

DISEÑO Y DESARROLLO DE SISTEMA ULTRASÓNICO BASADO EN TRANSDUCTOR ULTRASÓNICO DE POTENCIA CON RADIADOR DE SUPERFICIE EXTENSA PARA PROCESADO DE ALIMENTOS EN GASES DENSOS

PACS: 43.35.Zc

E. Riera¹, A. Cardoni², V.M. Acosta¹, J.A. Gallego-Juárez¹, M. Blasco³, A. Tornero³, E. Casas³,
C. Roselló⁴ y S. Simal⁴

¹ Grupo de Ultrasonidos de Potencia, CSIC, Serrano 144, 28006 Madrid, España

E-mail: enrique.riera@csic.es; vm.acosta@csic.es

² Pusonics S.L., Pico Mulhacén 34, 28500 Arganda del Rey, Madrid, España

E-mail: a.cardoni@pusonics.es

³ Ainia, Benjamín Franklin 5-11, 46980 Paterna, Valencia, España

E-mail: mblasco@ainia.es; atornero@ainia.es; ecasas@ainia.es

⁴ Dpto. de Química, Universidad de Illes Balears, Ctra. Valldemossa km 7.5,
07122 Palma de Mallorca, España

E-mail: dqucrm0@uib.es; susana.simal@uib.es

ABSTRACT

The use of dense gases (DG) as extracting agents, specially, in supercritical extraction (SFE) has attracted widespread interest for years in food industry. In particular, carbon dioxide under supercritical conditions ($T_c = 304,2$ K; $P_c = 72,8$ atm = 7.4 MPa) is considered as a good solvent because is cheap, easily obtained with high purity of the order of 99%, and environmental friendly (non-toxic, recyclable, inert and non-flammable). However, the extraction process has slow kinetics. Therefore, the use of power ultrasound (PU) represents an effective way to improve the mass transfer process as it has been shown in previous papers published by the research groups involved in the development of enhanced SFE applications.

In this paper, pilot plant level tests showing SFE process improvements obtained by PU assistance in 5 litre capacity extraction units are presented along with a scaled up power ultrasonic transducer prototype with extensive radiator to be operated in 20 litre capacity extractors. The developed ultrasonic system prototype will be subsequently tested in almond oil extractions at pressures up to 50 MPa.

RESUMEN

El uso de gases densos (DG) como agentes extractores, especialmente en extracción supercrítica (ESC) ha despertado un amplio interés durante años en la industria agroalimentaria. En particular, el dióxido de carbono en condiciones supercríticas ($T_c = 304,2$ K; $P_c = 72,8$ atm = 7,4 MPa) se considera un buen solvente debido a que es barato, fácil de obtener con pureza del orden del 99% y respetuoso con el medio ambiente (no tóxico, reciclable, inerte y no inflamable). Sin embargo, los procesos de extracción presentan por lo general una cinética de extracción lenta. Por ello, el uso de los ultrasonidos de potencia (UdP) representa una forma eficaz de mejorar el proceso de transferencia de materia como se ha demostrado en trabajos previos publicados por los grupos de investigación involucrados en el desarrollo de esta tecnología ultrasónica.

En este trabajo se presentan las mejoras obtenidas en procesos de ESC asistida por ultrasonidos conductos en un extractor de una planta piloto con capacidad de 5 litros, y el

escalamiento de un sistema ultrasónico de potencia basado en radiador de superficie extensa para procesado de alimentos en gases densos. El prototipo de transductor ultrasónico desarrollado se integrará en el interior de un extractor con capacidad de 20 litros para trabajar en forma eficiente con presiones de hasta 50 Mpa en la extracción de aceite de almendra.

INTRODUCCION

Las industrias agroalimentaria, química y farmacéutica están mostrando un creciente interés en los procesos de extracción con gases densos (DG) asistidos por ultrasonidos de potencia (UdP) al considerarlos como una nueva tecnología para el procesado de alimentos. La extracción supercrítica con CO₂ es una técnica no convencional que puede ofrecer buenos productos. Esta técnica es adecuada para la extracción de aromas y aceites, proporcionando productos de buena calidad. Sin embargo, la extracción con gases densos de aceites a partir de una matriz sólida es lenta, incluso cuando el solvente recircula en el interior del extractor. Por ello, es necesario acelerar y mejorar el proceso de transferencia de masa. El uso de los UdP representa un camino potencialmente eficiente capaz de mejorar los procesos de transferencia de masa al acelerar la cinética del proceso e incrementar la cantidad de producto extraído. Ello es debido a los efectos producidos como agitación, turbulencia, compresiones y descompresiones, presión de radiación, etc. De hecho, esta es probablemente la única forma práctica de producir agitación en los procesos de extracción con DG porque el uso de agitadores mecánicos no es posible.

Jun *et al.* [1] obtuvieron un incremento entorno al 10 % en la cantidad de aceite extraído del germen de trigo con CO₂ supercrítico y ultrasonidos a dos frecuencias ultrasónicas de 26,6 kHz y 35 kHz, 35 °C y 200-250 bar pero sin mencionar la potencia eléctrica aplicada en el proceso. Riera *et al.* [2-4] examinaron el efecto de los UdP a 20 kHz y 50 W (40-60 °C, 200-320 bar, flujos máxicos de DG = 10-15 kg/h) sobre las cinéticas de extracción de aceite de almendra troceada usando CO₂ supercrítico. Sus resultados muestran mejoras superiores a las alcanzadas por Jun *et al.*, entre las curvas de extracción sin y con UdP, llegando a obtener incrementos en la cantidad de producto extraído de hasta el 90% [3]. Los autores propusieron la turbulencia causada por el viento acústico y la vibración del medio como los principales mecanismos involucrados en el proceso. Balachandran *et al.* [5] investigaron el efecto de los ultrasonidos a 20 kHz durante la extracción con CO₂ supercrítico de compuestos del jengibre. Encontraron que la velocidad de extracción y el producto extraído se incrementaban hasta un 30 % a 160 bar y 40 °C con 300 W. Hue *et al.* [6] estudiaron la extracción de aceite y coixenolide a partir de semillas de adlay usando un dispositivo experimental similar al empleado por Riera *et al.* [2]. Al aplicar ultrasonidos obtuvieron un máximo de extracción de producto del 96 % a 20 kHz y 110 W. Luo *et al.* [7] mejoraron la extracción de ginsenosides a partir del ginseng en microemulsiones inversas con CO₂ supercrítico a 20 kHz y 15,2 W/cm² usando ráfagas de seis segundos en lugar de excitación con onda continua. Mas recientemente, Gao *et al.* [8] han aplicado los UdP en la extracción de antioxidantes a partir de la caléndula, incrementando el valor del coeficiente de transferencia de masa en la fase sólida a 25 kHz y 400 W (55 °C, 325 bar, flujo máxico de CO₂ = 10 kg/h) usando ráfagas entre seis y nueve segundos.

Hasta hoy día, el uso de los UdP para mejorar los procesos de extracción con CO₂ supercrítico como gas denso se ha limitado a la realización de pruebas a pequeña escala en el interior de extractores de laboratorio para el tratamiento de pocos gramos de producto. Sin embargo, el interés de los grupos de investigación involucrados en este trabajo es el escalamiento del dispositivo ultrasónico de potencia actualmente instalado en el interior de un extractor de 5 L de la planta piloto PFS20 de Ainia en Paterna (Valencia), para su instalación en una nueva planta piloto de extracción desarrollada por Ainia. Esta nueva planta piloto dispone de dos extractores de 20 L de capacidad y dos separadores siendo capaz de operar a presiones de hasta 50 Mpa con propósito industrial. Esta nueva tecnología, en fase de desarrollo, ha sido diseñada para trabajar con dos transductores por extractor.

El objetivo de este trabajo es doble, en primer lugar estudiar el efecto de los UdP acoplados a la extracción con CO₂ supercrítico de aceite de almendra en el interior de la cesta que contiene el producto (o zona de transferencia de masa – MTZ) situada en el interior del extractor de 5 L de capacidad, y en segundo lugar presentar un nuevo prototipo de transductor ultrasónico de placa radiante con mayor capacidad de potencia (en fase de desarrollo) para el uso de los UdP en procesos de extracción con gases densos dentro de extractores de 20 L de capacidad.

ESTUDIO DEL EFECTO DE LOS ULTRASONIDOS DE POTENCIA EN LOS PROCESOS DE EXTRACCIÓN CON GASES DENSOS EN LA ZONA TRANSFERENCIA DE MATERIA EN EXTRACTOR DE 5 LITROS

Sistema Experimental y Metodología

El estudio experimental se ha llevado a cabo en la planta piloto PFS20 de Ainia en Paterna (Valencia) en uno de los cuatro extractores con cinco litros de capacidad. Como se explica en [9], el proceso de extracción con CO₂ supercrítico asistido con UdP consta de dos partes: el extractor y el sistema ultrasónico. La cámara de extracción presurizada fue diseñada con geometría cilíndrica y construida en acero inoxidable para trabajar con presiones de hasta 36 Mpa, temperaturas de hasta 80 °C y densidades de solventes supercríticos $\leq 784 \text{ kg/m}^3$. En esta investigación se utilizó almendra fresca troceada, variedad Marcona. Las almendras fueron peladas y troceadas con tamaños de partícula comprendidos entre 3-4 mm antes del proceso de extracción. El gas denso utilizado en el extractor fue CO₂ supercrítico. El sistema ultrasónico desarrollado está compuesto por un transductor piezoeléctrico resonante de 20 kHz y 100 W de capacidad de potencia y de un generador ultrasónico de señal [9]. El transductor está instalado en la parte superior del extractor en su tapa (ver figura 1) y se excita con una señal eléctrica sinusoidal continua procedente del generador de señal. El generador consta de una etapa de adaptación de impedancia, un amplificador de potencia y un controlador automático de la frecuencia de resonancia que mantiene constante la potencia ultrasónica transferida durante el proceso de extracción con gases densos (DGE). El sistema se completa con una unidad de adquisición de datos y un ordenador para monitorización y control de los parámetros del transductor y del proceso de extracción, y el análisis de los mismos.

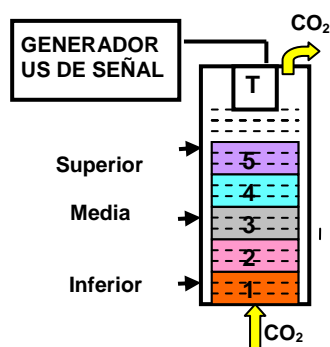


Figura 1. Extractor con cesta dividida en cinco capas. T = Transductor US

TABLA 1. Condiciones experimentales de las pruebas

Código de la prueba	Tiempo (h)	Relación Kg CO ₂ /kg almendra	Ultrasonido (Yes/No)
IAsin1	1	10	NO
IAcon1	1	10	SI
IAsin2	2	20	NO
IAcon2	2	20	SI
IAsin3	3	30	NO
IAcon3	3	30	SI
IAsin4	4	40	NO
IAcon4	4	40	SI
IAsin5	5	50	NO
IAcon5	5	50	SI

La metodología experimental que se ha seguido en las pruebas ha consistido en la realización de una serie de pruebas de extracción de aceite de almendra troceada a una temperatura (T) de 45 °C, una presión (P) de 33 MPa y un flujo másico constante de CO₂ (F) de 15 kg/h. Se colocó una cantidad de producto de 1500 g en el interior de la cesta del extractor. Las pruebas se llevaron a cabo con ultrasonidos (20 kHz, 75 W) y sin ultrasonidos al cabo de diferentes tiempos (desde 1 hora hasta 5 horas). En cada prueba se tomaron muestras a diferentes alturas (capas) del interior de la cesta. Para este propósito, la cesta se dividió en cinco capas

de la misma altura. La capa del fondo del extractor se numeró “1” y denominó “inferior”; la capa intermedia se numeró “3” y denominó “media”, y la capa superior se numeró “5” y denominó “superior” (figura 1).

RESULTADOS Y DISCUSION

La Tabla 1 muestra las condiciones experimentales de los ensayos realizados manteniendo los valores de T, P y F constantes. Como se ha demostrado anteriormente tanto la cinética del proceso de extracción como la cualidad del producto extraído mejoraron debido a la aplicación de los UdP [9, 10]. Se obtuvieron incrementos en la cantidad de producto de hasta el 37% en las pruebas asistidas por ultrasonidos. Los resultados relativos a la concentración de aceite remanente en las muestras después del proceso de extracción sin y con UdP se muestran en las figuras 2a y 2b, respectivamente.

En las pruebas de DGE asistidas por UdP (tests “IAcon”), las diferencias entre las diferentes alturas del lecho realizadas con distintos tiempos de extracción fueron mayores que las diferencias obtenidas sin aplicación de los ultrasonidos (tests “IASin”). Como puede verse en la figura 2, en pruebas con UdP la mayor velocidad de extracción tuvo lugar en la capa inferior dentro de la cesta para los tiempos más cortos (IAcon1), donde el flujo de CO₂ entra en la cámara de extracción. Este hecho confirma la teoría y muestra que el aceite extraído de la parte inferior de la cesta satura gradualmente el solvente (CO₂), y en consecuencia su capacidad de extracción disminuye en la parte superior. A medida que el proceso continúa, la cantidad de aceite extraíble “fácilmente” es menor en la capa inferior por lo que la extracción se hace mayor en las capas media y superior de la cesta. Este punto fue confirmado con los datos experimentales obtenidos en las pruebas para una, dos, tres y cuatro horas de extracción, cuando el contenido de aceite en las almendras estaba mostrando un mayor grado de similitud con el tiempo en las tres capas (inferior, media y superior). Por último, cuando el aceite “alcanzable” se reduce, disminuye la posibilidad de extracción. En ese momento, a pesar de que el contenido de aceite es todavía importante, el proceso de extracción se ralentiza, como se muestra en la figura 2b.

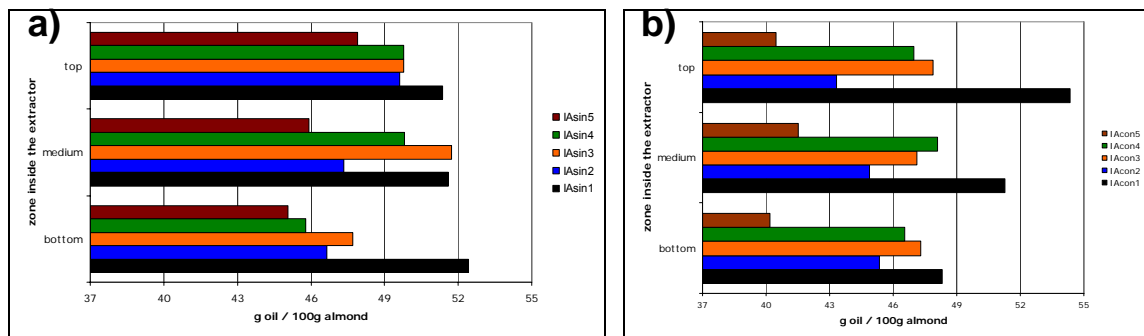


Figura 2. Contenido de aceite remanente en las muestras de almendra muestreadas en las cinco capas de la cesta a lo largo del tiempo: a) pruebas de DGE sin UdP, y b) pruebas de DGE con UdP

Al comienzo de los procesos de extracción llevados a cabo sin la asistencia de los UdP (véase la figura 2a), cuando el CO₂ no estaba saturado de aceite, el gas denso tuvo todavía la capacidad de extraer en la capa superior, por lo que el contenido de aceite de almendras en esta capa fue inicialmente inferior. En las pruebas asistidas por UdP (véase la figura 2a), con el paso del tiempo, la zona de transferencia de masa se desplazó desde la parte inferior a la capa superior, por lo que el aceite remanente en el material fue menor que el observado en los ensayos sin UdP a los correspondientes tiempos de extracción. Teniendo en cuenta los resultados anteriores, aunque el dispositivo UdP fue colocado en la parte superior del extractor (en su tapa), parece que la transmisión de energía ultrasónica fue lo suficientemente buena como para aumentar la transferencia de masa en la capa inferior de la cesta, saturando el flujo de CO₂, reduciendo rápidamente el contenido de aceite de almendras en dicha capa.

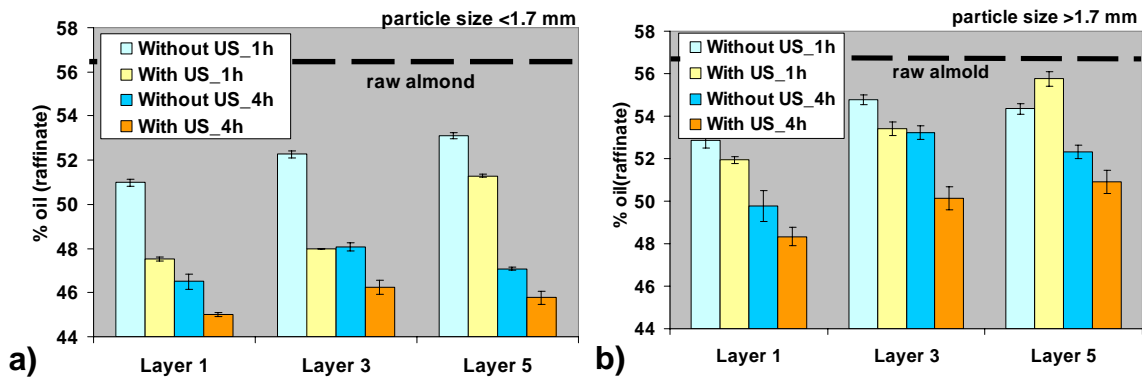
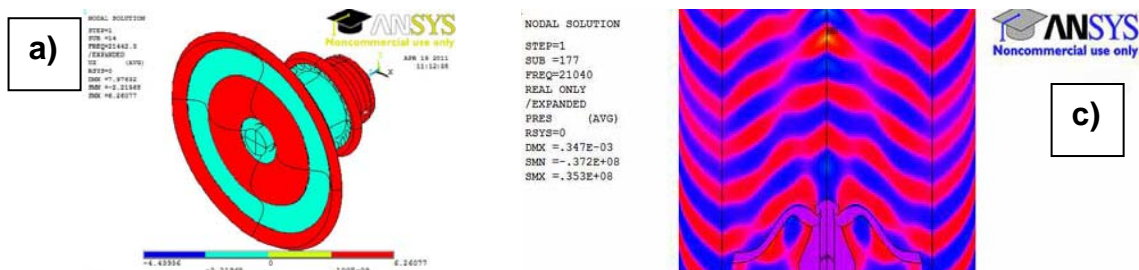


Figura 3. Contenido de aceite residual (%) medido en muestras de almendra fresca (línea de puntos) y almendras después de 1 h y 4 h de extracción con y sin UdP: a) tamaño de partícula < 1.7 mm, y b) tamaño de partícula > 1.7 mm.

La figura 3 muestra en un formato gráfico de barras el porcentaje de aceite contenido medido en muestras de almendras frescas representadas por la línea discontinua horizontal junto con el contenido de aceite remanente sometidas a una y cuatro horas de DGE (con valor medio y desviación típica) con y sin UdP. Estos resultados presentados en la figura 3 fueron llevados a cabo utilizando muestras de almendra con tamaños menor y mayor que 1.7 mm, respectivamente. El material se encontraba situado a diferentes alturas dentro del lecho en la cesta de acuerdo con la configuración de cinco capas elegido para este estudio (véase la figura 1). En las figuras anteriores se muestran solo los resultados de las muestras en las capas 1, 3 y 5. Se apreciaron diferencias significativas entre el contenido de aceite residual (%) de las diferentes muestras, mostrando que la extracción fue mas eficaz cuando el proceso de extracción fue asistido por UdP.

DISEÑO DE PROTOTIPO DE TRANSDUCTOR DE POTENCIA PARA MEJORAR EL PROCESO DE EXTRACCIÓN CON GASES DENSOS EN EXTRACTOR DE 20 LITROS

Aunque el sistema ultrasónico está todavía en desarrollo, un nuevo prototipo de un transductor de ultrasonido con radiador de placa extensa ha sido diseñado, construido y probado en el aire y el agua antes de trabajar dentro del extractor de 20 L con gases densos. La estructura básica de tal transductor que se muestra en la figura 4a consta de un vibrador activado piezoeléctricamente que excita un radiador extenso. La vibración extensional generada por el vibrador excita el centro de un radiador circular acanalado en un modo flexional axisimétrico con tres círculos nodales (3NC). El modo de vibración del transductor fue identificado dispersando partículas de polvo metálico sobre la cara plana de la placa circular mientras el sistema estaba siendo excitado a $f = 21,6$ kHz en aire y en agua (véase la figura 4b).



b)



Figura 4. Prototipo de transductor ultrasónico de potencia de placa circular : a) diseñado por FEM, b) imagen del modo de vibración del transductor desarrollado con 3 CN obtenida mediante polvo metálico, y c) campo acústico generado por el transductor ultrasónico en el interior de la cesta simulado por FEM.

Con objeto de disponer del mayor espacio posible para la inserción de la almendra en la cesta, la longitud del vibrador piezoeléctrico se hizo igual a media longitud de onda longitudinal. En la frecuencia de trabajo, la impedancia del transductor medida en el aire fue del orden de 20Ω . El prototipo fue probado con baja y alta potencia, tanto en el aire como en agua y mostró un buen comportamiento y estabilidad en ambos medios. Sin embargo, estos resultados no están presentados aquí.

Finalmente, se estudió la estructura del campo acústico dentro de una de las dos cestas cilíndricas colocadas en el interior de la cámara de extracción. La figura 4c muestra el patrón 3D del campo ultrasónico de ondas estacionarias previsto generado por el prototipo de transductor. Este patrón ha sido obtenido por simulación numérica mediante elementos finitos (FEM) suponiendo que el medio fluido tiene las propiedades del CO_2 supercrítico con el que se va a trabajar.

Este estudio del campo acústico nos permitirá encontrar la configuración óptima del sistema que maximice la transferencia de energía entre el transductor y la cesta en el interior del extractor en función del volumen de producto (almendra troceada) a tratar, de la respuesta acústica de la cesta, y de la presión, temperatura y caudal del gas denso. Como resultado, se demostrará la mejora de la transferencia de masa en los procesos de DGE asistida por UdP a escala de planta piloto. Se estudiará en profundidad la estabilidad del nuevo sistema ultrasónico como paso previo para la obtención de un prototipo ultrasónico fiable, robusto y de bajo costo.

CONCLUSIONES

Este estudio confirmó que los UdP junto con el gases densos (CO_2 supercrítico) mejoran la extracción de aceite de almendras troceadas, dando lugar a productos de extracción hasta un 37% superior al obtenido sin ultrasonidos. Zona de transferencia de masa (MTZ) en la cesta se mueve desde la parte inferior de la cesta hacia su parte superior con el tiempo en todos los ensayos, aunque su forma y su evolución son diferentes dependiendo de si los HPU se aplican o no. Resultados obtenidos con almendras troceadas con tamaños de partícula menores/mayores de 1,7 mm mostraron diferencias significativas entre el contenido de aceite residual (%) en las diferentes muestras, lo que confirmó que el proceso de extracción es más eficaz cuando es asistido por UdP.

Un nuevo prototipo de transductor de potencia con superficie radiante extensa para mejorar la transferencia de energía entre el transductor y la cesta ha sido diseñado, construido y probado en el aire y el agua. El método de simulación numérica por FEM ha permitido predecir la distribución espacial del campo de presión acústica generado por el transductor en el interior de la cesta situada en el extractor de 20 L. Durante la siguiente fase de este proyecto de investigación el sistema ultrasónico se probará dentro de la unidad de extracción de 20 L con gases densos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Plan Nacional de I+D+i del MICINN la financiación de los proyectos DPI2009-14549-CO4-01, 02 y 03 que han hecho posible la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

1. C. Jun, Y. Kedie, C. Shulai, T. Adschiri, K. Arai, *Proceedings 4th International Symposium on Supercritical Fluids*, 11-14 May, Sendai, Japan, 707-710 (1997)
2. E. Riera, Y. Golas, A. Blanco, J. A. Gallego-Juárez, M. Blasco, A. Mulet, *Ultrasonics Sonochemistry*, **11** (2004) 241-244.
3. E. Riera, A. Blanco, J. García, J. Benedito, A. Mulet, J. A. Gallego, M. Blasco, *Ultrasonics* **50** (2010) 306-309.
4. E. Riera, J. A. Gallego-Juárez, F. Montoya, A. Blanco, A. Mulet, J. J. Benedito, R. Peña, Y. Golás, A. Berna, S. Subirats, M. Blasco, J. García, *European Patent* WO2004012859, EP-1547679 A1 (2004).
5. S. Balachandran, S. E. Kentish, R. Mawson, M. Ashkkumar, *Ultrasonics Sonochemistry*, **13** (2006) 471-479.
6. A. Hu, S. Zhao, H. Liang, T. Qiu, G. Chen, *Ultrasonics Sonochemistry*, **14** (2007) 219-224.
7. D. Lou, T. Qiu, Q. Lu, *Journal of the Food and Agriculture*, **87** (2007) 431-436.
8. Y. Gao, B. Nagy, X. Liu, B. Simándi, Q. Wang, *The Journal of Supercritical Fluids*, **49** (2009) 345-350.
9. E. Riera, A. Blanco, V. M. Acosta, J. A. Gallego, M. Blasco, A. Mulet, *Número Especial Revista Acústica*, **38** (3-4) ULT-09-006 (2007).
10. J. Garcia-Reverter, C. Rodón, J. Benedito, E. Riera, *11th European Meeting on Supercritical Fluids*, Barcelona, Spain (2008).
11. M. Blasco, J. Garcia-Reverter, E. Casas, E. Riera, *Proceedings 20th International Congress on Acoustics*, Sydney, Australia (2010)