, sometido a presión.

TABLA 10.12
DATOS PARA LA DETERMINACION DE LA CURVA DE REHIDRATAACION A 50°C

Tiempo	sólidos secos (gramos)	Humedad (gramos)	Humedad + sólidos (gr)	Producto liofilizado	% Humedad	Razón de Rehidratación
1 minuto	0.2841	3.6617	3.9458	0.3100 total 0.0259 agua	92.80	0.939
3 minutos	0.2862	3.7907	4.0769	0.3123 total 0.0261 agua	92.98	0.9907
4 minutos	0.2766	3.8091	4.0857	0.3018 total 0.0253 agua	93.23	0.9934
5 minutos	0.2933	4.0390	4.3323	0.3201 total 0.0268 agua	93.23	0.9934

TABLA 10.13

DATOS PARA LA DETERMINACION DE LA CURVA DE REHIDRATACION A 80°C

Tiempo	sólidos secos (gramos)	Humedad (gramos)	Humedad + sólidos (gr)	Producto Liofilizado	% Humedad	Razón de Rehidratación
1 minuto	0.2793	3.8218	4.1011	0.3048 total 0.0255 agua	92.91	0.9899
2 minutos	0.2798	3.8410	4.1208	0.3054 total 0.0256 agua	93.21	0.9931
3 minutos	0.2815	3.8643	4.1458	0.3072 total 0.0257 agua	93.21	0.9931

FIG. 10.13 CURVAS DE REHIDRATACION DE LA CEBOLLA LIOFILIZADA

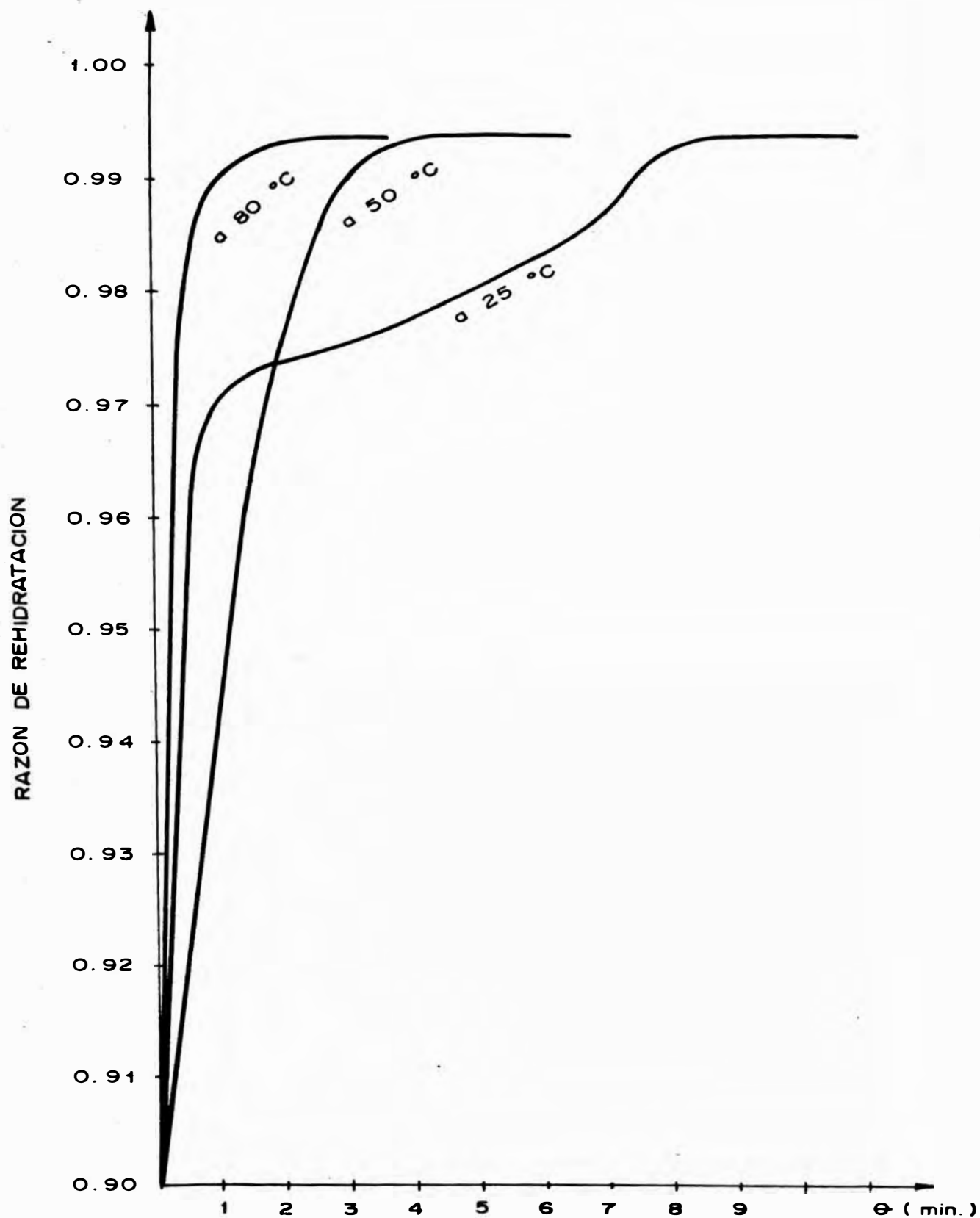


TABLA 10.14

ANALISIS DE LA COMPOSICION DE LA CEBOLLA CHINA FRESCA Y
DE LA CEBOLLA LIOFILIZADA-REHIDRATADA

Determinaciones	Cebolla china fresca	Cebolla china liofilizada rehidratada
Humedad	93.85 g %	93.24 g %
Cenizas	0.89 g %	0.58 g %
Proteínas	1.37 g %	2.00 g %
Grasa	0.27 g %	0.30 g %
Carbohidratos	3.62 g %	3.88 g %
Acido ascórbico	12.60 mgr %	10.50 mg %
Características organolépticas	normales	normales

TABLA 10.15

ANALISIS DE LA COMPOSICION DE LA CEBOLLA CHINA LIOFILIZADA

Determinaciones	Cebolla china liofilizada
Humedad	8.37 g %
Cenizas	11.54 g %
Proteínas	22.43 g %
Grasa	4.86 g %
Carbohidratos	52.80 g %
Acido ascórbico	244.65 mgr %
Características organolépticas.	normales

CAPITULO XI

DISEÑO DE PLANTA

11.1 TAMAÑO DE LA PLANTA.

Se ha estimado el tamaño de la planta en función del mercado a satisfacer. Remitiéndonos a los Anuarios de Exportación - (Ref. 44) se ha encontrado que el principal importador de cebolla deshidratada en los últimos años ha sido Japón con un porcentaje de más del 85% de exportación de este producto, por lo que basamos nuestra capacidad de planta en los datos de exportación-anual de cebolla deshidratada a dicho país.

TABLA 11.1

Exportación de cebolla deshidratada a Japón

t	Año	Kilos	Valor FOB \$
1	1,980	43,745	283,157
2	1,981	33,586	279,434
3	1,982	87,162	1'200,704
4	1,983	62,378	688,150
5	1,984	38,940	410,340

Para hallar la demanda pronosticada, no se ha considerado los datos de los años 1,982-1,983 porque se estaría sobredimensionando la planta. Aplicando el método de regresión lineal:

$$D = 40,122.84 - 512.19 t$$

Donde:

D = Demanda.

t = No del año.

A continuación se muestra la demanda pronosticada:

<u>t</u>	<u>Año</u>	<u>Demanda Pronosticada</u>
6	1,985	37,050
7	1,986	36,537
8	1,987	36,025
9	1,988	35,513
10	1,989	35,000

La demanda pronosticada para los próximos 5 años tiene un promedio de 36,000 kg/año y considerando que nuestro producto - abastecerá el 80% de esta demanda, la capacidad de nuestra planta será de 30,000 kg/año de cebolla liofilizada.

11.2 ESCALAMIENTO.

Producción anual de cebolla liofilizada = 30,000 kg/año.

Producción diaria de cebolla liofilizada = 100 kg/día (considerando 300 días laborables/año)

El rendimiento ha sido obtenido experimentalmente:

Cebolla fresca	Cebolla liofilizada
0.600 kg	0.038 kg
1,579 kg/día	100 kg/día

Considerando pérdidas de aproximadamente 4%, entonces cebolla fresca/día = 1,650 kg cebolla fresca/día.

Datos Obtenidos de la parte experimental:

Cebolla fresca = 600 gramos.

Cebolla liofilizada = 38 gramos.

Número de bandejas = 1

Area de la bandeja = 931 cm²

Altura de la bandeja = 4.5 cm

Distancia entre las placas de calentamiento = 8 cm

Carga de cebolla fresca/area de bandeja = 0.644 gr/cm^2

Máxima evolución de agua (vapor) = $0.061 \text{ gr H}_2\text{O/seg}$

= $0.220 \text{ kg H}_2\text{O/hr}$

En la planta:

Area de la bandeja = $25 \times 50 = 1,250 \text{ cm}^2$

Cálculo de las dimensiones de la cámara de secado:

En base a los modelos comerciales y a las facilidades para la carga y descarga. Las bandejas se distribuirán en la cámara de la siguiente manera:

16 bandejas que abarcan la altura de la cámara.

4 bandejas que abarcan el ancho de la cámara.

4 bandejas que abarcan el largo de la cámara.

Altura de la cámara: $16 \times 9 + 16 = 160 \text{ cm} = 5.25 \text{ pies.}$

Ancho de la cámara : $25 \times 4 + 20 = 120 \text{ cm} = 3.94 \text{ pies.}$

Longitud de la cámara: $50 \times 4 + 20 = 220 \text{ cm} = 7.22 \text{ pies.}$

Cálculo del número de cámaras necesarias:

Total de bandejas/cámara = 256 bandejas.

Area total de bandejas/cámara = $1250 \times 256 = 320,000 \text{ cm}^2$

Carga de cebolla fresca/cámara = $320,000 \text{ cm}^2 \times 0.644 \text{ gr/cm}^2$
= 206 kg

Ya que se requieren 1,650 kg cebolla fresca/día, calcularemos el número de cámaras considerando que se va a trabajar en dos turnos de 9 horas cada uno.

Nº de cámaras = $\frac{1,650 \text{ kg/día}}{2 \text{ turnos/día} \times 206 \text{ kg/cámara}} = 4 \frac{\text{cámaras}}{\text{turno}}$

Cebolla fresca/bandeja = $0.644 \text{ gr/cm}^2 \times 1,250 \text{ cm}^2 = 0.805 \text{ kg}$

Cebolla fresca/turno (4 cámaras) = $206 \text{ kg} \times 4 = 824 \text{ kg}$

Cálculo de la velocidad de sublimación del vapor de agua, considerando la máxima evolución de agua en la parte experimental:

$$\frac{0.22 \text{ kg H}_2\text{O/hr} \times 824 \text{ kg cebolla fresca}}{0.6 \text{ kg cebolla fresca}} = 301.4 \text{ kg H}_2\text{O/hr}$$

$$= 662.0 \text{ lb H}_2\text{O/hr}$$

Cálculo del calor necesario para la sublimación del hielo del alimento congelado y cálculo del calor necesario para condensar y congelar esta carga de vapor de agua:

$$\text{Calor latente de sublimación} = 675 \text{ cal/gr} = 1,215 \text{ BTU/lb}$$

$$\frac{662 \text{ lb H}_2\text{O} \times 1215 \text{ BTU/lb}}{\text{hr}} = 810,000 \text{ BTU/hr}$$

Capacidad de refrigeración (C.R.):

$$\text{C.R.} = \frac{810,000 \text{ BTU/hr}}{12,000 \text{ BTU/lb}} = 67.5 \text{ TON.}$$

11.3 DESCRIPCION DEL PROCESO.

El proceso de liofilización se lleva a cabo en las cámaras de secado donde el alimento previamente congelado es colocado en bandejas montadas entre placas, las que son calentadas con vapor de agua proveniente del caldero. En las cámaras de secado se hace vacío en el rango de 50-750 μ Hg, mediante la bomba de vacío - P-2. Las cámaras de secado están conectadas a una cámara de condensación (en donde se encuentra el evaporador del sistema de refrigeración). El vapor producido por la sublimación del alimento congelado se condensa y congela en la superficie del evaporador E-1. El sistema de refrigeración usado es por absorción, utilizando amoníaco como refrigerante y agua como absorbente.

El amoníaco líquido que procede del acumulador TK-1 se es-

trangula en una válvula de expansión V-1 donde se vaporiza parcialmente y pasa después al evaporador. El amoníaco gaseoso que sale del evaporador entra al absorbedor A-1 (que trabaja a presión y temperatura bajas) siendo absorbido por una solución diluida de amoníaco; como la absorción es exotérmica se requiere de agua de enfriamiento. La solución concentrada de amoníaco que sale de A-1 es bombeada por la bomba P-1 hacia los intercambiadores de calor IC-1, IC-2 y IC-3, en donde se calienta en contracorriente con la solución diluida. La solución concentrada que sale del IC-1 entra a la columna de destilación D-1, la que recibe calor de una caldereta tipo marmita IC-4 produciéndose la evaporación de amoníaco. El amoníaco gaseoso que sale por la parte alta de la columna D-1, se licúa en el condensador C-1 y se acumula en TK-1, a partir del cual una parte refluye hacia D-1 y la otra retorna hacia la válvula de expansión V-1, repitiéndose el ciclo.

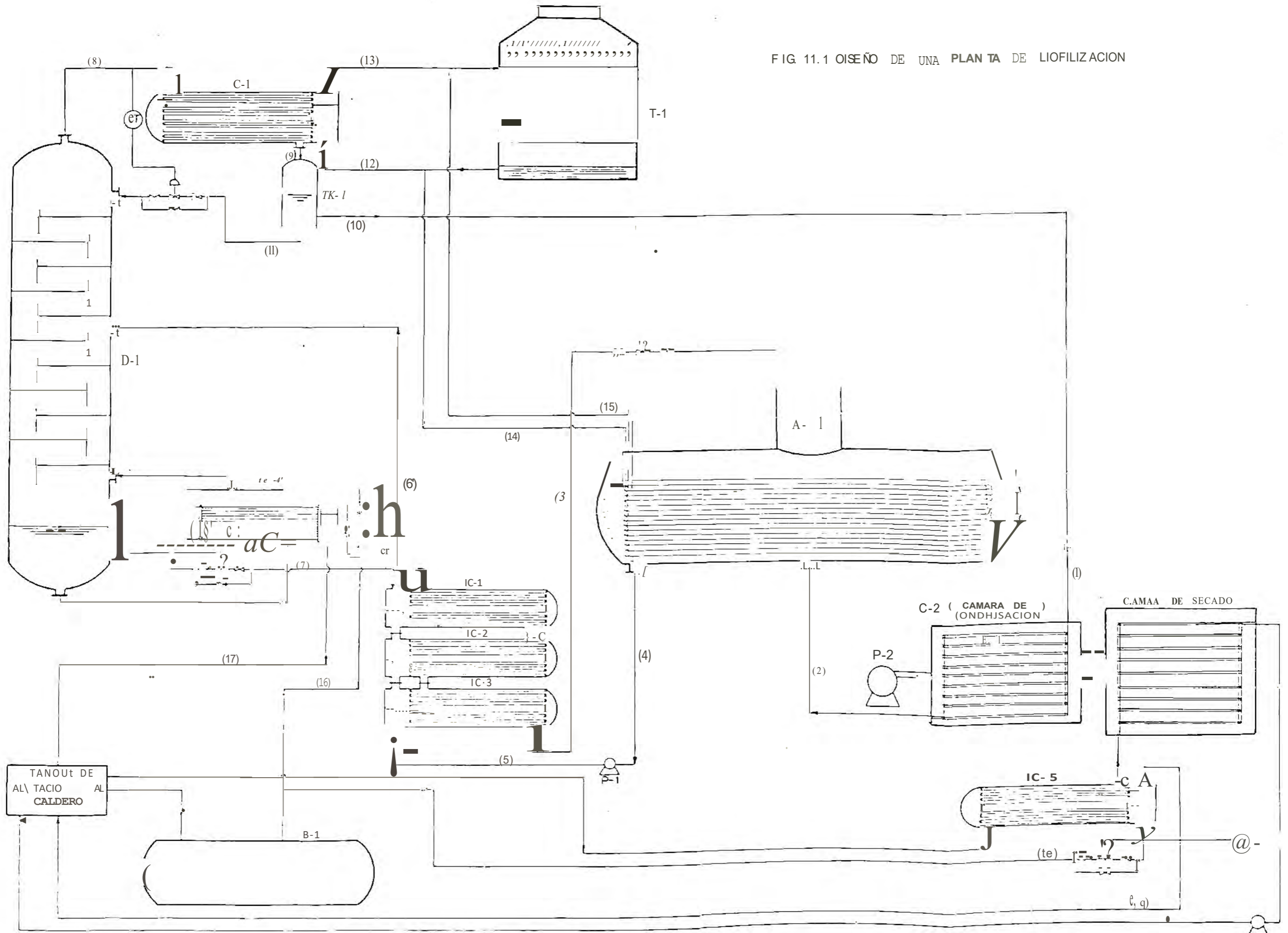
Se dispone de agua de enfriamiento a 68°F , proveniente de una torre de enfriamiento T-1. Esta torre abastecerá de agua de enfriamiento al condensador C-1 y al absorbedor A-1.

Se dispone de vapor de agua saturada a 353°F (140 psia) proveniente de una caldera B-1. Esta caldera proporcionará el vapor de agua necesaria para la caldereta tipo "marmita" IC-4 y para el intercambiador tipo "termosifón" IC-5.

11.4 CONDICIONES DE PROCESO Y BALANCES DE MATERIA Y ENERGIA DE LA PLANTA DE LIOFILIZACION.

Nuestra planta de secado de alimentos por el método de liofilización está compuesto básicamente de:

FIG 11.1 OISEÑO DE UNA PLAN TA DE LIOFILIZACION



- a) Un sistema de refrigeración por absorción de amoníaco en agua para la condensación del vapor de agua producido por la sublimación del alimento congelado.
- b) Un sistema de calentamiento con vapor de agua, para calentar las placas (colocadas en la cámara de secado) que proporcionan el calor necesario para la sublimación del alimento congelado.
- c) Bombas de vacío para la evacuación inicial y para mantener el vacío de las cámaras de secado y las cámaras de condensación.

Sistema de Refrigeración por absorción de amoníaco en agua.

Este sistema de refrigeración está diseñado para una capacidad de 810,000 BTU/hr (67.5 Ton).

Como la temperatura máxima usual del agua de enfriamiento-disponible es de 68°F (20°C) se considerará este valor como temperatura de diseño y admitiremos una temperatura de 100°C (37.8°C) por el lado del amoníaco en el condensador C-1, dejando así 22°F para la transmisión de calor, que permitirá el funcionamiento de la planta aún cuando la temperatura del agua sea mayor. Por lo tanto la temperatura en el condensador C-1 será de 100°F.

La temperatura más baja a la que trabaja el plato condensador en el equipo de laboratorio es de -30°F, por lo tanto la temperatura en el evaporador del sistema de refrigeración será de -30°F.

Para evitar las formaciones de hielo en las secciones de bajas temperaturas es conveniente que el amoníaco proveniente de la columna de destilación D-1 contenga un porcentaje mínimo de agua. Por lo tanto los vapores de amoníaco que salen por el to-

pe de D-1, contendrán únicamente 0.4% de agua.

Las especificaciones dadas a continuación han sido encontradas usando las tablas de vapor del sistema amoníaco-agua, luego de una serie de cálculos para obtener una razonable diferencia de concentraciones que permita una diferencia de temperaturas y de presiones entre el absorbedor A-1 y la columna de destilación D-1.

Contenido de amoníaco de la solución diluída = 14%

Relación de reflujo externo en la columna de destilación D-1 = 1.3 veces el reflujo mínimo.

Temperatura de la solución concentrada al salir del absorbedor A-1 = 75°F

Cálculos.

Las condiciones de proceso han sido encontradas usando las tablas o diagramas entalpía-concentración para el sistema amoníaco-agua Ver Apéndice.

Corriente 2 (a la salida del evaporador E-1):

Suponiendo que la vaporización es completa en el evaporador.

Temperatura	= -30°F	Presión	= 10 psia
Concentración	= 99.6%	Entalpía	= 625 BTU/lb

Corriente 9 (a la salida del condensador C-1):

Temperatura	= 100°F	Presión	= 200 psia
Concentración	= 99.6%	Entalpía	= 150 BTU/lb

Corriente 7 (a la entrada del intercambiador IC-1):

Presión	= 200 psia	Temperatura	= 310°F
Concentración	= 14%	Entalpía	= 250 BTU/lb

Corriente 4 (a la salida del absorbedor A-1):

Temperatura	= 75°F	Concentración	= 28 %
Presión	= 10 psia	Entalpía	= -20 BTU/lb

Corriente 1 (a la entrada del evaporador):

Considerando que la válvula de expansión es isoentálpica (H cte):

$$H_9 = H_{10} = H_{11} = 150 \text{ BTU/lb} = H_1$$

Temperatura	= -30°F	Entalpía	= 150 BTU/lb
Presión	= 10 psia	Concentración	= 99.6 %

Flujo másico de amoníaco en las corrientes (1) y (2):

$$Q = \text{Capacidad de refrigeración} = 810,000 \text{ BTU/hr}$$

$$Q = \dot{m} \Delta H = \dot{m} (H_2 - H_1)$$

$$\dot{m} = \dot{m}_1 = \dot{m}_2$$

$$810,000 \text{ BTU/hr} = \dot{m} (625 - 150) \text{ BTU/lb}$$

$$\dot{m} = \dot{m}_1 = \dot{m}_2 = 1,705 \text{ lb/hr}$$

Corriente 3 (a la entrada del absorbedor A-1)

Concentración	= 14 %	Temperatura	= 120°F
Presión	= 10 psia	Entalpía	= 55 BTU/lb

Flujo másico en las corrientes (3), (4), (6) y (7):

Balace de masa en el absorbedor A-1:

$$\text{(de amoníaco)} \quad 0.996 \dot{m}_2 + 0.14 \dot{m}_3 = 0.28 \dot{m}_4$$

$$\text{(global)} \quad \dot{m}_2 + \dot{m}_3 = \dot{m}_4$$

$$\text{De donde:} \quad \dot{m}_3 = 8,720 \text{ lb/hr} = \dot{m}_7$$

$$\dot{m}_4 = 10,425 \text{ lb/hr} = \dot{m}_6$$

Trabajo realizado por la bomba P-1:

$$-w_p = v (\Delta P) = v (P_5 - P_4) = (1/\rho) (P_5 - P_4)$$

$$\rho = 0.8957 \text{ gr/cc} \times 62.5 = 55.981 \text{ lb/pie}^3$$

$$w_p = \frac{-(200 - 10) \times 1 \text{ HP} \times 144 \times 10,425}{55.981 \times 33,000 \times 60} = 2.5 \text{ HP}$$

$$\Delta H = \frac{2.5 \text{ HP} \times 2,250 \text{ BTU/hr}}{10,425 \text{ lb/hr} \times 1 \text{ HP}} = 0.5 \text{ Btu/lb}$$

$$\text{Como } H_4 = -20 \text{ BTU/lb} \quad H_5 = -19.5 \text{ BTU/lb}$$

Balance de energía en el Intercambiador de calor:

$$\dot{m}_3 (H_6 - H_5) = \dot{m}_4 (H_7 - H_3)$$

$$10,425 (H_6 + 19.5) = 8,720 (250 - 55)$$

$$\text{De donde:} \quad H_6 = 143.7 \text{ BTU/lb}$$

Corriente 6 (a la salida del intercambiador de calor):

$$\text{Concentración} = 28 \% \quad \text{Entalpía} = 143.7 \text{ BTU/lb}$$

$$\text{Presión} = 200 \text{ psia} \quad \text{Temperatura} = 228^\circ\text{F}$$

Corriente 5 (a la salida de la bomba P-1):

$$\text{Presión} = 200 \text{ psia} \quad \text{Entalpía} = -19.5 \text{ BTU/lb}$$

$$\text{Concentración} = 28 \% \quad \text{Temperatura} = 75^\circ\text{F}$$

Corriente 8 (a la salida del tope de la columna de destilación):

$$\text{Presión} = 200 \text{ psia} \quad \text{Concentración} = 99.6 \%$$

$$\text{Temperatura} = 100^\circ\text{F} \quad \text{Entalpía} = 650 \text{ BTU/lb}$$

Cálculo de los flujos máxicos en las corrientes (8), (9), (10) y (11)

Balance de masa en la columna de destilación D-1:

$$\text{Como } R_{\min} = 0.776 \quad \text{Relación de reflujo} = 1.3 R_{\min} = 1$$

$$\dot{m}_{11}/\dot{m}_{10} = 1 \quad \dot{m}_{11} = \dot{m}_{10}$$

$$\dot{m}_{10} = \dot{m}_{11} = 1,705 \text{ lb/hr}$$

$$\dot{m}_8 = \dot{m}_9 = \dot{m}_{10} + \dot{m}_{11} = 3,410 \text{ lb/hr}$$

Cálculo del calor extraído por el agua de enfriamiento en el absorbedor A-1:

Balance de energía en el absorbedor A-1:

$$\dot{m}_2 H_2 + \dot{m}_3 H_3 = \dot{m}_4 H_4 + Q_A$$

$$Q_{\text{ingresa}} = Q_{\text{sale}}$$

$$1,705 (625) + 8,720 (55) = 10,425 (-20) + Q_A$$

$$\text{De donde: } Q_A = 1'753,725 \text{ Btu/hr}$$

Cálculo del calor extraído por el agua de enfriamiento en el Condensador C-1.

Balance de energía en el Condensador C-1 y acumulador A-1:

$$Q_{\text{ingresa}} = Q_{\text{sale}}$$

$$\dot{m}_8 H_8 = \dot{m}_{10} H_{10} + \dot{m}_{11} H_{11} + Q_C$$

$$3,410 (650) = 1,705 (150) + 1,705 (150) + Q_C$$

$$\text{De donde: } Q_C = 1'705,000 \text{ Btu/hr}$$

Cálculo del calor necesario para la operación de la columna de Destilación D-1:

Balance de energía en la columna:

$$Q_{\text{ingresa}} = Q_{\text{sale}}$$

$$\dot{m}_{11} H_{11} + \dot{m}_6 H_6 + Q_R = \dot{m}_7 H_7 + \dot{m}_8 H_8$$

$$1,705 (150) + 10,425 (143,7) + Q_R = 8,720 (250) + 3,410 (650)$$

$$Q_R = 2'642,700 \text{ BTU/hr}$$

Cálculo del flujo másico necesario de agua de enfriamiento:

Para el condensador C-1:

$$Q_C = \dot{m}_{\text{agua}} C_{e_{\text{agua}}} (\Delta T) \quad \Delta T = (90 - 68)^\circ\text{F}$$

$$1'705,000 \text{ Btu/hr} = \dot{m}_{\text{aguaC}} (1 \text{ BTU/lb}^\circ\text{F})(22^\circ\text{F})$$

$$\dot{m}_{\text{aguaC}} = 77,500 \text{ lb/hr}$$

Para el absorbedor A-1:

$$Q_A = \dot{m}_{\text{agua}} C_{e_{\text{agua}}} (\Delta T) \quad \Delta T = (90 - 68)^{\circ}\text{F}$$

$$1'753,725 \text{ BTU/hr} = \dot{m}_{\text{aguaA}} (1 \text{ BTU/lb}^{\circ}\text{F})(22^{\circ}\text{F})$$

$$\dot{m}_{\text{aguaA}} = 79,715 \text{ lb/hr}$$

$$\dot{m}_{\text{agua total}} = 77,500 + 79,715 = 157,215 \text{ lb/hr}$$

Cálculo del flujo másico de vapor de agua:

Para la columna de destilación D-1:

Se dispone de vapor de agua saturado a 353°F (140 psia) en el cal
dero.

$$Q_R = \dot{m}_{\text{vaporD}} \lambda_{\text{vapor}} \quad \lambda_{\text{vapor}} = 868.2 \text{ BTU/lb}$$

$$2'642,700 \text{ BTU/hr} = \dot{m}_{\text{vaporD}} \times 868.2 \text{ BTU/lb}$$

$$\dot{m}_{\text{vaporD}} = 3,045 \text{ lb/hr}$$

Para el intercambiador de calor IC-5:

$$Q_{\text{placas}} = 810,000 \text{ BTU/hr}$$

$$Q_{\text{placas}} = \dot{m}_{\text{vapor}} \lambda_{\text{vapor}} \quad \lambda_{\text{vapor}} = 868.2 \text{ BTU/lb}$$

$$810,000 \text{ BTU/hr} = \dot{m}_{\text{vaporP}} \times 868.2 \text{ BTU/lb}$$

$$\dot{m}_{\text{vaporP}} = 933 \text{ lb/hr}$$

$$\dot{m}_{\text{total vapor}} = 3,045 + 933 = 3,978 \text{ lb/hr}$$

TABLA 11.2

RESUMEN DE LOS BALANCES DE MATERIA Y ENERGIA DE LA PLANTA

Corriente	% peso de NH ₃	T ^o F	Presión psia abs	H BTU/lb	\dot{m} lb/hr	$\dot{m}H$ BTU/hr
1	99.6(1)	-30	10	150.0	1,705	255,750.00
2	99.6(v)	-30	10	625.0	1,705	1'065,625.00
3	14.0(1)	120	10	55.0	8,720	479,600.00
4	28.0(1)	75	10	-20.0	10,425	-208,500.00
6	28.0(1)	228	200	143.7	10,425	1'498,072.50
7	14.0(1)	310	200	250.0	8,720	2'430,000.00
8	99.6(v)	100	200	650.0	3,410	2'216,500.00
9	99.6(1)	100	200	150.0	3,410	511,500.00
10	99.6(1)	100	200	150.0	1,705	255,750.00
11	99.6(1)	100	200	150.0	1,705	255,750.00
12	00.0(1)	68	---	-----	77,500	-----
13	00.0(1)	90	---	-----	77,500	-----
14	00.0(1)	68	---	-----	79,715	-----
15	00.0(1)	90	---	-----	79,715	-----
16	00.0(v)	353	140	1193.0	3,045	3'632,685.00
17	00.0(1)	353	140	324.8	3,045	989,016.00
18	00.0(v)	353	140	1193.0	933	1'113,069.00
19	00.0(1)	353	140	324.8	933	303,038.00

11.5 DISEÑO DE EQUIPOS.

11.5.1 DISEÑO DE LA COLUMNA DE DESTILACION D-1.

FUNCION.

En la columna de destilación D-1 se obtiene un vapor con -
trado de amoníaco al 99.6 %.

CARACTERISTICAS.

La generación de energía en D-1 que opera a 200 psia, es -
obtenida mediante una caldereta tipo marmita y el reflujo es ob-
tenido por condensación de la corriente de vapor de amoníaco que
sale por el tope de la D-1. La alimentación de esta columna es
una solución concentrada de amoníaco al 28 %.

Columna de platos perforados

Número de platos reales = 13 platos.

Diámetro de la columna = 2 pies.

Espaciado entre platos = t = 6 pulg.

Distancia entre el 1º y 13º plato = 72 pulg. = 6 pies.

Longitud del vertedero = w = 1.4 pies.

Area neta de la sección transversal = 2.2 pies².

Area de la sección transversal = 2.4 pies².

Presión de operación de la columna = 200 psia.

Rango de temperaturas en la columna = 100°F - 310°F.

CÁLCULO DEL DISEÑO.Cálculo del número de platos ideales en la columna D-1:Usando el método de Ponchon-Savarit⁽⁴³⁾

$$x_D = 0.996 \text{ (destilado)} \quad D = \dot{m}_{10} = 1,705 \text{ lb/hr}$$

$$x_B = 0.140 \text{ (fondos)} \quad B = \dot{m}_7 = 8,720 \text{ lb/hr}$$

$$x_F = 0.280 \text{ (alimentación)} \quad F = \dot{m}_6 = 10,425 \text{ lb/hr}$$

Construyendo el diagrama entalpía-concentración del sistema amoníaco-agua a la presión de operación de la columna (200 psia) .

Ver Fig. 11.2.

$$\text{Reflujo mínimo} = R_{\min} = \frac{H_m - H_{y1}}{H_{y1} - H_D} = \frac{1,050 - 650}{650 - 150} = 0.776$$

$$\text{Reflujo} = R = 1.3 R_{\min} = 1$$

Número de platos ideales = 5 platos.

Cálculos de las corrientes de líquido y vapor dentro de la columna:

na:

Del gráfico:

$$y_1 = x_D = 0.996$$

$$x_B = x_5 = 0.140$$

$$x_1 = 0.825$$

$$y_1 = 0.996$$

$$x_2 = 0.435$$

$$y_2 = 0.930$$

$$x_3 = 0.278$$

$$y_3 = 0.815$$

$$x_4 = 0.225$$

$$y_4 = 0.735$$

$$x_5 = 0.140$$

$$y_5 = 0.507$$

Según el principio de la regla de la palanca:

Sección de rectificación:

$$\frac{G_{n+1}}{L_n} = \frac{x_D - x_n}{x_D - y_{n+1}}$$

Sección de agotamiento:

$$\frac{G_{m+1}}{L_m} = \frac{x_m - x_B}{y_{m+1} - x_B}$$

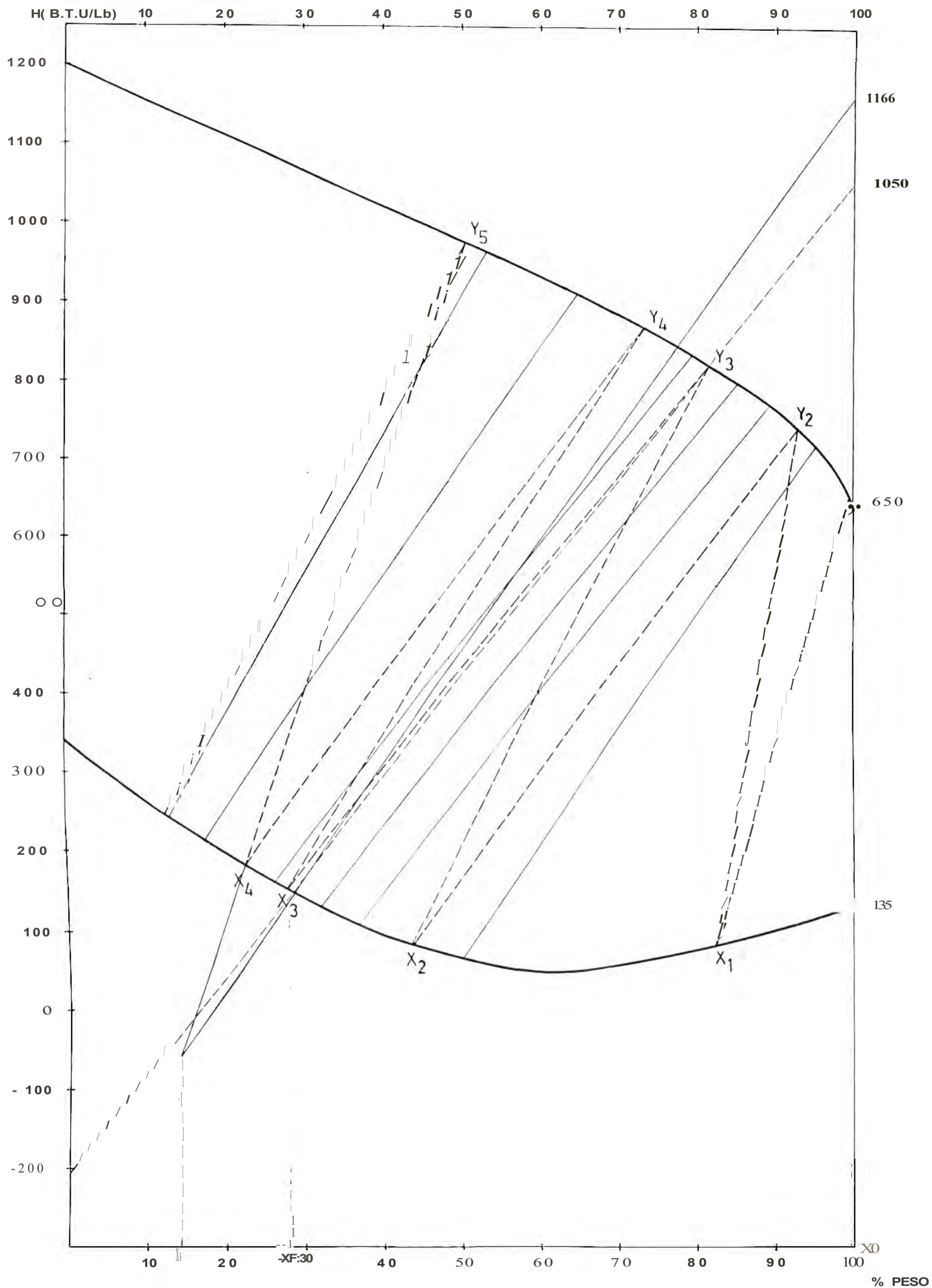


FIG. 11 2 DIAGRAMA H vs. % PESO PARA DETERMINAR EL N° DE PLACAS IDEALES DE LA COLUMNA DE OESTILACION

De la Fig. 11.2 , la alimentación es en el tercer plato.

$$\frac{G_2}{L_1} = \frac{x_D - x_1}{x_D - y_2}$$

$$\frac{G_3}{L_2} = \frac{x_D - x_2}{x_D - y_3}$$

$$\frac{G_4}{L_3} = \frac{x_3 - x_B}{y_4 - x_B}$$

$$\frac{G_5}{L_4} = \frac{x_4 - x_B}{y_5 - x_B}$$

$$G_2 = L_1 + 1,705$$

$$G_3 = L_2 + 1,705$$

$$L_3 = G_4 + 8,720$$

$$L_4 = G_5 + 8,720$$

$$L_1 = 1,707.7 \text{ lb/hr}$$

$$G_1 = 3,410 \text{ lb/hr}$$

$$L_2 = 8,812.0 \text{ lb/hr}$$

$$G_2 = 2,776.7 \text{ lb/hr}$$

$$L_3 = 11,354.0 \text{ lb/hr}$$

$$G_3 = 2,517.0 \text{ lb/hr}$$

$$L_4 = 11,354.0 \text{ lb/hr}$$

$$G_4 = 2,634.0 \text{ lb/hr}$$

$$L_5 = 8,720.0 \text{ lb/hr}$$

$$G_5 = 2,634.0 \text{ lb/hr}$$

Cálculo del diámetro de la columna D-1.

Para el primer plato:

$$\rho_g = 0.714 \text{ lb/pie}^3$$

$$\begin{aligned} \rho_1 &= 0.6995 \text{ gr/cc} \\ &= 43.7188 \text{ lb/pie}^3 \end{aligned}$$

$$L_1/G_1 = 1,071/3,410$$

$$\frac{L_1}{G_1} \times \left[\frac{\rho_g}{\rho_1} \right]^{0.5} = 0.3143 \times 0.1278 = 0.0402$$

De la tabla 6.1⁽⁶⁷⁾

$$C_F = 0.1 \text{ (constante de inundación)}$$

$$V_F = C_F ((\rho_g - \rho_1)/(\rho_g))^{0.5}$$

$$V_F = 0.776 \text{ pies/seg (velocidad del gas a través del área neta de la torre en inundación)}$$

Considerando el 80% de inundación : $V = 0.8 (V_F)$

$$V = 0.621 \text{ pies/seg (velocidad del gas a través del área neta } A_n \text{ de la torre).}$$

$$\text{Régimen de flujo gaseoso} = Q = \frac{3,410 \text{ lb/hr} \times 1 \text{ hr}}{0.714 \text{ lb/pie}^3 \times 3,600 \text{ seg}}$$

$$Q = 1.33 \text{ pie}^3/\text{seg.}$$

Area neta para la sección transversal de la torre A_n

$$A_n = \frac{Q}{V} = \frac{1.33 \text{ pies}^3/\text{seg}}{0.621 \text{ pies}/\text{seg}} = 2.142 \text{ pies}^2$$

Si se elige una longitud de vertedero de $W = 0.7 d$ (siendo d el diámetro de la torre). Esto hace que el área segmentaria de un conducto sea el 8.8 % de la sección transversal de la torre circular.

Area de la sección transversal de la torre A_t

$$A_t = \frac{2.142}{1-0.088} = 2.35 \text{ pies}^2$$

$$\text{Diámetro de la torre: } d = (4 \times A_t / \pi)^{0.5} = (4 \times 2.35 / 3.14)^{0.5}$$

$$d = 1.75 \text{ pies} = 2 \text{ pies.}$$

Cálculo del número de platos reales:

De la correlación de Brown⁽⁴⁾: eficiencia vs $(\alpha \times \mu)$

Volatilidad a la temperatura media aritmética y a la presión de la columna = α

$$\alpha = \frac{(y'/x')_{\text{NH}_3}}{(y'/x')_{\text{agua}}} = 14$$

NH ₃	$y = 90 \%$ peso	$y' = 90.5 \%$ molar
	$x = 39 \%$ peso	$x' = 40.37\%$ molar
H ₂ O	$y = 10 \%$ peso	$y' = 9.5 \%$ molar
	$x = 61 \%$ peso	$x' = 59.63\%$ molar

Viscosidad de la alimentación = 0.325 cp

$$\alpha \times \mu = 14 \times 0.325 = 3.5 \quad \text{eficiencia} = 35\%$$

Número de platos reales: 5 platos ideales/0.35 = 14 platos.

Numero de platos en la columna = 14 - 1 (marmita) = 13 platos.

Espacio entre platos (t):

De ta tabla 6.1⁽⁶⁶⁾ $t_{\text{recomendado}} = 6 \text{ pulg}$

Por lo tanto la distancia entre el primer y el último plato será
 $12 \times 6 / 12 = 6 \text{ pies.}$

11.5.2 DISEÑO DEL ACUMULADOR TK-1.

FUNCION.

En este acumulador ingresa el líquido saturado procedente del condensador C-1 distribuyéndose una parte hacia la válvula de expansión y la otra parte como reflujo externo de la columna de destilación D-1.

Cálculo del tamaño del acumulador.

$$\dot{m}_{\text{NH}_3 \text{ liq}} = 3,410 \text{ lb/hr}$$

$$T_{\text{NH}_3 \text{ liq}}^{\circ} = 100^{\circ}\text{F}$$

$$\rho_{\text{NH}_3 \text{ liq}} = 1/0.0275 = 36.364 \text{ lb/pie}^3$$

Considerando un tiempo de residencia de 1 minuto y que el líquido ocupa la mitad del volumen del acumulador:

$$V_{\text{TK-1}} = \frac{D^2 (1.50)}{4} = \frac{3,410 \times 2}{36.364 \times 60}$$

De donde: $D = 1.4 \text{ pies (diámetro)}$

$$H = 1.5 \times 1.4 = 2.1 \text{ pies (altura)}$$

$$V_{\text{TK-1}} = 3.23 \text{ pies}^3 = \frac{7.48 \text{ gal}}{1 \text{ pie}^3} = 24.2 \text{ gal.}$$

$$V_{\text{TK-1}} = 3.23 \text{ pies}^3 = 24.2 \text{ galones.}$$

11.5.3 DISEÑO DEL CONDENSADOR C-1

FUNCION.

La función de este condensador es licuar los vapores de amoníaco procedentes de la columna de destilación D-1 a la que retornará como líquido saturado, proporcionando el reflujo externo necesario para el funcionamiento de dicha columna.

CARACTERISTICAS.

El condensador C-1 es de tipo coraza-tubos (de cabezal fijo) instalado en posición vertical.

El vapor de amoníaco a condensarse circula por la coraza (fluído caliente) y el medio de enfriamiento (agua procedente de la torre de enfriamiento T-1) circula por los tubos.

$$Q = 1'705,000 \text{ BTU/hr}$$

$$A = 279.53 \text{ pies}^2$$

TABLA 11.3 Características del condensador C-1

Tipo de diseño : Coraza-tubos (de cabezal fijo)

Tubos (agua de enfriamiento)	Coraza (vapor de amoníaco)
$dE_t = 3/4 \text{ pulg en arreglo tri}$ angular de 1 pulg	$d_s = 17 \text{ } 1/4 \text{ pulg}$
BMG = 14	N = 23 deflectores
$L_t = 8 \text{ pies}$	B = 4 pulg
$n_t = 4 \text{ pasos}$	$n_s = 1 \text{ paso}$
$N_t = 178 \text{ tubos}$	$\dot{m}_s = 3,410 \text{ lb/hr}$
$\dot{m}_t = 77,500 \text{ lb/hr}$	

Material de tubos y coraza : acero al carbono.

CÁLCULO DEL DISEÑO

Fluido caliente (amoníaco)		Fluido frío (agua)	Diferencia
$T_1 = 100^{\circ}\text{F}$	alta temperatura	$t_2 = 90^{\circ}\text{F}$	$\Delta T_1 = 10^{\circ}\text{F}$
$T_2 = 100^{\circ}\text{F}$	baja temperatura	$t_1 = 68^{\circ}\text{F}$	$\Delta T_2 = 32^{\circ}\text{F}$
	diferencia	22°F	22°F
$T_c = 100^{\circ}\text{F}$	temp. calórica	$t_c = 79^{\circ}\text{F}$	

De ec.(11.3): $\text{LMTD} = (32 - 10)/(\ln 32/10) = 18.91^{\circ}\text{F}$

$\Delta t = \text{LMTD} = 18.91^{\circ}\text{F}$

Cálculo del área de transferencia y de U_D :

Suponiendo $U_D = 300 \text{ BTU/hr pie}^2^{\circ}\text{F}$

De ec.(11.10): $A = \frac{1'705,000}{300 \times 18.91} = 300.55 \text{ pies}^2$

De la tabla 10 del Kern: $a_{tt} = 0.1963 \text{ pie}^2/\text{pie}$

De ec.(11.11): $N_t = \frac{300.55}{8 \times 0.1963} = 192 \text{ tubos}$

De la tabla 9 del Kern: $N_t = 178 \text{ tubos}$ $d_s = 17 \frac{1}{4} \text{ pulg}$

De ec.(11.12): $A_{\text{corr}} = 178 \times 8 \times 0.1963 = 279.53 \text{ pie}^2$

De ec.(11.13): $U_{D\text{corr}} = \frac{1'705,000}{279.53 \times 18.91} = 322.6 \text{ BTU/hr pie}^2^{\circ}\text{F}$

Cálculo de los coeficientes de transferencia de calor:

Fluido caliente, vapor de amoníaco (coraza)

$B = 4 \text{ pulg}$ $C' = 0.250 \text{ pulg}$ $P_T = 1 \text{ pulg}$

De ec.(11.15): $a_s = \frac{(17.25)(4)(0.25)}{144 \times 1} = 0.1198 \text{ pies}^2$

De ec.(11.18): $G_s = \frac{3,410}{0.1198} = 28,464 \text{ lb/hr pie}^2$

$$\text{De ec. (11.16): } G^n = \frac{3,410}{8 (178)^{2/3}} = 13.47 \text{ lb/hr pie}$$

Fluido frío, agua de enfriamiento (tubos):

$$\text{De tabla 10 (Kern): } a_t' = 0.268 \text{ pulg}^2$$

$$\text{De ec. (11.14): } a_t = \frac{(178)(0.268)}{144 \times 4} = 0.0828 \text{ pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.17): } G_t = \frac{77,500}{0.0828} = 935,990 \text{ lb/hr pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.19): } V = \frac{935,000}{3,600 \times 62.5} = 4.17 \text{ pies/seg}$$

$$\text{De ec. (11.26): } t_c = (68 + 90)/2 = 79^\circ\text{F}$$

$$\text{A } 79^\circ\text{F: } \mu = 0.925 \text{ cp} \times 2.42 = 2.2385 \text{ lb/pie hr (Fig 14 Kern)}$$

$$\text{De la tabla 10 (Kern): } DI_t = 0.584/12 = 0.0487 \text{ pies.}$$

$$\text{De ec. (11.20): } Re_t = \frac{(0.0487)(935,990)}{2.2385} = 20,363$$

$$h_i = 940. \times 1.01 = 949.4 \text{ BTU/hr pie}^{2^\circ\text{F}} \text{ (Fig 25 Kern).}$$

$$\text{De ec. (11.31): } h_{i0} = \frac{949.4(0.584)}{0.750} = 739.3 \text{ BTU/hrpie}^{2^\circ\text{F}}$$

$$\text{Suponiendo: } \bar{h} = h_o = 1,600 \text{ BTU/hr pie}^{2^\circ\text{F}} \quad T_c = 100^\circ\text{F}$$

$$\text{De ec. (11.24): } t_w = 79 + \frac{1,600 (100 - 79)}{739.3 + 1,600} = 93.4^\circ\text{F}$$

$$\text{De ec. (11.27): } t_f = (100 + 93.4)/2 = 96.7^\circ\text{F}$$

A 96.7°F , las propiedades del amoníaco líquido son:

$$\mu_f = 0.092 \times 2,42 = 0.22264 \text{ lb/pie hr (Fig 14 Kern)}$$

$$\rho_f = 0.61 \times 62.5 = 38.125 \text{ lb/pie}^3 \quad (\text{tabla 6 kern})$$

$$K_f = 0.29 \text{ BTU/hr pie}^2(^\circ\text{F/pie}) \quad (\text{tabla 4 Kern})$$

$$g = 416'664,000 \text{ pie/hr}^2$$

$$\bar{h} = 1.5 \left[\frac{4 \times 13.47}{0.22264} \right]^{-1/3} \left[\frac{(0.22264)^2}{(0.29)^3 (38.125)^2 (416'664,000)} \right]^{-1/3}$$

$\bar{h} = 1,607 = 1,600$ (el valor supuesto es correcto)

$$\text{De ec. (11.33): } U_c = \frac{1,600 \times 739.3}{1,600 + 739.3} = 505.6 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$\text{De ec. (11.34): } R_d = \frac{505.6 - 322.6}{505.6 \times 322.6} = 0.0011 \text{ hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F/BTU}$$

Cálculos de las caídas de presión:

Caída de presión en los tubos:

$$f = 0.00023 \text{ pie}^2/\text{pulg}^2 \quad (\text{de Fig. 26 Kern})$$

$$s = 1 \quad \mu_w = 0.80 \times 2.42 = 1.936 \text{ lb/pie hr}$$

$$(\mu/\mu_w)^{0.14} = \phi = 1.02$$

$$\text{De ec. (11.35): } \Delta P_t = \frac{(0.00023)(935,990)^2(8)(2)}{5.22 \times 10^{10} \times 0.0487 \times 1 \times 1.02} = 2.487 \text{ psia}$$

$$\text{De ec. (11.36): } \Delta P_r = \frac{4(4)(4.17)^2}{2(32.15)} = 4.327 \text{ lb/pulg}^2$$

Caída de presión en la coraza:

$$D_e = 0.73/12 = 0.0608 \quad (\text{Fig 28 Kern})$$

$$A T_c = 100^\circ\text{F} \quad \mu_{\text{vapor}} = 0.0105 \times 2.42 = 0.02541 \text{ lb/pie hr}$$

(Fig 15 Kern)

$$\text{De ec. (11.21): } Re_s = \frac{(0.0608)(28,464)}{0.02541} = 68,107.5$$

$$f = 0.0015 \text{ pie}^2/\text{pulg}^2 \quad (\text{Fig 29 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.22): } (N + 1) = (12)(8)/4 = 24$$

$$D_s = d_s/12 = 17.25/12 = 1.4375 \text{ pies.}$$

$$\rho = \frac{P M}{R T} = \frac{200 \times 17}{560 \times 10.73} = 0.5658 \text{ lb/pie}^3$$

$$s = \rho/62.5 = 0.00905$$

$$\text{De ec. (11.39): } \Delta P_s = \frac{(0.0015)(28,464)^2(1.4375)(24)}{2 \times 5.22 \times 10^{10} \times 0.06083 \times 0.009050}$$

$$\Delta P_s = 0.73 \text{ psia.}$$

TABLA 11.4 Sumario del condensador C-1

<u>Tubos</u>		<u>Coraza</u>
739.3 BTU/hr pie ² °F	h exterior	1,600 BTU/hr pie ² °F
$U_c = 505.6$ BTU/hr pie ² °F		
$U_D = 322.6$ BTU/hr pie ² °F		
$R_D = 0.0011$ hr pie ² °F/BTU		
6.814 psia	ΔP calculado	0.73 psia

11.5.4 DISEÑO DE LA CALDERETA TIPO "MARMITA" IC - 4.FUNCION.

Esta caldereta, con el medio calefactor vapor de agua que circula por el interior de los tubos, proporciona la energía necesaria para el funcionamiento de la columna D-1. Esta energía produce vapores que están en equilibrio con el líquido residual de los fondos de D-1, comportándose como un plato ideal.

CARACTERISTICAS.

Esta caldereta es de tipo "marmita", donde el fluido de ca lentamiento (vapor de agua saturado) circula por los tubos y la solución procedente de los fondos de la D-1 ingresa a la coraza, en donde una parte se separa como vapor que retorna a la columna D-1 y la otra parte líquida rebosa ingresando a los intercambiadores de calor.

TABLA 11.5 Características de la caldereta tipo "marmita"

<u>Tubos (vapor de agua)</u>	<u>Coraza (amoníaco al 14 %)</u>
$dE_t = 3/4$ pulg arreglo en cuadro de 1 pulg	$d_s = 19 \ 1/4$ pulg
BWG = 12	
$L_t = 8$ pies	

$$n_t = 4 \text{ pasos}$$

$$N_t = 178 \text{ tubos}$$

$$\dot{m}_t = 3,045 \text{ lb/hr}$$

Material de tubos y coraza: acero al carbono.

Especificaciones de la caldereta:

Líquido que se vaporiza en la caldereta: 2,634 lb/hr

Total de líquido en la caldereta = 11,354 lb/hr

Presión de operación = 200 psia.

Carga térmica = 2'645,000 BTU/hr

Rango de temperatura = 260 - 310^oF

Balace de calor en la caldereta:

Entalpía de líquido a 260^oF y 200 psia = 185 BTU/lb

Entalpía de líquido a 310^oF y 200 psia = 250 BTU/lb

Entalpía de vapor a 310^oF y 200 psia = 974 BTU/lb

$$q_v = 2,634 (974 - 250) = 1'907,000 \text{ BTU/hr}$$

$$q_s = 11,354 (250 - 185) = \underline{738,000 \text{ BTU/hr}}$$

$$Q_R \qquad \qquad \qquad 2'645,000 \text{ BTU/hr}$$

CALCULO DEL DISEÑO.

Fluido caliente (vapor de agua)		Fluido frío (amoníaco 14%)	Diferencia
$T_1 = 353^{\circ}\text{F}$	alta temperatura	$t_2 = 310^{\circ}\text{F}$	$\Delta T_1 = 43^{\circ}\text{F}$
$T_2 = 353^{\circ}\text{F}$	baja temperatura	$t_1 = 260^{\circ}\text{F}$	$\Delta T_2 = 93^{\circ}\text{F}$
	diferencia	50 ^o F	= 50 ^o F
$T_c = 353^{\circ}\text{F}$	Temp. calórica	$t_c = 285^{\circ}\text{F}$	

Cálculo del área de transferencia:

De ec.(11.3): $LMTD = (93 - 43)/(1n 93/43) = 64.82^{\circ}\text{F}$

$$\dot{m}_{\text{vaporD}} = 3,045 \text{ lb/hr} = \dot{m}_t$$

Suponiendo $U_D = 200 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$

$$\text{De ec. (11.10): } A = \frac{2'645,000}{200 \times 64.82} = 204.03 \text{ pies}^2$$

$$\text{De tabla 10(Kern): } a_{tt} = 0.1963 \text{ pie}^2/\text{pie}$$

$$\text{De ec. (11.11): } N_t = \frac{204.03}{8 (0.1963)} = 130 \text{ tubos}$$

$$\text{De tabla 9 (Kern): } N_t = 178 \text{ tubos} \quad d_s = 19 \frac{1}{4} \text{ pulg}$$

$$\text{De ec. (11.12): } A_{\text{corr}} = (178)(8)(0.1963) = 279.53 \text{ pies}^2$$

$$\text{De ec. (11.13): } U_{D\text{corr}} = \frac{2'645,000}{279.53 \times 64.82} = 146 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

Cálculo de los coeficientes de transferencia de calor:

Fluido caliente, vapor de agua (por tubos)

$$\text{De tabla 10 (Kern): } a_t' = 0.223 \text{ pulg}^2$$

$$\text{De ec. (11.14): } a_t = \frac{0.223 \times 178}{144 \times 4} = 0.0689 \text{ pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.17): } G_t = 3,045/0.0689 = 44,186 \text{ lb/hr pie}^2$$

$$\mu = 0.0511 \text{ cp} \times 2.42 = 0.124 \text{ lb/hr pie}$$

$$\text{De ec. (11.20): } Re_t = \frac{44,186 \times 0.044}{0.124} = 15,679$$

$$\text{De tabla 10 (Kern) } DI_t = 0.532/12 = 0.044 \text{ pies}$$

$$h_{i0} = 1,500 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}} \text{ (vapor condensante, Kern)}$$

Fluido frío, solución de amoníaco al 14% (por coraza)

$$\text{Suponiendo } h_o = 300 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{De ec. (11.23): } t_w = 285 + \frac{1,500 (353 - 285)}{(1,500 + 300)}$$

$$(t_w - 285) = 56.6^{\circ\text{F}}$$

$$\text{De la Fig 15.11 (Kern) } h_s = 59 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{Para solución diluída } h_L = 1,000 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$q_v/h_L = 1'907,000/1000 = 1,907 +$$

$$q_s/h_s = 738,000/59 = 12,508.5$$

$$14,415.5$$

$$\bar{h} = \frac{Q}{q_v/h_L + q_s/h_s} = \frac{2'645,000}{14,415.5} = 183.5 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{Si } h_o = 183.5 \quad \Delta t_w = 60.6 \quad \bar{h} = 188.9$$

$$\text{Si } h_o = 188.9 \quad \Delta t_w = 60.4 \quad \bar{h} = 188.5$$

Como este valor es casi igual al supuesto entonces $h_o = 189$

$$\text{De la ec. (11.33): } U_c = \frac{1,500 \times 189}{1,500 + 189} = 168 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{De ec. (11.34): } R_d = \frac{168 - 146}{168 \times 146} = 0.001 \text{ hr pie}^{2\circ\text{F}}/9\text{TU}$$

Cálculo de la caída de presión en los tubos.

$$f = 0.00024 \text{ pie}^2/\text{pulg}^2 \quad (\text{de la Fig 29 Kern})$$

$$s = \frac{(\rho_f + \rho_g)}{2 \times 62.5} = \frac{(1/0.01802) + (1/3.22)}{2 \times 62.5} = 0.446$$

$$\text{De ec. (11.35): } \Delta P_t = \frac{0.00024(44,186)^2(8)(4)}{5.22 \times 10^{10}(0.044)(0.446)} = 0.015 \text{ psia}$$

$$(v^2/2g) = 0.0003 \text{ psia} \quad (\text{De Fig 27 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.36): } \Delta P_r = \frac{4(4)(0.0003)}{0.446} = 0.011 \text{ psia.}$$

$$\text{De ec. (11.37): } \Delta P_T = 0.015 + 0.011 = 0.026 \text{ psia}$$

La caída de presión en la coraza de un intercambiador de este ti es despreciable.

TABLA 11.6 Sumario de la caldereta tipo "marmita"

<u>Tubos</u>	<u>Coraza</u>
1,500 BTU/hr pie ² °F h exterior	189 BTU/hr pie ² °F
$U_c = 168.0 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$	
$U_D = 146.0 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$	

$$R_d = 0.001 \text{ hr/pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}/\text{BTU}$$

0.026 psia

 ΔP calculado

despreciable

11.5.5 DISEÑO DEL ABSORBEDOR A-1.

FUNCION.

En el absorbedor A-1, el amoníaco gaseoso procedente del evaporador es absorbido por una solución diluída de amoníaco al 14%, aumentando la concentración de la solución al 28 %. Esta absorción produce calor, que debe retirarse por medio del agua de enfriamiento.

CARACTERISTICAS.

El absorbedor consta de un cuerpo cilíndrico horizontal relativamente largo para acomodar los serpentines de enfriamiento (sumergidos en la solución concentrada) y de un domo central donde la corriente gaseosa después de burbujear en la solución concentrada asciende y encuentra una fina lluvia de la solución diluída produciéndose la absorción. Este método ha sido adoptado por ser el amoníaco un gas muy soluble en agua.

TABLA 11.7 Características del absorbedor

Absorbedor:

Cuerpo cilíndrico horizontal:

Diámetro = 5.4 pies

Longitud = 15 pies

Volumen = $343.5 \text{ pie}^3 = 257 \text{ gal}$

Domo vertical:

Diámetro = 2 pies

altura = 2 pies

Serpentín:

 $U_D = 128.7 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$ $A = 289.25 \text{ pie}^2$ Longitud = $L = 315.43 \text{ pies}$

Diámetro nominal = 3 pulg

No de tramos = 22 tramos.

Longitud/tramo = 14.5 pies

CALCULO DE DISEÑO.

$$\dot{m}_{\text{aguaA}} = 79,715 \text{ lb/hr}$$

$$Q_A = 1'753,725 \text{ BTU/hr}$$

Cálculo de Δt :

$$Q_A = \dot{m}_4 C_{e_{\text{NH}_3 28\%}} (T_1 - T_2)$$

$$1'753,725 = 10,425 \times 1.007 (T_1 - 75)$$

$$C_{e_{\text{NH}_3 28\%}} = 1.007 \text{ BTU/lb}^\circ\text{F}$$

$$T_1 = 242^\circ\text{F}$$

Fluido caliente (amoníaco al 28%)		Fluido frío (agua)	Diferencia
$T_1 = 242^\circ\text{F}$	alta temperatura	$t_2 = 90^\circ\text{F}$	$\Delta T_1 = 152^\circ\text{F}$
$T_2 = 75^\circ\text{F}$	baja temperatura	$t_1 = 68^\circ\text{F}$	$\Delta T_2 = 7^\circ\text{F}$
	Diferencia	22°F	145°F
$T_c = 158.5^\circ\text{F}$	Temp. calórica	$t_c = 79^\circ\text{F}$	

De ec.(11.3): $LMTD = (152 - 7)/(\ln(152/7)) = 47.11^\circ\text{F}$

$$\Delta t = LMTD = 47.11^\circ\text{F}$$

Caálculo de los coeficientes de transferencia de calor:

Considerando tubería de acero de 3 pulg de diámetro nominal; de la tabla 11 del Kern:

$$\text{Area de flujo } a_t = 7.38 \text{ pulg}^2 = 0.05125 \text{ pie}^2$$

$$\text{Diámetro exterior} = 3.5 \text{ pulg} = 0.2917 \text{ pie} = DE_t$$

$$\text{Diámetro interior} = 3.068 \text{ pulg} = 0.2557 \text{ pie} = DI_t$$

$$\text{Area transversal} = 0.917 \text{ pie}^2/\text{pie de tubería.}$$

Dentro de los tubos (agua de enfriamiento)

$$V_{\text{agua}} = \frac{\dot{m}_{\text{aguaA}}}{\rho_{\text{agua}} a_t} = \frac{79,715 \text{ lb/hr}}{3,600 \text{ seg/hr} \times 2.5 \text{ lb/pie}^3 \times 0.05125 \text{ pie}^2}$$

$$V_{\text{agua}} = 6.9 \text{ pies/seg}$$

Caso(1)⁽⁶²⁾ líquido calentado dentro de tubos horizontales, flujo turbulento.

$$h_i = h_{base} \times F_T \times F_d$$

$$h_{base} = 1,520 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F} \quad (\text{Fig.22})$$

$$F_T = 0.874 \quad \text{y} \quad F_d = 0.7973 \quad (\text{Tablas 8 y 9})$$

$$h_i = 1,520 \times 0.874 \times 0.7973 = 1,059.2 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$h_{i0} = 1,059.2 \times \frac{DI_t}{DE_t} = 1,059.2 \times \frac{0.2557}{0.2917} = 928.5 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

Fuera del serpentín:

Caso(11)⁽⁶²⁾ líquidos calentados y enfriados fuera de tubos simples, convección natural.

$$h_o = h_{base} \times F_T \times F_d$$

$$\text{Suponiendo } h_o = 200 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$\text{De ec.(11,24): } t_w = t_c + \frac{200 (158.5 - 79)}{(928.5 + 200)} = 93.1^\circ\text{F}$$

$$t_f = (t_w + T_c)/2 = (158.5 + 93.1)/2 = 125.8^\circ\text{F}$$

$$\Delta T = T_c - t_w = (158.5 - 93.1) = 65.4^\circ\text{F}$$

$$h_{base} = 245 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F} \quad (\text{Fig. 31})$$

$$F_T = 1.0722 \quad \text{y} \quad F_d = 0.756 \quad (\text{Tablas 26 y 27})$$

$$h_o = 245 \times 1.0722 \times 0.756 = 198.6 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

Que es bastante próximo al valor supuesto, entonces $h_o = 200$

Cálculo de U_D

Considerando un factor de ensuciamiento de $R_d = 0.001$

$$R_d = 0.001 \text{ hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}/\text{BTU} \quad h_s = 1000 \text{ BTU/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$\text{Espesor de la pared del tubo} = \frac{(3.5 - 3.068)}{2 \times 12} = 0.018 \text{ pies} = L$$

$$k_{acero} = 26 \text{ BTU/hr pie} \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$1/U_D = 1/928.5 + 1/200 + 0.018/26 + 1/1000 = 1/128.7$$

$$U_D = 128.7 \text{ BTU/hr pie}^2 \cdot ^\circ\text{F}$$

Cálculo del área de transferencia:

$$\text{De ec. (11.10): } A = \frac{1'753,725}{128.7 \times 47.11} = 289.25 \text{ pie}^2$$

Cálculo de la longitud del serpentín(L):

$$L \times 0.917 \text{ pie}^2/\text{pie} = 289.25 \text{ pie}^2$$

$$L = 315.43 \text{ pies}$$

Considerando la longitud de cada tramo $L_t = 14.5$ pies

$$\text{Número de tramos: } L/L_t = 315.43/14.5 = 22 \text{ tramos}$$

que colocados en serie pueden formar una espiral de 11 tubos.

Cálculo de las dimensiones del absorbedor:

El serpentín ocupa una altura aproximada de:

$$h_{\text{serpentín}} = 11 \times 3.5 \text{ pulg}/12 = 3.2 \text{ pies} = 3.5 \text{ pies}$$

Volumen ocupado por el serpentín ($V_{\text{serpentín}}$):

$$V_{\text{serpentín}} = \frac{L\pi \times DE_t^2}{4} = \frac{315.43 \times (0.2917)^2 (3.1416)}{4} = 21.08 \text{ pie}^3$$

Considerando la longitud del cuerpo horizontal del absorbedor =

$$h_A = 15 \text{ pies}$$

Tiempo de residencia = $t_r = 1$ hora, para asegurar que el serpentín se encuentre cubierto de solución concentrada.

$$\rho_{\text{NH}_3 \text{ 14\%}} = 0.93044 \text{ gr/cc}$$

El diámetro del cuerpo horizontal del absorbedor:

$$2 \left(\frac{8,720 \text{ lb/hr} \times 1 \text{ hr}}{62.5 \times 0.93044 \text{ lb/pie}^3} + 21 \right) = \frac{3.1416 \times 15 \text{ pie } D^2}{4}$$

$$\text{Diámetro} = 5.4 \text{ pies.}$$

El domo superior será de : Longitud = Diámetro = 2 pies.

11.5.6 DISEÑO DE LOS INTERCAMBIADORES DE CALOR IC-1 , IC-2 y IC-3.

FUNCION.

La función de los tres intercambiadores instalados entre la columna de destilación D-1 y el absorbedor A-1, es disminuir la temperatura de la solución diluída que va a ingresar al absorbedor, aprovechando la corriente fría que sale de A-1, de esta manera el calor desprendido en el A-1 será menor disminuyendo a su vez los requerimientos de agua de enfriamiento.

CARACTERISTICAS.

Estos tres intercambiadores son idénticos, del tipo coraza-tubos(cabezal fijo). La solución diluída al 14% de amoníaco (fluído caliente) procedente de la caldereta tipo manmita IC-4 , circula por la coraza y la solución concentrada al 28% de amoníaco (solución fría) procedente del absorbedor A-1 circula por los tubos.

$$Q = 1'700,400 \text{ BTU/hr}$$

$$A = 153.89 \text{ pie}^2 \text{ (cada intercambiador)}$$

TABLA 11.8 Características de los intercambiadores de calor.

Tipo de diseño: Coraza-tubos (Cabezal fijo)

<u>Tubos(sol. NH₃ 28 %)</u>	<u>Coraza (sol. NH₃ 14 %)</u>
$dE_t = 3/4 \text{ pulg arreglo en cuadro de } 15/16 \text{ pulg}$	$d_s = 12 \text{ pulg}$
BWG = 14	$n_s = 1 \text{ paso}$
$L_t = 8 \text{ pies}$	$N = 5 \text{ deflectores}$
$N_t = 98 \text{ tubos}$	$B = 16 \text{ pulg}$
$n_t = 2 \text{ pasos}$	$\dot{m}_s = 8,720 \text{ lb/hr}$
$\dot{m}_t = 10,425 \text{ lb/hr}$	

Material de coraza y tubos: acero al carbono.

CALCULO DEL DISEÑO:Corriente de amoniaco al 14 %:

Iguando las ecuaciones (11.5) y (11.6)

$$Q = \dot{m}_3 (H_7 - H_3) = \dot{m}_3 C_e (T_7 - T_3)$$

$$Q = 8,720 (250 - 55) = 8,720 C_{e_{14\%}} (310 - 120) = 1'700,400 \text{ BTU/hr}$$

Corriente de amoniaco al 28%

Iguando las ecuaciones (11.5) y (11.6)

$$Q = \dot{m}_4 (H_6 - H_5) = \dot{m}_4 C_{e_{28\%}} (228 - 75)$$

$$Q = 10,425 (143.7 + 19.5) = 10,425 (228 - 75) = 1'700,400 \text{ BTU/hr}$$

De donde: $C_{e_{28\%}} = 1.066 \text{ BTU/lb}^\circ\text{F}$

$$C_{e_{14\%}} = 1.026 \text{ BTU/lb}^\circ\text{F}$$

Fluido caliente
amoniaco al 14%

$$T_1 = 310^\circ\text{F}$$

$$T_2 = 120^\circ\text{F}$$

$$190^\circ\text{F}$$

$$T_c = 215^\circ\text{F}$$

alta temperatura

baja temperatura

diferencia

Tempe. calórica

Fluido frío

$$t_2 = 228^\circ\text{F}$$

$$t_1 = 75^\circ\text{F}$$

$$153^\circ\text{F},$$

$$t_c = 151.5^\circ\text{F}$$

Diferencia

$$\Delta T_1 = 82^\circ\text{F}$$

$$\Delta T_2 = 45^\circ\text{F}$$

$$37^\circ\text{F}$$

De ec.(11.3): $LMTD = (82 - 45) / \ln(82/45) = 61.66^\circ\text{F}$

De ec.(11.8) y (11.9):

$$R = \frac{(310-120)}{(228-75)} = 1.24$$

$$S = \frac{(228-75)}{(310-75)} = 0.65$$

IC (1-2) F_T inoperable (Fig 28 Kern)

IC (2-4) F_T inoperable (Fig 19 Kern)

IC (3-6) $F_T = 0.845$ (Fig 20 Kern)

De ec.(11.4): $\Delta t = 0.845 \times 61.66 = 52.1^\circ\text{F}$

Como este intercambiador (3-6) es de difícil construcción, se eligió 3 IC (1-2) en serie.

Propiedades de los fluidos a la temperatura media o calórica:

Fluido frío (NH₃ al 28 %)

Fluido caliente (NH₃ al 14%)

$$t_c = 151.5^{\circ}\text{F}$$

$$T_c = 215^{\circ}\text{F}$$

$$\mu = 0.558 \text{ cp} = 1.35 \text{ lb/pie hr}$$

$$\mu = 0.325 \text{ cp} = 0.786 \text{ lb/piehr}$$

$$\rho = 53.92 \text{ lb/pie}^3$$

$$\rho = 56.71 \text{ lb/pie}^3$$

$$k = 0.292 \text{ BTU/hrpie}^2(^{\circ}\text{F/pie})$$

$$k = 0.368 \text{ BTU/hr pie}^2(^{\circ}\text{F/pie})$$

$$C_e = 1.066 \text{ BTU/lb}^{\circ}\text{F}$$

$$C_e = 1.026 \text{ BTU/lb}^{\circ}\text{F}$$

$$s = 0.8474$$

$$s = 0.9095$$

$$k(c\mu/k)^{1/3} = 0.4969$$

$$k(c\mu/k)^{1/3} = 0.4780$$

Cálculo del área de transferencia y de U_D para cada intercambiador:

$$a_{tt} = 0.1963 \text{ pie}^2/\text{pie} \quad (\text{tabla 10 Kern})$$

$$\text{Suponiendo } U_D = 70 \text{ BTU/hr pie}^2^{\circ}\text{F}$$

$$\text{De ec. (11.10):} \quad A = \frac{1'700,400}{70 \times 52.1} = 466.25 \text{ pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.11):} \quad N_t = \frac{466.25}{3(8 \times 0.1963)} = 99 \text{ tubos/IC}$$

$$N_t = 98 \text{ tubos} \quad d_s = 12 \text{ pulg} \quad (\text{Tabla 9 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.12):} \quad A_{\text{corr}} = 98 \times 8 \times 0.1963 = 153.89 \text{ pie}^2/\text{IC}$$

$$\text{De ec. (11.13):} \quad U_{D\text{corr}} = \frac{1'700,400}{3 \times 153.9 \times 52.1} = 70.7 \text{ BTU/hr pie}^2^{\circ}\text{F}$$

Cálculo de los coeficientes de transferencia de calor:

Fluido frío (NH₃ al 28 % por los tubos):

$$a'_t = 0.268 \text{ pulg}^2 \quad (\text{Tabla 10 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.14):} \quad a_t = \frac{98 \times 0.268}{144 \times 2} = 0.0912 \text{ pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.17):} \quad G_t = 10,425/0.0912 = 114,316 \text{ lb/hr pie}^2$$

$$DI_t = 0.584/12 = 0.0487 \text{ pies}$$

$$\text{De ec. (11.20):} \quad Re_t = (11,316)(0.0487)/1.35 = 4,124$$

$$L_t/DI_t = 8/0.0487 = 164.3$$

$$j_H = 14 \quad (\text{Fig. 24 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.30):} \quad h_i / \phi_t = \frac{14 \times 0.4969}{0.0487} = 142.85 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{De ec. (11.31):} \quad h_{i0} / \phi_t = 142.85 \times 0.584 / 0.75 = 111.23$$

Fluido caliente (NH₃ al 14 % por la coraza):

$$B = 16 \text{ pulg} \quad C' = 0.1875 \text{ pulg} \quad P_T = 15/16 \text{ pulg}$$

$$\text{De ec. (11.15):} \quad a_s = \frac{12 \times 0.1875 \times 16}{144 \times 15/16} = 0.2667 \text{ pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.18):} \quad G_s = 8,720 / 0.2667 = 32,700 \text{ lb/hr pie}^2$$

$$De = 0.55 / 12 = 0.04583 \text{ pies (tabla 28 Kern)}$$

$$\text{De ec. (11.21):} \quad Re_s = \frac{0.04853 \times 32,700}{0.7860} = 2,019$$

$$j_H = 23.5 \quad (\text{Fig. 28 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.29):} \quad \frac{h_o}{\phi_s} = \frac{23.5 (0.4780)}{0.04583} = 245.1 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{De ec. (11.14):} \quad t_w = 151.5 + \frac{111.23 (215 - 151.5)}{(111.23 + 245.1)} = 171.3^{\circ}\text{F}$$

$$\text{A } 171.3^{\circ}\text{F} \quad \mu_w 28\% = 1.089 \text{ lb/pie hr}$$

$$\mu_w 14\% = 0.9995 \text{ lb/pie hr}$$

$$\text{De ec. (11.28):} \quad \phi_t = (1.35 / 1.089)^{0.14} = 1.030$$

$$\phi_s = (0.786 / 0.9995)^{0.14} = 0.966$$

$$h_{i0} = 111.23 \times 1.03 = 114.6 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$h_o = 245.10 \times 0.966 = 236.8 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{De ec. (11.33):} \quad U_c = \frac{236.8 \times 114.6}{236.8 + 114.6} = 77.2 \text{ BTU/hr pie}^{2\circ\text{F}}$$

$$\text{De ec. (11.34):} \quad R_d = \frac{77.2 - 70.7}{77.2 \times 70.7} = 0.0011 \text{ hr pie}^{2\circ\text{F}}/\text{BTU}$$

Cálculo de las caídas de presión de los 3 intercambiadores:

Caída de presión en los tubos:

$$f = 0.00038 \text{ pie}^2/\text{pulg}^2 \quad (\text{Fig. 26 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.35):} \quad \Delta P_t = \frac{0.00038 (114.316)^2 \times 8 \times 2 \times 3}{5.22 \times 10^{10} \times 0.0487 \times 0.8474 \times 1.030}$$

$$\Delta P_t = 0.104 \text{ psia}$$

$$(V^2/2g') = 0.00185 \quad (\text{Fig. 27 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.36):} \quad \Delta P_r = 4 \times 2 \times 3 (0.00185)/0.8474 = 0.0524 \text{ psia}$$

$$\Delta P_T = (0.104 + 0.0524) = 0.1564 \text{ psia}$$

Caída de presión en la coraza:

$$f = 0.0029 \text{ pie}^2/\text{pulg}^2 \quad (\text{Fig 29 Kern})$$

$$D_s = 12/12 = 1 \text{ pie}$$

$$\text{De ec. (11.22):} \quad (N + 1) = 12(8)/16 = 6$$

$$\text{De ec. (11.38):} \quad \Delta P_s = \frac{0.0029(32,700)^2(1)(6)(3)}{5.22 \times 10^{10}(0.04583)(0.9095)(0.966)}$$

$$\Delta P_s = 0.03 \text{ psia}$$

TABLA 11.9 Sumario de los Intercambiadores de calor

Tubos		Coraza
114.6 BTU/hr pie ² °F	h exterior	236.8 BTU/hr pie ² °F
U _c = 77.2 BTU/hr pie ² °F		
U _D = 70.7 BTU/hr pie ² °F		
R _d = 0.0011 hr pie ² °F/BTU		
0.156 psia	ΔP calculado	0.03 psia

11.5.7 DISEÑO DE LA CALDERETA TIPO TERMOSIFON IC=5.

FUNCION.

Esta caldereta proporciona el medio de calentamiento (va - por de agua) para calentar las placas de la cámara de secado.

CARACTERISTICAS.

La caldereta es de tipo "termosifón", donde el fluido de calentamiento (vapor de agua) circula por los tubos y el agua procedente del tanque que alimenta al caldero circula por la coraza formándose el vapor de agua que calentará las placas de la cámara de secado.

TABLA 11.10 Características de la caldereta tipo "termosifón".

<u>Tubos (vapor de agua)</u>	<u>Coraza (agua)</u>
$DE_t = 3/4$ pulg en arreglo triangular de 1 pulg	$d_s = 10$ pulg
BWG = 12	$n_s = 1$ paso
$L_t = 8$ pies	$B = 4$ pulg
$n_t = 2$ pasos	$N = 23$ deflectores
$N_t = 30$ tubos	$\dot{m}_s = 890$ lb/hr
$\dot{m}_t = 932.96$ lb/hr	

Material de coraza y tubos : acero al carbono.

$Q =$ calor total transferido = 810,000 BTU/hr

$A_t =$ Area de transferencia = 47.11 pie²

CALCULO DEL DISEÑO.

$Q =$ Calor necesario para sublimar la carga de agua = 810,000

Se dispone de vapor de agua a 353^oF y 140 psia

Temperatura máxima del agua que ingresa a las placas = 300^oF

$$Q = 810,000 \text{ BTU/hr} = \dot{m}_{\text{agua}} \cdot \lambda_{\text{vap}} = \dot{m}_{\text{agua}} (910.1 \text{ BTU/lb})$$

$$Q = 810,000 \text{ BTU/hr} = \dot{m}_{\text{vap}} \cdot \lambda_{\text{vap}} = \dot{m}_{\text{vap}} (868.2 \text{ BTU/lb})$$

$$\dot{m}_{\text{agua}} = 890 \text{ lb/hr}$$

$$\dot{m}_{\text{vap}} = 932.96 \text{ lb/hr} \quad \Delta t = \text{LMTD} = (353 - 300) = 53^{\circ}\text{F}$$

Cálculo de U_D :

Suponiendo $U_D = 250$

$$\text{De ec. (11.10): } A = (810,000)/(250)(53) = 61.13 \text{ pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.11): } N_t = (61.13)/(8)(0.1963) = 39 \text{ tubos}$$

$$a_{tt} = 0.1963 \text{ pie}^2/\text{pie tubo} \quad (\text{de tabla 10 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.12): } A_{\text{corr}} = (8)(0.1963)(30) = 47.11 \text{ pie}^2$$

Considerando $N_t = 30$ tubos $d_s = 10$ pulg (tabla 9 Kern)

$$n_t = 2 \text{ pasos}$$

$$\text{De ec. (11.13): } U_{D\text{corr}} = 810,000/(47.11)(53) = 324.4$$

$$U_D = 324.4 \text{ BTU/hr pie}^2\text{°F}$$

$$a_t^1 = 0.223 \text{ pulg}^2 \quad (\text{de tabla 10 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.14): } a_t = (30)(0.223)/(144)(2) = 0.02323 \text{ pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.17): } G_t = (932.96)/(0.02323) = 40,163.3 \text{ lb/hr pie}^2$$

$$\text{De ec. (11.20): } Re_t = \frac{(40,163.3)(0.532/12)}{0.1273} = 13,988$$

$$\mu = 0.0526 \times 2.42 = 0.1273 \text{ lb/hrpie}$$

$$h_{io} = 1,500 \text{ BTU/hr pie}^2\text{°F} \quad (\text{para vapor condensante, Kern})$$

Por la coraza (agua):

$$\text{Suponiendo } h_o = 300 \text{ BTU/hr pie}^2\text{°F}$$

$$\text{De la ec. (11.23): } t_w = 300 + \frac{1,500(353 - 300)}{(300 + 1,500)} = 344.2\text{°F}$$

$$t_w - t_c = 44.2\text{°F}$$

De la Fig. 15.11 del Kern: $h_o = 1,000$ (se considera 1,000)

$$\text{De ec. (11.33): } U_c = \frac{1,500 \times 1,000}{1,500 + 1,000} = 600 \text{ BTU/hr pie}^2\text{°F}$$

$$\text{De ec. (11.34): } R_d = \frac{600 - 324.4}{600 \times 324.4} = 1.4 \times 10^{-3}$$

Caída de presión en los tubos:

$$f = 0.00025 \quad (\text{Fig 26 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.35): } \Delta P_t = \frac{(0.00025)(40,163.3)^2(8)(2)}{5.22 \times 10^{10} \times 0.0443 \times 0.446} = 0.0063 \text{ psia}$$

$$(V^2/2g) = 0.00025 \quad (\text{Fig. 27 Kern})$$

$$\text{De ec. (11.36): } \Delta P_r = \frac{(0.00025)(4)(2)}{0.446} = 0.0045 \text{ psia}$$

$$\text{De ec. (11.37): } \Delta P_T = 0.0063 + 0.0045 = 0.011 \text{ psia.}$$

Caída de presión en la caldereta tipo "termosifón" es despreciable.

TABLA 11.11 Sumario de la caldereta tipo "termosifón" IC-5

<u>Tubos</u>	<u>Coraza</u>
1,500 BTU/hr pie ² °F h exterior	1,000 BTU/hr pie ² °F
$U_c = 600 \text{ BTU/hr pie}^2\text{°F}$	
$U_D = 324.4 \text{ BTU/hr pie}^2\text{°F}$	
$R_d = 0.0014 \text{ hr pie}^2\text{°F/BTU}$	
0.011 psia	ΔP calculado despreciable

11.5.8 DISEÑO DE LA CAMARA DE SECADO.

CARACTERISTICAS.

Cámara rectangular de las siguientes dimensiones:

Altura = H = 1.6 m = 5.25 pies.

Ancho = A = 1.2 m = 3.94 pies.

Longitud=L = 2.2 m = 7.22 pies.

Volumen de la cámara = V = 4.224 m³ = 149.35 pies³

Tipo de operación : Batch (lotes)

Material de construcción: acero al carbono.

Espesor de la cámara = 3/16 pulg = 4.76 mm.

11.5.9 DISEÑO DE LAS PLACAS DE CALENTAMIENTO.

CALCULOS.

En el equipo de laboratorio:

Area del fondo de la bandeja = 931 cm^2

Area de las placas (superior e inferior) = 2.2 pies^2

Número de bandejas en la planta = 256 bandejas / cámara

Area de las bandejas en la planta = $1,250 \frac{\text{cm}^2}{\text{bandeja}} \times 256 \frac{\text{bandejas}}{\text{cámara}}$
 $= 320,000 \text{ cm}^2$

Para la planta:	2.2 pies^2	<u> </u>	931 cm^2
	756.0 pies^2	<u> </u>	$320,000 \text{ cm}^2$

CARACTERISTICAS:

Area = $756 \text{ pies}^2 = 70.23 \text{ m}^2$ (área total de las placas)

Número de placas/cámara = 17 placas.

Dimensiones de la placa = $3.7 \text{ pies} \times 5.9 \text{ pies} = 21.83 \text{ pies}^2$

Espesor de la placa = $1/20 \text{ pulg} \times 2 = 1/10 \text{ pulg} = 2.54 \text{ mm}$

Material: acero inoxidable

Tipo: anaquel de placas transportable en la forma de carretilla con ruedas giratorias.

Espaciado entre placas = 8 cm

11.5.10 DISEÑO DEL EVAPORADOR.

Para calcular el área requerida del evaporador E-1 (del sistema de refrigeración) instalado en la cámara de condensación C-2, se debetener en cuenta la carga total del producto y el espesor de la capa de hielo formada, pero como estos factores son variables durante el ciclo de secado, en la práctica se dimensiona el área de condensación (área del evaporador de amoníaco).

co) del vapor de agua igual al área de los anaqueles de placas de calentamiento, es decir en la relación de 1:1 (Ref 68 ,pag 88)

Area del evaporador = 756 pies²

CARACTERISTICAS.

Area total del evaporador = 756 pies²

Tipo : Evaporador de placas.

Espesor: 1/20 pulg x 2 = 1/10 pulg = 2.54 mm

Material : acero al carbono.

11.5.11 DISEÑO DE LA CAMARA DE CONDENSACION.

El sistema de evacuación de la cámara de secado está formado por el condensador externo (fuera de la cámara de secado) y el sistema de vacío (bomba de vacío). La cámara de condensación está conectada a la cámara de secado por medio de una válvula que permite su aislamiento en caso de ser necesario. En la cámara de condensación se encuentra el evaporador del sistema de refrigeración; es en la superficie de este evaporador donde se va a condensar y congelar el vapor de agua procedente del alimento que se encuentra en la cámara de secado. Las dimensiones de esta cámara son iguales a la de la cámara de secado.

La bomba de vacío está instalada después de la cámara de condensación y de la cámara de secado, de modo que la bomba hará vacío en las dos cámaras y sólo extraerá los vapores no condensables (aire que puede filtrarse hacia las cámaras) ya que los vapores de agua se condensarán sobre el área del evaporador.

11.5.12 DISEÑO DE LAS BANDEJAS.

CARACTERISTICAS.

Material : aluminio.

Nº de bandejas/cámara = 256 bandejas.

Dimensiones de la bandeja: altura = 4.5 cm

área del fondo= $25 \times 50 = 1,250 \text{ cm}^2$

Espaciado desde el fondo de la bandeja a la placa inferior= 1 cm

Espaciado desde la placa superior hasta la parte superior de la bandeja = 2.5 cm.

Las bandejas están suspendidas entre placa y placa, de modo que la transferencia de calor es por radiación.

11.6 ESTIMACION DE COSTOS DE LOS EQUIPOS DE LA PLANTA.

La mayoría de los costos se basan en las tablas de estimación de costos para plantas de Ingeniería química⁽¹⁵⁾. Para actualizar estos costos usamos los índices de plantas de Marshall, de la Chemical Engineering de 1,968 y 1,985.

Índice de 1,968 = 273.1

Índice en 1,985 = 783.9

Resultando un factor de $(783.9/273.1) = 2.87$, factor por el cual serán multiplicados los costos base.

Los otros costos han sido proporcionados directamente por las compañías distribuidoras.

CALCULOS:

Columna de destilación:

Diámetro = $D = 2$ pies

Altura = $H = 6$ pies

Costo = Costo base $\times F_m \times F_p \times$ índice

De Ref. 15 (Fig 5)

Costo base = 890 dólares.

$F_m = 1.0$ (acero al carbono)

$F_p = 1.15$ (para presión de operación hasta de 200 psia)

Costo = $890 \times 1.0 \times 1.15 \times 2.87 = 2,937$ dólares.

Bandejas de la columna de destilación. (bandejas perforadas)

Costo = Costo base $(F_s + F_t + F_m) \times$ Índice

Costo base = 100 dólares

$F_s = 3.2$ (espaciado entre bandejas)

$F_t = 0.0$ (bandejas perforadas)

$$F_m = 0.0 \text{ (acero al carbono)}$$

$$\text{Costo} = 100 \times (3.2 + 0 + 0) 2.87 = 918.4 \text{ dólares.}$$

$$\text{Costo total de la columna: } 2,937 + 918.4 = 3,855.4 \text{ dólares.}$$

Tanque de almacenamiento TK-1.

$$\text{Costo} = \text{Costo base} \times F_p \times \text{Indice}$$

$$\text{Volumen} = V = 24.2 \text{ galones.}$$

De ref. 15 (Fig 16):

$$\text{Costo base} = 34 \text{ dólares}$$

$$F_p = 1.15 \text{ (presión de operación de hasta 200 psia)}$$

$$\text{Costo} = 34 \times 1.15 \times 2.87 = 112.2 \text{ dólares}$$

Caldereta tipo "marmita" IC-4.

$$\text{Area} = 204 \text{ pies}^2$$

$$\text{Costo} = \text{Costo base} (F_d + F_p) F_m \times \text{índice}$$

De Ref. 15 (Fig. 3):

$$\text{Costo base} = 2,500 \text{ dólares}$$

$$F_d = 1.35 \text{ (tipo de diseño, reboiler marmita)}$$

$$F_p = 0.1 \text{ (para presiones de hasta 300 psia)}$$

$$F_m = 1.0 \text{ (casco y tubos de acero al carbono)}$$

$$\text{Costo} = 2,500(1.35 + 0.1)(1.0)(2.87) = 10,403.8 \text{ dólares}$$

Condensador C-1.

$$\text{Area de transferencia} = 279.5 \text{ pies}^2$$

$$\text{Costo} = \text{Costo base} \times (F_d + F_p) F_m \text{ Índice}$$

De Ref. 15 (Fig. 3)

$$\text{Costo base} = 3,000 \text{ dólares}$$

$$F_d = 0.80 \text{ (diseño de cabezal fijo)}$$

$$F_p = 0.1 \text{ (presión de operación de hasta 300 psia)}$$

$F_m = 1.0$ (casco y tubos de acero al carbono).

Costo = $3,000 (0.8 + 0.1)(1.0)(2.87) = 7,749$ dólares.

Absorbedor.

Costo = costo base $\times F_p \times$ Indice

De Ref. 15 (Fig 16)

Cuerpo cilíndrico horizontal

Volumen = 2,560 galónes

Costo base = 2,650 dólares

$F_p = 1.0$ (presión menor de 150 psia)

Costo = $2,650 \times 2.87 = 7,605$ dólares

Costo total = 7,734 dólares.

Domo vertical.

Volumen = 47 galónes

Costo base = 45 dólares

$F_p = 1.0$ (presión menor de 150 psia)

Costo = $45 \times 2.87 = 129$ dólares.

3 Intercambiadores de calor (IC-1, IC-2 y IC-3)

Área de cada intercambiador = 154 pies²

Costo = Costo base $(F_d + F_p) F_m \times$ Indice

De ref. 15 (Fig. 3)

Costo base = 2,000 dólares

$F_d = 0.8$ (cabezal)

$F_p = 0.1$ (presiones hasta 300 psia)

$F_m = 1.0$ (coraza y tubos de acero al carbono)

Costo = $2,000 (0.8 + 0.1) 2.87 \times 3 = 15,490$ dólares

Caldereta tipo "termosifón" IC-5

Área = 47.1 pie²

Costo = costo base $(F_d + F_p) F_m \times$ Indice

Costo base = 290 dólares

$F_d = 0.8$ (cabezal fijo)

$F_p = 0.0$ (presión hasta 150 psia)

$$F_m = 1.0 \text{ (acero al carbono)}$$

$$\text{Costo} = 290 (0.8 + 0) 2.87 = 665.8 \text{ dólares.}$$

Caldero B-1

$$\text{Flujo másico de vapor} = 3,978 \text{ lb/hr}$$

$$\text{Costo} = \text{Costo base } (F_d + F_s) \times \text{Indice}$$

De Ref. 15 (Fig 13)

$$\text{Costo base} = 2,000 \text{ dólares}$$

$$F_p = 1.0 \text{ (presión hasta 250 psia)}$$

$$F_s = 0.0 \text{ (vapor saturado)}$$

$$\text{Costo} = 2,000 (1.0 + 0) 2.87 = 5,740 \text{ dólares.}$$

Torre de enfriamiento T-1

$$\text{Flujo másico de agua} =, 157,215 \text{ lb/hr} = 313.6 \text{ galónes}$$

$$\text{Rango de temperatura} = 68 - 90^{\circ}\text{F} = 22^{\circ}\text{F}$$

$$\text{Costo} = \text{costo base} \times F_c \times \text{Indice}$$

De Ref. 15 (Fig 14):

$$\text{Costo base} = 3,700 \text{ dólares}$$

$$F_c = 1.71 \text{ (para el rango de temperatura)}$$

$$\text{Costo} = 3,700 \times 1,71 \times 2.87 = 18,158.5 \text{ dólares}$$

Cámara de secado.

De la Cía. "Materiales ferrosos Peruanos":

$$\begin{aligned} \text{Acero al carbono} & \text{ de } 3/16 \text{ pulg de espesor} \\ & \text{área} = 32 \text{ pies}^2 = 820,614 \text{ soles} \end{aligned}$$

Según las dimensiones de la cámara se necesitan planchas de las siguientes dimensiones:

- alturaxancho = 20.7 pies^2 (2 planchas)
- alturaxlong. = 37.9 pies^2 (2 planchas)
- long. x ancho = 28.45 pies^2 (2 planchas)

$$\begin{aligned} \text{Costo total} & = 2(820,614 + 974,480 + 820,614) \\ & = 7,180,373 \text{ soles} = 513 \text{ dólares.} \end{aligned}$$

Para las 4 cámaras = 2,052 dólares

Bandejas.

De la Cía. Yusy:

Aluminio de 1/20 pulg de espesor y de 3m x 0.9 m
 área = 2.7 m² a 450,000 soles

Área de cada bandeja:

$(50 + 9)(25 + 9) = 2,006 \text{ cm}^2$ de aluminio

De cada plancha se obtienen: $27,000/2,006 = 13.4$ bandejas

Nº de bandejas/cámara = 256

Por lo tanto se necesitan 20 planchas

Costo: $20 \times 450,000 = 9,000,000$ soles = 642 dólares

Para las 4 cámaras: 2,568 dólares

Placas.

De la Cía. "Yohersa":

acero inoxidable de 1/20 pulg de espesor y de 1.2m x 2.4 m
 área = 2.88 m² a 1'630,000 soles

Área de las placas de cada cámara = 756 pies² = 70.23 m²

Nº de planchas de acero inoxidable = $70.23/2.88 = 24.4$ planchas

Costo = $25 \times 1'630,000 = 40'750,000$ soles = 2,910 dólares

Costo para los 4 anaqueles de placas = 11,643 dólares.

Evaporador de placas.

De la Cía. "Materiales Ferrosos Peruanos":

Acero al carbono de 1/20 pulg de espesor y de 4 pies x 8 pies
 área = 32 pies² a 350,000 soles

Número de planchas usadas = $687/32 = 22$ planchas

Costo = $22 \times 350,000 = 7'700,000$ soles = 550 dólares

Para las 4 cámaras = 2,200 dólares

Cámara del condensador =

De iguales dimensiones y de igual material a la cámara de secado

Costo total de las 4 cámaras = 2,052 dólares

Bombas de vacío

De la Cía. COLD IMPORT :

Bomba de vacío : desde 1 atm a 20 micras de Hg

evacuación = 45 pie³/min

Bomba de vacío de dos etapas.

Costo de cada bomba : 27'667,200 = 1,190.5 dólares

Costo de las 4 bombas = 4,762 dólares.

Bomba para la solución de NH₃ al 28% (P-1)

De la Cía. Hidrostat :

Bomba de 2,5 HP tipo 32-125

Costo de la bomba = 9'200,000 soles = 657 dólares

Costo total de los equipos : 95,186 dólares

ECUACIONES PARA EL DISEÑO DE INTERCAMBIADORES DE CALOR.

$$\Delta T_2 = (T_2 - t_1) \quad \dots (11.1)$$

$$\Delta T_1 = (T_1 - t_2) \quad \dots (11.2)$$

$$\text{LMTD} = (\Delta T_2 - \Delta T_1) / (\ln \Delta T_2 / \Delta T_1) \quad \dots (11.3)$$

$$\Delta t = \text{LMTD} (F_T) \quad \dots (11.4)$$

$$Q = \dot{m} \Delta H \quad \dots (11.5)$$

$$Q = \dot{m} C_e \Delta T \quad \dots (11.6)$$

$$\Delta T = (T_{\text{salida}} - T_{\text{entrada}}) \quad \dots (11.7)$$

$$R = (T_1 - T_2) / (t_2 - t_1) \quad \dots (11.8)$$

$$S = (t_2 - t_1) / (T_1 - t_1) \quad \dots (11.9)$$

$$A = Q / (U_D \Delta t) \quad \dots (11.10)$$

$$N_t = A / (L_t a_{tt}) \quad \dots (11.11)$$

$$A_{\text{corr}} = N_t L_t a_{tt} \quad \dots (11.12)$$

$$U_{D\text{corr}} = Q / A_{\text{corr}} \Delta t \quad \dots (11.13)$$

$$a_t = N_t a_t' / (144 n_t) \quad \dots (11.14)$$

$$a_s = (d_s B C') / (144 P_T) \quad \dots (11.15)$$

$$G'' = \dot{m}_s / (L_t (N_t)^{2/3}) \quad \dots (11.16)$$

$$G_t = \dot{m}_t / a_t \quad \dots (11.17)$$

$$G_s = \dot{m}_s / a_s \quad \dots (11.18)$$

$$V = G'' / 3600 \quad \dots (11.19)$$

$$\text{Re}_t = (D I_t G_t) / \mu \quad \dots (11.20)$$

$$\text{Re}_s = (D e G_s) / \mu \quad \dots (11.21)$$

$$(N+1) = 12 L_t / B \quad \dots (11.22)$$

$$t_w = t_c + h_{i0} (T_c - t_c) / (h_{i0} + h_o) \quad \dots (11.23)$$

$$t_w = t_c + h_o (T_c - t_c) / (h_{i0} + h_o) \quad \dots (11.24)$$

$$T_c = (T_1 + T_2) / 2 \quad \dots (11.25)$$

$$t_c = (t_1 + t_2) / 2 \quad \dots (11.26)$$

$$t_f = (t_w + t_c)/2 \quad \dots (11.27)$$

$$\mu = (\mu/\mu_w)^{0.14} \quad \dots (11.28)$$

$$h_o = j_H k (C_e \mu/k)^{1/3} \rho_s/De \quad \dots (11.29)$$

$$h_i = j_H k (C_e \mu/k)^{1/3} \rho_t/DI_t \quad \dots (11.30)$$

$$h_{io} = h_i DI_t/DE_t = h_i dI_t/dE_t \quad \dots (11.31)$$

$$\bar{h} = 1.5 (4G'' \mu_f / k_f^3 \rho_f^2 g)^{-1/3} \quad \dots (11.32)$$

$$U_c = h_o h_{io}/(h_o + h_{io}) \quad \dots (11.33)$$

$$R_d = (U_c - U_D)/(U_c U_D) \quad \dots (11.34)$$

$$\Delta P_t = (f G_t^2 L_t n_t)/(5.22 \times 10^{10} DI_t s \rho_t) \quad \dots (11.35)$$

$$\Delta P_r = (4 n_t/s)(V^2/2g') \quad \dots (11.36)$$

$$\Delta P_T = \Delta P_r + \Delta P_t \quad \dots (11.37)$$

$$\Delta P_s = (f G_s^2 D_s (N + 1))/(5.22 \times 10^{10} De s \rho_s) \quad \dots (11.38)$$

Para condensación de vapor en la coraza \dots (11.39)

$$\Delta P_s = 1/2 (f G_s^2 D_s (N + 1))/(5.22 \times 10^{10} De s)$$

Nomenclatura.

- A = Area de transferencia externa de calor o superficie externa de tuberías. pie².
- A_{corr} = Area de transferencia corregida, pie².
- a_s = Area de flujo de la coraza, pie².
- a_tⁱ, a_t = Area de flujo por tubos, en pulg² y en pie².
- a_{tt} = Area de transferencia por longitud de tubo, pie²/pie.
- B = Espaciado de los deflectores, pulg.
- C' = Espaciado entre tubos (sección libre), pulg.
- C_e = Calor específico, BTU/lb^oF
- D_s, d_s = Diámetro de la coraza, en pie y pulg
- DI_t = Diámetro interno del tubo, en pies.
- dI_t = Diámetro interno del tubo, en pulg.
- DE_t = Diámetro externo del tubo, en pies.
- dE_t = Diámetro externo del tubo, en pulg.
- De, de = Diámetro equivalente en pies y pulg.
- f = Factor de fricción, pie²/pulg².

F_T = Factor diferencia de temperatura.
 G_s = Velocidad másica en la coraza, lb/hr pie².
 G_t = Velocidad másica en los tubos, lb/hr pie².
 G'' = Carga de condensado para tubos horizontales, lb/hr pie.
 g, g' = Aceleración de la gravedad, pie/seg² y pie/hr².
 ΔH = Variación de entalpía.
 h_i, h_o = Coeficiente de transferencia de calor para el flujo interior y exterior respectivamente, BTU/hr pie² °F.
 h = Coeficiente promedio de película condensante entre dos puntos, BTU/hr pie² °F.
 h_{io} = Valor de h_i referido al diámetro exterior, BTU/hr pie² °F.
 h_s, h_L = Coeficiente pelicular de calor sensible y de calor latente, BTU/hr pie² °F.
 j_H = Factor de transferencia de calor, adimensional.
 k = Conductividad térmica, BTU/hr pie² °F.
 L_t = Longitud del tubo, pie.
 $MLTD$ = Media logarítmica de la diferencia de temperatura.
 \dot{m} = Flujo másico, lb/hr.
 \dot{m}_s, \dot{m}_t = Flujo másico en la coraza y en los tubos, lb/hr.
 N = Número de deflectores.
 $(N+1)$ = Número de cruces en la coraza.
 N_t = Número de tubos.
 n_s, n_t = Número de pasos en la coraza y en los tubos.
 P_T = Espaciado de los tubos (centro a centro), pulg.
 ΔP_T = Caída de presión total, lb/pulg².
 ΔP_s = Caída de presión en la coraza, lb/pulg².
 ΔP_t = Caída de presión en los tubos, lb/pulg².
 ΔP_r = Caída de presión de retorno, lb/pulg².
 Q = Flujo de calor, BTU/hr.
 q_v, q_s = Calor de vaporización y calor sensible, BTU/hr.
 R = Grupo de temperaturas, adimensional.
 R_d = Factor de obstrucción, hr pie² °F/BTU.
 Re_t = Número de Reynolds en los tubos, adimensional.
 Re_s = Número de Reynolds en la coraza, adimensional.
 S = Grupo de temperaturas, adimensional.
 s = gravedad específica, adimensional.
 T_1, T_2 = Temperatura en la entrada y salida del fluido caliente, respectivamente, °F.
 t_1, t_2 = Temperaturas de entrada y salida del fluido frío, °F

- T_c, t_c = Temperaturas calóricas o medias del fluido caliente y frío respectivamente, °F.
- t_f = Temperatura de la película, °F.
- ΔT = Diferencia de temperatura de un fluido, °F.
- U = Coeficiente global de transferencia de calor.
- U_c, U_D = Coeficiente limpio y coeficiente de diseño, BTU/hr pie² °F
- U_{Dcorr} = Coeficiente global corregido, BTU/hr pie² °F.
- μ = Viscosidad a la temperatura calórica o media, lb/hr pie.
- μ_w = Viscosidad a la temperatura de la pared del tubo, en lb/hr pie.
- V = Velocidad, pie/seg.
- ϕ = Relación de viscosidad, adimensional.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

1. Las condiciones óptimas de liofilización fueron halladas tanto para minimizar los tiempos de secado que permitirán maximizar la producción así como para mejorar la calidad del producto.
2. Hemos usado en el laboratorio y en el diseño de la planta el calentamiento por radiación, porque los ciclos de secado son más cortos que los obtenidos para el calentamiento por conducción. Esto es debido a que este último requiere de temperaturas de placas muy bajas para evitar la fusión del alimento, mientras que el calentamiento por radiación permite el uso de temperaturas más altas durante las primeras horas de secado.
3. Se puede mantener una temperatura elevada de la placa al comienzo del ciclo de secado debido al efecto de enfriamiento causado por el vapor de agua que escapa del alimento, lo que evita que se produzca la fusión intersticial que podría dañar el producto.
4. El escalamiento para hallar la capacidad de refrigeración de la planta se hace en torno a la evolución de vapor de agua del alimento. Nuestra planta resulta sobrediseñada porque se ha considerado la máxima evolución de este vapor ya que la remoción debe ser rápida y uniforme, de lo contrario se producirían áreas de alta presión de vapor alrededor del alimento, causantes de la fusión intersticial.
5. El espaciado entre placas (8 cm) es suficiente para poder

trabajar con cualquier alimento porque permite un fácil escape de los vapores de agua formados en la superficie del producto.

6. En nuestra planta se puede procesar cualquier tipo de alimento, únicamente variando la carga de producto, en base a la capacidad de refrigeración, por lo que la capacidad de la planta varía de acuerdo al producto a procesar.
7. En el laboratorio se usa refrigeración por compresión, pero en el diseño de la planta usamos refrigeración por absorción de amoníaco en agua, porque para nuestra carga de refrigeración, el costo inicial de equipo de compresión es mayor. Además el costo de operación por el uso de energía sería elevado.
8. En el diseño de la planta se emplea amoníaco como refrigerante ya que es el más apropiado en grandes instalaciones, debido a su gran rendimiento frigorífico, que permite el uso de menos volúmenes de refrigerantes disminuyendo el tamaño de los equipos.
9. Nuestro diseño de anaquel de placas tipo carretilla usado en la planta permite ahorrar tiempo y evitar el descongelamiento durante la carga y el humedecimiento durante la descarga.
10. El producto liofilizado envasado en bolsas de polietileno y frascos de vidrio puede durar más de 4 meses almacenado a temperatura ambiente.
11. El producto obtenido se rehidrata rápidamente y tiene buenas cualidades nutritivas y organolépticas y una vez reconstituido

do permite obtener un producto con características similares a la cebolla fresca.

12. El producto liofilizado puede venderse en el mercado sólo o formando parte de otros productos deshidratados, como sopas, sazonadores, platos preparados, etc. En el primer caso el consumidor simplemente le agrega agua y lo puede usar como acompañante de cualquier plato.
13. Se recomienda el uso de bandejas aleteadas para acelerar el proceso de secado, ya que la transferencia de calor por conducción desde la placa hacia el alimento será mayor, disminuyendo los ciclos de secado.
14. Si es necesario un aumento en la capacidad de nuestra planta, ésta podría lograrse únicamente aumentando el número de cámaras, pero trabajándolas en forma escalonada para aprovechar el hecho de que al comienzo del secado la carga de vapor y la velocidad de sublimación son máximas, las que van disminuyendo a medida que el secado transcurre.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC), Methods of Analysis. Washington, Ed.Horwitz, 1980.
- 2.- BARRET, J.R., LAXON, R., WEBSTER, P.H.N., "Freeze-Drying Vacuum Equipment". Food Technology, Enero-1964.
- 3.- BRENNAN, J.G., Operaciones de la Ingeniería de Alimentos. España, Ed.Zaragoza, 1980.
- 4.- BROWN, George Granger, Operaciones Básicas de la Ingeniería Química. Barcelona, Ed.Marín S.A., 1963.
- 5.- BURKE, R.F., DECAREAU, R.V., Freeze Drying Foods in Advances in Food Research. Vol.13. London, Ed.Academic Press, 1964.
- 6.- CHARM, Stanley, The Fundamentals of Food Engineering. 2nd. Edición. Westport,Co., The Avi Publishing Co., 1971.
- 7.- DECAREAU, R.V., "How Microwave Speed Freeze-Drying". Food Engineering, Agosto-1961.
- 8.- DESROSIER, Norman W., Elementos de Tecnología de Alimentos. México, Ed.CECSA, 1983.
- 9.- DOSSAT, Roy J., Principios de Refrigeración. 2da.ed. México, Ed.CECSA, 1983.
- 10.- FAO, Control de Calidad de Alimentos. México, 1979.
- 11.- FENNEMA, Owen R., Low temperature preservation of foods and living matter. Advances in Food Research. Vol.13. New York, Ed.Academic Press., 1964.
- 12.- FOOD ENGINEERING STAFF, "Freeze-Dries for World Market". Food Engineering, Julio-1961.
- 13.- FOOD ENGINEERING EDITORS, "Answers to Freeze-Dry Questions". Parte I. Abril-1963. Parte II. Mayo-1963.
- 14.- FOOD ENGINEERING STAFF, "U.S.Freeze-Dryer in Sweden". Food Engineering, Noviembre 1963.
- 15.- GUTHRIE, "Capital Costs Estimating Factors". Chemical Engineering, Marzo-1969..

- 16.- HARAHAAN, F.P., "USDA Develops Foam-Spray Drying". Food Engi
neering, Agosto-1961.
- 17.- HANSEN, Ove, "Fluidizes Freeze-Drying". Food Engineering,
Junio-1967.
- 18.- HARPER, John C., Elements of Food Engineering. Westport, Co.,
The Avi Publishing Co., 1976.
- 19.- HELDMAN, Dennis, Food Process Engineering. Westport, Co.,
The Avi Publishing Co., 1975.
- 20.- HOUGEN, O.A., WATSON, K.M., y RAGATZ, R.A., Principios de los
Procesos Químicos. Parte II: Termodinámica. Barcelona, Ed.
Reverté, S.A., 1975.
- 21.- HUXSOLL, C.C., MORGAN, A.I., "Microwave Dehydration of Pota
toes and Apples". Food Technology, Junio-1968.
- 22.- INTERNATIONAL CRITICAL TABLES OF NUMERICAL DATA, PHYSICS AND
TECHNOLOGY. New York, Ed. Mc.Graw Hill Book Company, 1963.
- 23.- JEPPSON, M.R., "Consider Microwaves". Food Engineering, No-
viembre-1964.
- 24.- KAN, B., WINTER, F., "Accelerating Freeze-Drying Through Im-
proved Heat Transfer". Food Technology, Octubre-1968.
- 25.- KAUFMAN, V.F., ROCKWELL, W.C., LOWE, E., "Finned Tube Dryer
Speeds Tumbling Freeze-Drying". Food Engineering, Julio-1964.
- 26.- KERN, Donald, Procesos de Transferencia de Calor. México,
Ed. Continental S.A., 1985.
- 27.- KING, Cary Judson, Freeze-drying of foods. Cleveland, Ohio,
1971.
- 28.- KING, Judson C., LAM, WING, SANDALL, "Physical Properties Im
portant for Freeze-Drying Poultry Meat". Food Technology,
Octubre-1968.
- 29.- KING, Judson C., "Convective Heat Transfer for Freeze Drying
of Foods". Food Technology, Octubre-1968.
- 30.- LABUZA, T.P., "Water Content and Stability of Low -Moisture
Intermediate Moisture Foods". Food Technology, Mayo-1970.

- 31.- LABUZA, T.P., "Sorption Phenomena in Foods". Food Technology, Marzo-1968.
- 32.- LAWLER, Frank K., "Latest in Freeze-Drying". Food Engineering, Noviembre-1961.
- 33.- LAWLER, Frank K., "London Freeze-Dry Symposium". Parte I-II. Food Engineering, Diciembre 1961-Enero 1962.
- 34.- LAWLER, Frank, K., "Advances Built into F-D Plant". Food Engineering, Octubre-1964.
- 35.- LAWLER, Frank.K., "UF Freeze-Dries for Quality". Food Engineering, Diciembre-1964.
- 36.- LAWLER, Frank, K., HAGREAVES , E.M., "Freeze-Drying Pioneer Makes Comeback". Food Engineering, Junio-1970.
- 37.- LEDERMAN, A.N., LINSTROM, F.H., "Take a New Look at Freeze-Drying". Food Engineering, Octubre-1961.
- 38.- LUSK, KAREL AND GOLDBLITH, "Effect of some processing parameters on the rates of Freeze-Drying of Shrimp". Food Technology, Abril-1965.
- 39.- MALECKI, George J., "Atmospheric Freeze-Drying". Food Engineering, Febrero-1966.
- 40.- MALECKI, G., "Atmospheric Fluidized Bed Freeze-Drying". Food Engineering, Mayo-1970.
- 41.- MAGUIRE, John F., "Freeze-Drying Moves Ahead in US". Food Engineering, Parte I. Agosto-1962, Parte II. Setiembre-1962.
- 42.- MARICH, Federick, "Latest Design Criteria for Freeze-Dry Plants". Food Engineering, Parte I. Abril-1965. Parte II. Junio-1965.
- 43.- MC.CABE, Warren L., SMITH, Julian C., Operaciones Básicas de Ingeniería Química. Vol II. Barcelona, Ed.Reverté S.A., 1969.
- 44.- MINISTERIO DE ECONOMIA. División de Aduanas. Anuario de Exportación. 1980-1984.
- 45.- MINISTERIO DE SALUD. La Composición de los Alimentos Peruanos. Instituto de Nutrición. 1975.

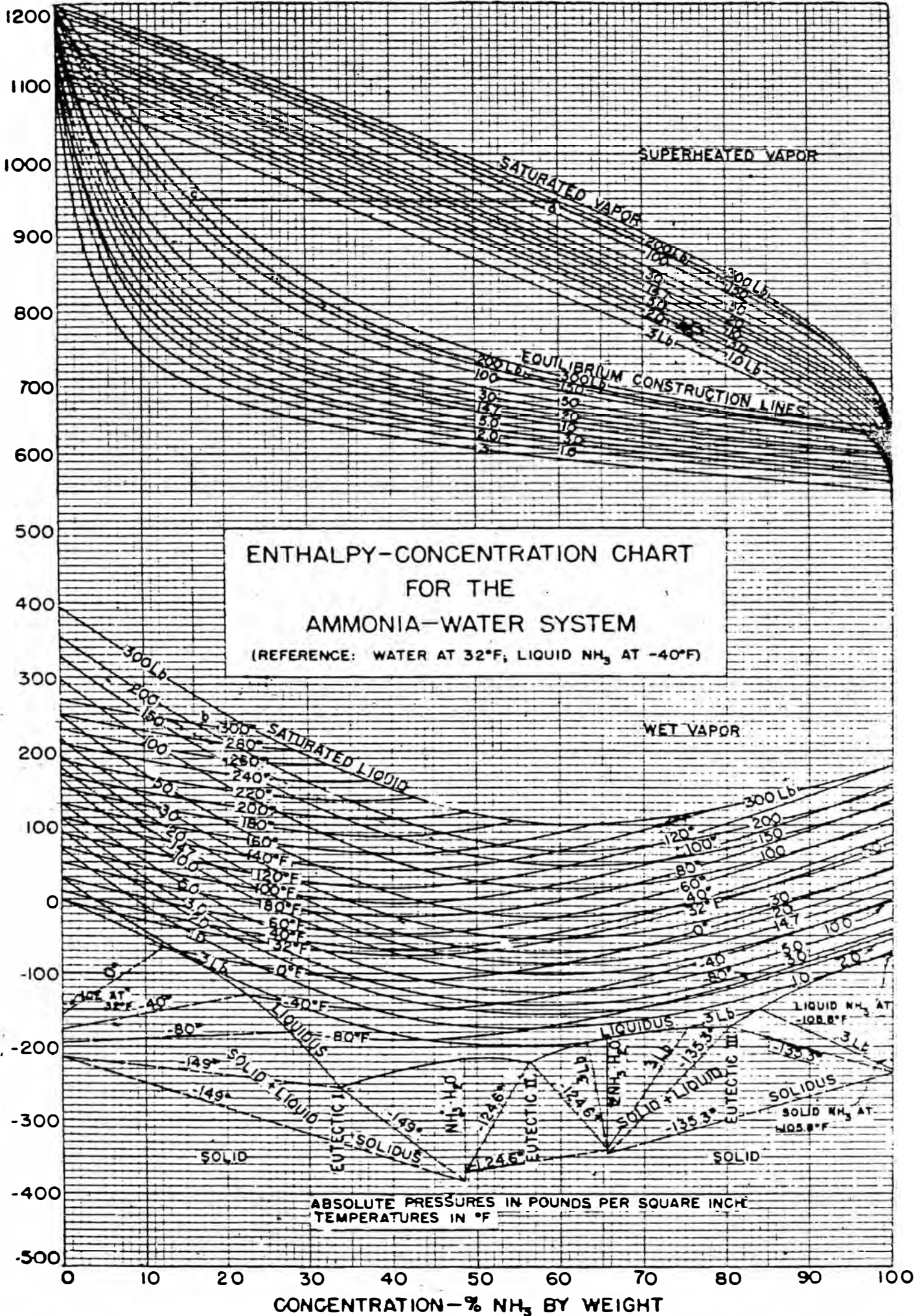
- 46.- NAIR, John, H., "Freeze-Drying. Where it Stands in Europe". Food Engineering, Marzo-1961.
- 47.- NAIR, John, H., "Point Up-Freeze-Dry Phenomena". Food Engineering, Mayo-1961.
- 48.- NAIR, John, H., "German Freeze-Dry Conference". Food Engineering, Abril-1962.
- 49.- NAIR, John, H., "What's New in Freeze-Drying". Food Engineering, Mayo-1964.
- 50.- NAIR, John, H., "Single Unit Freezes and Dries Liquids". Food Engineering, Junio-1966.
- 51.- PATENT U.S 3, 020, 645. Sensing Glow Discharge in Microwave Heating.
- 52.- PATENT U.S. 3, 448, 527. L.A.Hernández. Removal of Thin Surface Layer as it Dries with Scraping Means. June 10, 1969.
- 53.- PERRY, John H., Manual del Ingeniero Químico. Tomo I. U.S.A. Ed. Mc.Graw Hill Book Company, 1976.
- 54.- PETERSEN E., "Europeans Probe Accelerated Freeze-Drying". Food Engineering, Junio-1961.
- 55.- PLANK, R., El Empleo del Frío en la Industria de Alimentación. Barcelona, Ed.Reverté, 1963.
- 56.- POTTER, Norman, La Ciencia de los Alimentos. México, Edutex, 1973,
- 57.- REY, Louis, Aspects Théoriques et Industriels of Lyophilization. París, Ed. Hermann, 1964.
- 58.- RYAN, James W., "Food Freeze-Drying". Food Technology, Abril-1965.
- 59.- ROCKWELL, W.C., KAUFMAN, V.F., "Hex Tube Freeze-Drying Permit Continuous F-D". Food Engineering, Abril-1965.
- 60.- SALEH, "Microbial Evaluation of Commercial Freeze-Dried Foods". Food Technology, Mayo-1964.
- 61.- SMITH, J.M., VAN NESS, H.C., Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics. III ed. Tokyo, Mc.Graw -Hill, 1975.

- 62.- STOEVER, Herman, Applied Heat Transmision. New York-London, Ed.Mc.Graw-Hill Book Company, 1941.
- 63.- STOKES, R.H., ROBINSON, R.A., "Standard Solutions for Humidity Control al 25^oC. Industrial and Engineering Chemistry, Setiembre-1949.
- 64.- TEYHAM, Woodward, H., "Freeze-Drying Without Vacuum", Food Engineering, Junio-1963.
- 65.- TISCHER, R.G., BROCHMANN, M.C., "Freeze-Drying Ups Quality of QM Quick-Serve Rations. Food engineering, Enero-1958.
- 66.- TRESSLER, D.K,EVERS, C.F,, "The Freezing Preservation of Foods". Westport, Co., The Avi Publishing Co., 1968.
- 67.- TREYBAL, Robert, Operaciones con Transferencia de Masa. Buenos Aires, Ed. H.A.S.A. , 1973.
- 68.- ULLRICH, William, R., "Continuous Freeze-Drying Coming". Food Engineering, Junio-1965.
- 69.- VAN ARSDEL, WALLACE B., Food Dehydration. USA. 1973.
- 70.- YOUNGER,C.F.A., BAIGENT,B.H., "A Preliminary Study of the Effect of Pre-cooking on Freeze-Dried Lamb". Food Techology, Junio-1965.
- 71.- ZIEMBA, John V., "Freeze-Drying Where it Stands...What's Ahead Your Stake in It". Food Engineering, Diciembre-1960.
- 72.- ZIEMBA, John,V., "New Approach to Freeze-Drying". Food Engineering, Marzo-1963.

APENDICE ATABLA DE ENTALPIAS VS. CONCENTRACIONES DE AMONIACOA LA PRESION DE 200 PSIA

T °F	% peso x	% peso y	BTU/lb H _x	BTU/lb H _y
300	13.0	53.5	240.0	965.0
280	17.5	65.0	215.0	913.0
260	22.0	73.5	187.5	870.0
240	26.0	79.5	160.0	835.0
220	32.0	85.0	134.0	798.0
200	37.0	89.5	112.0	772.0
180	43.5	93.0	87.0	745.0
160	50.0	95.0	70.0	722.0
140	56.5	96.5	58.0	704.0
120	65.0	98.0	55.0	683.0
110	74.0	99.0	70.0	663.0
100	82.5	99.6	87.5	647.0
90	95.0	99.9	122.5	633.0
87	100.0	100.0	136.0	637.0

ENTHALPY—BTU PER POUND OF SOLUTION



APENDICE B

METODOS DE CONTROL

Para evaluar y determinar las características de la materia prima utilizada y del producto final se realizaron los sgtes. análisis:

DETERMINACION DE HUMEDAD.

Se utilizó el método de la AOAC (Ref.1). Este método se basa en la pérdida de peso (agua) que sufre una muestra por calentamiento hasta obtener un peso constante.

EQUIPO.

- Balanza analítica con precisión de 0.1 mg.
- Estufa de calentamiento a una temperatura de $110 \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- Desecador con placa de porcelana gruesa perforada conteniendo deshidratantes adecuados como: anhídrido fosfórico, sulfato de calcio anhidro granulado e impregnado de cloruro de cobalto, óxido de calcio activado, alúmina activada, ácido sulfúrico - concentrado, cloruro de calcio o sílica gel impregnada de sales de cobalto.
- Cápsula o crisol de porcelana.

PROCEDIMIENTO.

- Se pesa una muestra húmeda en una cápsula o crisol de porcelana previamente secada durante 2 horas en una estufa a 110°C . Se debe operar rápidamente para evitar toda alteración en el contenido de humedad.
- Se pone luego la cápsula o crisol destapado con la muestra en la estufa a 110°C durante 2 horas.
- Se tapa la cápsula o crisol, se retira de la estufa, se coloca en un desecador y se deja enfriar hasta la T° ambiente (en 45 a 60 minutos).
- Se determina el peso de la cápsula o crisol con la muestra desecada.

- Se repite el calentamiento en estufa, enfriamiento y determinación del peso, hasta que los resultados de 2 determinaciones - sucesivas, separadas por una hora de secado no difieran en más de 0.1% .

RESULTADOS.

El contenido de humedad se expresa como la pérdida referida a 100 gramos de muestra original y se calcula mediante la sgte. fórmula:

$$H = (M_1 - M_2) \times \frac{100}{M}$$

donde:

H = contenido de humedad en % de peso de la muestra original.

M = peso de la muestra a ensayar, en gramos.

M₁ = peso del crisol o cápsula conteniendo la muestra antes del secado, en gramos.

M₂ = peso del crisol o cápsula conteniendo la muestra después del secado, en gramos.

Si la diferencia en el contenido de humedad entre 2 determinaciones sobre la misma muestra es menor de 0.1% se promedian los resultados redondeándose a la primera cifra decimal. Si la diferencia es mayor de 0.1% se repite el ensayo sobre una nueva muestra.

DETERMINACION DE CENIZAS.

Se utilizó el método de la AOAC (Ref.1). Se basa en la pérdida de peso que sufre una muestra por incineración a 550^oC durante el tiempo necesario para conseguir cenizas libres de carbón.

EQUIPO.

- Balanza analítica .
- Mufla eléctrica con control termostático y circulación de aire que permite obtener durante el ensayo una temperatura de 500-550^oC.
- Desecador con placa de porcelana perforada conteniendo cualquiera de los deshidratantes indicados anteriormente.
- Cápsula o crisol de porcelana.

PROCEDIMIENTO.

- Se calienta el crisol en una mufla a 550^oC durante 15 minutos. Se enfría en un desecador y se pesa.
- Se pesa aproximadamente 5 gramos de la muestra con precisión de 0.1 mg. en el crisol tarado.
- Se incinera la muestra a una T^o de 550^oC en una mufla hasta carbonizarla, evitando pérdidas de muestra.
- Se enfría en un desecador hasta temperatura ambiente y se pesa.
- La diferencia de peso obtenido indicará el contenido de cenizas de la muestra.

RESULTADOS.

El contenido de cenizas en porcentaje de peso de la muestra se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$C = \frac{100 \times (M_2 - M_1)}{M}$$

donde:

C = contenido de cenizas por 100 gr. de muestra seca.

M = peso de la muestra en gramos.

M₁ = peso del crisol conteniendo las cenizas en gramos.

M₂ = peso del crisol en gramos.

El contenido de la ceniza deberá ser el promedio aritmético de por lo menos 2 determinaciones sucesivas.

DETERMINACION DE PROTEINAS.

Se utilizó el método de Kjeldahl modificado por Gunning (Ref.1), con la adición de unos gránulos de alúmina selenizadas y sulfato de cobre. Este método se basa en que las proteínas de los alimentos contienen aproximadamente 16% de nitrógeno. El contenido de proteína en la muestra se obtiene multiplicando el contenido de nitrógeno por 100/16 o sea por un factor de 6.25.

El análisis para determinar el contenido de nitrógeno de la muestra consta de 3 operaciones:

- La digestión u oxidación de la materia orgánica.

- La destilación de la masa oxidada para desprender el amoníaco que se condensa en una solución ácida.
- La titulación de esta solución para determinar el contenido de nitrógeno.

EQUIPO.

El equipo para la digestión de la muestra se llama equipo Kjeldahl y consiste de lo siguiente:

- 1.- Calentadores de manto.
- 2.- Botones para regular la temperatura.
- 3.- Matraz Kjeldahl.
- 4.- Tapón de hule o de corcho.
- 5.- Manguera.
- 6.- Tubo de extracción de gases.
- 7.- Llave de agua.
- 8.- Bomba de succión para provocar el vacío.
- 9.- Salida de agua.

El equipo para la destilación de la masa oxidada consiste de lo siguiente:

- 10.- Extensión para conectar el embudo de separación y para desviar los vapores.
- 11.- Embudo de separación.
- 12.- Llave del embudo de separación.
- 13.- Condensador.
- 14.- Salida alargada del condensador que debe terminar abajo del nivel del ácido.
- 15.- Frasco erlenmeyer.
- 16.- Entrada del agua refrigerante.
- 17.- Salida del agua refrigerante.

Ambos equipos deben estar puestos en un extractor de vapores.

PROCEDIMIENTO.

- Se pesa un gramo de muestra en papel filtro previamente tarado.
- La muestra se envuelve en este papel.
- Se introduce el conjunto en el matraz Kjeldahl.
- Se añaden: 2g. de sulfato de cobre.

10 g. de sulfato de sodio anhidro.

- 25 ml. de ácido sulfúrico concentrado y algunas perlas de vidrio para evitar proyecciones durante el calentamiento.
- Se calienta la masa, al principio suavemente, después a una temperatura de 100°C.
 - Se pone en marcha la bomba extractora de gases.
 - Se deja oxidar la masa por una hora aproximadamente. El color pasa de negro a azul, verde o incoloro.
 - La masa se deja enfriar.
 - Se añaden 200 ml. de agua destilada y 6 gránulos de zinc metálico como catalizador.
 - Se añade un poco de aceite de parafina como antiespumante.
 - Se tapa el matraz con un tapón horadado.
 - Se introduce la extensión en el orificio para conectar el matraz al condensador y al embudo de separación.
 - Se toma un frasco erlenmeyer de 500 ml. En él se vierten 50 ml de ácido bórico al 4% y unas gotas de rojo de metilo como indicador.
 - Se introduce el tubo de salida del condensador en el frasco erlenmeyer de tal manera que la salida quede en el ácido bórico.
 - Se pone una solución de hidróxido de sodio al 40% en el embudo de separación.
 - Se coloca el embudo de separación con hidróxido de sodio en la extensión.
 - Se deja circular el agua refrigerante en el condensador.
 - Se adiciona tanta sosa a la masa hasta que se forme un precipitado de color negro.
 - Se calienta la masa y se la deja hervir.
 - Se destila hasta que haya pasado el amoníaco, es decir aproximadamente 300 ml. El color del destilado debe ser amarillo.
 - Se toma una gota del destilado sobre papel tornasol rojo. Esto se hace para constatar si todo el amoníaco ha pasado. Si el papel no cambia de color, se termina la destilación.

Se titula con una solución de ácido clorhídrico al 0.1 N. El destilado es amarillo. La titulación se termina en el momento en que el color cambie a rojo.

RESULTADOS.

Conociendo la cantidad de ácido clorhídrico utilizada en la titulación se puede calcular el porcentaje de nitrógeno de la siguiente fórmula:

$$\% \text{ nitrógeno} = \frac{V \times N \times C}{1000} \times 100$$

donde:

V = cantidad en mililitros de ácido clorhídrico .

N = normalidad del HCl o sea 0.1 N

C = peso equivalente del nitrógeno, o sea 14.

Si se toman los valores para N y C, resulta que el porcentaje de nitrógeno es igual a 0.14% V. Si se multiplica este porcentaje de nitrógeno por el factor 6.25 se obtendrá el porcentaje proteínico:

$$\% \text{ proteínas} = 6.25 \times 0.14 \times V = 0.8750 \times V$$

DETERMINACION DE EXTRACTO ETereo.

Se basa en el método de la AOAC (Ref.1). La muestra previamente desecada se somete a extracción con éter anhidro en un equipo - Sohlet.

EQUIPO.

- 1.- Condensador tipo Sohlet.
- 2.- Extractor tipo Sohlet.
- 3.- Cartucho para la muestra.
- 4.- Desborde por donde el éter con grasa refluye al matraz.
- 5.- Desviación para los vapores de éter.
- 6.- Calentador de manto.
- 7.- Entrada de agua refrigerante.
- 8.- Salida del agua.

PROCEDIMIENTO.

El análisis del extracto graso se efectúa mediante una operación de extracción de la grasa con éter etílico anhidro. El éter es extremadamente inflamable. Por lo tanto el análisis se efectúa

en un extractor de gases.

- Se colocan 2 gramos de la muestra en el cartucho. La muestra se tapa con un pedazo de algodón.
- El cartucho con la muestra se coloca dentro del extractor. Se pesa el matraz y se compone el equipo.
- Se conecta la tubería del agua.
- Se introduce éter anhidro por el extremo superior del condensador en una cantidad igual a tres veces el volumen del extractor.
- En el matraz se calienta el éter. Los vapores del éter suben a través de la desviación al condensador. Allí los vapores se condensan.
- Se regula la temperatura de tal forma que se obtenga una frecuencia de dos gotas de éter condensado por segundo.
- Se deja gotear el éter condensado sobre la muestra durante seis horas aproximadamente, para extraer la grasa del producto.
- Durante la extracción, el éter con grasa se desborda y refluye al matraz, en donde se acumula la grasa extraída.
- Después de la extracción se suspende el calentamiento y se enfría el conjunto y se quita el extractor del matraz.
- Se deja caer una gota de la solución de éter sobre un papel filtro. El éter se evapora. Si se observa una mancha de grasa, se debe continuar la extracción.
- Cuando el éter en el extractor es incoloro, significará que éste ya no tiene grasa. En este momento, se elimina el éter en el matraz por destilación suave.

El matraz con el residuo se introduce ahora a una estufa a 75°C hasta que el peso sea constante.

El porcentaje del peso de la grasa se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ extracto étereo} = \frac{A}{B} \times 100 = 50 \times A$$

donde:

A = peso en gramos del residuo.

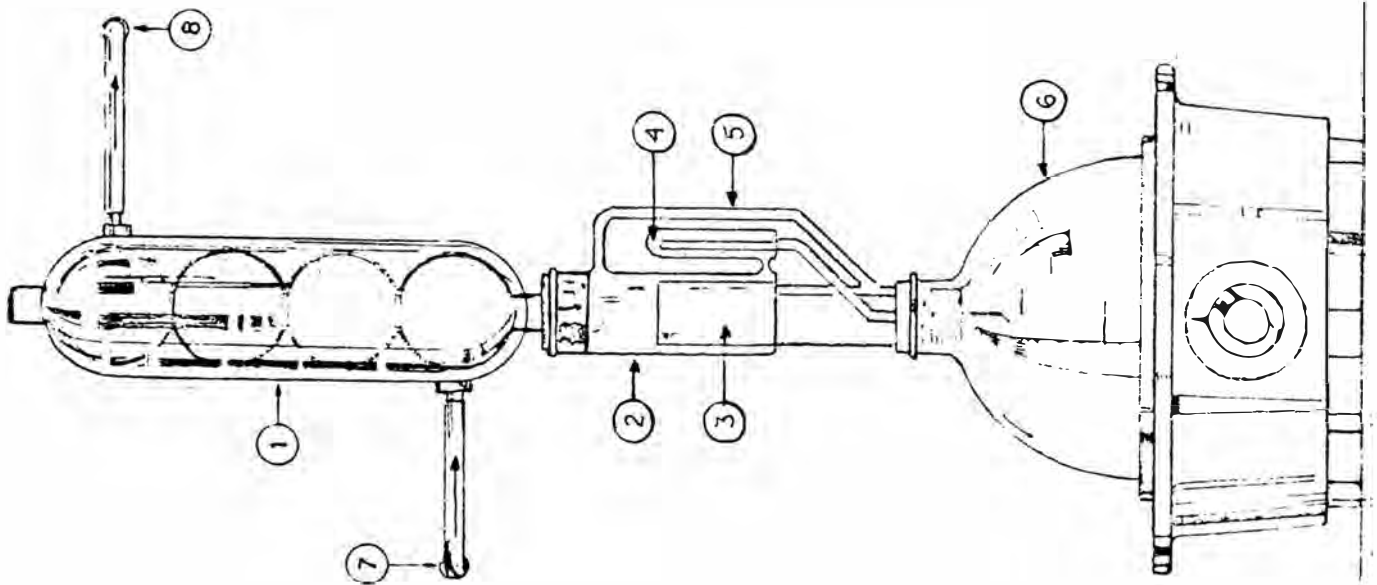
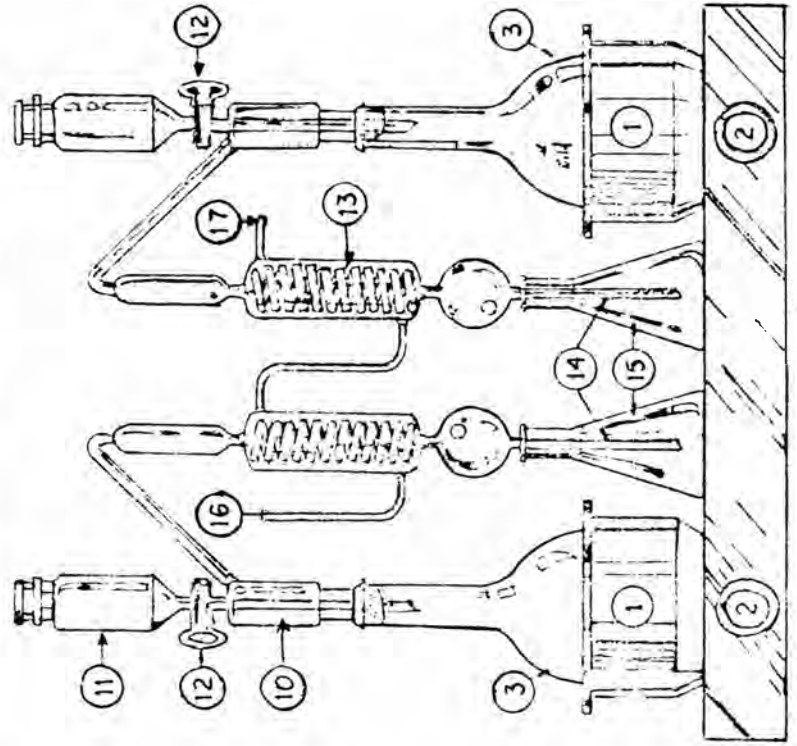
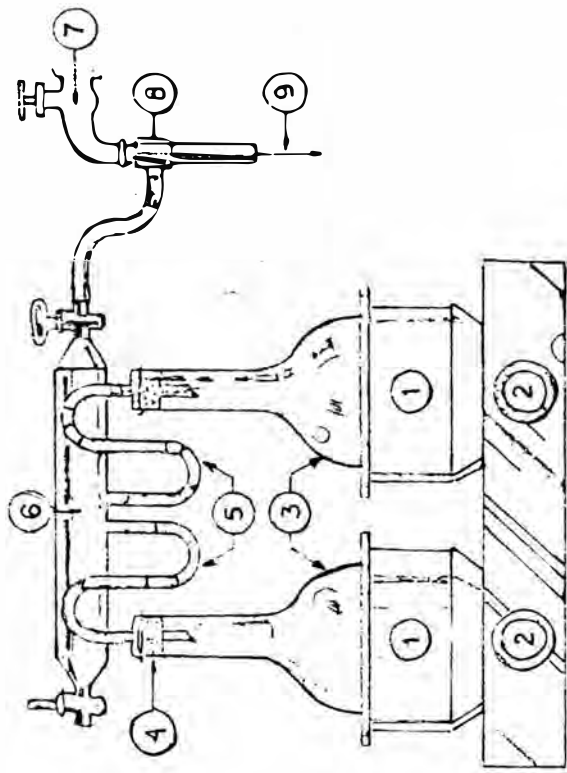
B = peso en gramos de la muestra a analizar.(2 gramos).

DETERMINACION DE CARBOHIDRATOS.

El contenido de carbohidratos se obtuvo por diferencia , es decir sustrayendo de 100 la suma de agua, proteínas, grasas y cenizas.

DETERMINACION DE ACIDO ASCORBICO.

Se basa en el método de Robinson y Stotz con la modificación de Lugg, Snow y Silva. Se basa en la rápida reducción del 2-6 dicloro-fenolindofenol, a su leuco base por el ácido ascórbico en medio ácido , y en la medición del exceso de colorante, extraído por xicol, mediante un fotocolorímetro.(Ref.1).



EQUIPO PARA LA DETERMINACION DE PROTEINAS

EQUIPO PARA LA DETERMINACION DE EXTRACTO ETereo

CRIX