

UNIVERSIDAD DE VALLADOLID

ESCUELA DE INGENIERIAS INDUSTRIALES



Universidad de Valladolid



ESCUELA DE INGENIERÍAS
INDUSTRIALES

UNIVERSIDAD DE VALLADOLID

ESCUELA DE INGENIERIAS INDUSTRIALES

Grado en Ingeniería Química

**DIMENSIONADO DE UNA PLANTA PILOTO
PARA LA RECUPERACIÓN DE PROTEÍNAS DE
CÁSCARAS DE CRUSTÁCEOS**

Autor:

Loya Pérez, Helena

Tutor:

Alonso Sánchez, Gloria Esther

Departamento Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente

Valladolid, junio 2023.

RESUMEN

Este trabajo de fin de grado se basa en el dimensionado de una planta piloto para la recuperación de proteínas de las cáscaras de crustáceos.

Para ello, se desarrolla un estudio experimental en el laboratorio Presstech de la Universidad de Valladolid. Trabajando con cáscaras de *Litopenaeus Vannamei* y con la técnica de microondas, se obtienen las siguientes condiciones óptimas de operación que maximizan la extracción de proteínas utilizando únicamente agua como disolvente: velocidad de agitación de 1000 rpm, 225°C, 0 minutos de mantenimiento y relación S/F 40.

Por otro lado, se realiza el dimensionado de una planta piloto realizando una programación de actividades para un cuatrimestre, es decir, 15 semanas. Se emplean 2 extractores/calentadores en paralelo y un tercer extractor en serie, todos de 2 litros de capacidad. De esta manera, se obtiene como productos proteína pulverizada y fibra, residuo sólido rico en minerales y en quitina.

PALABRAS CLAVE

Proteínas, mudas, microondas, extracción y crustáceos

ABSTRACT

This final degree work is based on the dimensioning of a pilot plant for the recovery of proteins from crustacean shells.

For this purpose, an experimental study is developed in the Presstech laboratory of the University of Valladolid. Working with *Litopenaeus Vannamei* shells and using the microwave technique, the following optimum operating conditions are obtained to maximize the extraction of proteins using water as solvent: rotation speed of 1000 rpm, 225°C, 0 minutes of maintenance and ratio S/F=40.

On the other hand, the dimensioning of a pilot plant with task planning for a one four-month period, in other words, 15 weeks, is carried out. Two extractors/heaters are used in parallel and a third extractor in series, all with a capacity of 2 liters. In this way, pulverized protein and fiber, a solid residue rich in minerals and chitin, are obtained as products.

KEYWORDS

Proteins, molts, microwaves, extraction and crustaceans

ÍNDICE

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN Y ESTADO DEL ARTE	9
1.1 CÁSCARAS DE CRUSTÁCEOS	9
1.2 PRODUCTOS DE VALORIZACIÓN DE LAS CÁSCARAS DE LOS CRUSTÁCEOS 11	
<i>1.2.1 QUITINA</i>	11
<i>1.2.2 QUITOSANO</i>	12
1.3 FRACCIONAMIENTO DE LA CÁSCARA DE CRUSTÁCEO	13
1.4 TECNOLOGÍA DE MICROONDAS	14
<i>1.4.1 FUNDAMENTOS DE LA TÉCNICA DE MICROONDAS</i>	14
1.5 TECNOLOGÍA DE MICROONDAS EN LA OBTENCIÓN DE QUITOSANO	16
CAPÍTULO 2. OBJETO Y ALCANCE	17
2.1 OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN	17
2.2 ALCANCE	17
CAPÍTULO 3. ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA RECUPERACIÓN DE LA FRACCIÓN PROTEICA DE LA CÁSCARA DE LANGOSTINO VANNAMEI	19
3.1 MATERIALES Y MÉTODOS	19
<i>3.1.1 EQUIPOS</i>	19
<i>3.1.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA Y PRODUCTOS</i>	24
<i>3.1.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL</i>	26
3.2 RESULTADOS Y DISCUSIÓN	28
<i>3.2.1 EFECTO DE LA VELOCIDAD DE AGITACIÓN:</i>	28
<i>3.2.2 EFECTO DE LA RELACIÓN S/F:</i>	29
<i>3.2.3 EFECTO DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA:</i>	30
<i>3.2.4 EFECTO DEL TIEMPO:</i>	31
<i>3.2.5 EFECTO DE LA TEMPERATURA:</i>	33
CAPÍTULO 4. CÁLCULO Y DIMENSIONADO DE UNA PLANTA PILOTO PARA LA RECUPERACIÓN DE LA FRACCIÓN PROTEICA DE LA CÁSCARA DE LANGOSTINO VANNAMEI	36
4.1 DATOS DE PARTIDA Y BASES DE DISEÑO DEL PROCESO	36
<i>4.1.1 LOCALIZACIÓN</i>	36
<i>4.1.2 CAPACIDAD</i>	36
<i>4.1.3 ESPECIFICACIONES DE MATERIAS PRIMAS Y PRODUCTOS</i>	37
<i>4.1.4 EQUIPOS DISPONIBLES</i>	38
<i>4.1.5 SERVICIOS AUXILIARES DISPONIBLES</i>	40

4.1.6	DIAGRAMA DE BLOQUES.....	41
4.1.8	BALANCES DE MATERIA Y ENERGÍA.....	48
4.2	INGENIERÍA BÁSICA DE ALGUNOS EQUIPOS DE PROCESO.....	51
4.2.1	EXTRACTORES DE LA 1ª Y 2ª ETAPA DE EXTRACCIÓN (B-100, B-200 Y B-101).....	51
4.2.2	CÁLCULOS JUSTIFICATIVOS.....	53
4.2.3	DISEÑO MECÁNICO DE B-101, B102 Y B-103.....	58
4.2.4	PRESIÓN DE PRUEBA HIDROSTÁTICA.....	62
4.2.5	RESISTENCIA DE CALENTAMIENTO DE LOS CALENTADORES DE AGUA (C-100) y (C-200).....	62
4.2.5	AISLANTE DE LOS EXTRACTORES (B-100) y (B-200).....	63
4.3	HOJAS DE ESPECIFICACIONES DE EQUIPOS.....	66
4.4	SELECCIÓN DE TANQUE AGITADO COMERCIAL (B-100, B-101 y C-100)....	68
4.5	NECESIDADES DE LA PLANTA PILOTO.....	70
	CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS.....	74
	CAPÍTULO 6. BIBLIOGRAFÍA.....	75
	CAPÍTULO 7. ANEXOS.....	78
	ANEXO 1. RESULTADOS EXPERIMENTALES.....	79
	ANEXO 2. SELECCIÓN DE MATERIALES.....	83
	ANEXO 3. PROPIEDADES DEL ACERO INOXIDABLE.....	84
	ANEXO 4. CATÁLOGO DE REACTORES COMERCIALES, AUTOCLAVE ENGINEERS.....	87

ÍNDICE FIGURAS

FIGURA 1. Estructura quitina	11
FIGURA 2. Estructura quitosano	12
FIGURA 3. Microondas Anton Paar	20
FIGURA 4. Experimento de verificación del sensor IR	20
FIGURA 5. Experimento de verificación del sensor presión	21
FIGURA 6. Análisis FT-IR equipo Bruker Alpha.....	23
FIGURA 7. Equipo TOC Shimatzu	23
FIGURA 8. Velocidad de agitación frente al rendimiento y el porcentaje de proteína extraída.....	29
FIGURA 9. Ratio S/F frente al rendimiento y el porcentaje de proteína extraída	30
FIGURA 10. Diámetro de partícula frente al rendimiento y el porcentaje de proteína extraída.....	31
FIGURA 11. Tiempo frente al rendimiento y el porcentaje de proteína extraída a 175 °C	32
FIGURA 12. Tiempo frente al rendimiento y el porcentaje de proteína extraída a 225 °C	33
FIGURA 13. Temperatura frente al rendimiento y el porcentaje de proteína extraída en 0 minutos.....	34
FIGURA 14. Temperatura frente al rendimiento y el porcentaje de proteína extraída en 10 minutos.....	35
FIGURA 15. Molino de cuchillas RESTCH SM 100.....	38
FIGURA 16. Spray dryer Niro Mobile Minor.....	39
FIGURA 17. Liofilizador TELSTAR	39
FIGURA 18. Reactor Zipperclave.....	69
FIGURA 19. Turbina de palas inclinadas	69
FIGURA 20. Diagrama de Gantt semana 1.....	71
FIGURA 21. Diagrama de Gantt semana 2.....	71
FIGURA 22. Diagrama de Gantt semana 3.....	72
FIGURA 23. Diagrama de Gantt semana 4.....	72
FIGURA 24. Diagrama de Gantt semana 5.....	73

ÍNDICE TABLAS

TABLA 1. Composición materia prima	10
TABLA 2. Condiciones de los experimentos de cribado con agua.....	27
TABLA 3. Condiciones de los experimentos con cáscaras	27
TABLA 4. Condiciones de los experimentos para estudiar el efecto del tamaño inicial de la partícula	28
TABLA 5. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente agitación	29
TABLA 6. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente ratio S/F.....	30
TABLA 7. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente diámetro de partícula	31
TABLA 8. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente tiempo.....	32
TABLA 9. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente temperatura..	34
TABLA 10. Variables óptimas de la extracción	35
TABLA 11. Propiedades del agua tipo I.....	40
TABLA 12. Propiedades del agua tipo III.....	40
TABLA 13. Tabla de corrientes del diagrama de flujo	43
TABLA 14. Datos obtenidos en los balances de materia	49
TABLA 15. Datos de partida de los extractores	52
TABLA 16. Dimensiones del reactor Berghof BR-25	52
TABLA 17. Valores de la variable N_{pt}	56
TABLA 18. Esfuerzos máximos permisibles según el código BPCV ASME sección VIII div 1	58
TABLA 19. Eficiencia máxima permitida según el código BPCV ASME sección VIII div 1	59
TABLA 20. Mínimos espesores de pared en función del diámetro del recipiente según el código BPCV ASME sección VIII div 1.....	60
TABLA 21. Características Reactor Zipperclave	68
TABLA 22. Fechas de los ciclos del cuatrimestre.....	70
TABLA 23. Selección del material.....	83
TABLA 24. Tablas técnicas del acero inoxidable	84

SÍMBOLOS Y ACRÓNIMOS

BCA	Análisis del ácido bicinconínico
AA	Aminoácidos
TOC	Carbono Orgánico Total
TC	Carbono Total
IC	Carbono Inorgánico
TN	Nitrógeno Total
S/F	Relación sólido-fluido

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN Y ESTADO DEL ARTE

1.1 CÁSCARAS DE CRUSTÁCEOS

El *Litopenaeus Vannamei* más conocido como langostino blanco o langostino del Pacífico, debido a que es originario de las costas orientales del Océano Pacífico, actualmente es una de las especies más empleadas en la acuicultura.

Es un crustáceo gris verdoso con apariencia traslúcida en crudo. Su cuerpo se divide en tres zonas: cefalotórax, abdomen y telson. Encontrándose la mayor parte de los órganos en la zona del cefalotórax. (Bioaquafloc, n.d.).

Debido a que los recursos naturales son limitados se emplean un conjunto de técnicas para la crianza de especies acuáticas, vegetales y animales: la acuicultura (Acuicultura de España, n.d.).

El proceso de producción de los langostinos blancos en acuicultura está formado por tres etapas diferentes: Laboratorio, cultivo e industria.

En el laboratorio se desarrollan las siguientes actividades:

- Selección en función del género, longitud y peso.
- Fecundación de las hembras.
- Desove, las hembras tras la fecundación son transferidas a los tanques de desove donde se produce la puesta de huevos.
- Desarrollo larvario.

Por otro lado, en la etapa de cultivo se produce la siembra, la crianza y la cosecha. Y, en la etapa de la industria se realizan los procesamientos necesarios para su almacenamiento y venta en el mercado (Ministerio de producción, 2010).

Actualmente, la acuicultura está muy desarrollada. En 2020 se llegaron a producir 5.812.180 toneladas de langostino blanco en todo el mundo y se obtuvieron 26.929 millones de euros a partir de estas (Volumen, 2021).

Los crustáceos tienen un exoesqueleto, llamado cutícula, que protege sus partes blandas, aportando soporte, rigidez e impermeabilidad. Este exoesqueleto consiste en una matriz de cuatro capas.

A medida que los crustáceos crecen se desprenden del exoesqueleto por hidrólisis de los componentes cuticulares y sintetizan un nuevo exoesqueleto que se adapte al nuevo tamaño. Este proceso de desechar un exoesqueleto y sintetizar uno nuevo se denominado muda o ecdisis (Rocha et al., 2012).

Los ciclos de muda varían en función de las condiciones ambientales del entorno y de la edad de los crustáceos, aunque no se conoce mucha información al respecto. Por lo general mudan cada cuatro u ocho semanas (Manlleus, 2022).

El ciclo de muda tiene cuatro etapas. La primera se denomina postmuda o metecdisis, la segunda intermuda o anecdisis, la tercera se conoce como premuda o proecdisis y la cuarta, que corresponde al momento en el cual se desprende el exoesqueleto, se denomina ecdisis o muda (Corteel et al., 2012).

En este TFG se va a trabajar con mudas de *Litopenaeus Vannamei* proporcionadas por la empresa Noray Seafood, en concreto de sus instalaciones en Medina del Campo (Valladolid). La caracterización de esta materia prima ha sido realizada por el estudiante predoctoral Mauricio Masaru en el laboratorio del grupo PressTech de la Universidad de Valladolid. La Tabla 1 recoge la composición de la materia prima utilizada en la parte experimental de este TFG.

Tabla 1. Composición de la materia prima

Contenido (%)	Base húmeda		Base seca	
	Av	SD	Av	SD
Humedad	1,72	0,06	-	-
Ceniza	52,8	0,5	53,7	0,5
Proteína (BCA)	10,4	0,4	10,6	0,4
Aminoácido	1,35	0,12	1,37	0,12
Ácidos grasos	3,7	0,9	3,8	0,9
Quitina	17,5	0,7	17,8	0,7
Total	87,5	2,7	87,3	2,7

Análisis Elemental (%)	Base húmeda		Base seca	
	Av	SD	Av	SD
C	22,3	0,3	22,7	0,3
N	3,62	0,07	3,68	0,07
O	28,56	0,11	29,06	0,11
H	3,14	0,09	3,19	0,09
Total	57,6	0,6	58,6	0,6

1.2 PRODUCTOS DE VALORIZACIÓN DE LAS CÁSCARAS DE LOS CRUSTÁCEOS

1.2.1 QUITINA

Es el segundo polisacárido polimérico más abundante (tras la celulosa), compuesto por el monómero N-acetil-D-glucosamina unido mediante enlaces β -1,4-glucosídicos, figura 1 (Lv et al., 2023).

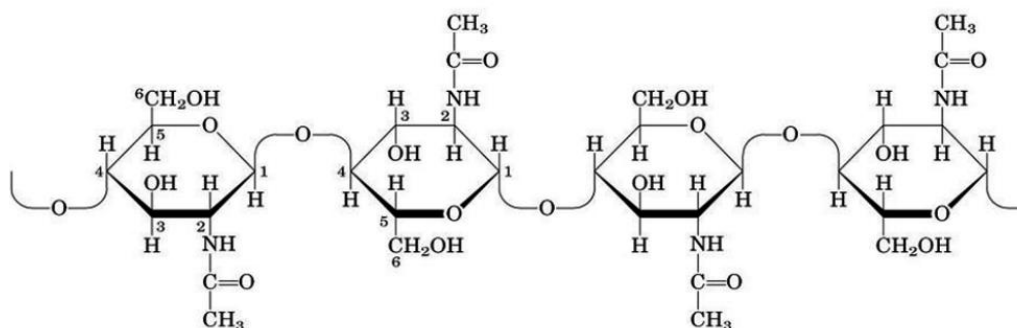


Figura 1. Estructura de la quitina (Mármol et al., 2011)

La quitina se encuentra en las tres capas más internas de los exoesqueletos de los langostinos blancos y se caracteriza por ser insoluble en agua debido a los puentes de hidrógeno que presenta (Lv et al., 2023) En cambio, se disuelve rápidamente en ácidos concentrados, en algunos fluoroalcoholes y soluciones al 5% de cloruro de litio.

Además, tiene otras propiedades relevantes como su baja reactividad, su alto peso molecular (203.19 g/mol) y su estructura porosa, favoreciendo así la absorción de agua (Mármol et al., 2011).

Su estructura cristalina está altamente ordenada, pudiéndose clasificar según la disposición de las cadenas en α -quitina (cadenas antiparalelas), β -quitina (cadenas paralelas) y γ -quitina (dos cadenas hacia arriba y una hacia abajo) (Manlleus, 2022).

Por lo general, se usa para la fabricación de biomateriales aportando propiedades con una mayor resistencia mecánica y química. Estos materiales se han empleado, por ejemplo, como materiales biomédicos degradables (Lv et al., 2023).

Pero también tiene aplicaciones en diversos campos como la salud, la industria alimentaria, la agricultura y el tratamiento de aguas, entre otras (Mármol et al., 2011).

Se emplea en salud porque resulta beneficiosa en la lucha contra el cáncer, la regulación gastrointestinal, la pérdida de peso y la reducción de colesterol y grasa (Lv et al., 2023).

En la industria alimentaria se emplea como aditivo, por ejemplo, como espesantes o gelificantes. En el tratamiento de aguas se emplea como coagulante-floculante. Y, en la agricultura tiene como objetivo controlar las enfermedades y las plagas de los vegetales (Mármol et al., 2011).

1.2.2 QUITOSANO

Es un polisacárido lineal que se obtiene por desacetilación parcial de la quitina en un medio alcalino. Las condiciones de temperatura, presión, concentración y tiempo del proceso determinan el peso molecular y el grado de desacetilación del polímero, importantes características debido a que, si el grado de desacetilación de la quitina está entre 50% y 90% recibe el nombre de quitosano, pero cuando es del 100% recibe el nombre de quitano (Giraldo, 2015).

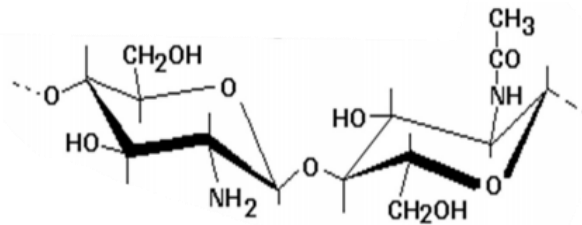


Figura 2. Estructura del quitosano (Mármol et al., 2011).

Es un amino-sacárido compuesto por dos tipos de unidades estructurales, N-acetil-D-glucosamina y D-glucosamina, distribuidas aleatoriamente y enlazadas entre sí por enlaces glicosídicos $\beta(1-4)$, figura 2.

Entre las propiedades más destacables del quitosano se encuentran su efecto antimicrobiano, su bioactividad y su biocompatibilidad, por ser un polímero natural no tóxico y biodegradable (Hernández-Cocoletzi et al., 2009). Además de su actividad bactericida, fungicida y antiviral. Por otro lado, los grupos amino permiten que se solubilice fácilmente en medios ácidos (Giraldo, 2015). Poseyendo mejores propiedades de reactividad y solubilidad que la quitina y pesos moleculares entre 50 y 2000 KDa (Mármol et al., 2011).

El quitosano puede utilizarse en solución, en escamas, en polvo, en hilo de suturas, en bandas sanitarias o en micropartículas. Esta versatilidad junto a sus propiedades funcionales y fisicoquímicas dan lugar a una gran cantidad de aplicaciones (Hernández-Cocoletzi et al., 2009).

Es el derivado de la quitina más conocido, ambientalmente amigable y de fácil aplicación (Mármol et al., 2011) aunque las aplicaciones están limitadas por la variación en su composición química, grado de desacetilación, tamaño de la

cadena polimérica y purificación. Al igual que la quitina, el quitosano tiene aplicaciones en diversas áreas como la alimentación, la medicina, agricultura, cosmética y farmacia (H Hernández et al., 2009).

Más concretamente el quitosano se emplea: en el área de la salud para la liberación de medicamentos, piel artificial, refuerzo de uñas y huesos. En la agricultura se usa en películas para recubrimiento de frutos, hojas..., en la liberación controlada de agroquímicos, en la estimulación del crecimiento, y como inductor de mecanismos de defensa. Y en el tratamiento de aguas se utiliza como floculante-coagulante, como agente filtrante para piscinas y spas. (Giraldo, 2015)

1.3 FRACCIONAMIENTO DE LA CÁSCARA DE CRUSTÁCEO

La obtención de quitosano de la cáscara de crustáceos es un proceso de tres etapas: 1) Desmineralización, 2) desproteización y 3) desacetilación. A continuación, se describen las condiciones más habituales de estos tres procesos.

1) Etapa de Desmineralización:

Consiste en un proceso de hidrólisis ácida para convertir los carbonatos en cloruros y solubilizar los minerales (Mármol et al., 2011). Para ello, el proceso se lleva a cabo con ácido clorhídrico (HCl) 0.6N durante 3 horas a 30°C (H Hernández et al., 2009).

Altas concentraciones de HCl podrían degradar la quitina por ruptura de las uniones 1-4 glicosídicas, debido a que es un ácido fuerte (Cardoso & Cerecedo, 2008).

2) Etapa de desproteización

Se desarrolla una hidrólisis alcalina cuyo objetivo es hacer solubles las proteínas (Mármol et al., 2011). Se emplea hidróxido de sodio (NaOH) al 1% a una temperatura de 28°C durante 24 horas y en agitación constante (H Hernández et al., 2009).

3) Etapa de desacetilación

Este proceso se basa en quitar el grupo acetilo de la quitina por tratamiento con hidróxido de sodio al 50% (NaOH) para obtener quitosano (Mármol et al., 2011). Es necesario llevarlo a cabo a altas temperaturas (100°C) debido a la resistencia que presentan estos grupos por la conformación trans de los sustituyentes (Cardoso & Cerecedo, 2008).

1.4 TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

1.4.1 FUNDAMENTOS DE LA TÉCNICA DE MICROONDAS

Las radiaciones microondas son radiaciones electromagnéticas y se corresponden a la parte inferior del espectro electromagnético, es decir, son radiaciones de baja energía.

Las radiaciones electromagnéticas se propagan a través del espacio transportando energía por la combinación de campos eléctricos y magnéticos.

Estas radiaciones comprenden un intervalo de frecuencia entre 0,3 y 300 GHz (Grupo GIDOLQUIM, n.d.), aunque comúnmente los microondas, tanto domésticos como industriales, emiten a una frecuencia de 2,45GHz. Esta frecuencia indica que la polaridad en un campo de microondas cambia rápidamente, aproximadamente 2,45 billones de veces por segundo, y que tiene una longitud de onda de 12,24 cm. La energía asociada a dicha radiación es de 0,0016 eV, energía mucho menor que la que posee un enlace de hidrógeno (0,21 eV). Por ello, las microondas se consideran como radiación no ionizante. Únicamente producen un aumento de la energía cinética (Paloma & Efrén, 2011).

La energía asociada a la radiación de microondas es insuficiente para inducir reacciones químicas, pero puede producir el calentamiento del medio o de los reactivos para así facilitar la reacción (Grupo GIDOLQUIM, n.d.).

Por tanto, la técnica microondas se emplea para el calentamiento eficiente del medio, pero las reacciones químicas dependen de la capacidad del material de absorber la energía y convertirla en calor, esta capacidad viene determinada por el ángulo de pérdida ($\tan\delta$) que depende de la constante dieléctrica, ecuación [1] (Prado & Morán, 2011). Para tener una absorción eficiente es necesario un medio de reacción con un valor del ángulo de pérdida elevado (Grupo GIDOLQUIM, n.d.).

$$\tan\delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad [\text{Ec. 1}]$$

Este factor da información sobre la capacidad del material de convertir la energía electromagnética en calor. Se relaciona con la permitividad (ϵ') que indica el grado de penetración de las microondas en el material, y el factor de pérdida (ϵ'') que indica la habilidad de un material para almacenar energía. El valor de $\tan\delta$ en medios acuosos y en la mayoría de los medios de reacción orgánicos disminuye cuando se incrementa la temperatura, es decir, el acoplamiento con la energía de microondas es peor a altas temperaturas (Prado & Morán, 2011).

El calentamiento se debe al componente eléctrico de la radiación electromagnética y se produce mediante dos mecanismos diferentes: rotación dipolar y conducción iónica.

La rotación dipolar es la interacción de las moléculas polares al intentar alinearse con la misma rapidez con la que el medio eléctrico cambia, debido a que la capacidad de acoplamiento está relacionada con la polaridad de las moléculas (Paloma & Efrén, 2011). Este movimiento de reorientación produce una transferencia de energía por fricción molecular.

En cambio, la conducción iónica tiene lugar cuando, en presencia del campo eléctrico, los iones o especies iónicas libres en la disolución intentan orientarse, causando así un rápido calentamiento (Grupo GIDOLQUIM, n.d.).

Este proceso de calentamiento presenta una gran ventaja frente al proceso convencional. Ya que la radiación incide directamente en las moléculas del medio produciendo así un calentamiento interno que provoca un rápido aumento de la temperatura que se propaga de dentro hacia fuera. Por el contrario, en el proceso convencional el calor pasa de fuera hacia dentro.

Se debe tener en cuenta que el proceso es independiente de la conductividad térmica del recipiente y que la temperatura del medio afecta a la conductividad iónica por lo que si la temperatura de este aumenta la transferencia de energía será más eficiente (Grupo GIDOLQUIM, n.d.).

Por tanto, esta técnica se considera una eficaz alternativa a los métodos convencionales y, además, ecológica. Destaca que el mecanismo sea de transferencia de energía en vez de transferencia de calor por sus ventajas económicas y ecológicas. Además, es un calentamiento selectivo que alcanza temperaturas más elevadas en tiempos menores. Por otro lado, el calentamiento afecta directamente a las moléculas asegurando una mayor eficiencia y la síntesis de los productos más puros (Grupo GIDOLQUIM, n.d.).

Las microondas se han convertido en una técnica comúnmente empleada para la aceleración de la síntesis de compuestos, como alternativa al calentamiento térmico convencional. Proporciona mayores velocidades de reacción, tiempos de reacción más cortos, mayores rendimientos, ahorro de energía y reducción de reacciones secundarias.

También resulta ser muy eficaz para la despolimerización de celulosa y otros biopolímeros y para generar quitosano de bajo peso molecular despolimerizando quitosano de alto peso molecular (Grupo GIDOLQUIM, n.d.).

1.5 TECNOLOGÍA DE MICROONDAS EN LA OBTENCIÓN DE QUITOSANO

El calentamiento convencional para la obtención del quitosano requiere varias horas o incluso días y mucha energía. En cambio, el calentamiento mediante irradiación de microondas se produce en minutos y con mucha menos energía.

La tecnología con microondas se ha utilizado para la obtención de quitina y quitosano de bajo peso molecular, combinando las microondas con NaOH en las etapas de desproteínización y desacetilación y HCl en la etapa de desmineralización (EL Knidri et al., 2019).

Han utilizado potencias de microondas entre 90W y 650W, obteniendo una eliminación de carbonato cálcico del 98% a 650W y 10 minutos de tiempo de reacción con HCl 2.5 M. La eliminación de proteínas es del 96% cuando trabajan con una potencia de microondas entre 500 y 650W y 6 minutos de tiempo de extracción utilizando 5% de NaOH. La transformación de quitina a quitosano con bajo grado de acetilación (<40%) requiere de tratamientos alcalinos con NaOH al 50% y potencias de microondas entre 500 y 650W (EL Knidri et al., 2019).

Estos resultados muestran que con la utilización de microondas se logra una importante reducción del tiempo en las etapas de desmineralización y desproteínización, y suponen una importante reducción de la concentración de NaOH en la etapa de desacetilación, respecto a los métodos convencionales. Sin embargo, siguen utilizando ácidos y bases fuertes y concentrados, con los consiguientes problemas de corrosión de equipos, seguridad, y medioambientales.

Por este motivo, en este TFG se estudia el empleo de la tecnología de microondas para la etapa de desproteínización utilizando como disolvente únicamente agua caliente presurizada.

CAPÍTULO 2. OBJETO Y ALCANCE

2.1 OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN

Este trabajo fin de grado tiene dos objetivos globales:

1. Evaluar experimentalmente el uso del agua caliente presurizada en la etapa de desproteínización de cáscaras de muda de *Litopenaeus Vannamei* utilizando calentamiento con microondas.
2. Realizar un dimensionado básico de una planta piloto de laboratorio para la desproteínización de este tipo de biomásas con agua caliente presurizada.

Estos dos objetivos se concretan en los siguientes objetivos específicos.

- 1.1. Estudiar el efecto de las variables de operación (temperatura, tiempo, velocidad de agitación, relación sólido/agua y tamaño de partícula) en la extracción asistida con microondas de proteínas de mudas de *Litopenaeus Vannamei*.
- 1.2. Conocer y aplicar técnicas de caracterización y análisis de biomasa (proteínas, aminoácidos, TOC, FTIR, tamaño de partícula, ...).
- 1.3. Realizar experimentos a escala de laboratorio con una técnica de intensificación de procesos como es la extracción asistida con microondas.
- 1.4. Definir a partir del estudio experimental las condiciones de operación y de diseño para una planta piloto de laboratorio con extractores de 2L.
- 2.1. Proponer un diagrama de flujo de una planta piloto de laboratorio para la desproteínización de cáscaras de crustáceos.
- 2.2. Realizar algunos cálculos básicos de balances de materia y energía de la planta piloto.
- 2.3. Realizar el dimensionado de los extractores a presión utilizando procedimientos de cambio de escala y el código ASME BPVC sección VIII, Div. 1 para el diseño mecánico.

2.2 ALCANCE

El alcance del presente Trabajo Fin de Grado abarca el dimensionado básico de una planta piloto con 2 extractores de 2L para la desproteínización de cáscaras de crustáceos con agua caliente presurizada. Para definir las condiciones de diseño de la instalación se aborda también en este TFG un estudio experimental de las variables de operación (temperatura, tiempo, velocidad de agitación temperatura, tiempo, velocidad de agitación, relación sólido/agua y tamaño de partícula) en la extracción asistida con microondas de proteínas de mudas de *Litopenaeus Vannamei*.

Queda fuera del alcance de este TFG el diseño y dimensionado de etapas de concentración y secado de proteínas, así como la molienda o el secado de la biomasa inicial, que se realizarán con equipos disponibles dentro del laboratorio del Grupo PressTech donde se ubicará la planta piloto.

CAPÍTULO 3. ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA RECUPERACIÓN DE LA FRACCIÓN PROTEICA DE LA CÁSCARA DE LANGOSTINO VANNAMEI

3.1 MATERIALES Y MÉTODOS

3.1.1 EQUIPOS.

-Microondas Anton Paar

Los microondas son reactores diseñados para controlar la radiación, los microondas domésticos no pueden trabajar con una frecuencia homogénea durante tiempos prolongados por lo que no se pueden emplear para llevar a cabo reacciones.

Los microondas pueden ser monomodales o multimodales. Los monomodales se caracterizan porque la radiación incide directamente sobre un punto concreto del recipiente, provocando una onda permanente. En cambio, en los multimodales la radiación entra en la cavidad y se refleja en las paredes incidiendo así en los diferentes recipientes (Grupo GIDOLQUIM, n.d.). Los microondas de laboratorio pueden ser abiertos (a la atmósfera) o cerrados (puede trabajar con cierta presión).

Es necesario que estos reactores tengan sensores de temperatura y de presión para conocer las condiciones internas en cualquier momento e incluso que avisen o paren la radiación al sobrepasar los valores límite marcados, como sistema de seguridad (Grupo GIDOLQUIM, n.d.).

En este TFG se trabaja con un reactor de microondas monowave de Anton Paar cerrado, modelo Monowave 300 (figura 3), un sistema de alto rendimiento diseñado para la síntesis por microondas a pequeña y mediana escala. Alcanza temperaturas de hasta 300°C y presiones de hasta 30 bar con volúmenes de hasta 30 mL. Además, se caracteriza por medir la temperatura simultáneamente por medio de un sensor IR y por un termómetro de rubí de fibra óptica, garantizando así una elevada precisión (Reactor de Microondas: Monowave :: Anton-Paar.Com, n.d.).

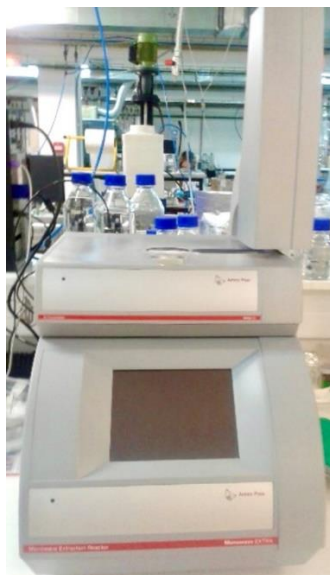


Figura 3. Microondas Anton Paar (Laboratorios y Equipamiento - PressTech, n.d.)

Para la puesta en marcha del equipo se lleva a cabo su calibración. Realizando, en primer lugar, un experimento para la verificación del sensor IR. Este experimento se realiza a 850W y 600 rpm y está formado por siete etapas:

- 1.- Calentar hasta 100 °C en el modo “as fast as posible”
- 2.- Mantener las condiciones durante 2 minutos
- 3.- Calentar hasta 200 °C en el modo “as fast as posible”
- 4.- Mantener las condiciones durante 2 minutos
- 5.- Calentar hasta 300 °C en el modo “as fast as posible”
- 6.- Mantener las condiciones durante 2 minutos
- 7.- Enfriar hasta 55 °C

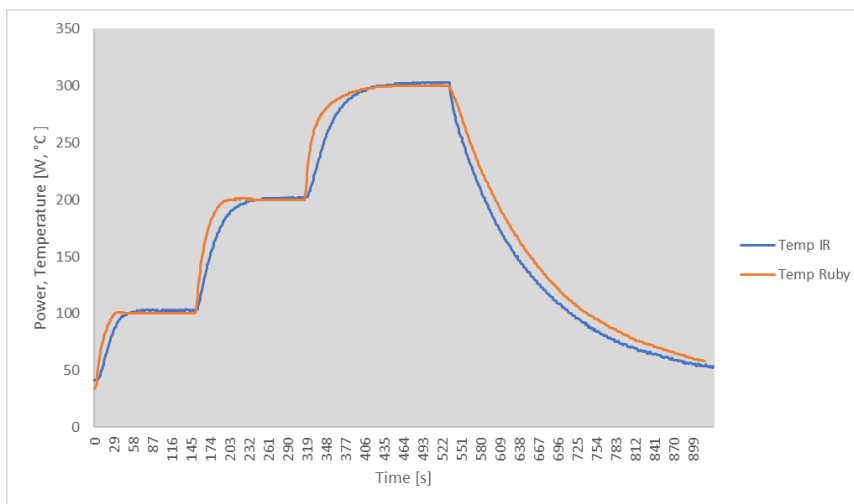


Figura 4. Experimento de verificación del sensor IR

Y, a continuación, se calibra el equipo para que la diferencia entre el sensor IR y el termómetro de Rubí sea nula. En la figura 4. Se recoge el resultado del experimento de verificación del sensor IR.

Seguidamente, se realiza un nuevo experimento para verificar el sensor de presión. El experimento, de nuevo, se realiza a 850W y 600rpm y tiene siete etapas:

- 1.- Calentar hasta 180 °C en el modo “as fast as posible”
- 2.- Mantener las condiciones durante 2 minutos
- 3.- Calentar hasta 212 °C en el modo “as fast as posible”
- 4.- Mantener las condiciones durante 2 minutos
- 5.- Calentar hasta 230 °C en el modo “as fast as posible”
- 6.- Mantener las condiciones durante 2 minutos
- 7.- Enfriar hasta 55 °C

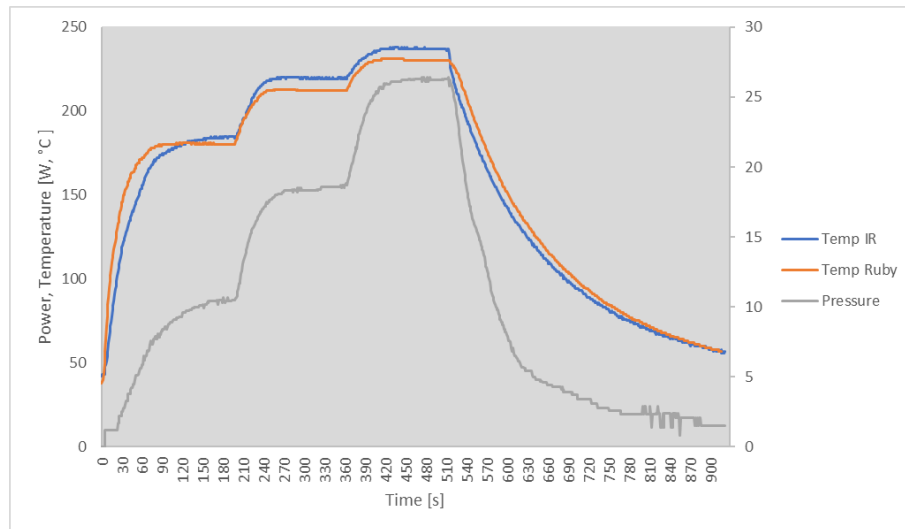


Figura 5. Experimento de verificación del sensor de presión

Los resultados del experimento de verificación del sensor de presión se muestran en la figura 5. Como la presión durante los períodos de retención es de 10, 20 y 28 ± 1,5 bar el sensor de presión funciona conforme a las especificaciones y no es necesario ajustarlo, tal y como indica el manual del equipo.

-Filtro a vacío

La filtración a vacío es una técnica empleada para la separación de mezclas sólido-líquido.

Se emplea un embudo Büchner, sobre el que se coloca un filtro, y un matraz Kitasato (matraz con un vástago lateral para permitir conexiones) conectado mediante un tubo flexible a una bomba de vacío, empleada para extraer moléculas de gas de un volumen formando un vacío parcial.

La mezcla se vierte en el embudo, el líquido se recoge en el Kitasato mientras que el sólido se queda en el filtro.

La bomba a vacío empleada en el laboratorio es el modelo Welch IImvac™, Membranpumpe chemiefest MPC 101 Z.

-Balanza analítica

Instrumento de pesaje que emplea la acción de la gravedad para determinar la masa, está formada por una base, dónde se coloca el plato, y cuatro paredes y un techo que sirven de recubrimiento para que la medida sea más exacta.

La balanza empleada es el modelo Adventurer Pro AV264C y tiene una precisión de 0,1 miligramos.

-Estufa de laboratorio

Equipo diseñado para alcanzar altas temperaturas y de forma uniforme en todo el equipo. En este TFG se emplea la estufa universal Memmert EXCELLENT de 108L para el secado de la fase sólida extraída.

-pHmetro

Instrumento que mide la actividad del ion hidrógeno en soluciones acuosas y muestra el pH de la muestra.

Se ha empleado el pHmetro 5021 CRISOLYTP, modelo 3505. Para su utilización, primero es necesario calibrar el instrumento introduciendo el electrodo en una disolución tampón y seguidamente se introduce en la muestra hasta alcanzar una lectura constante.

-Analizador de tamaños de partículas

Dispositivo que a través de la dispersión de luz dinámica calcula el tamaño de las partículas. Concretamente se ha empleado el dispositivo Mastersizer 2000, Malvern Panalytical.

-Equipo de Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier

Se emplea para el desarrollo del análisis FTIR. El equipo está formado por un sensor y un pistón con punta de diamante, sobre el sensor se coloca la muestra y el pistón, una vez en contacto con la muestra, libera la radiación. Todo el análisis se controla con un ordenador. Para el adecuado análisis de las muestras es preciso limpiar el sensor y el pistón antes y después de colocar las muestras. Además, hay que tener especial cuidado al limpiar el pistón para no rallar la punta de diamante.

El espectrómetro FT-IR utilizado en el laboratorio es el modelo Alpha de la marca Bruker (Figura 6).



Figura 6. Análisis FT-IR equipo Bruker Alpha (Laboratorios y Equipamiento - PressTech, n.d.)

- Espectrofotómetro UV-Vis

Lector de absorbancia, equipo cuya finalidad es detectar y cuantificar los fotones de luz absorbidos y/o transmitidos por la muestra líquida cuando se expone a la luz de una longitud de onda específica. Se emplea el espectrofotómetro Shimadzu UV-2450.

-Analizador TOC/TN

Equipo para identificar y cuantificar la materia orgánica e inorgánica de las muestras. Los dispositivos empleados en el laboratorio son Total Organic Carbon Analyzer (TOC-V_{CSH}) y Total Nitrogen Measuring Unit (TNM-1) de Shimadzu (Figura 7).



Figura 7. Equipo TOC Shimadzu (Laboratorios y Equipamiento - PressTech, n.d.)

3.1.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA Y PRODUCTOS

En este TFG se va a trabajar con mudas de *Litopenaeus Vannamei* proporcionadas por la empresa Noray Seafood, en concreto de sus instalaciones en Medina del Campo (Valladolid). La caracterización de esta materia prima ha sido realizada por el estudiante predoctoral Mauricio Masaru en el laboratorio del grupo PressTech de la Universidad de Valladolid. La Tabla 1 (Apartado 1.1 Cáscaras de crustáceos) recoge la composición de la materia prima utilizada en la parte experimental de este TFG.

3.1.2.1 Cuantificación de proteínas método BCA y método AA

Análisis del ácido bicinconínico (BCA), ensayo en el cual la absorbancia de la muestra será proporcional a la concentración de proteínas.

En este ensayo se trabaja con Pierce™ BCA Protein Assay Kit (NaOH, H₂SO₄ y éter de petróleo).

En primer lugar, se prepara el reactivo de trabajo mezclando los reactivos A y B en una proporción de 50:1, respectivamente. En tubos de vidrio se colocan 0.1 mL de muestra o agua destilada, en el caso del blanco, y se agregan 2 mL de la mezcla de reactivos preparada previamente. Tras la preparación, las muestras preparadas se agitan y se incuban a 37 °C durante treinta minutos. Pasados estos minutos de calentamiento las muestras se enfrían a temperatura ambiente.

Por último, se colocan las muestras en el espectrofotómetro que emite la luz a una longitud de onda de 562 nm.

Por medio de este análisis se obtienen los miligramos de proteína extraída por cada gramo de muestra.

El análisis de ninhidrina se realiza para identificar los aminoácidos (AA) libres de las muestras.

La preparación de las muestras es similar que en el análisis BCA. En este caso, se coloca 1 mL de muestra o agua destilada en el caso del blanco y se agregan 0.5 mL del reactivo ninhidrina y se agita suavemente. Posteriormente los tubos se incuban a temperatura de agua hirviendo durante diez minutos y se enfrían a temperatura ambiente. Por último, se agregan 2.5 mL de etanol a 95% a las muestras y se mide su absorbancia en el espectrofotómetro.

El análisis de ninhidrina tiene como objetivo obtener los miligramos de aminoácidos libres por cada gramo de muestra.

3.1.2.2 Sólidos disueltos y sólidos totales

Los sólidos se obtienen mediante secado en la estufa y mediante gravimetría, método analítico que determina la cantidad de sustancia midiendo el peso de esta con la balanza analítica.

Los sólidos totales son los sólidos empleados en el experimento, es decir, la masa sólida inicial. En cambio, los sólidos disueltos son la diferencia entre los sólidos totales y los sólidos obtenidos en la filtración de la muestra tras ser sometida a la acción del microondas.

3.1.2.3 Materia orgánica e inorgánica en el extracto.

El análisis del Carbono Orgánico Total (TOC) consiste en analizar el carbono presente en la muestra líquida. El equipo determina el carbono Inorgánico (IC) y el carbono total (TC) y por diferencia calcula el carbono orgánico total (TOC).

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{IC}$$

De forma análoga, el equipo determina la cantidad de Nitrógeno Total (TN) presente en la muestra.

La preparación de las muestras se realiza igual para ambos análisis. Consiste en filtrar con un filtro de jeringa de 22 micras, 1 gramo de la muestra a analizar y completar hasta los veinte gramos con agua MILIQ.

Las muestras del análisis TOC se colocan en el equipo para su análisis, obteniendo los miligramos de carbono por cada litro de muestra. Por otra parte, a partir del análisis TN se obtienen los miligramos de nitrógeno por cada litro de muestra.

3.1.2.4 Identificación de quitina a partir de la técnica de FTIR

FTIR es una técnica de análisis espectroscópico que analiza los sólidos obtenidos mediante radiación infrarroja. Concretamente, emplea la zona denominada “infrarrojo medio” del espectro electromagnético por eso recibe el nombre de Infrarrojo Transformado de Fourier, técnica matemática que convierte datos numéricos en resultados útiles.

El haz de luz incide sobre la muestra, parte de la energía es absorbida por la muestra y la energía restante atraviesa llegando a un detector que envía los datos al ordenador.

El ordenador genera un espectro utilizando la técnica Transformada de Fourier y este espectro representa la denominada “huella” molecular de la muestra (Richard Mills, 2018).

Para realizar este análisis simplemente se coloca una pequeña cantidad de la muestra de sólidos sobre el detector con ayuda de una espátula, se coloca el pistón y se acciona la radiación desde el ordenador para obtener

3.1.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En primer lugar, se realiza el pretratamiento de las mudas de *Litopenaeus Vannamei*. Este pretratamiento consiste en una primera fase de limpieza para eliminar cualquier impureza, lavado de las mudas con agua del grifo, aunque las mudas proporcionadas por Noray ya han sido sometidas a un proceso de limpieza. A continuación, se someten a un proceso de secado en la estufa a 105 °C hasta obtener masa constante. Por último, se lleva a cabo un proceso de molienda en seco en el molino de cuchillas (Retsch® SM 100). En un primer lugar se emplea una malla de 2 mm durante 10 minutos para obtener uniformidad en la muestra y seguidamente se usan dos mallas de 500 µm durante 10 y 20 minutos para reducir el tamaño de las partículas. Obteniendo como resultado partículas de un tamaño medio de 400 µm de mudas de *Litopenaeus Vannamei*, que se almacenan en bolsas de plástico a T = 4 °C.

El procedimiento de los diferentes experimentos es el mismo.

Primero, se prepara la muestra, para ello, se pesa el sólido seco en la balanza analítica, se coloca en el vial de vidrio (30 mL) y se pipetea 20 mililitros de agua, correspondientes a la fase líquida. Seguidamente, se mide el pH de la muestra inicial y se coloca en el vial un imán agitador y su correspondiente tapa. El siguiente paso consiste en introducir el vial en el microondas Anton Paar y preparar el dispositivo para su puesta en marcha, colocando el termómetro de Rubí y programando el equipo con las condiciones del experimento. Una vez finalizado el experimento en el microondas, se retira el termómetro de Rubí y se extrae el vial con la muestra.

A continuación, la muestra se filtra a vacío obteniendo en el Kitasato la fase líquida que se deposita en el tubo de muestra. Se filtra de nuevo a vacío para obtener la fase sólida en el filtro del Büchner, en este caso se emplea agua para arrastrar toda la fase sólida del vial.

Por último, por un lado, se mide el pH de la fase líquida y, por otro lado, la fase sólida se deposita en la estufa a 60 °C y una vez secos los sólidos se pesan.

Los diferentes experimentos se realizan siempre por duplicado y fijando como temperatura de enfriamiento 70 °C.

Para comenzar se realizan tres experimentos de cribado únicamente empleando agua para estudiar el comportamiento del microondas. Las condiciones son las recogidas en la tabla 2:

Tabla 2. Condiciones de los experimentos de cribado con agua

Número experimento	T (°C)	P (W)	t _{hold-up} (min)	R (rpm)	Cooling
01	225	850	10	600	On
02	175	850	10	600	On
03	225	200	0	600	On

En la siguiente tanda de experimentos ya se emplean mudas para estudiar las variables de temperatura (T), velocidad de agitación (R), tiempo de mantenimiento (t_{hold-up}) y relación líquido-sólido (S/L). Para ello, se realizan 8 experimentos con condiciones diferentes (Tabla 3).

Tabla 3. Condiciones de los experimentos con cáscara (tamaño inicial 400 µm, Potencia microondas = 850W)

Número experimento	T (°C)	t _{hold-up} (min)	R (rpm)	Masa sólido inicial (g)
1	225	10	600	1
2	225	0	1000	1
3	225	10	1000	1
4	175	0	1000	1
5	175	10	1000	1
6	175	20	1000	1
7	225	0	1000	2
8	175	0	1000	2
9	175	0	1000	0.5

El objetivo de los siguientes experimentos fue estudiar la variable del tamaño de partícula. Todos los experimentos mencionados anteriormente se realizan con partículas de 400 µm y se busca realizar los siguientes experimentos con partículas de menor tamaño.

Para reducir el tamaño de las partículas, estas se pasan por el molino de cuchillas dos veces y otras dos veces más por el tamiz de 200 µm.

El tamaño apenas consigue disminuir ya que se forman hilos para atravesar el tamiz, al introducir los sólidos en el analizador del tamaño de partículas se

corroborar esta información. Por ello, se introducen de nuevo los sólidos en el molino de bolas y operando en seco se consigue obtener partículas de 125 µm. En la tabla 4, se recogen las condiciones de los experimentos realizados con un tamaño de sólido de 125 µm para estudiar el tamaño de partícula.

Tabla 4. Condiciones de los experimentos para estudiar efecto del tamaño inicial de partícula (tamaño inicial 125 µm, Potencia microondas = 850W)

Número experimento	T (°C)	t _{hold-up} (min)	R (rpm)	Masa sólido inicial (g)
10	175	0	1000	1
11	175	10	1000	1

Todas las muestras son sometidas a diferentes análisis para estudiar las variaciones en su composición. Concretamente los análisis realizados son FTIR, BCA, ninhidrina y TOC/TN.

3.2 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las variables de interés que se han estudiado con la realización de los diferentes experimentos son la agitación, la relación sólido-líquido, el tamaño de las partículas, el tiempo y la temperatura.

El estudio de estas variables se realiza mediante el cálculo del rendimiento de extracción y del porcentaje de proteína extraída, definidos en las ecuaciones [2] y [3] respectivamente.

$$Yield = \frac{masa_{muestra} - masa_{extraida}}{masa_{muestra}} \cdot 100 \quad [Ec. 2]$$

$$\%_{proteina\ extraida} = \frac{masa_{proteina\ extraida}}{masa_{muestra}} \cdot 100 \quad [Ec. 3]$$

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para cada variable estudiada.

3.2.1 EFECTO DE LA VELOCIDAD DE AGITACIÓN:

El efecto de la velocidad de agitación se ha analizado en los experimentos 1 y 3, operando a 600 rpm y 1000rpm y los resultados se muestran en la tabla 5 y en la figura 8.

Tabla 5. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente agitación

Número experimento	T (°C)	P (W)	$t_{\text{hold-up}}$ (min)	R (rpm)	S/F (mL/g)	Yield		Protein (BCA)	
						Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)
1	225	850	10	600	20	31,28	4,29	6,10	0,30
3	225	850	10	1000	20	28,20	0,70	6,20	0,20

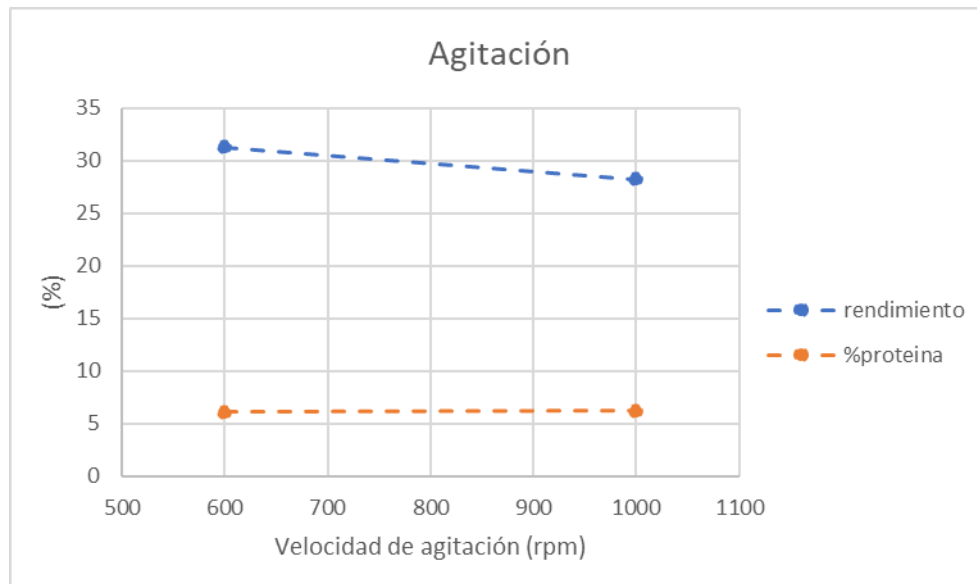


Figura 8. Velocidad de agitación frente al rendimiento y al porcentaje de proteína extraída.

Como puede observarse en la Figura 8, al aumentar la agitación el porcentaje de proteína extraída aumenta muy ligeramente, pudiéndose considerar una variación casi nula ya que a 600 rpm se extrae un 6,10% de proteína y a 1000 rpm un 6,20% de proteína. En cambio, el rendimiento de extracción es mayor a menor velocidad de agitación. En este caso la variación sí que es considerable, a 600 rpm se obtiene un rendimiento del 31,28% y a 1000rpm un 28,20%. Lo que mostraría que para obtener extractos más concentrados en proteínas y facilitar su purificación posterior sería adecuado trabajar a la velocidad de 1000 rpm.

3.2.2 EFECTO DE LA RELACIÓN S/F:

El efecto de la relación S/F se ha analizado con los experimentos 4, 8 y 9 trabajando con relaciones Agua/sólido de 20, 10 y 40 mL/g y los resultados se muestran en la tabla 6 y en la figura 9.

Tabla 6. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente ratio S/F

Número experimento	T (°C)	P (W)	t _{hold-up} (min)	R (rpm)	S/F (mL/g)	Yield		Protein (BCA)	
						Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)
4	175	850	0	1000	20	16,80	0,40	3,50	0,20
8	175	850	0	1000	10	16,37	0,49	2,80	0,20
9	175	850	0	1000	40	18,60	0,04	4,20	0,35

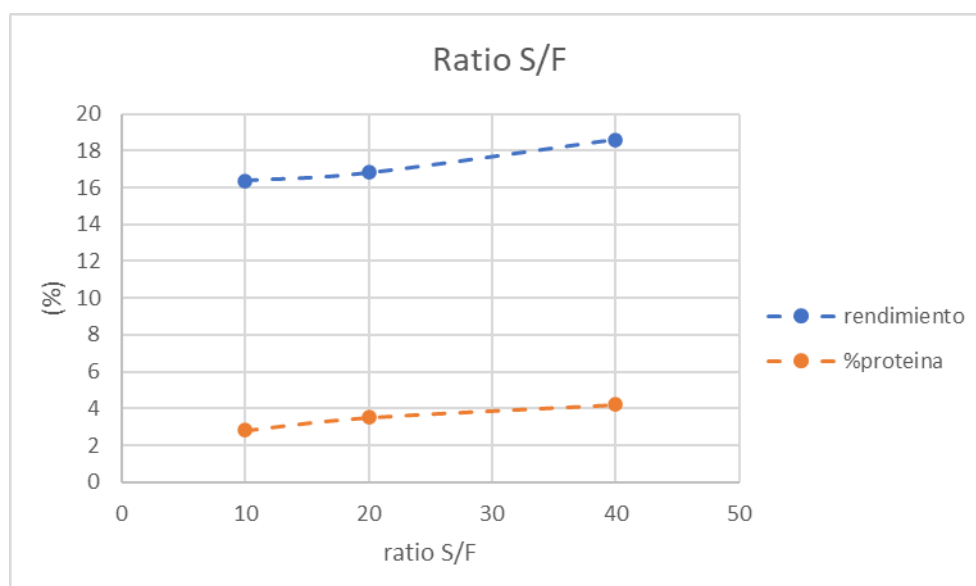


Figura 9. Ratio S/F frente al rendimiento y al porcentaje de proteína extraída.

Al aumentar la relación líquido - sólido se consigue aumentar tanto el rendimiento de extracción como el porcentaje de proteína extraída, tal y como se muestra en la figura 9. Es decir, al disminuir la materia sólida se obtienen mejores resultados. Se puede observar que en los experimentos realizados con 2g de materia sólida en 20mL de agua se obtienen los resultados más bajos de rendimiento y proteína extraída. Por el contrario, el experimento realizado con 0,5g de mudas en 20 mL de agua obtiene valores considerablemente más altos.

3.2.3 EFECTO DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA:

El efecto del tamaño de partícula se ha estudiado con los experimentos 4 y 10 operando con 400 micras y 125 micras de tamaño medio. Los resultados se muestran en la tabla 7 y en la figura 10.

Tabla 7. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente diámetro de partícula

Número experimento	T (°C)	P (W)	$t_{\text{hold-up}}$ (min)	R (rpm)	S/F (mL/g)	Yield		Protein (BCA)	
						Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)
4	175	850	0	1000	20	16,80	0,40	3,46	0,20
10	175	850	0	1000	20	21,00	2,00	5,90	0,30

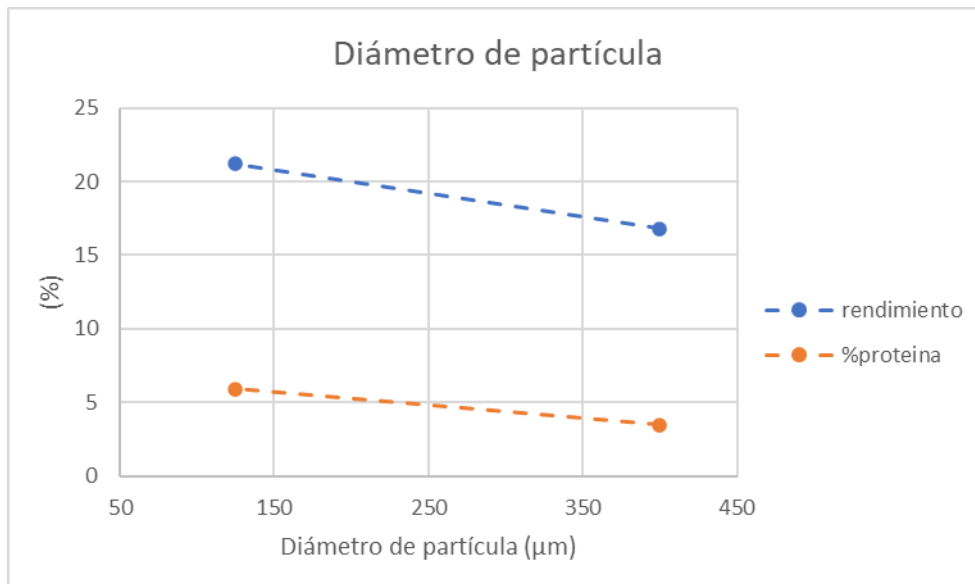


Figura 10. Diámetro de partícula frente al rendimiento y al porcentaje de proteína extraída

La figura 10 muestra como el rendimiento y el porcentaje de proteína extraída disminuyen notoriamente al trabajar con partículas de mayor tamaño. En el caso del rendimiento la variación es muy considerada, las partículas de 125 µm obtienen un rendimiento un 4,4% superior que las partículas de 400 µm, aproximadamente. Por otro lado, la obtención de proteínas también es superior en las partículas de 125 µm, pero la variación con las partículas de 400 µm no es tan amplia.

Se puede concluir que el tamaño de las partículas tiene un gran efecto en estos parámetros estudiados.

3.2.4 EFECTO DEL TIEMPO:

El efecto del tiempo de mantenimiento se ha estudiado con los experimentos 2-6 operando con tiempos de 0, 10 y 20 minutos, llamándose 0 a los experimentos en que no ha habido un período de temperatura constante, sino

que el enfriamiento comienza en el momento en que se alcanza la temperatura de operación deseada (175 o 225°C).

Los resultados del efecto del tiempo a diferentes temperaturas se muestran en la tabla 8 y en las figuras 11 y 12.

Tabla 8. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente tiempo

Número experimento	T (°C)	P (W)	$t_{\text{hold-up}}$ (min)	R (rpm)	S/F (mL/g)	Yield		Protein (BCA)	
						Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)
2	225	850	0	1000	20	24,70	1,40	6,60	0,30
3	225	850	10	1000	20	28,20	0,70	6,21	0,25
4	175	850	0	1000	20	16,80	0,40	3,47	0,20
5	175	850	10	1000	20	22,80	0,90	6,60	0,47
6	175	850	20	1000	20	23,90	0,60	5,67	0,56

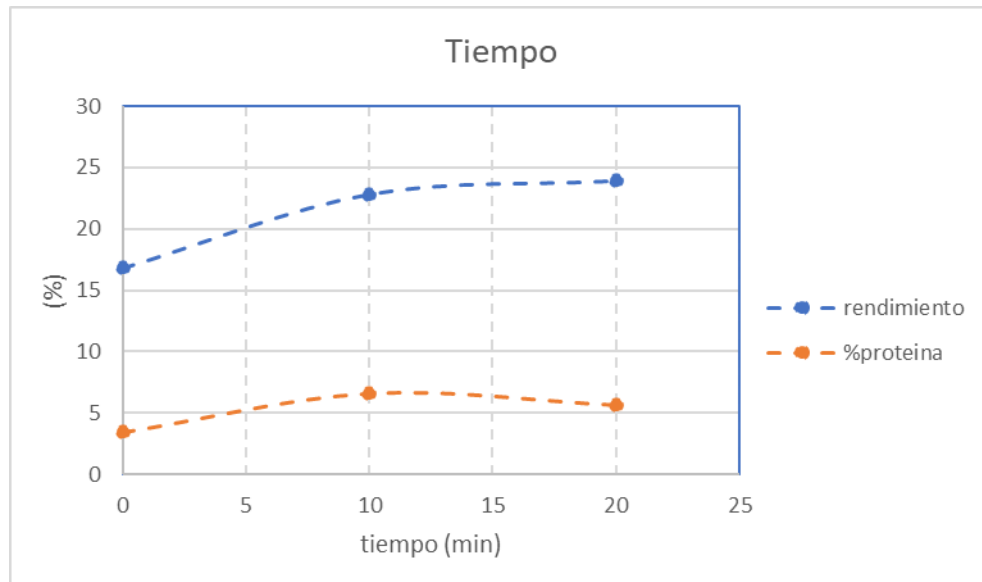


Figura 11. Tiempo frente al rendimiento y al porcentaje de proteína extraída, a 175°C

A 175°C el rendimiento de extracción aumenta al aumentar el tiempo de mantenimiento. En la figura 11 se puede observar una amplia variación entre el rendimiento obtenido con 0 minutos de mantenimiento y el obtenido con 10 minutos, la variación del rendimiento entre 10 minutos y 20 minutos no es tan notoria.

En cambio, en la variación de la proteína extraída en la figura 11 se puede observar un pico. Es decir, con 10 minutos de mantenimiento se obtiene más

proteína que con un mantenimiento de 0 o de 20 minutos. Por lo que se podría concluir que para 175 °C veinte minutos de mantenimiento es demasiado, probablemente esté cuando se utiliza el tiempo de 20min se está produciendo una degradación de la proteína extraída.

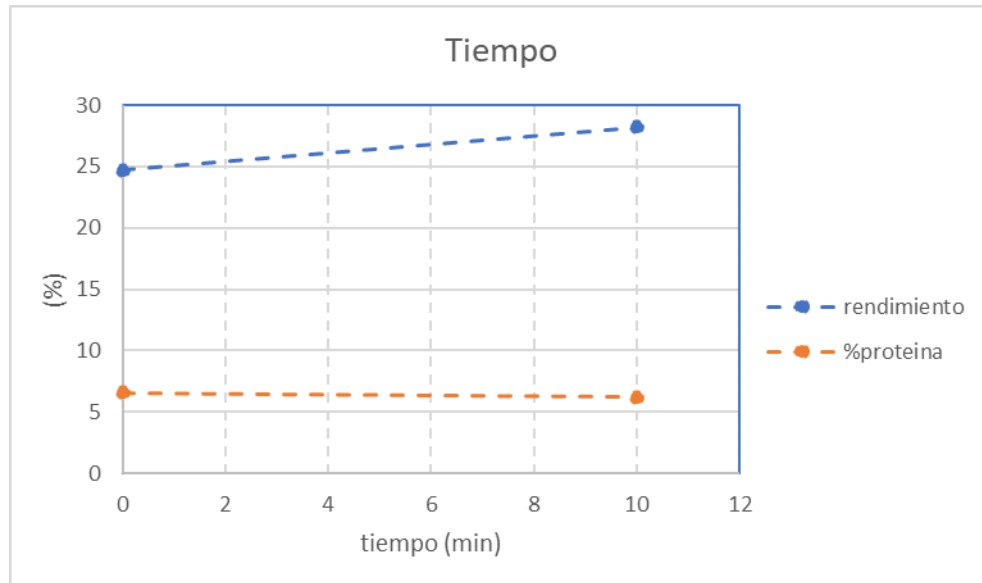


Figura 12. Tiempo frente al rendimiento y al porcentaje de proteína extraída, a 225 °C

En la figura 12 se observa que a 225 °C al aumentar el tiempo de mantenimiento el rendimiento aumenta, pero el porcentaje de extracción de proteína disminuye ligeramente. Es preciso destacar que la proteína extraída en los diferentes casos apenas varía, obteniendo 6,60% con 0 minutos de mantenimiento y 6,21% con 10 minutos, que son valores de porcentajes extraídos similares a 175°C y 10 minutos de tiempo de mantenimiento. Para esta temperatura no se trabajó con tiempos de mantenimiento de 20 minutos.

3.2.5 EFECTO DE LA TEMPERATURA:

El efecto de la temperatura se ha estudiado con los experimentos 2, 3, 4 y 5 operando con 175°C y 225°C a diferentes tiempos de mantenimiento. Los resultados se muestran en la tabla 9 y en las figuras 13 y 14.

Tabla 9. Rendimiento y proteína de las muestras de diferente temperatura

Número experimento	T (°C)	P (W)	t _{hold-up} (min)	R (rpm)	S/F (mL/g)	Yield		Protein (BCA)	
						Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)
2	225	850	0	1000	20	24,70	1,40	6,60	0,30
3	225	850	10	1000	20	28,20	0,70	6,21	0,25
4	175	850	0	1000	20	16,80	0,40	3,47	0,20
5	175	850	10	1000	20	22,80	0,90	6,60	0,47

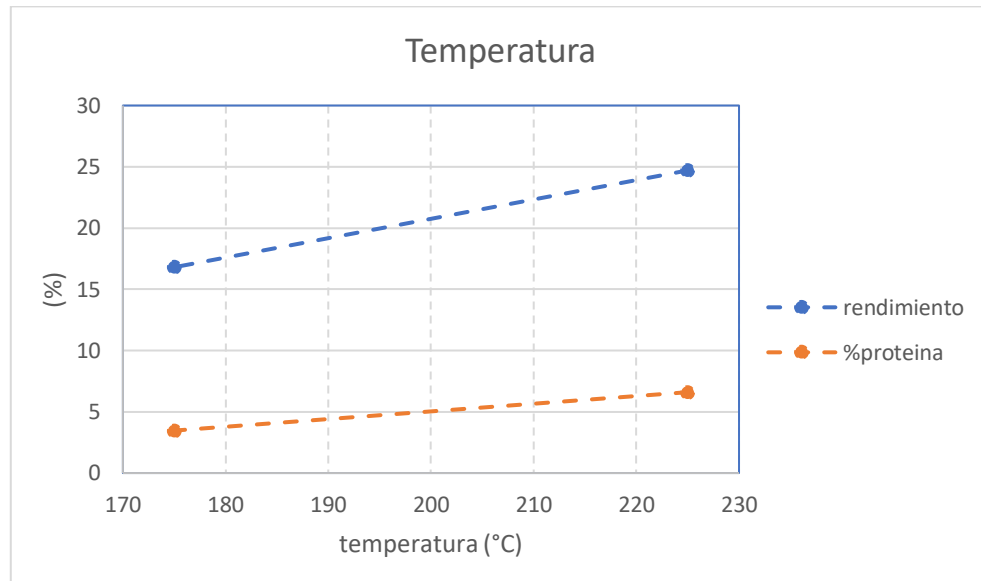


Figura 13. Temperatura frente al rendimiento y al porcentaje de proteína extraída, en 0 minutos

Con tiempos de mantenimiento de 0 minutos, al aumentar la temperatura aumenta tanto el rendimiento como la proteína extraída, tal y como se muestra en la figura 13. Por lo tanto, a 225 °C se obtiene un mayor rendimiento y porcentaje de proteína extraída, por lo que se puede considerar la temperatura óptima para estas condiciones.

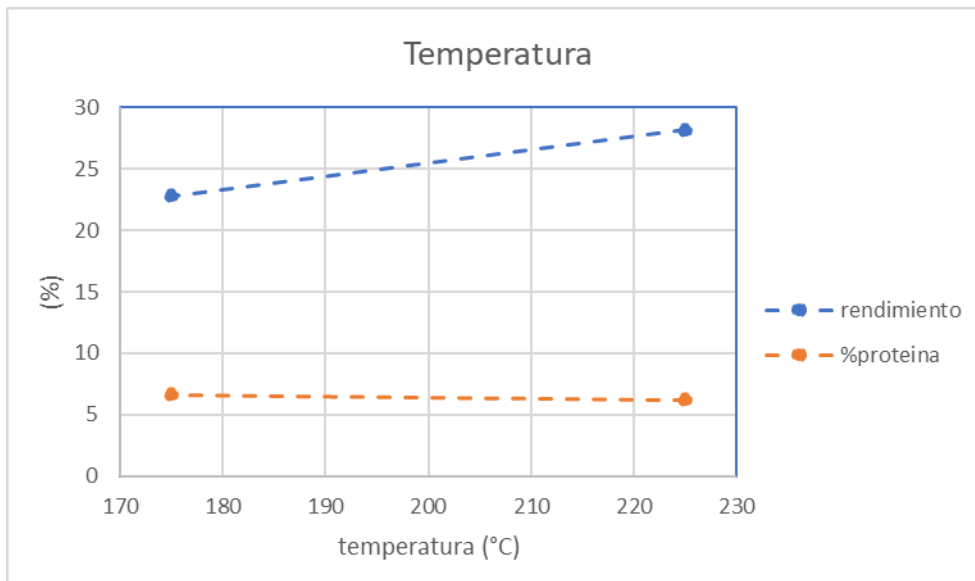


Figura 14. Temperatura frente al rendimiento y al porcentaje de proteína extraída, en 10 minutos

En cambio, con tiempos de mantenimiento de 10 minutos se puede observar en la figura 14 que a mayor temperatura mayor rendimiento, pero menor porcentaje de proteínas extraídas. Siendo, de nuevo, una variación apenas considerable 6,21% trabajando a 175 °C y 6,60% trabajando a 225 °C.

Conclusión:

Las variables óptimas para obtener una mayor extracción de proteína de las mudas de *Litopenaeus Vannamei* se recogen en la Tabla 10.

Tabla 10. Variables óptimas de la extracción

Agitación	1000 rpm
Relación líquido-sólido	40
Tamaño de las partículas	125 μ m
Temperatura	225 °C
Tiempo de mantenimiento	0 minutos

CAPÍTULO 4. CÁLCULO Y DIMENSIONADO DE UNA PLANTA PILOTO PARA LA RECUPERACIÓN DE LA FRACCIÓN PROTEICA DE LA CÁSCARA DE LANGOSTINO VANNAMEI

4.1 DATOS DE PARTIDA Y BASES DE DISEÑO DEL PROCESO

4.1.1 LOCALIZACIÓN

La planta piloto objeto de este TFG se va a ubicar en el laboratorio del Grupo de Investigación PressTech de la Universidad de Valladolid, situado en el Dpto. de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente, en la planta 0 de la sede Mergelina de la Escuela de Ingenierías Industriales.

4.1.2 CAPACIDAD

Al tratarse de una planta piloto de investigación ubicada en un laboratorio de la Universidad de Valladolid, se ha establecido el cuatrimestre (15 semanas) como unidad temporal para la realización de balances y planificación de la operación con la instalación.

Se considera 1 cuatrimestre, es decir, 15 semanas con 5 días laborales a la semana y realizando 4 extracciones diarias.

En cada extracción se emplea 0,05 kilogramos de cáscaras secas y 2 litros de agua mili-Q. Además, para obtener 1 Kg de cáscara seca es necesario emplear 5,79 Kg de cáscara bruta.

$$n^{\circ}extracciones = 15 \text{ sem} \cdot 5 \frac{\text{días}}{\text{sem}} \cdot 4 \frac{\text{extracciones}}{\text{día}} = 300 \text{ extracciones}$$

$$Kg \text{ c. bruta} = 300 \cdot 0,05 \frac{Kg \text{ c. seca}}{\text{extracción}} \cdot 5,79 \frac{Kg \text{ c. bruta}}{Kg \text{ c. seca}} = 86,85 \text{ Kg}$$

Por lo tanto, es necesario disponer de 86,85 Kg de cáscara bruta al cuatrimestre.

4.1.3 ESPECIFICACIONES DE MATERIAS PRIMAS Y PRODUCTOS

La materia prima empleada son la cáscara y las mudas del *Litopenaeus Vannamei*.

La composición de las mudas empleada en el diseño de los equipos es la misma que la empleada en la parte experimental, CAPÍTULO 3. ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA RECUPERACIÓN DE LA FRACCIÓN PROTEICA DE LA CÁSCARA DE LANGOSTINO VANNAMEI (Tabla 2).

Tabla 2. Composición de la materia prima

Contenido (%)	Base húmeda		Base seca	
	Av	SD	Av	SD
Humedad	1,72	0,06	-	-
Ceniza	52,8	0,5	53,7	0,5
Proteína (BCA)	10,4	0,4	10,6	0,4
Aminoácido	1,35	0,12	1,37	0,12
Ácidos grasos	3,7	0,9	3,8	0,9
Quitina	17,5	0,7	17,8	0,7
Total	87,5	2,7	87,3	2,7

Análisis Elemental (%)	Base húmeda		Base seca	
	Av	SD	Av	SD
C	22,3	0,3	22,7	0,3
N	3,62	0,07	3,68	0,07
O	28,56	0,11	29,06	0,11
H	3,14	0,09	3,19	0,09
Total	57,6	0,6	58,6	0,6

Además, al tratarse de una planta piloto también se emplearán otras materias primas del mismo origen o diferente.

Se obtienen dos productos diferentes, polvo de proteína y fibra, residuo sólido, rico en minerales y en quitina, producto de la etapa diseñada en este TFG de desproteización

4.1.4 EQUIPOS DISPONIBLES

Los equipos disponibles en el laboratorio de Investigación PressTech y que forman parte del diagrama de flujo de esta planta piloto son los siguientes:

- Molino de cuchillas, Retsch® SM 100 (Figura 15). Es una máquina rotativa formada por dos filas de cuchillas colocadas sobre un eje. De forma que el sólido se corta al pasar entre las filas de las cuchillas, este procedimiento se repite tantas veces como sea necesario para obtener el tamaño deseado de las partículas. Se corresponde al molino (Z-100).



Figura 15. Molino de cuchillas RESTCH SM 100 (Laboratorios y Equipamiento - PressTech, n.d.)

- Horno de secado o estufa, Memmert EXCELLENT. Este equipo tiene 108 L de capacidad y alcanza elevadas temperaturas para el calentamiento de las sustancias que son depositadas en su interior. Esta estufa se corresponde al equipo (T-100)

- Secadero en spray, equipo empleado para pulverizar la suspensión en una corriente de aire caliente para obtener las partículas en forma de polvo con un muy bajo contenido de agua. El modelo del laboratorio es GEA Niro Mobile Minor MM-Basic-PSR (Figura 16), con una capacidad de tratamiento de 180 – 660 mL/h de disolución y con flujos de aire de secado hasta 80 kg/h y 200° C. Se corresponde al horno (T-101)



Figura 16. Spray dryer Niro Mobile Minor (Laboratorios y Equipamiento - PressTech, n.d.)

- Liofilizador TELSTAR LyoQuest (Figura 17), equipo empleado para remover la humedad del producto a través del secado en frío. Opera a temperaturas inferiores a -55° C y se corresponde al liofilizador (L-100)



Figura 17. Liofilizador TELSTAR LyoQuest (Laboratorios y Equipamiento - PressTech, n.d.)

4.1.5 SERVICIOS AUXILIARES DISPONIBLES

El laboratorio Presstech de la Universidad de Valladolid dispone de diferentes servicios auxiliares como distintos gases, corrientes de refrigeración, líneas de venteo, campanas de extracción, electricidad y agua destilada.

Líneas de Gases y Venteos:

Concretamente, los gases de los que dispone son dióxido de carbono (CO₂), nitrógeno (N₂), hidrógeno (H₂) y aire comprimido.

Las líneas de venteo son líneas de extracción con circulación forzada para evitar la expulsión de gases a la atmosfera.

Refrigeración:

Para refrigerar emplea agua fría a 5 - 7 °C y en casos que se necesite una refrigeración mayor se emplea etilenglicol a -20 °C.

Electricidad:

Respecto a la electricidad, el laboratorio dispone de tomas tanto de corriente alterna (220 V) como de corriente trifásica (380 V y 16 A).

Agua tratada:

En el laboratorio se dispone de dos tipos de agua destilada, tipo I y tipo III. Para la obtención de agua destilada ultrapura (tipo I) se emplea el sistema Mili Q ® que mediante la desionización y tratamiento UV produce agua con las propiedades recogidas en la tabla 11:

Tabla 11. Propiedades del agua tipo I (Norma ASTM D1193-06, n.d.)

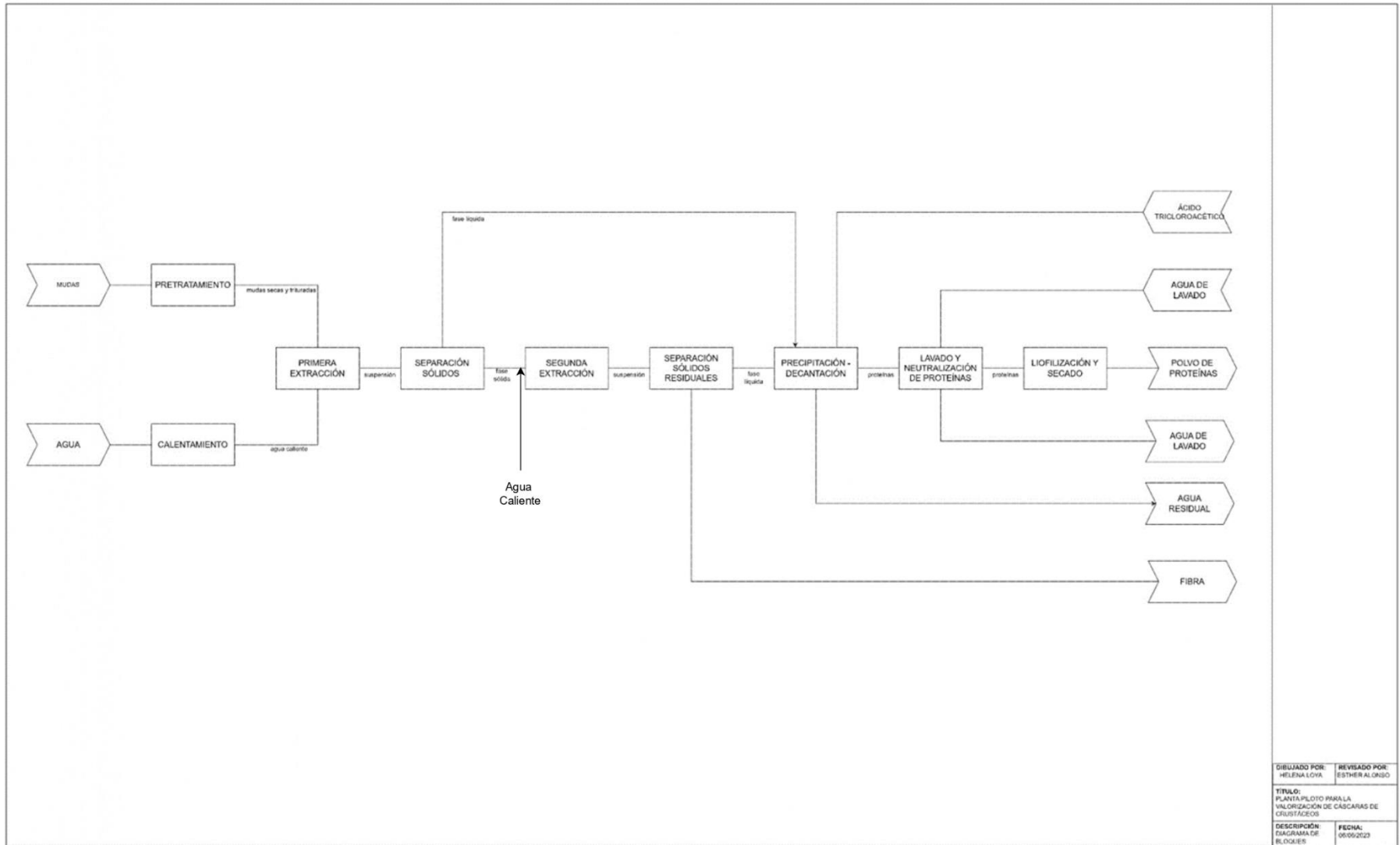
Conductividad eléctrica (µS/cm a 25 °C)	0,056
Resistividad eléctrica (MOhmios-cm a 25 °C)	18,2
TOC máximo (µg/L)	10

En cambio, el agua tipo III tiene las propiedades recogidas en la tabla 12:

Tabla 12. Propiedades del agua tipo III (Norma ASTM D1193-06, n.d.)

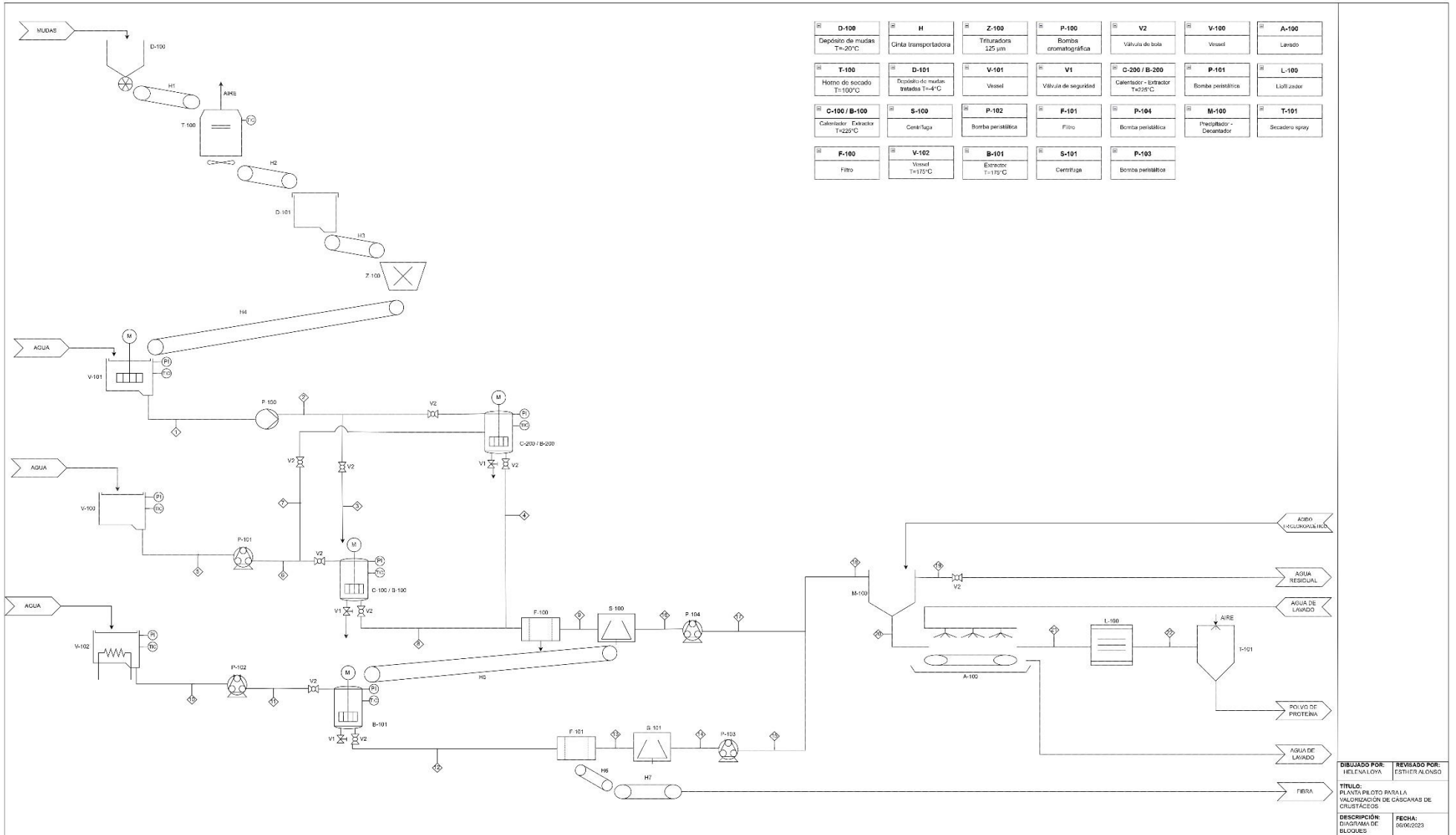
Conductividad eléctrica (µS/cm a 25 °C)	4
Resistividad eléctrica (MOhmios-cm a 25 °C)	0,2
TOC máximo (µg/L)	200

4.1.6 DIAGRAMA DE BLOQUES



DIBUJADO POR: HELENA LOYA	REVISADO POR: ESTHER ALONSO
TÍTULO: PLANTA PILOTO PARA LA VALORIZACIÓN DE CASCARAS DE CRUSTÁCEOS	
DESCRIPCIÓN: DIAGRAMA DE BLOQUES	FECHA: 06/05/2023

4.1.7 DIAGRAMA DE FLUJO



4.1.7.1 Descripción de las corrientes

Las corrientes del diagrama de flujo se describen en la tabla 13:

Tabla 13. Tabla de corrientes del diagrama de flujo

1	Suspensión de mudas en agua
2	Suspensión de mudas en agua
3	Suspensión de mudas en agua
4	Suspensión de mudas en agua tras la extracción
5	Agua
6	Agua
7	Agua
8	Suspensión de mudas en agua tras la extracción
9	Fase líquida rica en proteínas
10	Agua a 175°C
11	Agua a 175°C
12	Suspensión de mudas en agua tras la extracción
13	Fase líquida rica en proteínas
14	Fase líquida rica en proteínas
15	Fase líquida rica en proteínas
16	Fase líquida rica en proteínas
17	Fase líquida rica en proteínas
18	Fase líquida rica en proteínas
19	Agua residual
20	Proteínas
21	Proteínas limpias
22	Proteínas secas

4.1.7.2 Descripción del proceso

Las mudas se almacenan en el depósito de mudas (D-100) a -20°C , en un arcón congelador, hasta el momento de llevarlas a la estufa (T-100) para su secado. Esta estufa (T-100) se corresponde con la estufa Memmert EXCELLENT de convección forzada del laboratorio Presstech.

Una vez secadas las mudas se almacenan en el depósito (D-101) refrigeradas a -4°C . Seguidamente, se llevan las mudas a un molino (Z-100) para obtener un diámetro de partícula de $125\ \mu\text{m}$, que es el molino de cuchillas Retsch® SM 100, disponible en el laboratorio.

Por otro lado, el agua ultrapura de tipo I se obtiene de un equipo Mili Q® de uso común del laboratorio almacenada en el recipiente (V-100). En el momento de realizar las extracciones, esta agua se bombea al calentador-extractor (C-100/B-100) mediante una bomba peristáltica (P-101).

El calentador (C-100) es un tanque agitado cuya función es calentar el agua de extracción hasta la temperatura de operación. Es el mismo equipo que el extractor (B-100), que es un tanque agitado de 2 litros de capacidad. Una vez alcanzada la temperatura de operación en (C-100), se bombea la suspensión de agua y cáscaras desde el depósito (V-101) con la bomba de cromatografía P-100, y comienza la extracción en el extractor (B-100). El extractor (B-100) /calentador (C-100) tiene una válvula de alivio (V1) para el drenaje del equipo en caso de sobrepresión y dispone de válvulas de bola a la entrada y a la salida (V2), que permanecen cerradas durante el tiempo de calentamiento y extracción. Dispone de indicador y controlador de temperatura e indicador de presión. Para optimizar la operación de la planta y lograr un régimen semicontinuo, se dispone de un segundo extractor (B-200) /calentador (C-200) que está en ciclo de calentamiento mientras (B-100) está en extracción.

Una vez finalizada la extracción, la suspensión se lleva a un filtro (F-100) con la finalidad de separar la fase sólida de la fase líquida, para la filtración a vacío se emplea la bomba a vacío Welch IImvac™ del laboratorio.

La fase líquida obtenida se lleva a una centrífuga (S-100) para obtener la fase sólida que no ha podido ser recuperada en la filtración.

La fase sólida obtenida en los equipos (F-100) y (S-100) se transporta al extractor (B-101) mientras que la fase líquida resultante de la centrifugación se bombea mediante una bomba peristáltica (P-104) al precipitador – decantador de proteínas (M-100).

Paralelamente, el agua ultrapura de tipo I obtenida de un equipo Mili Q® de uso común del laboratorio se almacena en el recipiente (V-102), calentado mediante una resistencia eléctrica hasta la temperatura de operación del

segundo extractor (175°C). Esta agua se bombea al extractor (B-101) mediante una bomba peristáltica (P-102).

El segundo extractor (B-101) también es un tanque agitado de 2 litros de capacidad ya que por motivos de versatilidad y mantenimiento se ha decidido que sea el mismo equipo que los calentadores (C-100 y C-200) y que los extractores (B-100 y B-200).

Este extractor también tiene dos conexiones de entrada, una para la fase sólida proveniente del filtro (F-100) y de la centrífuga (S-100), y la otra para el agua a 175°C. Además, el extractor (B-101) cuenta con una válvula de alivio (V1) y dos válvulas de bola (V2) para aislarlo durante la extracción y un medidor de presión y un controlador de temperatura.

Una vez finalizada la segunda extracción la suspensión obtenida se lleva a un filtro (F-101) que también opera a vacío mediante la bomba a vacío Welch IImvac™ del laboratorio Presstech, para separar la fase sólida de la fase líquida de la suspensión. De forma análoga, la fase líquida se lleva a una centrífuga (S-101) para obtener los sólidos que no se han podido separar mediante la filtración.

La fase líquida resultante se bombea mediante una bomba peristáltica (P-103) al precipitador – decantador (M-100). Mientras que la fase sólida obtenida, tanto en la filtración como en la centrifugación, es uno de los productos de la planta. Se denomina Fibra y es un producto rico en quitina y en minerales.

En el precipitador – decantador de proteínas (M-100) se unen las fases líquidas, ricas en proteínas, provenientes de las dos centrífugas (S-100) y (S-101). La precipitación de proteínas se realiza llevando el pH del extracto hasta el punto isoeléctrico de la proteína. Por lo que en este equipo también se introduce una corriente de ácido tricloroacético para alcanzar el punto isoeléctrico de la proteína. Además, el precipitador – decantador de proteínas (M-100) dispone de dos conexiones de salida, una salida localizada en la parte superior por donde sale el agua residual resultante y una salida localizada en la parte inferior por donde salen las proteínas obtenidas.

Estas proteínas obtenidas se someten a un proceso de neutralización y de lavado (A-100), se emplea agua ultrapura de tipo III que se obtiene de un dispensador común del laboratorio.

Una vez finalizado el proceso de lavado, la corriente líquida rica en proteínas se introduce en un liofilizador (L-100) que tiene como objetivo remover la humedad de esta corriente a través de la sublimación a vacío. Este equipo (L-100) se corresponde con el liofilizador TELSTAR LyoQuest del laboratorio que opera a temperaturas inferiores a -55°C.

Finalmente, la corriente liofilizada se introduce en un secadero de spray (T-101) para secar completamente las proteínas y obtener así polvo de proteína. En el secadero spray el agua se evapora mediante una corriente de aire caliente. Este equipo (T-101) se corresponde al Spray dryer Niro Mobile Minor del laboratorio Presstech.

4.1.7.3 Símbolos y acrónimos del PFD

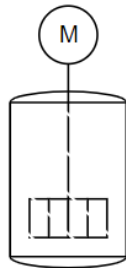
1. Horno de secado



2. Trituradora



3. Calentador - Extractor



4. Bomba peristáltica



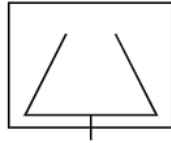
5. Bomba de cromatografía



6. Filtro



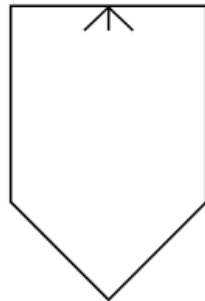
7. Centrifuga



8. Liofilizador



9. Horno spray



P	Presión
T	Temperatura
TIC	Controlador indicador de temperatura
PI	Indicador de presión

4.1.8 BALANCES DE MATERIA Y ENERGÍA

Tal y como se indica en el apartado 4.1 (Datos de partida y bases de diseño), la capacidad de tratamiento establecida es 1 cuatrimestre. En este periodo de tiempo se realizan 300 extracciones y por cada extracción se emplean 0,05 Kg de cáscara seca y 2 L de agua mili-Q.

$$\text{Kg cáscara seca} = 300 \text{ extracciones} \cdot 0,05 \frac{\text{Kilogramos}}{\text{extracción}} = 15 \text{ Kg}$$

$$\text{L agua} = 300 \text{ extracciones} \cdot 2 \frac{\text{L}}{\text{extracción}} = 600 \text{ L}$$

Por lo tanto, se necesita disponer de 15 Kg de cáscara seca y 600 L de agua mili-Q para el desarrollo de las extracciones durante 1 cuatrimestre.

Tal y como se muestra en el Anexo 1, el experimento realizado en las condiciones óptimas de operación es el denominado “CP_T225P850t0R1000m0.5” y el rendimiento de la extracción de proteínas obtenido es del 8% mediante el análisis BCA y del 9% considerando también el análisis de aminoácidos.

Para el cálculo de los balances se considera el valor más conservador, es decir, rendimiento del 8%.

$$\text{Kg proteína} = 15 \text{ Kg cáscara seca} \cdot 0,08 = 1,2 \text{ Kg proteína}$$

Por otro lado, en el mismo experimento (“CP_T225P850t0R1000m0.5”) el rendimiento obtenido en la co-extracción es del 19,8 %, mostrado en el Anexo 1. Para el cálculo de los kilogramos de extractivos en el agua residual redondeamos a un rendimiento del 20% en la co-extracción.

$$\text{Kg extractivos} = 15 \text{ Kg cáscara seca} \cdot 0,2 = 3 \text{ Kg extractivos}$$

Por tanto, durante 1 cuatrimestre se obtienen 1,2 Kilogramos de proteína en polvo y 3Kg de extractivos en el agua residual.

$$\text{Kg fibra} = 15 - 1,2 - 3 = 10,8 \text{ Kg fibra}$$

Concluyendo se obtienen 10,8 kilogramos de fibra teóricos, es decir, sin tener en cuenta las pérdidas en las etapas de separación de sólidos.

Se conoce que para lavar 1 Kilogramo de proteínas se necesita emplear 10 litros de agua de lavado, agua tipo III.

$$\text{Litros agua} = 1,2 * 10 = 12 \text{ L}$$

Entonces, para lavar 1,2 Kg de proteínas obtenidas se necesitan 12 litros de agua de lavado.

$$\text{Litros agua residual} = 600 + 12 = 612 \text{ L}$$

Teniendo en cuenta que se emplean 600 litros de agua mili-Q para la realización de las extracciones y 12 litros de agua tipo III para el lavado de las proteínas, se generarán 612 litros de agua residual.

En la tabla 14 se recogen todos los resultados obtenidos por medio de los balances de materia.

Tabla 14. Datos obtenidos en los balances de materia

Necesidades/cuatrimestre	Cantidades
Cáscara seca	15 Kg
Agua mili-Q	600 L
Agua tipo III	12 L
Proteína obtenida	1,2 Kg
Fibra obtenida	10,8 Kg
Agua residual generada	612 L
Extractivos en el agua residual	3 Kg

Los equipos con necesidades de energía calorífica son el horno (T-100) y los dos extractores, el primer extractor que opera a 225 °C (B-100/B-200) y el segundo que opera a 175 °C (B-101).

El horno de secado (T-100) del laboratorio dispone de tres bandejas, con una capacidad de 1200 gramos de cáscara bruta por bandeja. Por lo tanto, se realizan 6 horas de secado por cargas de 3600 gramos de cáscara bruta.

Para el cálculo del calor específico empleado para calentar la cáscara desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de secado (105 °C) (ecuación [5]) se necesita el valor de la capacidad calorífica de las mudas, calculado a partir de las capacidades caloríficas de sus componentes mayoritarios (ecuación [4]):

$$\text{Capacidad calorífica}_{\text{quitina}} = 0,32 \frac{\text{Kcal}}{\text{Kg} \cdot ^\circ\text{C}}$$

$$\text{Capacidad calorífica}_{\text{proteína}} = 0,46 \frac{\text{Kcal}}{\text{Kg} \cdot ^\circ\text{C}}$$

$$\text{Capacidad calorífica}_{\text{carbonato cálcico}} = 0,24 \frac{\text{K}}{\text{Kg} \cdot ^\circ\text{C}}$$

$$c_{\text{muda}} = z_{\text{CaCO}_3} \cdot c_{\text{CaCO}_3} + z_{\text{prot.}} \cdot c_{\text{prot.}} + z_{\text{quitina}} \cdot c_{\text{quitina}} \quad [\text{Ec. 4}]$$

$$c_{\text{mudas}} = 0,654 \cdot 0,24 + 0,129 \cdot 0,46 + 0,217 \cdot 0,32 = \mathbf{0,29} \frac{\text{Kcal}}{\text{Kg} \cdot ^\circ\text{C}}$$

$$Q = \dot{m} \cdot c_{\text{mudas}} \cdot \Delta T \quad [\text{Ec. 5}]$$

$$Q = 3,6 \cdot 0,29 \cdot (105 - 17) = 91,872 \text{ Kcal} = 0,107 \text{ KW} = \mathbf{107 \text{ W}}$$

Y, para el cálculo del calor específico necesario para el secado de las cáscaras se utiliza la ecuación [6]:

$$Q = m_{\text{agua_evaporada}} \cdot \Delta H_{\text{vaporización}} \quad [\text{Ec. 6}]$$

La masa de agua evaporada se corresponde a la diferencia de humedades de las cáscaras, antes y después de la operación de secado, entre el tiempo de operación.

Las cáscaras brutas tienen una humedad del 80%, en cambio, las cáscaras secas tienen una humedad del 17%.

$$m_{\text{agua_evaporada}} = \frac{3,6 \cdot 0,8 - 3,6 \cdot 0,017}{6 \cdot 3600} = 1,3 \cdot 10^{-4} \frac{\text{Kg}}{\text{s}}$$

Y, el delta de vaporización del agua es:

$$\Delta H_{\text{vaporización}} = 2257 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

Por tanto, sustituyendo en la ecuación [6] se obtiene:

$$Q = 1,3 \cdot 10^{-4} \cdot 2257 = 0,295 \text{ KW} = \mathbf{295 \text{ W}}$$

Concluyendo, la necesidad de energía calorífica del horno (T-100) por carga es:

$$Q = 107 + 295 = \mathbf{402 \text{ W}}$$

En cambio, las necesidades de los extractores se calculan mediante la ecuación [7]:

$$Q = \frac{V \cdot \rho}{t} \cdot \overline{Cp_{\text{agua}}} \cdot \Delta T \quad [\text{Ec. 7}]$$

El valor medio del Cp del agua se calcula en el apartado 4.2.5 (RESISTENCIA DE CALENTAMIENTO DE LOS CALENTADORES DE AGUA (C-100) y (C-200)).

Por lo tanto, el primer extractor (B-100/B-200) que opera a 225 °C durante 10 minutos necesita la siguiente energía calorífica por cada carga:

$$Q = \frac{2 \cdot 10^{-3} \cdot 998,86}{10 \cdot 60} \cdot 3,367 \cdot (225 - 17) = \mathbf{2,33 \text{ KW}}$$

En cambio, el segundo extractor (B-101) opera a 175 °C durante 10 minutos por lo que necesitará menos energía calorífica por carga, concretamente:

$$Q = \frac{2 \cdot 10^{-3} \cdot 998,86}{10 \cdot 60} \cdot 3,367 \cdot (175 - 17) = \mathbf{1,77 \text{ KW}}$$

4.2 INGENIERÍA BÁSICA DE ALGUNOS EQUIPOS DE PROCESO

4.2.1 EXTRACTORES DE LA 1ª Y 2ª ETAPA DE EXTRACCIÓN (B-100, B-200 Y B-101)

Las condiciones de operación utilizadas en las etapas de extracción han sido optimizadas en CAPÍTULO 3. ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA RECUPERACIÓN DE LA FRACCIÓN PROTEICA DE LA CÁSCARA DE LANGOSTINO VANNAMEI.

Tanto los extractores B-100 y B-200 como los calentadores C-100 y C-200 son idénticos en diseño, aunque realicen operaciones diferentes. El calentador tiene como función calentar el agua que posteriormente se emplea en la extracción. Y, en el extractor se junta el agua caliente con las mudas y se lleva a cabo la extracción.

4.2.1.1 Datos de partida

Los datos de partida para el diseño de los extractores están en la tabla 15.

Tabla 15. Datos de partida de los extractores

Servicio	Recipiente sometido a presión y a agitación cuya función es extraer la proteína de la muestra.
Capacidad	Volumen diseño = 2 L Volumen máximo de llenado = 1,8 L
Tipo y forma	Recipiente a presión con forma cilíndrica con una capacidad de 2 Litros y colocado en posición vertical.
Código de diseño	El dimensionado mecánico de los recipientes a presión se ha realizado siguiendo el código ASME Boiler and Pressure Vessel Code Sección VIII Div 1 (<i>ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC), Section VIII, Div. 1, 1930</i>).
Tiempo de vida	Por el servicio y tipo de equipo, especificados anteriormente, se estiman 20 años de vida para el recipiente
Temperatura y presión de diseño	$T_{\text{diseño}}=300\text{ }^{\circ}\text{C}$ $P_{\text{diseño}}=30\text{ bar}$

Para el dimensionado del equipo es necesario aplicar un cambio de escala (scale-up) con respecto al reactor Berghof BR-25® del laboratorio, cuyas dimensiones se indican en la tabla 16.

Se referencia el equipo de laboratorio, el modelo, con el subíndice 1 y al prototipo con el subíndice 2.

Tabla 16. Dimensiones del reactor Berghof BR-25®

Diámetro exterior (D_{1_int})	4 cm
Diámetro interior (D_{1_ext})	2,5 cm
Altura interior (L_{1_int})	6 cm
Altura exterior (L_{1_ext})	8 cm
Altura del líquido (H_1)	4 cm
Velocidad de agitación (N_1)	1000 rpm
Diámetro del agitador (Da_1)	2,1 cm

4.2.2 CÁLCULOS JUSTIFICATIVOS

4.2.2.1 Dimensiones: Diámetro, altura del recipiente y altura del líquido

Para el cálculo de las dimensiones del prototipo se aplica el criterio de semejanza geométrica. Se establece el diámetro del agitador como dimensión característica, por lo que las relaciones altura interna del recipiente – diámetro del agitador (L_{int}/Da), altura del líquido – diámetro del agitador (H/Da) y diámetro del agitador – diámetro interno del tanque (Da/D_{int}) tienen que ser las mismas tanto en el modelo como en el prototipo, ecuaciones [8], [9] y [10].

Además, también se conoce el volumen del prototipo 2 L, ecuación [11].

$$\frac{L_{1int}}{Da_1} = 2,9 = \frac{L_{2int}}{Da_2} \quad [\text{Ec. 8}]$$

$$\frac{H_{1int}}{Da_1} = 1,9 = \frac{H_{2int}}{Da_2} \quad [\text{Ec. 9}]$$

$$\frac{Da_1}{D_{1int}} = 0,84 = \frac{Da_2}{D_{2int}} \quad [\text{Ec. 10}]$$

$$V_2 = \frac{\pi}{4} \cdot D_{2int}^2 \cdot L_{2int} \quad [\text{Ec. 11}]$$

Por lo que mediante un sistema de 4 ecuaciones y 4 incógnitas se obtienen las dimensiones del prototipo:

$$D_{2int} = 10,2 \text{ cm}$$

$$L_{2int} = 24,5 \text{ cm}$$

$$Da_2 = 8,6 \text{ cm}$$

$$H_2 = 16,32 \text{ cm}$$

4.2.2.2 Propiedades de la suspensión

Estas propiedades se deben calcular mediante las propiedades del agua y de las mudas.

En primer lugar, se debe estimar la densidad y la viscosidad de las mudas a partir de las propiedades de sus componentes mayoritarios.

Tal y como se indica en la Tabla 1 (Apartado 1.1 Cáscaras de crustáceos) los componentes mayoritarios de las mudas son Carbonato cálcico (52,8%), proteína (10,4%) y quitina (17,5%), cuyas propiedades son:

$$\rho_{\text{CaCO}_3} = 2710 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

$$\rho_{\text{proteína}} = 1320 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

$$\rho_{\text{quitina}} = 1474,6 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

La densidad de las mudas se calcula mediante la ecuación [12]:

$$\rho_{\text{muda}} = z_{\text{CaCO}_3} \cdot \rho_{\text{CaCO}_3} + z_{\text{prot.}} \cdot \rho_{\text{prot.}} + z_{\text{quitina}} \cdot \rho_{\text{quitina}} \quad [\text{Ec. 12}]$$

$$\rho_{\text{mudas}} = 0,528 \cdot 2710 + 0,104 \cdot 1320 + 0,175 \cdot 1474,6 = \mathbf{1826,22} \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

Las propiedades del fluido (agua) en las condiciones de diseño son (Propiedades Termofísicas de Sistemas Fluidos, n.d.):

$$\rho_{\text{agua}} = 12,32 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

$$\mu_{\text{agua}} = 1,998 \cdot 10^{-5} \frac{\text{Kg}}{\text{m} \cdot \text{s}}$$

El cálculo de la densidad de la suspensión se basa en la relación líquido-sólido y se realiza mediante la ecuación [13]:

$$\rho_{\text{suspensión}} = z_{\text{mudas}} \cdot \rho_{\text{mudas}} + z_{\text{agua}} \cdot \rho_{\text{agua}} \quad [\text{Ec. 13}]$$

$$\rho_{\text{suspensión}} = 0,024 \cdot 1826,22 + 0,976 \cdot 12,32 = \mathbf{55,85} \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

Para el cálculo de la viscosidad de la suspensión se emplea la ecuación [14], ecuación de Einstein (Cruz Fernando, 2015):

$$\frac{\mu_{\text{ef}}}{\mu_0} = 1 + \frac{5}{2} \phi \quad [\text{Ec. 14}]$$

Siendo:

- μ_{ef} , viscosidad efectiva de la suspensión
- μ_0 , viscosidad del líquido puro
- ϕ , fracción volumétrica de los sólidos

La fracción volumétrica de los sólidos se calcula mediante la relación líquido sólido y la densidad de las mudas, ecuación [15]:

$$\phi = \frac{\frac{m_{\text{mudas}}}{\rho_{\text{mudas}}}}{V_{\text{total}}} = \frac{\frac{0,5}{1826,22}}{20 \cdot 10^{-3} + \frac{0,5}{1826,22}} = 0,0135 \quad [\text{Ec. 15}]$$

Despejando de la ecuación [14] la viscosidad efectiva se obtiene:

$$\mu_{ef} = 2,065 \cdot 10^{-5} \frac{Kg}{m \cdot s}$$

4.2.2.3 Velocidad de agitación

El criterio de semejanza cinética (ecuación [16]) indica que las velocidades en puntos correspondientes del modelo y del prototipo tienen relaciones constantes (mismos modelos de flujo).

$$Re_1 = Re_2 \quad [Ec. 16]$$

$$\frac{\rho_1 \cdot Da_1^2 \cdot N_1}{\mu_1} = \frac{\rho_2 \cdot Da_2^2 \cdot N_2}{\mu_2} \quad [Ec. 17]$$

Por tanto, el valor de la velocidad de agitación del prototipo calculada mediante la ecuación [17] es:

$$N_2 = 60,08 \text{ rpm}$$

Como el objetivo de esta agitación es mantener los sólidos en suspensión el criterio de cambio de escala más adecuado es mantener constante el producto $N \cdot D$.

$$N_1 \cdot Da_1 = N_2 \cdot Da_2 \quad [Ec. 18]$$

Mediante la ecuación [18] se obtiene la velocidad de agitación del prototipo:

$$N_2 = 245,11 \text{ rpm}$$

4.2.2.4 Cálculo del número de Reynolds

El número de Reynolds es un número adimensional basado en la relación de las fuerzas inerciales y las fuerzas viscosas de un fluido que se encuentra en constante movimiento. Se define mediante la ecuación [19].

$$Re = \frac{\rho \cdot Da^2 \cdot N}{\mu} \quad [Ec. 19]$$

Las propiedades de densidad y viscosidad son las correspondientes a la suspensión, calculadas en el apartado 4.2.2.2.

Por lo tanto, el número de Reynolds del modelo y del prototipo son los siguientes:

$$Re_{\text{modelo}} = 20927,01$$

$$Re_{\text{prototipo}} = 85377,50$$

Para establecer el régimen del fluido es necesario calcular el número Reynolds crítico, ecuación [20], ya que el régimen del fluido será completamente turbulento si el número Reynolds de este es superior al Reynolds crítico.

$$Re_c = \frac{6370}{N_{pt}^{\frac{1}{3}}} \quad [\text{Ec. 20}]$$

Tabla 17. Valores de la variable N_{pt} (Coulson Richardson's, 2021)

Type of Impeller	Value of N_{pt}
45° Pitched blade turbine ^a	
– 4 blades	1.27
– 6 blades	1.64
Marine propeller ^a	
– 1.0 pitch	0.34
– 1.5 pitch	0.62
Smith or concave—or hollow ^a blade with 6-blades	4.4
Hollow blade turbine	4.1
Ekato MIG-3 ($D/D_T = 0.7$)	0.55
Ekato Intermig -2 ($D/D_T = 0.7$)	0.61
High-shear disk ($Re = 10^4$)	0.20
Lightnin A 310	0.30
Chemineer HE 3	0.30

^aFor $D/D_T = 1/3$; $(Z_s/D_T) = 1/3$ and $(W/D) = 1/5$.

El valor de N_{pt} , como se observa en la tabla 17, varía en función de del tipo de agitador. En este caso al tratarse de una turbina de 6 palas su valor es 1,64.

Por lo que el valor del Reynolds crítico es:

$$Re_c = 5401,63$$

Concluyendo que el régimen tanto del modelo como del prototipo es turbulento.

4.2.2.5 Potencia de Agitación del recipiente

Forzar mediante medios mecánicos a un fluido para que dicho fluido adquiriera un movimiento circulatorio en el interior del recipiente, se denomina agitación. El objetivo de la agitación es conseguir que dos fases individuales se distribuyan al azar entre sí, es decir, que se mezclen (*Agitación*, n.d.).

Los agitadores mecánicos están formados por un rodete montado en un eje impulsado por un motor eléctrico. Y los principales tipos de agitadores son de hélice, de paletas y de turbina (Ecueta superior politécnica del litoral, 2016).

El agitador del recipiente dimensionado es una turbina palas inclinadas debido a que son capaces de girar a elevadas velocidades y en un amplio rango de viscosidades. Además, este tipo de agitador tiene una construcción sencilla.

Como se indica en el apartado 4.2.2.4 (Cálculo del número Reynolds) el régimen de operación es turbulento. Por ello, se emplea la ecuación [21] para el cálculo de la potencia del agitador

$$P = K_T \cdot N^3 \cdot D_a^5 \cdot \rho \quad [\text{Ec. 21}]$$

Siendo:

- P, potencia del agitador (W)
- K_T , constante de agitación en función del tipo de agitador
- N, revoluciones por segundo del agitador (s^{-1})
- D_a , diámetro del agitador (m)
- ρ , densidad del fluido (Kg/m^3)

La constante de agitación será la misma para el modelo y para el prototipo. Además, experimentalmente se ha determinado la potencia de agitación del reactor Berghof, mediante un watímetro:

$$P_{\text{modelo}} = 14,2 \text{ W}$$

Asumiendo un rendimiento del 50%, a la suspensión le llegarán aproximadamente:

$$P_{\text{modelo}} = 7 \text{ W}$$

Despejando la constante de agitación del prototipo de la ecuación [21] se obtiene:

$$K_T = \frac{7}{17^3 \cdot 0,021^5 \cdot 55,85} = 6246,43$$

Con este valor de la constante de agitación se calcula la potencia del agitador del prototipo, mediante la ecuación [21]:

$$P = 6246,43 \cdot 4,17^3 \cdot 0,061^5 \cdot 55,85 = \mathbf{116,5W} = \mathbf{0,16 \text{ HP}}$$

Suponiendo un rendimiento del 50%: la potencia del motor será de **0,32 HP**

4.2.3 DISEÑO MECÁNICO DE B-101, B102 Y B-103

El diseño mecánico del equipo se lleva a cabo con el código BPVC ASME, sección VIII división 1 (*ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC), Section VIII, Div. 1, 1930*), debido a que el recipiente supera las condiciones mínimas para considerarlo como recipiente a presión. Estas condiciones son tener un diámetro superior a 6" y una presión superior a 15 psi.

4.2.3.1 Selección del material

Es preciso que el material sea químicamente resistente al fluido y resistente a la presión y a la temperatura necesarias, es decir las condiciones de diseño máximas.

El fluido empleado no contiene sustancias corrosivas por lo que el material seleccionado para la construcción del recipiente es el Acero inoxidable 316, según la información recogida en la tabla A1 del Anexo de C de la fuente bibliográfica Seán Moran, *An Applied Guide to Process and Plant Design*, Elsevier IChEmE 2nd Ed. (2019).

4.2.3.2 Espesores de pared

En primer lugar, es necesario conocer la tensión máxima admisible (S) del material seleccionado, empleando la tabla 18.

Tabla 18. Esfuerzos máximos permisibles según el código BPVC ASME sección VIII div.1 (*ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC), Section VIII, Div. 1, 1930*)

Material	Grade	Min Tensile Strength (ksi)	Min Yield Strength (ksi)	Maximum Temperature (°F)	Maximum Allowable Stress at Temperature °F (ksi = 1000 psi)				
					100	300	500	700	900
Carbon steel	A285 Gr A	45	24	900	12.9	12.9	12.9	11.5	5.9
Killed carbon Steel	A515 Gr 60	60	32	1000	17.1	17.1	17.1	14.3	5.9
Low alloy steel 1¼ Cr, ½ Mo, Si	A387 Gr 22	60	30	1200	17.1	16.6	16.6	16.6	13.6
Stainless steel 13 Cr	410	65	30	1200	18.6	17.8	17.2	16.2	12.3
Stainless steel 18 Cr, 8 Ni	304	75	30	1500	20.0	15.0	12.9	11.7	10.8
Stainless steel 18 Cr, 10 Ni, Cb	347	75	30	1500	20.0	17.1	15.0	13.8	13.4
Stainless steel 18 Cr, 10 Ni, Ti	321	75	30	1500	20.0	16.5	14.3	13.0	12.3
Stainless steel 16 Cr, 12 Ni, 2 Mo	316	75	30	1500	20.0	15.6	13.3	12.1	11.5

Como la temperatura máxima son 300°C, equivalentes a 572°F, a partir de la tabla 18 se puede deducir que la tensión máxima admisible del material del recipientes es

$$S = 12,1 \text{ ksi} = 12100 \text{ psi.}$$

Por otro lado, la eficacia de la soldadura (E) dependerá de tipo de unión y la calidad de la soldadura. El código BPVC ASME sec.VIII y div.1 define cuatro categorías de soldadura:

- Categoría A: Soldaduras longitudinales o en espiral de la carcasa principal, los cuellos o las boquillas, o soldaduras circunferenciales que conectan las cabezas semiesféricas a la carcasa principal, los cuellos o las boquillas.
- Categoría B: Soldaduras circunferenciales en la carcasa principal, o los cuellos o las boquillas, o que conecten una cabeza con forma que no sea semiesférica.
- Categoría C: Soldaduras que conectan bridas, láminas tubulares o cabezas planas a la carcasa principal, una cabeza con forma, cuello o boquilla.
- Categoría D: Soldaduras que conectan las cámaras de comunicación o las boquillas a la carcasa principal, a las cabezas o a los cuellos.

Tabla 19. Eficiencia máxima permitida según el código BPVC ASME sección VIII div.1 (ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC), Section VIII, Div. 1, 1930)

Joint Description	Joint Category	Degree of Radiographic Examination		
		Full	Spot	None
Double-welded butt joint or equivalent	A, B, C, D	1.0	0.85	0.70
Single-welded butt joint with backing strip	A, B, C, D	0.9	0.8	0.65
Single-welded butt joint without backing strip	A, B, C	NA	NA	0.60
Double full fillet lap joint	A, B, C	NA	NA	0.55
Single full fillet lap joint with plug welds	B, C	NA	NA	0.50
Single full fillet lap joint without plug welds	A, B	NA	NA	0.45

Se escoge un grado de examinación radiográfica E=0,85 por lo que se podría escoger cualquiera de las categorías de soldadura mencionadas anteriormente (A, B, C, D), según la tabla 19.

4.2.3.3 Espesor de la carcasa

Carcasa cilíndrica sometida a presión interna.

Para obtener el valor del espesor mínimo de la carcasa, debido a su geometría cilíndrica, hay que calcular dos tipos distintos de espesor: el espesor circunferencial y el espesor longitudinal. De los dos, se selecciona el más restrictivo, es decir, aquel cuyo valor sea más grande.

$$t_c = \frac{P \cdot R}{S \cdot E - 0,6 \cdot P} \quad [\text{Ec. 22}] \quad \text{UG-27 [ASME]}$$

Para el cálculo del espesor circunferencial se emplea la ecuación [22], siendo:

- t_c , espesor circunferencial (ft).
- P, presión interna de diseño (psi).
- R, radio interno del tanque (ft).
- S, tensión máxima admisible del material de construcción (psi).
- E, eficacia de la soldadura.

Obteniendo como resultado:

$$t_c = 0,0073 \text{ ft} = 2,22 \text{ mm}$$

$$t_L = \frac{P \cdot R}{2 \cdot S \cdot E + 0,4 \cdot P} \quad [\text{Ec. 23}] \quad \text{UG-27 [ASME]}$$

El espesor longitudinal se calcula con la ecuación [23], obteniendo como resultado:

$$t_L = 0,0035 \text{ ft} = 1,1 \text{ mm}$$

Por lo tanto, el valor del espesor de carcasa sería el del espesor circunferencial. Pero, es necesario comprobar que este valor es superior al espesor mínimo de pared recogidos en la norma (Tabla 20).

Este espesor mínimo garantiza que el recipiente sea lo suficientemente rígido como para soportar su propio peso y el de cualquier carga ocasional.

Tabla 20. Mínimos espesores de pared en función del diámetro del recipiente según el código ASME sección VIII div.1 (ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC), Section VIII, Div. 1, 1930)

Vessel Diameter (m)	Minimum Thickness (mm)
1	5
1 to 2	7
2 to 2.5	9
2.5 to 3.0	10
3.0 to 3.5	12

En este caso, como el diámetro del recipiente es de 10,2 cm el espesor mínimo de la pared, según la tabla 20, debe ser de 5 mm.

Por todo ello, se puede concluir que el espesor de la carcasa es de 5 mm.

$$t_d = (t + CA) \cdot 1,125 \quad [\text{Ec. 24}]$$

Para calcular el espesor final de diseño de la carcasa (t_d) se emplea la ecuación [24] ya que es necesario aplicar un sobreespesor por corrosión (CA) y sobredimensionar dicho valor un 12,5%, de tolerancia de fabricación. Como sobreespesor por corrosión se toma un valor estándar y recomendado por la norma ASME, CA=2 mm. Por tanto:

$$t_d = (5 + 2) \cdot 1,125 = 7,875 \cong \mathbf{8 \text{ mm}}$$

4.2.3.4 Espesor de los cabezales

○ CABEZAL SUPERIOR

Se selecciona el cabezal elipsoidal, ya que para presiones superiores a 15 bar es el modelo más común y económico.

Por otro lado, al tratarse del mismo material y la misma temperatura que en la carcasa del recipiente el valor de tensión máxima admisible es el mismo, $S=12,1\text{ksi}=12100 \text{ psi}$. Pero el valor máximo admisible de la eficiencia de juntas es $E=1$, debido a que este cabezal está fabricado por moldeo.

$$t = \frac{P \cdot D}{2 \cdot S \cdot E - 0,2 \cdot P} \quad [\text{Ec. 25}] \quad \text{UG-27 [ASME]}$$

Por tanto, para el cálculo del espesor del cabezal superior se emplea la ecuación [25]. Obteniendo como resultado:

$$t = \mathbf{0,006 \text{ ft} = 1,84 \text{ mm}}$$

Aplicando la tolerancia por corrosión (CA), el valor final del espesor del cabezal superior es:

$$t = \mathbf{3,84 \text{ mm} \cong 4 \text{ mm}}$$

○ CABEZAL INFERIOR

Para la selección del tipo de cabezal inferior se calculan los espesores para los diferentes tipos y se selecciona el menor, para así reducir los costes.

$$P = P_{\text{diseño}} + P_{\text{hidrostática}} = P + \rho \cdot g \cdot H_L \quad [\text{Ec. 26}]$$

En este caso la presión vendrá dada por la ecuación [26], será la suma de la presión de diseño y la presión hidrostática del líquido contenido en el recipiente, de forma que:

$$P = 3 \cdot 10^6 \text{ pa} = 435,11 \text{ psi}$$

El recipiente dimensionado será de fondo plano por lo que para el cálculo del espesor del cabezal inferior se emplea la ecuación [27], siendo C una

constante de diseño dependiente de la restricción de borde, se asumen un valor típico $C=0,1$ según el Código ASME (*ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC), Section VIII, Div. 1, 1930*).

$$t = D \cdot \sqrt{\frac{C \cdot P}{S \cdot E}} \quad [\text{Ec. 27}]$$

$$t = 0,02 \text{ ft} = 6 \text{ mm}$$

4.2.4 PRESIÓN DE PRUEBA HIDROSTÁTICA

$$P_{prueba} = 1,3 \cdot P_{diseño} \cdot \frac{S_t}{S_d} \quad [\text{Ec. 28}] \quad \text{UG99b [ASME]}$$

Los recipientes deben someterse a una prueba hidráulica ya que se debe comprobar que son capaces de soportar una presión superior a la presión de diseño. Esta presión es la presión de prueba hidrostática, calculada mediante la ecuación [28], siendo:

- S_t , tensión máxima admisible a la temperatura de la prueba (Temperatura ambiente, 20-25 °C) $S_t=20000$ psi.
- S_d , tensión máxima admisible a la temperatura de diseño (300 °C) $S=12100$ psi.

$$P_{prueba} = 934,95 \text{ psi} = 64,46 \text{ bar}$$

4.2.5 RESISTENCIA DE CALENTAMIENTO DE LOS CALENTADORES DE AGUA (C-100) y (C-200)

La finalidad del calentador C-100 es calentar el agua hasta 225 °C en 8 minutos por lo que la potencia de la resistencia de calentamiento se calcula mediante la ecuación [29].

$$P = \frac{\dot{m}_{agua} \cdot Cp_{agua} \cdot \Delta T}{t} \quad [\text{Ec. 29}]$$

Los valores del C_p del agua correspondientes a las condiciones de diseño y a las ambientales son, respectivamente: (*Propiedades Termofísicas de Sistemas Fluidos*, n.d.)

$$Cp_{agua_diseño} = 2,5414 \frac{KJ}{Kg \cdot K}$$

$$Cp_{agua_ambiente} = 4,184 \frac{KJ}{Kg \cdot K}$$

Por lo tanto, el valor del Cp medio es:

$$Cp_{agua_{ambiente}} = 3,367 \frac{KJ}{Kg \cdot K}$$

Y la masa de agua se calcula a partir del volumen del calentador y la densidad del agua en las condiciones de diseño, de tal forma que:

$$\dot{m}_{agua} = 2 \cdot 10^{-3} \cdot 998,86 = 1,998 Kg$$

Concluyendo, la potencia de la resistencia de calentamiento del C-100 es:

$$P = 2,92 KW$$

4.2.5 AISLANTE DE LOS EXTRACTORES (B-100) y (B-200)

Las pérdidas de calor hacia el ambiente por convección natural del recipiente B-100/B-200 se calculan mediante la ecuación [30]:

$$Q = h_{CN} \cdot A \cdot (\Delta T) \quad [\text{Ec. 30}]$$

Siendo:

- Q, pérdidas de calor por convección natural
- h_{CN} , coeficiente de convección natural
- A, área externa del recipiente
- ΔT , variación entre la temperatura ambiente y la temperatura de pared del recipiente

Seleccionamos como coeficiente de convección natural:

$$h_{CN} = 20 \frac{W}{m^2 \cdot ^\circ C}$$

El área del recipiente se calcula mediante la ecuación [31] y con las dimensiones del recipiente calculadas en el apartado 4.2.2.1:

$$A = \pi \cdot D \cdot L \quad [\text{Ec. 31}]$$

$$A = 7,84 \cdot 10^{-2} m^2$$

Para el cálculo de la variación de temperatura se considera la temperatura ambiente con la condición más desfavorable, se corresponde a la temperatura mínima del laboratorio.

$$T_{mínima} = 17 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Y considerando la temperatura de pared externa igual a la temperatura del contenido del recipiente:

$$T_{pared} = 225 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Concluyendo, las pérdidas de calor por convección natural son:

$$Q = 326,29 \text{ W}$$

Por tanto, se puede diseñar el aislante para evitar estas pérdidas de calor cuyo espesor se calcula por diferencia de radios como indica la ecuación [32]

$$e = r_2 - r_1 \quad [\text{Ec. 32}]$$

Siendo:

- r_2 , radio exterior (desde el centro del reactor hasta el exterior del aislante)
- r_1 , radio interior (desde el centro del reactor hasta el interior del aislante)

Empleando la ley de Fourier, ecuación [33], se obtiene el valor del radio exterior:

$$q = -k \cdot 2\pi \cdot r \cdot L \cdot \frac{dT}{dr} = k \cdot 2\pi \cdot L \cdot \frac{\Delta T}{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)} \quad [\text{Ec. 33}]$$

Siendo:

- q , pérdidas de calor (W).
- k , conductividad térmica del material ($\frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{K}}$).
- L , altura del reactor (m)
- ΔT , diferencia de temperatura entre el exterior y el interior del recipiente (K).

Los cálculos de las pérdidas de calor y la diferencia de temperaturas entre el interior y el exterior del recipiente han sido reflejados previamente en este mismo apartado (4.2.5).

Mientras que las dimensiones del reactor (r_2 y L) se han calculado en el apartado 4.2.2.1.

Además, se ha seleccionado lana de vidrio como aislante, con una conductividad de 0,035 W/m·K


Por tanto, despejando de la ecuación [33] se obtiene el valor del radio exterior:

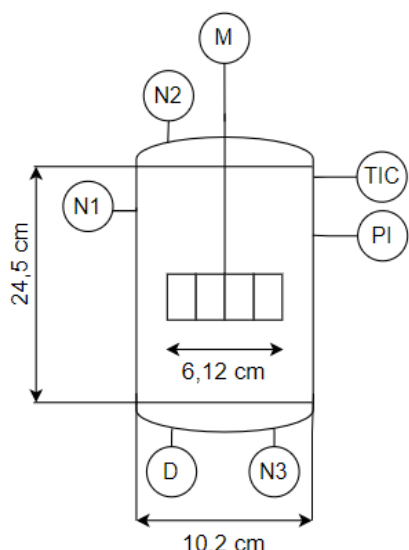
$$r_2 = 0,053 \text{ m}$$

Finalmente, mediante la ecuación [32] se calcula el espesor del aislante necesario para evitar las pérdidas de calor es:

$$e = 0,053 - 0,051 = 0,002 \text{ m} = \mathbf{2 \text{ mm}}$$

4.3 HOJAS DE ESPECIFICACIONES DE EQUIPOS

REV.		0		Nº		100	
FECHA		01/06/2023		UNIDAD		100	
POR		HLP		CLIENTE		Laboratorio PressTech UVA	
REV.		EA		LOCALIZACIÓN		VALLADOLID	
<div style="display: flex; justify-content: space-between; align-items: center;">  <div style="text-align: center;"> <h2>EXTRACTOR</h2> <h3>HOJA DE DATOS DE PROCESO</h3> </div> </div> <p>Universidad de Valladolid</p>							
1	Nº equipo: B - 100 / B - 200			Cantidad: 2			
2	Servicio: Extractor						
3	Fluidos: Mudas Litopenaeus Vannamei - Agua mili Q						
4	Volumen (L) 2						
5	Diámetro (ID) 10,2 cm			Altura: 24,50 cm			
6	Horizontal o Vertical: Vertical						
7	Agitador: SI						
8							
9	PRESIÓN (barg)			TEMPERATURA (°C)			
10		Op.	Diseño	Op.	Diseño		
11	Carcasa	30	31	225	300		
12	Camisa	-	-	-	-		
13	Serpentín	-	-	-	-		
14							
15	MATERIAL			CORROSIÓN			
16	Carcasa	316L		Nota 1			
17	Cabezales	316L		Nota 1			
18	Camisa	-		-			
19	Serpentín	-		-			
20	Agitador	316L		Nota 1			
21							
22	Dimensiones:						
23	Tipo de cabezales: Elipsoidal						
24	Código: ASME VIII Div 1						
25	Altura del líquido: 16,32 cm						
26							
27							
28	Alivio del estrés por razones de proceso:			NO			
29	Mínima elevación:						
30	Aislamiento: SI			Con: Lana de vidrio			
31	Espesor: 0,2 cm						
32	Resistencia eléctrica: SI			2,92 W			
33							
34	BOQUILLAS						
35	Marca Nº	Cantidad	Servicio				
36	N1	1	Entrada del líquido				
37	N2	1	Entrada de la suspensión				
38	N3	1	Salida de la suspensión				
39	PI	1	Indicador de presión				
40	TIC	1	Indicador controlador Tª				
41	D	1	Drenaje				
42							
43	NOTAS						
44	(1) Pendiente de confirmación.						
45							
46							
47							
48							
49							
50							
51							
52							
53							
54							
55							
56							





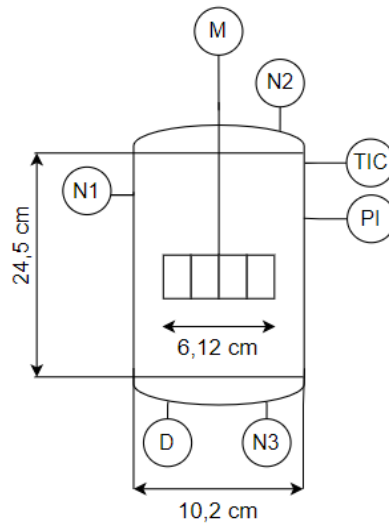
EXTRACTOR

HOJA DE DATOS DE PROCESO

Universidad de Valladolid

REV.	0			Nº	100
FECHA	01/06/2023			UNIDAD	100
POR	HLP			CLIENTE	Laboratorio PressTech UVA
REV.	EA			LOCALIZACIÓN	VALLADOLID

1	Nº equipo: B-101		Cantidad: 1	
2	Servicio: Extractor			
3	Fluidos: Mudas Litopenaeus Vannamei - Agua mil Q			
4	Volumen (L) 2			
5	Diámetro (ID) 10,2 cm		Altura: 24,50 cm	
6	Horizontal o Vertical: Vertical			
7	Agitador: SI			
8				
9			PRESIÓN (barg)	
10	Op.	Diseño	Op.	Diseño
11	Carcasa	30	31	175 300
12	Camisa	-	-	-
13	Serpentín	-	-	-
14			TEMPERATURA (°C)	
15			CORROSIÓN	
16	Carcasa	316L		Nota 1
17	Cabezales	316L		Nota 1
18	Camisa	-		-
19	Serpentín	-		-
20	Agitador	316L		Nota 1
21				
22	Dimensiones:			
23	Tipo de cabezales: Elipsoidal			
24	Código: ASME VIII Div 1			
25	Altura del líquido: 16,32 cm			
26				
27				
28	Alivio del estrés por razones de proceso: NO			
29	Mínima elevación:			
30	Aislamiento: SI		Con: Lana de vidrio	
31	Espesor: 0,2 cm			
32	Resistencia eléctrica: SI		2,92 W	
33				
34	BOQUILLAS			
35	Marca Nº	Cantidad	Servicio	
36	N1	1	Entrada del líquido	
37	N2	1	Entrada de la suspensión	
38	N3	1	Salida de la suspensión	
39	PI	1	Indicador de presión	
40	TIC	1	Indicador-controlador Tª	
41	D	1	Drenaje	
42				
43				
44				
45				
46				
47				
48				
49				
50				
51				
52				
53				
54				
55				
56				



NOTAS

(1) Pendiente de confirmación.

4.4 SELECCIÓN DE TANQUE AGITADO COMERCIAL (B-100, B-101 y C-100)

Los extractores (B-100, B-200 y B-101) tienen el mismo dimensionado por lo que se adquirirán tres unidades del dispositivo seleccionado. Además, los calentadores C-100 y C-200 son el mismo equipo que los extractores B-100 y B-200.

Tomando como base el dimensionado del equipo y las características necesarias de este, se ha seleccionado el reactor comercial ZipperClave® de Parker Autoclave Engineers, cuyas características se recogen en la Tabla 21.

Tabla 21. Características Reactor ZipperClave(P.-A. Engineers, n.d.)

Condiciones máximas de operación	2,200 psi @ 450 °F (151 bar @ 232 °C)
Volumen	2000 mL
Diámetro interior	5.0" (127 mm)
Altura interior	6.06" (153 mm)
Materiales para juntas (Temperatura)*:	Nitrile (250 °F / 121 °C) Ethylene-Propylene (300 °F / 149 °C) PTFE (400 °F / 204 °C) Fluorocarbon (450°F / 232°C) Silicone (400 °F / 204 °C) Perfluoroelastómero (500 °F / 260 °C)
Materiales del recipiente:	ANSI 316 Stainless Steel Hastelloy® C-276

*Se elegirá junta de Perfluoroelastómero

Este reactor destaca principalmente por tener un cierre de apertura rápida, permaneciendo la tapa de la unidad fija y desmontando fácilmente el cuerpo. En la figura 18 se puede observar su forma:

Figura 18. Reactor Zipperclave (Eutecnet, n.d.)



También es necesario seleccionar un agitador adecuado que permita operar a 245,11 rpm.

Figura 19. Turbina de palas inclinadas (P.-A. Engineers, n.d.)



El agitador seleccionado es una turbina de palas inclinadas (figura 19) adecuado para aplicaciones de líquidos/sólidos a alta velocidad. El ángulo de paso es de 45° y puede especificarse como flujo ascendente o descendente. Además, está provisto de un sólido eje. El diámetro del agitador es de 2" (50,8 mm) (P.-A. Engineers, n.d.).

El motor Mag075, de velocidad variable conectado mediante una correa MagneDrive®. Es un motor de corriente continua de $\frac{1}{2}$ HP y armaduras de 90 o 180 voltios. Además, estos motores requieren accionamientos electrónicos.

4.5 NECESIDADES DE LA PLANTA PILOTO

Para el estudio de las necesidades de la planta se establecen 3 ciclos idénticos de 5 semanas cada uno, completando así el cuatrimestre. Las fechas de cada ciclo (para el último cuatrimestre del año 2023) se indican en la tabla 22.

Tabla 22. Fechas de los ciclos del cuatrimestre

Ciclo	Fecha inicio	Fecha fin
1	04/09/2023	06/10/2023
2	09/10/2023	10/11/2023
3	13/11/2023	15/12/2023

Se asignan los 9 primeros días del ciclo para el pretratamiento de las cáscaras debido a la capacidad del horno de secado (T-100) del laboratorio y los días restantes para el desarrollo completo de las numerosas extracciones. El secadero spray (T-101) solo se emplea el último día del ciclo debido a su gran capacidad.

La programación de las necesidades de servicios auxiliares, de almacenamiento y de los diferentes equipos de la planta se realiza semanalmente. Las líneas naranjas se corresponden a los servicios auxiliares, las azules al almacenamiento y las amarillas a los equipos del laboratorio, tal y como muestran los diagramas de Gantt (Figuras 20-24).

Cada color corresponde a:

- *Servicios Auxiliares* —
- *Almacenamiento* —
- *Equipos de laboratorio* —

Figura 20. Diagrama de Gantt de la semana 1.

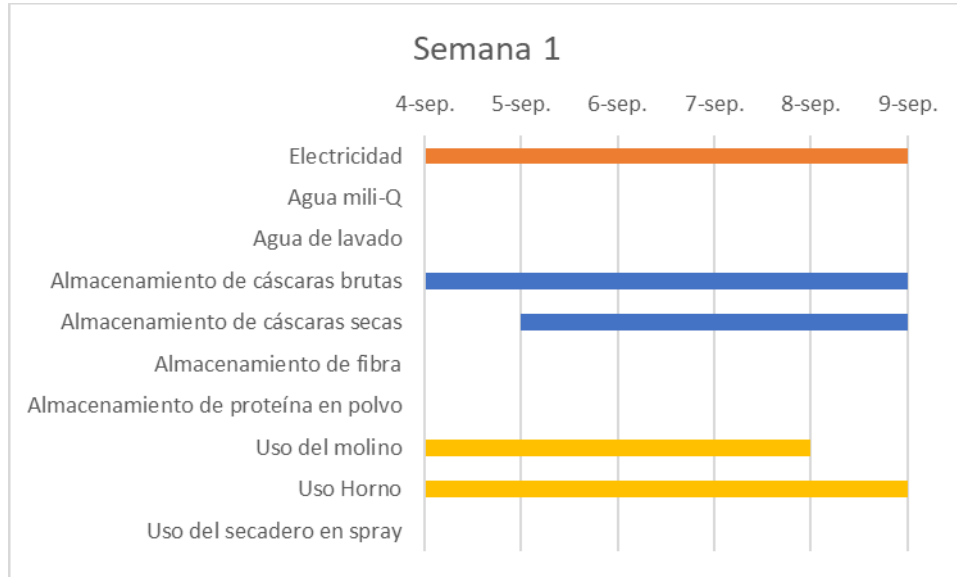


Figura 21. Diagrama de Gantt de la semana 2.

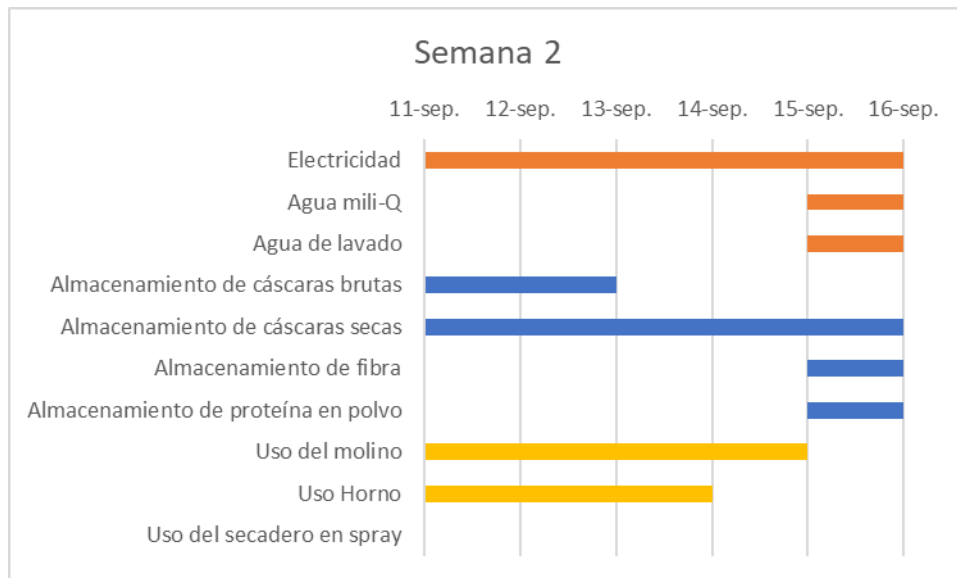


Figura 22. Diagrama de Gantt de la semana 3.

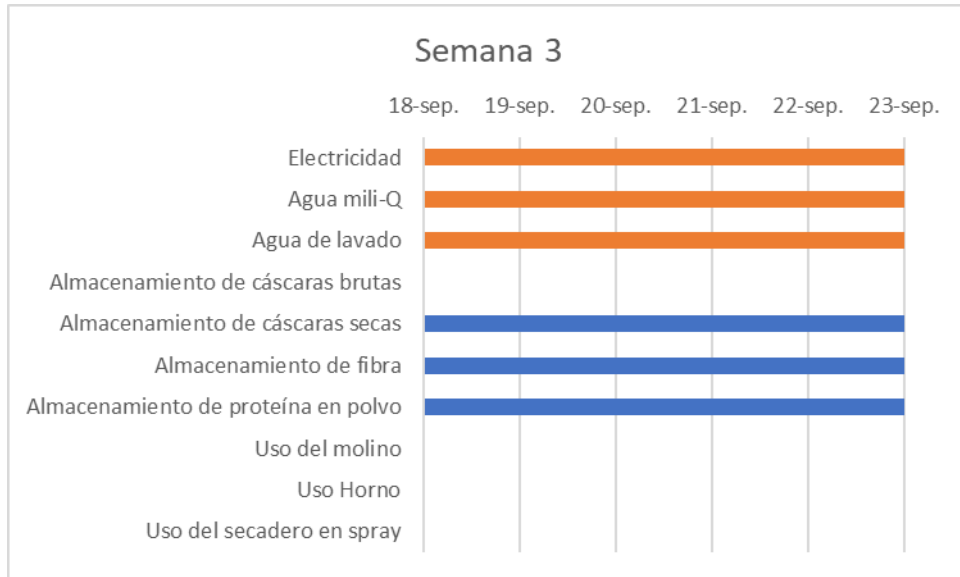


Figura 23. Diagrama de Gantt de la semana 4.

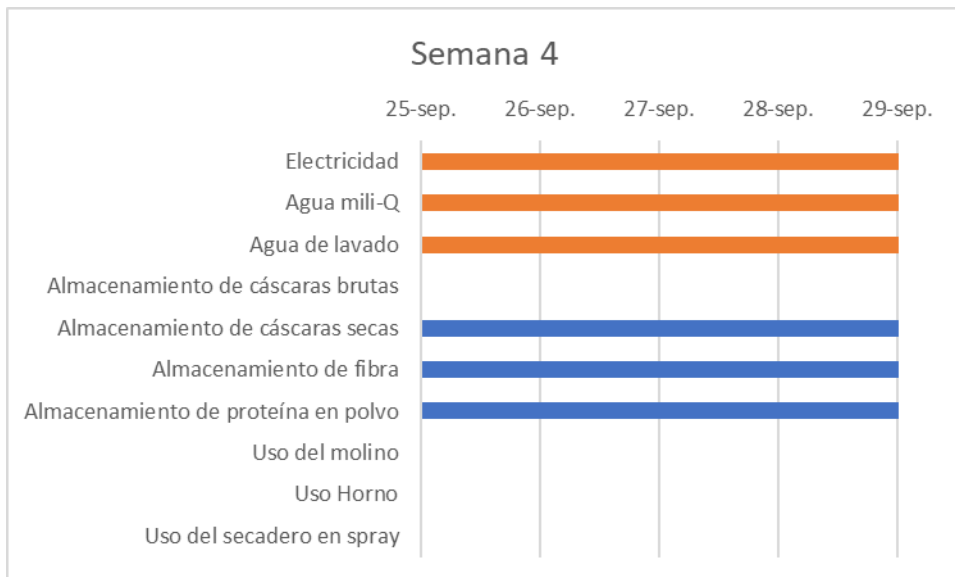
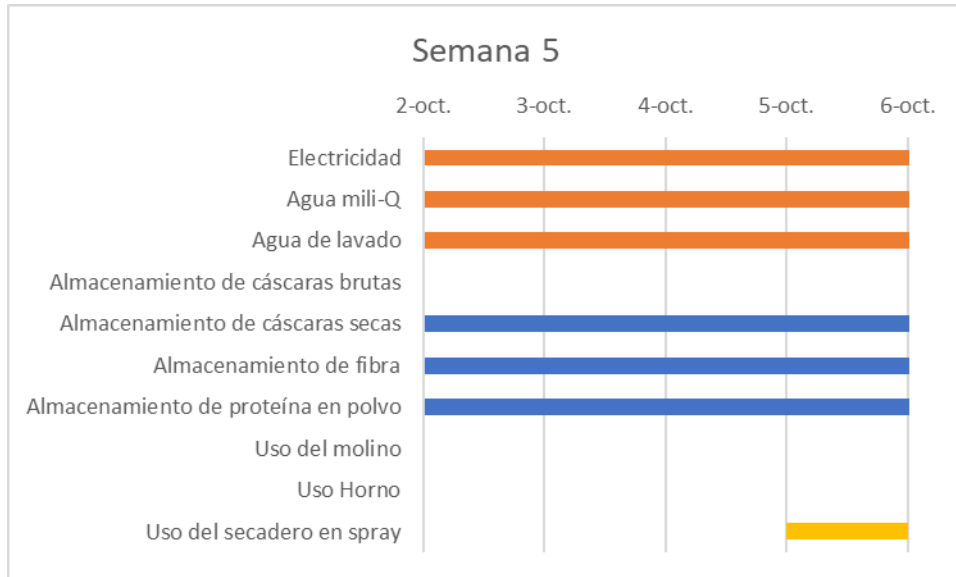


Figura 24. Diagrama de Gantt de la semana 5.



De forma análoga se organizan las semanas de los ciclos 2 y 3.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

El trabajo experimental realizado en el laboratorio ha permitido concluir que es posible extraer proteínas de la cáscara de *Litopenaeus Vannamei* utilizando solo agua como disolvente. La cantidad de proteínas extraídas de la materia prima se maximiza trabajando a 225 °C, 1000 rpm y con una relación S/F de 40.

En el diseño de la planta piloto para la extracción de proteínas se propone, en primer lugar, llevar a cabo un pretratamiento de las mudas para obtener polvo de muda y, seguidamente, realizar dos extracciones en serie, es decir, el segundo extractor trabaja con la fase sólida resultante de la primera extracción.

Se han determinado las dimensiones y condiciones de diseño del extractor (B-100), y por razones de versatilidad y de mantenimiento se decide adquirir tres extractores iguales, dos de ellos que trabajan alternativamente en la primera etapa de extracción (B-100 y B-200) para lograr mayor capacidad de tratamiento y el tercero (B-101) es el extractor de la segunda etapa de extracción. Las dimensiones calculadas de los extractores son: 10,2 cm de diámetro y 24,5 cm de altura. La altura del líquido requerida son 16,32 cm y el agitador requiere 8,6 cm de diámetro.

Comercialmente no existe un extractor exactamente con dichas dimensiones, por ello, se selecciona el reactor ZipperClave de Parker Autoclave Engineers, cuyas dimensiones son muy similares.

A partir de los balances de materia realizados se concluye que se necesitan 86,85 kilogramos de cáscara bruta para que durante un cuatrimestre y mediante 300 extracciones se obtengan 1,2 kilogramos de proteína en polvo y 10,8 kilogramos de fibra.

También se requiere energía calorífica para el funcionamiento de determinados equipos, concretamente, el horno (T-100) necesita 402 W y el primer y segundo extractor requieren 2,33 KW y 1,77 KW, respectivamente. Los consumos eléctricos serán mayores y dependerán del rendimiento de estos equipos.

Como trabajo futuro, la investigación podría continuar con el fraccionamiento de la fase sólida obtenida de la segunda extracción, tras el filtrado y la centrifugación, es decir, la fibra obtenida en esta planta piloto. Debido a que es un residuo sólido rico en minerales y en quitina. Y la quitina, tal y como se indica en la introducción de este TFG, es un producto muy valioso con numerosas aplicaciones.

CAPÍTULO 6. BIBLIOGRAFÍA

- Acuicultura de España.* (n.d.). Retrieved March 1, 2023, from https://acuiculturadeespana.es/?utm_source=blog&utm_medium=sm_web_acuicultura&utm_campaign=home&utm_content=1_06_2021
- Agitacion.* (n.d.). Retrieved May 17, 2023, from <https://www.slideshare.net/guest6d731e/agitacion-1735401>
- Bioaquafloc.* (n.d.). Retrieved March 1, 2023, from <https://www.bioaquafloc.com/que-es-el-langostino-o-camaron-vannamei/>
- Cardoso, E., & Cerecedo, M. (2008). *Revista iberoamericana de.* 20(1), 1–2. <https://rieoei.org/historico/deloslectores/2652EspinosaV2.pdf>
- ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC), section VIII, Div. 1.* (1930).
- Corteel, M., Dantas-Lima, J. J., Wille, M., Alday-Sanz, V., Pensaert, M. B., Sorgeloos, P., & Nauwynck, H. J. (2012). Moulting cycle of laboratory-raised *Penaeus (Litopenaeus) vannamei* and *P. monodon*. *Aquaculture International*, 20(1), 13–18. <https://doi.org/10.1007/s10499-011-9437-9>
- Cruz Fernando. (2015). *Métodos de Estimación para Viscosidad.* 6. <http://tecno.cruzfierro.com/formularios/viscosidad>
- EL Knidri, H., Dahmani, J., Addaou, A., Laajeb, A., & Lahsini, A. (2019). Rapid and efficient extraction of chitin and chitosan for scale-up production: Effect of process parameters on deacetylation degree and molecular weight. *International Journal of Biological Macromolecules*, 139, 1092–1102. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.08.079>
- Engineers, P.-A. (n.d.). *Stirred Reactors Laboratory.* <http://www.parkon.com.tr/download/Autoclave%20EngineersEcatV3.pdf>
- Escuela superior politécnica del litoral.* (2016). *Diseño y simulación de un tanque mezclador de 10,000 gal.* <http://www.dspace.espol.edu.ec/xmlui/handle/123456789/36620>
- Eutecnet. (n.d.). *Floor stand zipperclave reactors.* <https://www.eutecnet.com/?instrumentacion=floor-stand-zipperclave-reactors>
- Francis Richardson's, J. (2018). *Chapter 7 - Liquid Mixing Coulson and Richardson's Chemical Engineering (Seventh Edition) (Vol. 1A).*

- Giraldo, J. (2015). *Propiedades, obtención, caracterización y aplicaciones del quitosano*. University of Concepcion, MAY.
<https://doi.org/10.13140/RG.2.1.3350.9287>
- Grupo GIDOLQUIM. (n.d.). *Activación de reacciones químicas mediante microondas | Técnicas y operaciones avanzadas en el laboratorio químico (TALQ)*. Retrieved March 30, 2023, from
<https://www.ub.edu/talq/es/node/291>
- H Hernández, C., E Águila, A., O Flores, A., E L Viveros, N., & E Ramos, C. (2009). *Obtención y caracterización de quitosano a partir de exoesqueletos de camarón*. *Superficies y Vacío*, 22(3), 57–60.
http://smcsyv.fis.cinvestav.mx/supyvaca/22_3/SV2235709.pdf
- Hernández-Cocolezzi, H., Águila-Almanza, E., Flores-Agustin, O., Viveros-Nava, E. L., & Ramos-Cassellis, E. (2009). *Obtención y caracterización de quitosano a partir de exoesqueletos de camarón*. *Superficies y Vacío*, 22(3), 57–60.
http://smcsyv.fis.cinvestav.mx/supyvaca/22_3/SV2235709.pdf
- Irestal Group. (2010). *Irestal. Tablas Técnicas Del Acero Inoxidable, 1–4*.
<http://data.irestal.com/files/files/2012030204152933979.pdf>
- Laboratorios y equipamiento - PressTech. (n.d.). Retrieved June 17, 2023, from
<https://presstech.uva.es/laboratorios-y-equipamiento/>
- Lv, J., Lv, X., Ma, M., Oh, D. H., Jiang, Z., & Fu, X. (2023). *Chitin and chitin-based biomaterials: A review of advances in processing and food applications*. In *Carbohydrate Polymers (Vol. 299)*. Elsevier Ltd.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.120142>
- Manlleus. (2022, December 17). *Quitina*.
<https://www.quimica.es/enciclopedia/Quitina.html>
- Mármol, Z., Páez, G., Rincón, M., Araujo, K., & Aiello, C. (2011). *Quitina y Quitosano polímeros amigables . Una revisión de sus aplicaciones Chitin and Chitosan friendly polymer . A review of their applications*. *Revista Tcnocientífica URU*, August 2016, 53–58.
- Ministerio de producción. (2010). *Situación actual de la acuicultura en el Perú*. Dirección General de ACuicultura, *Acuicultura*, 2.
[http://www2.produce.gob.pe/RepositorioAPS/3/jer/ACUISUBMENU4/boletin es/SITUACIÓN ACTUAL DE LA ACUICULTURA EN EL PERÚ.pdf](http://www2.produce.gob.pe/RepositorioAPS/3/jer/ACUISUBMENU4/boletin/es/SITUACIÓN ACTUAL DE LA ACUICULTURA EN EL PERÚ.pdf)

- Norma ASTM D1193-06. (n.d.). CALIDAD DEL AGUA. Norma ASTM D1193-06, CALIDAD DEL AGUA. <https://www.wasserlab.com//el-agua-pura/estandares-para-la-calidad-del-agua-6>
- Paloma, C. C. L., & Efrén, H. B. (2011). Use of microwaves in the pharmaceutical industry. *Revista Mexicana de Ciencias Farmaceuticas*, 42(4), 1–21. https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1870-01952011000400002
- Prado, J., & Morán, E. (2011). Síntesis asistida por microondas de sólidos inorgánicos *Investigación Química Introducción. An Quim*, 107(2), 129–136. www.rseq.org
- Propiedades termofísicas de sistemas fluidos. (n.d.). Retrieved May 17, 2023, from <https://webbook.nist.gov/chemistry/fluid/>
- Reactor de microondas: Monowave :: Anton-Paar.com. (n.d.). Retrieved April 3, 2023, from <https://www.anton-paar.com/es-es/productos/detalles/sintesis-asistida-por-microondas-monowave-400200/>
- Richard Mills. (2018). Fundamentos análisis FTIR. <https://www.fossanalytics.com/es-ar/news-articles/technologies/a-short-intro-to-ftir-analysis>
- Rocha, J., Garcia-Carreño, F. L., Muhlia-Almazán, A., Peregrino-Uriarte, A. B., Yépiz-Plascencia, G., & Córdova-Murueta, J. H. (2012). Cuticular chitin synthase and chitinase mRNA of whiteleg shrimp *Litopenaeus vannamei* during the molting cycle. *Aquaculture*, 330–333, 111–115. <https://doi.org/10.1016/j.aquaculture.2011.12.024>
- APROMAR. (2021). *La Acuicultura En España (Vol. 3)*. <https://apomar.es/apomar-publica-su-informe-anual-la-acuicultura-en-espana-2022/>

CAPÍTULO 7.

ANEXOS

ANEXO 1. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Cod	Repetition	Temperature	Applied Energy		Severity Factor		Isothermal Temperature		Isothermal time	Rotation speed	S/F	Particle Size (90%)	
(-)	(-)	(°C)	Av (J)	SD (J)	Av (-)	SD (-)	Av (°C)	SD (°C)	(min)	(rpm)	(mL/g)	Av (µm)	SD (µm)
Rotation speed (rpm)													
CP_T225P850t10R600	R1 + R2	225	31,4	0,1	6,63 46	0,00 38	225,0	0,3	10	600	20	483	9
CP_T225P850t10R1000	R1 + R2	225	34	1	6,81	0,02	225,1	0,3	10	1000	20	483	9
Temperature (°C) effect (t = 0 min)													
CP_T225P850t0R1000	R1 + R2	225	18,6 4	0,07	1,94 8	0,01 3	-	-	-	1000	20	483	9
CP_T175P850t0R1000	R4 + R5	175	13,0	0,2	1,20 3	0,00 7	-	-	-	1000	20	483	9
Temperature (°C) effect (t = 10 min)													
CP_T225P850t10R1000	R1 + R2	225	34,3	1,3	6,81	0,02	225,1	0,3	10	1000	20	483	9
CP_T175P850t10R1000	R3 + R4	175	22,9	0,2	4,60	0,04	175,0	0,3	10	1000	20	483	9
Isothermal time (min) effect (T = 175 °C)													
CP_T175P850t0R1000	R4 + R5	175	13,0	0,2	1,20 3	0,00 7	-	-	0	1000	20	483	9
CP_T175P850t10R1000	R3 + R4	175	22,9	0,2	4,60	0,04	175,0	0,3	10	1000	20	483	9
CP_T175P850t20R1000	R1 + R2	175	30,3	0,9	4,75	0,02	175,0	0,2	20	1000	20	483	9
Isothermal time (min) effect (T = 225 °C)													
CP_T225P850t0R1000	R1 + R2	225	18,6 4	0,07	1,94 8	0,01 3	-	-	0	1000	20	483	9
CP_T225P850t10R1000	R1 + R2	225	34,3	1,3	6,81	0,02	225,1	0,3	10	1000	20	483	9

Cod	Repetiti on	Temperat ure	Applied Energy		Severity Factor		Isothermal Temperature		Isothermal time	Rotation speed	S/F	Particle Size (90%)	
(-)	(-)	(°C)	Av (J)	SD (J)	Av (-)	SD (-)	Av (°C)	SD (°C)	(min)	(rpm)	(mL/ g)	Av (µm)	SD (µm)
Particle size (µm) (0min)													
CP_T175P850t0R1000	R4 + R5	175	13,0	0,2	1,20 3	0,00 7	-	-	0	1000	20	483	9
CP_T175P850t0R1000S125	R1 + R2	175	13,3	0,4	1,19 9	0,00 4	-	-	0	1000	20	125	6
Particle size (µm) (t = 10 min)													
CP_T175P850t10R1000	R3 + R4	175	22,9	0,2	4,60	0,04	175,0	0,3	10	1000	20	483	9
CP_175P850t10R1000S125	R1 + R2	175	23,3	0,3	4,46	0,02	175,1	0,2	10	1000	20	125	6
S/F (mL/g) (T = 175 °C)													
CP_T175P850t0R1000m2	R1 + R2	175	13,2	0,4	1,19 6	0,00 7	-	-	0	1000	10	483	9
CP_T175P850t0R1000	R4 + R5	175	13,0	0,2	1,20 3	0,00 7	-	-	0	1000	20	483	9
CP_T175P850t0R1000m0.5	R1 + R2	175	12,5 2	0,04	1,18	0,01	-	-	0	1000	40	483	9
S/F (mL/g) (T = 225 °C)													
CP_T225P850t0R1000m2	R1 + R2	225	18,9	0,3	1,87 8	0,00 3	-	-	0	1000	10	483	9
CP_T225P850t0R1000	R1 + R2	225	18,6 4	0,07	1,94 8	0,01 3	-	-	0	1000	20	483	9
CP_T225P850t0R1000m0.5	R1 + R2	225	18,9	1,2	1,91 5	0,00 9	-	-	0	1000	40	483	9
Optimal point													
CP_T225P850t0R1000m0.5	R1 + R2	225	18,9	1,2	1,91 5	0,00 9	-	-	0	1000	40	483	9
Reactor de Berghof	R1 + R2	225	273	57	2,34	0,03	-	-	0	1000	40	483	9
CP_T225P850t0R1000m0.5S 125	R1 + R2	225	18,3	0,8	1,91	0,02	-	-	0	1000	40	125	6

Cod	Extraction Yield		pH			Protein (BCA)		AA (Ninhydrin)		Suma BCA+AA	Co-Extraction	TOC		IC		TN	
	Av (%)	SD (%)	Initial (-)	Final Av (-)	Final SD (-)	Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)	(%)	(%)	Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)
Rotation speed (rpm)																	
CP_T225P850t10R600	31	4	9,43	8,47	0,06	6,1	0,3	2,9	0,4	9,0	22,3	6,3	0,7	0,30	0,06	2,1	0,2
CP_T225P850t10R1000	28,2	0,7	9,43	8,540	0,014	6,2	0,2	3,4	0,2	9,6	18,6	6,8	0,09	0,3368	0,0005	2,1	0,03
Temperature (°C) (0 min)																	
CP_T225P850t0R1000	24,7	1,4	9,43	8,80	-	6,6	0,3	1,1	0,04	7,7	17,0	5,1	0,2	0,192	0,006	1,6	0,2
CP_T175P850t0R1000	16,8	0,4	9,43	9,000	0,014	3,5	0,2	0,5	0,04	4,0	12,8	2,4	0,086	0,210	0,011	0,8	0,03
Temperature (°C) (10 min)																	
CP_T225P850t10R1000	28,2	0,7	9,43	8,540	0,014	6,2	0,2	3,4	0,2	9,6	18,6	6,8	0,09	0,3368	0,0005	2,1	0,03
CP_T175P850t10R1000	22,8	0,9	9,43	8,70	0,03	6,6	0,5	0,8	0,05	7,4	15,4	4,9	0,3	0,225	0,002	1,6	0,14
Isothermal time (min) effect (T = 175 °C)																	
CP_T175P850t0R1000	16,8	0,4	9,43	9,000	0,014	3,5	0,2	0,5	0,02	4,0	12,8	2,4	0,086	0,210	0,011	0,8	0,03
CP_T175P850t10R1000	22,8	0,9	9,43	8,70	0,03	6,6	0,5	0,8	0,05	7,4	15,4	4,9	0,3	0,225	0,002	1,6	0,14
CP_T175P850t20R1000	23,9	0,6	9,43	8,460	0,014	5,1	0,5	1,0	0,16	6,13	17,8	5,2	0,7	0,28	0,03	1,6	0,2
Isothermal time (min) effect (T = 225 °C)																	
CP_T225P850t0R1000	24,7	1,4	9,43	8,80	-	6,6	0,3	1,1	0,04	7,7	17,0	5,1	0,2	0,192	0,006	1,6	0,2
CP_T225P850t10R1000	28,2	0,7	9,43	8,540	0,014	6,2	0,2	3,4	0,2	9,6	18,6	6,8	0,09	0,3368	0,0005	2,1	0,03

Cod (-)	Extraction Yield		pH			Protein (BCA)		AA (Ninhydrin)		Suma BCA+AA	Co-Extraction	TOC		IC		TN	
	Av (%)	SD (%)	Initial (-)	Final Av (-)	Final SD (-)	Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)	(%)	(%)	Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)	Av (%)	SD (%)
Particle size (0 min)																	
CP_T175P850t0R1000	16,8	0,4	9,43	9,000	0,014	3,5	0,2	0,54	0,02	4,0	12,8	2,486	0,013	0,210	0,011	0,86	0,03
CP_T175P850t0R1000 S125	21	2	9,43	9,08	0,04	5,9	0,3	0,70	0,11	6,6	14,4	3,806	0,06	0,164	0,0008	1,23	0,02
Particle size (10 min)																	
CP_T175P850t10R1000	22,8	0,9	9,43	8,70	0,03	6,6	0,5	0,80	0,05	7,4	15,4	4,903	0,3	0,225	0,002	1,66	0,14
CP_175P850t10R1000 S125	28,4	1,2	9,43	8,77	-	5,8	0,3	0,92	0,05	6,7	21,7	5,619	0,09	0,199	0,00095	1,70	0,06
S/F (mL/g) (T = 175 °C)																	
CP_T175P850t0R1000 m2	16,4	0,5	9,55	8,81	0,08	2,5	0,2	0,58	0,06	3,1	13,3	2,799	0,06	0,12	0,02	0,84	0,06
CP_T175P850t0R1000	16,8	0,4	9,43	9,000	0,014	3,5	0,2	0,54	0,02	4,0	12,8	2,486	0,013	0,210	0,011	0,86	0,03
CP_T175P850t0R1000 m0.5	18,65	0,04	9,58	8,99	0,06	4,2	0,4	0,58	0,03	4,8	13,9	2,518	0,08	0,28	0,02	0,88	0,08
S/F (mL/g) (T = 225 °C)																	
CP_T225P850t0R1000 m2	23,1	0,5	9,55	8,8	0,2	2,7	0,7	1,103	0,014	3,8	19,3	5,506	0,6	0,14	0,02	1,69	0,04
CP_T225P850t0R1000	24,7	1,4	9,43	8,80	-	6,6	0,3	1,11	0,04	7,7	17,0	5,102	0,2	0,192	0,006	1,60	0,2
CP_T225P850t0R1000 m0.5	28,8	1,3	9,58	8,77	0,08	8,0	0,3	0,97	0,02	9,0	19,8	5,202	0,2	0,143	0,005	1,81	0,06
Optimal point																	
CP_T225P850t0R1000 m0.5	28,8	1,3	9,58	8,77	0,08	8,0	0,3	0,97	0,02	9,0	19,8	5,202	0,2	0,143	0,005	1,81	0,06
Reactor de Berghof	37	2	9,58	8,83	0,02	6,6	0,5	1,92	0,09	8,5	28,9	5,704	0,4	0,26	0,04	1,97	0,05
CP_T225P850t0R1000 m0.5S125	32,15	0,95	9,58	8,82	0,04	7,9	0,3	1,20	0,2	9,1	23,0	5,703	0,3	0,205	0,008	1,94	0,05

ANEXO 2. SELECCIÓN DE MATERIALES.

Tabla 23. Selección de material. Fuente: Seán Moran, *An Applied Guide to Process and Plant Design*, Elsevier IChEmE 2nd Ed. (2019)

	Brass	Bronze	Alloy 20	Hastelloy C	Monel	304 stainless steel	316 stainless steel	Titanium	Silicon Iron	Tantalum	Copper	Aluminum	Carbon steel	Butyl rubber	Epoxy	Hypalon	Natural rubber	Neoprene	Nitrile rubber	Nylon	Phenolic	Polyethylene	Polypropylene	PVC	Silicone elastomer	TFE	Ceramic, alumina	Graphite	
Acetaldehyde			A	A		A	A	A	A	A	A	A	N	N	N	A	A	A	N	N			B	N		A	A	A	
Acetic acid, 20%	C	C	A	A	B	A	A	A	A	A	A	A	N	A	A	A	C	C	A	N	N	C	A	A	A	A	A	A	
Acetic acid, 80%	C	C	A	A	B	A	A	A	A	A	A	A	N	A	A	A	C	C	A	N	N	C	A	A	A	A	A	A	
Acetic acid, glacial	C	C	A	A	B	A	A	A	A	A	A	A	N	A	A	A	C	C	A	N	N	C	B	N		A	A	A	
Acetic anhydride	C	C	B	A		A	B	A		A	A	A	C	C	A	A	A	A	N	N	N	B	A	A	N		A	A	
Acetone	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C	A	N	C	A	A	A	A	C	N	N		A	A	
Aluminum chloride	C	C	C	A	N	N	C	C	C	C	A	C	C	A	A	A	A	A	N	A	A	A	A	A	C		A	A	
Aluminum sulfate	C	C	C	A	C	C	C	A	A	A	C	C	N	C	C	A	A	A	A	C	A	A	A	A			A	A	
Ammonia, 10%	N	N	A	A	N	A	A	A	A	A	C	C	C	C	C	A	A	A	A	A	A	A	A	A			A	A	
Ammonium chloride	N	N	C	A	C	C	C	A	C	A	N	C	C	C	C	A	A	N	A	A	A	A	A	A		A	A	A	
Ammonium nitrate	N	N	A	C	N	A	A	A	A	A	N	A	C	C	C	A	A	A	A	A	A	A	A	A			A	A	
Ammonium phosphate	N	N	A	A	N	A	A	A	A	A	C	C	C	C	C	A	A	A	A	A	A	A	A	A			A	A	
Ammonium sulfate	N	C	A	A	C	A	C	A	A	A	C	A	C	A	A	C	N	A	A	N	N	A	A	A		A	A	A	
Amyl acetate			A	A	A		A	A		A						B	N	N	N	N	C	N	N	N			A	A	
Amyl alcohol	B		A	A		A	A	A	A	A	A	A				C	B	A					A	A			A	A	
Amyl chloride	B		A	A	A	A	B		A	A		N				C	N	B		C		N	N	N			A	A	
Aniline	N	N	A	A	A	A	A	C	A	N	N	N	A		B	B	N	N	N		B	N	B	N			A	A	
Aqua regia	N	N	N	C	N	N	N	A	N	A	N	N	N		N	C				N	N	B	N	N			A	A	
Arsenic acid	N		B	B	B	B	B	A	C		N	N	N				A	A		N		B	A	A			A	A	
Barium chloride	A	A	A	A	A	B	B	A	A	A	A	N		A	A	B	C	A	A	A	A	A	A	A		A	A	A	
Barium sulfate	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A		A	A	A	C	A	A	A	A	A	A	A		A	A	A	
Beer			A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C		A	A	A	A	A	N		A	A	A			A	A	
Benzaldehyde	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A				N	N	N	N	N	A	B	A	B	N		A	A	
Benzene	A		A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	N	A	B	N	N	N	N	A	A	N	B	N		A	A	
Benzoic acid		C	A	A		C	A	B	A	A	A	A				A	N	N	N	C	A	C	A	A		N	C	A	
Borax	A	A	A	A	C	A	A	A	A	A	A	N				A	A	A	A	A	A	A	A	A			A	A	
Boric acid	N	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C	A	N	A		A	A	A	A	A	A	A	A	A			A	A	
Bromine water	C	C	N	A	C	N	N	A	N		C	N	N		B	N	N	N	N	N	N	N	N	B			A	A	
Butyl acetate	A		C	A	A	C	C	A	A	A	B				B	N	N			A	N	N	N	N			A	A	
Butyric acid	B	A	A	A	A	C	A	B	A	A	A	B			C	N	A	N	A	N	N	N	N	N			A	A	
Calcium bisulfate	N	A	C	A	N	C	C	C	N	A	A	A		A	A	A	N	A	A	A	A	A	A	N			A	A	
Calcium chloride	N	A	A	A	N	C	A	A	A	A	A		C	A	A	A	C	A	A	N	A	A	A	A			A	A	
Calcium hypochlorite	C	A	C	C	C	C	C	A	A	A	C	C	C	C	C	B	B	N	N	N	N	A	A	A			A	A	
Furfural	A	C	A	A	A	C	C	A	A	A	A	A	A	A	A	B	N	N	N	N	A	A	N	N			A	A	
Gasoline	A	A	A	A	A	A	A	N	A	A	A	A	C	N	C	N	N	N	N	A	A	A	N	N	B	C	A	A	
Glycerine	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C	A	A	N	A	A	A	A			A	A	
Heptane	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A				C	C	B	C	A	A	N	B	A			A	A	
Hexane			A	A	A	A	A	A	A	A	A	A				B	C	B	A	A		N	B	B			A	A	
Hydrobromic acid, 20%	N	N	N	A	N	N	N	A	N	A	N	N	N		C	A	N	C	A	N	A	A	A	A			A	B	
Hydrochloric acid, 0%–25%	N	N	N	C	C	N	N	C	A	A	C	N	N	C	A	A	N	A	C	N	A	A	A	A			A	B	
Hydrochloric acid, 25%–37%	N	N	N	C	C	N	N	C	A	A	C	N	N	C	A	A	N	A	C	N	A	A	A	A			A	B	
Hydrocyanic acid	N	N	A	A	A	A	A		A	A	N	N	N		A	A	A			N	N		A	A			A	B	
Hydrofluoric acid, 10%	N	N	B	A	A	B	B	N	N	N	N	N	N	A	A	A	A	A	N	N	N	A	A	B			A	N	
Hydrofluoric acid, 30%	N	N	B	A	A	B	B	N	N	N	N	N	N	A	A	A	A	N	N	N	N	A	A	A			A	N	
Hydrofluoric acid, 60%	N	N	B	A	A	B	B	N	N	N	N	N	N	A	A	C	A	N	N	N	A	A	A	C			A	N	
Hydrogen peroxide, 30%	N	N	A	A	C	C	A	A	C	A	C	C	C	C	B	A	N	C	A	N	N	A	B	A			A	A	
Hydrogen peroxide, 50%	N	N	A	A	C	C	A	A	C	A	C	C	C	C	B	A	N	C	A	N	N	N	B	B			A	A	
Hydrogen peroxide, 90%	N	N	A	A		C	A	A	C	A	C	C	C	N		C	N	N	A	N	A	B	B	N	C		A	A	
Hydrogen sulfide, aqueous	N	N	A	A	N	C	A	A	A	A	N	A	C	A	A	A	N	A	A	N	A	A	B	A			A	A	
Iodine in alcohol	N	A	A			A	N	N						N						N	N	N	B	N	C			A	A
Kerosene	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A				A	N	N	N	N		A	N	C			A	A	A
Lactic acid	A	A	A	A		B	B	A	A	A	A	A	N			A	A	A	A	A	C	A	A	A			A	A	A
Lead acetate			A	A		A	A	A	A	A		A				A	A	A	A	N	A	A	A	A			A	A	A
Magnesium chloride	C	C	A	A	A	A	A	A	A		C	C	C	A	A	A	A	A	N	A	A	A	A	A	C		A	A	A
Magnesium nitrate	A	A	A	A	A	A	A	A	A							A	A	C	A	A	A	A	A	A			A	A	A
Magnesium sulfate	A	A	A	A	A	A	A	A		A	C	C				A	A	A	A	N	A	A	A	A	C		A	A	A
Maleic acid	A	A	A	A		A	A	A	C							A	A	A			A	A	A	A			A	A	A
Methanol	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A				A	A	A	A	A	A	B	B	A			A	A	A
Methyl chloride	C		A	A	A	A	A	A	A	A		N		N		N	N	N	C		C	N	N	N			A	A	A

ANEXO 3. PROPIEDADES DEL ACERO INOXIDABLE

Tabla 24. Tablas técnicas del acero inoxidable (Irestal Group, 2010)

AUSTENÍTICO							SERIE 400 - FERRÍTICO		
Acero al Cromo - Níquel - Molibdeno				Acero refractario			Acero al Cromo		
316	316 S	316 L	316 Ti	309	310	310 S	409	420	430
C% 0,08 Máx.	C% 0,08 Máx.	C% 0,03 Máx.	C% 0,08 Máx.	C% 0,20 Máx.	C% 0,25 Máx.	C% 0,08 Máx.	C% 0,08 Máx.	C% 0,15 Min.	C% 0,10 Máx.
Mn% 2,00 Máx.	Mn% 2,00 Máx.	Mn% 2,00 Máx.	Mn% 2,00 Máx.	Mn% 2,00 Máx.	Mn% 2,00 Máx.	Mn% 2,00 Máx.	Mn% 1,00 Máx.	Mn% 1,00 Máx.	Mn% 1,00 Máx.
Si% 1,00 Máx.	Si% 1,00 Máx.	Si% 1,00 Máx.	Si% 1,00 Máx.	Si% 1,00 Máx.	Si% 1,50 Máx.	Si% 1,50 Máx.	Si% 1,00 Máx.	Si% 1,00 Máx.	Si% 1,00 Máx.
Cr% 16,0018,0 0	Cr% 16,0018,0 0	Cr% 16,0018,0 0	Cr% 16,0018,0 0	Cr% 22,0024,0 0	Cr% 24,0026,0 0	Cr% 24,0026,0 0	Cr% 10,511,75 Ti6xC%0, 75	Cr% 12-14	Cr% 16,0018,0 0
Ni% 10,0014,0 0	Ni% 12,0014,0 0	Ni% 10,0014,0 0	Ni% 10,0014,0 0	Ni% 12,0015,0 0	Ni% 19,0022,0 0	Ni% 19,0022,0 0			
Mo%2,02, 50	Mo%2,50 3,00	Mo%2,00 2,50	Mo%2,00 2,50 Ti5xC%0, 80						
7,95	7,95	7,95	7,95	7,9	7,9	7,9	7,7	7,75	7,7
193.000	193.000	193.000	193.000	200.000	200.000	200.000	200.000	200.000	200.000
AUSTENÍTICO	AUSTENÍTICO	AUSTENÍTICO	AUSTENÍTICO	AUSTENÍTICO	AUSTENÍTICO	AUSTENÍTICO	FERRÍTICO	MARTENSÍTICO	FERRÍTICO
500	500	500	500	500	500	500	460	460	460
16 21	16 21	16 21	16 21	12,5 17,5	12,5 17,5	12,5 17,5	- -	28 -	26 27
16,02 16,20 17,46 18,54	16,02 16,20 17,46 18,54	16,02 16,20 17,46 18,54	16,50 18,00 19,00 -	14,9 16,7 17,3 18,-	15,9 16,2 16,9 17,5	15,2 16,6 17,6 18,5	11,7 - - 1 3	10,2 10,8 11,7 12,2	10,4 11,- 11,4 11,9
1371139 8	1371139 8	1371139 8	1370	1398145 4	1398145 4	1398145 4	1427151 0	1454151 0	1427151 0

AMAGN ÉTICO 1,00 8	AMAGN ÉTICO 1,00 8	AMAGN ÉTICO 1,00 8	AMAGN ÉTIC 0 1,02	AMAGN ÉTICO 1,00 8	AMAGN ÉTICO 1,00 8	AMAGN ÉTICO 1,00 8	FERRO - MAGNÉ TICO	FERRO - MAGNÉ TICO	FERRO - MAGNÉ TICO
0,74	0,74	0,74	0,75	0,78	0,79	0,79	0,59	0,55	0,60
130185 -	130185 -	120170 -	130190 -	140185 -	145210 -	145210 -	120150 -	160190 520225 con tratamiento térmico	13518 0 18023 0
7085 -	7085 -	7085 -	7085 -	7085 -	7085 -	7085 -	6580 -	23 -	7588 -
540690 -	540690 -	520670 -	540690 -	540690 -	540690 -	520670 -	360420 -	67 84154 con tratamiento térmico	44059 0 61090 0
205410 -	205410 -	195370 -	215380 -	215370 -	215370 -	205370 -	205330 -	205330 -	25040 0 40086 0
245	245	235	255	265	265	255	235	235	275
6040 -	6040 -	6040 -	6040 -	5540 -	5540 -	6040 -	3025 -	3025 -	3022 202
7560	7560	7565	7560	7050	7050	7055	-	6055	7060
160 180	160 180	160 180	120 130	160 180	160 180	160 180	95 95	8070 6010	50 65
140 125 105	140 125 105	138 115 95	145 135 125	160 150 145	156 147 137	165 156 147	- - -	- - -	245 215 155
166 147 127	166 147 127	161 137 117	176 166 156	- - -	- - -	181 171 137	- - -	- - -	- - -
82 62 20 6,5	82 62 20 6,5	71 53 15,5 5	82 62 20 6,5	- 4 9 13,6 4,9	- 7 0, 6 30 15,5	- 5 8, 5 19,5 5	- - - -	- - - -	29,42 16,67 5,88 -

ENFR. RÁPIDO 1008 1120	ENFR. RÁPIDO 1008 1120	ENFR. RÁPIDO 1008 1120	ENFR. RÁPIDO 1020 1070	ENFR. RÁPIDO 1036 1120	ENFR. RÁPIDO 1036 1149	ENFR. RÁPIDO 1036 1149	ENFR. AL AIRE 885	ENFR. LENT 0 8438 99	ENFR. AL AIRE 7508 15
NO COGE E TEMPLE	NO COGE TEMPLE	NO COGE TEMPLE	NO COGE TEMPLE	NO COGE TEMPLE	NO COGE TEMPLE	NO COGE TEMPLE	NO COGE TEMPLE	9821 030C Rev. 149371 C	NO COGE TEMPLE
1200 925	1200 925	1200 925	1150 750	1175 980	1175 980	1175 980	1150 750	1093114 9C (retardar enfriamiento)	1060 650
925 840	925 840	925 840	925 840	1090 1000	1120 1035	1120 1030	800 850	648 809	840 890
MUY BUENA	MUY BUENA	MUY BUENA	BUENA	BUENA	BUENA	BUENA	BUENA UNIÓN FRÁGIL	BUENA UNIÓN FRÁGIL	BASTANTE BUENA UNIÓN FRÁGIL
45%	45%	45%	-	45%	45%	45%	50%	45%	55%
BUENA	BUENA	BUENA	BUENA	BUENA	BUENA	BUENA	BASTANTE BUENA	MEDIOCR E	BASTANTE BUENA

Stirred Reactors

Laboratory



Parker Autoclave Engineers has been associated with excellence in pressurized reaction equipment for over 50 years. Parker Autoclave is noted not only for its history of safety and dependability, but also as an innovator in designs. The magnetically coupled agitator drive, MagneDrive®, was originally conceived and designed by Parker Autoclave Engineers along with a series of innovative pressure vessel styles. We have taken advantage of this vast experience to establish an advanced line of stirred autoclaves for the research laboratory.

The laboratory stirred reactor line adds a high degree of configuration flexibility to the established Parker Autoclave Engineers' high quality designs. The modular configuration of the product line allows one to customize the autoclave to specific needs using an extensive array of options.

Configuration starts with selection of vessel type based upon factors such as pressure and temperature requirements, volume, stand style and seal compatibility. Next, agitation is specified including torque requirements, impeller configuration, and motor type.

Finally, select internal components, valving, and instrumentation to meet your research needs.



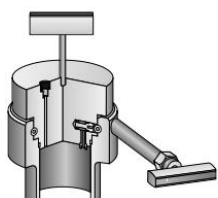
ENGINEERING YOUR SUCCESS.

Pressure Vessel:

CLOSURE STYLE / VOLUME / MATERIAL / SEALS

Parker Autoclave Engineers' offers three basic vessel closure styles. Select the style that meets your requirements for ease of opening and closing, seal compatibility, as well as pressure and temperature performance.

ZipperClave®



The ZipperClave® offers the quickest opening autoclave available. No bolts to torque, nor clamps or rings. Inserting a single spring section closes the vessel. The ZipperClave® uses an elastomeric O-ring for its pressure seal.

MAWP:

2,200 psi @ 450 °F
(151 bar @ 232 °C)

Volumes:

500 ml
1,000 ml
2,000 ml
4,000 ml

Seal Materials (Temp):

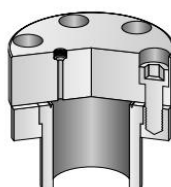
Nitrile (250 °F / 121 °C)
Ethylene-Propylene (300 °F / 149 °C)
PTFE (400 °F / 204 °C)
Fluorocarbon (450 °F / 232 °C)
Silicone (400 °F / 204 °C)
Perfluoroelastomer (500 °F / 260 °C)

Vessel Materials:

ANSI 316 Stainless Steel
Hastelloy® C-276

Notes: MAWP based upon Fluorocarbon seals, temperature and pressure ratings will vary depending upon seal material selected. See Bulletin "PV-ZIP" for details of vessel performance. ASME Code Stamp not available for the Zipper Closure. Alternative materials are available, please consult factory.

EZE-Seal



The EZE-Seal provides the ability to operate at high temperature and moderate pressure. The "loose flange" allows for easy interchange of vessel bodies. The seal design requires low bolting torque. The EZE-Seal may be equipped with either metal or elastomeric pressure seal.

MAWP:

3,300 psi @ 850 °F
(227 bar @ 454 °C)

Volumes:

100 ml
300 ml
500 ml
1,000 ml
2,000 ml
4,000 ml

Seal Materials (Temp):

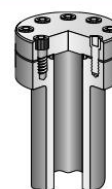
Metal Double Delta (850 °F / 454 °C)
Nitrile (250 °F / 121 °C)
Ethylene-Propylene (300 °F / 149 °C)
PTFE (400 °F / 204 °C)
Fluorocarbon (450 °F / 232 °C)
Silicone (400 °F / 204 °C)
Perfluoroelastomer (500 °F / 260 °C)

Vessel Materials:

ANSI 316 Stainless Steel
Hastelloy® C-276

Notes: MAWP based upon metal seals, temperature and pressure ratings will vary depending upon seal material selected. See Bulletin "PV-EZE" for details of vessel performance. Alternative materials are available, please consult factory.

Bolted Closure



The Bolted Closure [BC] and High Temperature Bolted Closure [HTBC] offer a high pressure capacity at moderate and high temperatures. The Bolted Closure uses multiple gasket materials and the High Temperature Bolted Closure utilizes the Gasche metal gasket for its pressure seal.

MAWP:

5,500 psi @ 650 °F [BC]
(379 bar @ 343 °C)

5,000 psi @ 950 °F [HTBC]
(345 bar @ 510 °C)

Volumes:

100 ml, 300 ml, 500 ml
1,000 ml, 2,000 ml
4,000 ml, 8,000 ml

Seal Materials (Temp):

Bolted Closure
Metal Gasket (650 °F / 343 °C)
Nitrile (250 °F / 121 °C)
Ethylene-Propylene (300 °F / 149 °C)
PTFE (400 °F / 204 °C)
Fluorocarbon (450 °F / 232 °C)
Silicone (400 °F / 204 °C)
Perfluoroelastomer (500 °F / 260 °C)
High Temp. Bolted Closure
Metal Gasket (950 °F / 510 °C)

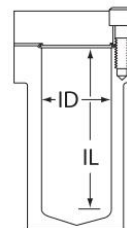
Vessel Materials:

ANSI 316 Stainless Steel
Hastelloy® C-276

Notes: MAWP based upon metal seals, temperature and pressure ratings will vary depending upon seal material selected. See Bulletin "PV-BC" for details of vessel performance. Alternative materials are available, please consult factory.

WORKING DIMENSIONS/CONVERSION KITS:

Regardless of the closure style selection, the autoclave internal working dimensions are consistent for the various volumes. Conversion kits allow the interchange of vessel bodies and internals within reactors of common inside diameter and closure style.



Interchangeable vessel sizes are:

- 100 & 300 ml
- 500 & 1,000 ml
- 2,000 & 4,000 ml.

	100 ml	300 ml	500 ml	1,000 ml	2,000 ml	4,000 ml
Inside Diameter	1.81" (46 mm)	1.81" (46 mm)	3.0" (76 mm)	3.0" (76 mm)	5.0" (127 mm)	5.0" (127 mm)
Inside Length	2.75" (70 mm)	6.69" (170 mm)	4.59" (116 mm)	8.71" (221 mm)	6.06" (153 mm)	12.31" (312 mm)

FLUSH VALVE

Parker Autoclave Engineers' laboratory reactors may be equipped with our bottom flush valve. The Parker Autoclave Engineers' flush valve permits easy removal of vessel contents through it's 1/2" NPT exit port. The closed valve provides a smooth vessel interior, free of dead zones.



Note: A flush valve is only available on reactors 500 ml and larger. Due to space constraints, autoclaves with flush valves must be mounted in a floor type stand.

CODES AND APPROVALS

All Parker Autoclave Engineers' pressure components are designed to ASME design criterion. Where required, ASME stamping may be applied. For our European users, the Laboratory Stirred Autoclave line may be provided with a CE Declaration of Incorporation for Machinery, Low Voltage, and EMC Directives. Complete PED Approval for pressure vessels is also available. For Canadian users, CRN is available.



Note: Not all options are capable of carrying the CE Mark. Also, ZipperClave® closures are not capable of carrying an ASME stamp.

STANDS

The laboratory series of reactors may be mounted in open stands which allow easy access to connections and components. There are four stands available for the laboratory stirred reactors; two benchtop models as well as light and heavy-duty floor stands.



**Tall and Short
Bench Top Stand**



**Light-duty
Floor Stand**



**Heavy-duty
Floor Stand**

STAND CONFIGURATION AND OVERALL DIMENSION:

STYLE	Stand Configuration			Overall Dimensions		
	100 & 300 ML	500 & 1000 ml	2000 & 4000 ml	Wide	Deep	Tall
Short Bench Top	X			20.5" (521 mm)	26.2" (665 mm)	34.8" (884 mm)
Tall Bench Top		X		20.5" (521 mm)	26.2" (665 mm)	39.4" (1001 mm)
Light-Duty Floor		X		25.0" (635 mm)	26.5" (673 mm)	61.8" (1570 mm)
Heavy-Duty Floor			X	28.4" (721 mm)	30.8" (782 mm)	61.6" (1565 mm)

LIFT MECHANISM

All laboratory reactor stands are designed such that the top cover of the reactor is held in the stand and the vessel body drops away when opened. The body lift mechanism provides a mechanical assist for raising and lowering the body. The lift mechanism is recommended for all applications where frequent opening and closing of the reactor is required.



Agitation:

MAGNEDRIVE®

All Parker Autoclave Engineers' laboratory reactors feature the MagneDrive® magnetically actuated packless impeller system. Rare earth magnets provide high torque mixing effectiveness. Because the MagneDrive® is a sealed system there is no packing to wear causing leakage, contamination and costly downtime. Mixing speeds up to 3,300 RPM are possible to meet your specific requirements.

The laboratory stirred reactor series is available with the MAG075 series belt driven MagneDrive® or the iMAG075 inline unit. The MAG075 series is an enhanced design which provides improved bearing life and ability to increase to unit's torque capacity with the substitution of a high torque stator module. This takes the static mixing torque from 7 in-lb (0.79 n-m) to 16 in-lbs (1.8 n-m).

The iMAG075 inline unit is an enhanced design which provides improved bearing life and the space saving feature of a direct inline motor, which eliminates belts, reduces sizes, and creates nearly silent operation. The iMAG075 has a static mixing torque of 7 in-lbs. (791 N-mm).



BEARING MATERIAL

Standard bearing material is Purebon® 658RCH¹. Optional polymeric bearings are available.

Note: Polymeric bearings are not acceptable for all conditions, consult the factory for an evaluation of your application.

SPEED SENSOR

The rotational speed of the MagneDrive® is monitored by a solid state magnetically sensitive pickup. The pickup is a simple device, using the pick-up in an explosive environment requires intrinsic safety barriers.

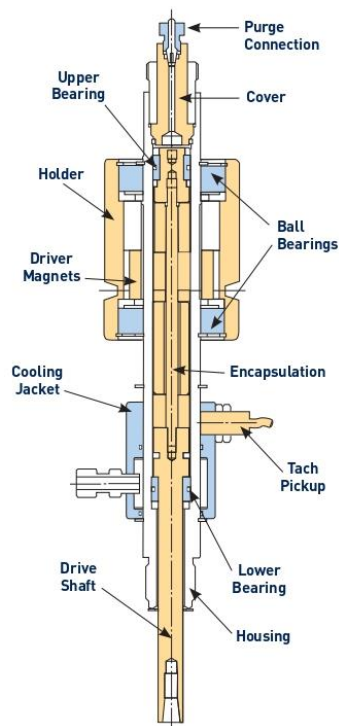
Note: Intrinsic Safety barriers are available as instrumentation accessories.

MOTOR

On the Mag075 a variable speed motor that is connected using a drive belt powers the MagneDrive®. The belt drive includes a hinged guard for operator safety. There are several options for these agitation motors. The 1/2 HP DC electric motor options include general purpose or explosion-proof (Class I, Group C & D, Division 1) and 90 or 180 volt armatures. DC motors require electronic drives for adjustment of motor speed. The 1/2 HP AC electric motor has the CE mark for explosion proof service. It is a 230-400 VAC, 50Hz, inverter duty motor.

The iMAG075 has a direct coupled(in line) motor. There are two DC electric motor options, 1/8 and 1/3 HP. These are general purpose motors which require electronic drives for adjustment of motor speed. Both MagneDrives, belt driven and inline, have two air motor options. The manual speed adjust package includes: air motor, air regulator, air filter, and lubricator. The electronic speed adjust package includes: air motor, air filter, lubricator, and electro-pneumatic flow control valve. This package allows the motor speed to be adjusted via a 4-20 mA signal from control instrumentation.

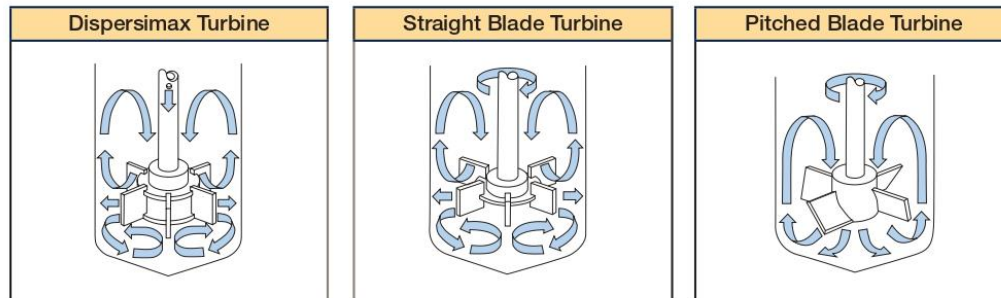
Note: The 1/2 HP AC electric motor is the only option that has a CE Mark for explosion-proof service.



MAG075 SERIES

IMPELLER

There are several basic impeller styles offered in the laboratory stirred reactor line. The Dispersimax turbine-type impeller is well suited for gas/liquid reactions. It provides radial flow, while it draws gas down a hollow shaft and disperses it through the impeller for effective high speed stirring. The straight blade turbine (a.k.a. Rushton Turbine) is suited for gas/liquid applications requiring fairly high shear at high speeds. The axial flow or pitched blade turbine impeller is especially suited for high speed liquid/solid applications where tank baffles are impractical. The pitch angle is 45° and may be specified as either upward or downward flow.



The straight blade and axial flow impellers are provided with solid agitator shafts. Removable baffle bars are included for all impeller styles.

Impeller Diameters		
100 - 300 ml: .88" (22.4 mm)	500 - 1000 ml: 1.25" (31.8 mm)	2000 - 4000 ml: 2.0" (50.8 mm)

Internal Accessories:

There are several internal accessories to pick from when configuring your stirred autoclave. Further, each accessory has the possibility of different variations. Many include manual valves which are conveniently located at the front of the unit.

LIQUID SAMPLE

The liquid sample tube allows the user to remove liquid from the lower portion of the autoclave. The sample is withdrawn through a top cover connection. The liquid sample accessory may be plugged at the top cover, or include a manual valve. A filter option is also available.

BLOW PIPE

The blow pipe allows the user to empty the liquid contents of the autoclave via a tube formed to meet the lowest portion of the vessel. Gas pressure is used to force the contents through the tube and out via a top cover connection. This may also be used to move solids from the vessel bottom. The blow pipe accessory may be plugged at the top cover, or include a manual valve.

SPARGE TUBE

The sparge tube provides a means of injecting gas into the reactor below the liquid level. The gas is injected through a top cover connection. The sparge tube accessory may be plugged at the top cover, or include a manual valve.

COOLING COIL

The cooling coil provides a means of cooling the reactor contents by circulating media through an internal coil. The coolant inlet and outlet connections are located on the top cover. The cooling coil accessory may be provided: plugged at the top cover, with a manual inlet valve or a solenoid valve (available in 120 VAC, or 240 VAC).

