

# UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIA  
AGRONÒMICA I DEL MEDI NATURAL



*Mejora de una instalación de extracción con CO<sub>2</sub>  
supercrítico: Diseño del software de control e  
incorporación de una bomba de diafragma*

**TRABAJO FIN DE GRADO EN INGENIERÍA AGROALIMENTARIA Y DEL  
MEDIO RURAL**

**CURSO 2015-2016**

**ALUMNO:**

Francisco Gil Zanón

**TUTOR:**

José Javier Benedito Fort

VALENCIA, JULIO DE 2016



## RESUMEN

El grupo de Análisis y Simulación de Procesos Agroalimentarios de la Universitat Politècnica de València cuenta en sus instalaciones con una planta de extracción mediante CO<sub>2</sub> supercrítico. Esta planta presenta ciertos problemas y carencias que han sido abordadas en el contexto de este TFG.

El objetivo consistió en conseguir la mejora en el funcionamiento y el control automático de la instalación de CO<sub>2</sub> supercrítico. Para ello, se ha desarrollado un software capaz de registrar y graficar en tiempo real los valores de las variables de proceso, además de permitir cambiar remotamente los puntos de consigna de los controladores, entre otras funciones que se detallan en la memoria.

Además del software de control, también se han llevado a cabo cambios en el propio estado de la planta. Estos cambios fueron la sustitución de una bomba de jeringa por una nueva bomba de diafragma, y la instalación de un caudalímetro de efecto Coriolis.

### **Palabras clave:**

*Software control, extracción, CO<sub>2</sub> supercrítico, Caudalímetro, bomba diafragma.*

## **ABSTRACT**

The group of “Análisis y Simulación de Procesos Agroalimentarios” (Food Process Simulation and Analysis) has in its facility a supercritical CO<sub>2</sub> extraction plant. This plant suffers from various problems and lacks that have been addressed during the course of this TFG.

The main objective of this work was to enhance the operation and the automatic control of the extraction plant. In order to accomplish that purpose, a new control software has been developed. This software is capable of real-time reading and plotting of the process variables, remotely changing the controllers’ setpoints, and some other features that are properly addressed in the TFG.

In addition to the control software, there are some other changes that have been made in order to improve the plant. This changes include replacing the old syringe pump with a new diaphragm pump, and installing a Coriolis Effect mass flowmeter.

### **Keywords:**

*Control software, extraction, supercritical CO<sub>2</sub>, mass flowmeter, diaphragm pump.*

## **Agradecimientos**

Antes de empezar, me gustaría hacer un breve reconocimiento a todas las personas que, directa o indirectamente, han contribuido a la finalización de este trabajo:

En primer lugar, agradecerle a mi tutor, José Javier Benedito Fort, el concederme la oportunidad de realizar este trabajo y el haberme ayudado, demostrando tener una paciencia que parece no conocer límites.

En segundo lugar, quiero hacer una mención a Ramón, a Nieves y al resto de integrantes del grupo ASPA por haberme echado un cable siempre que lo he necesitado y por lo bien que me han tratado.

Por último, pero no por ello menos importante, quiero dar las gracias por todo el apoyo que me han dado siempre a Elena, a mi familia y a mis amigos de toda la vida.

Y también a Berni y a Bruce.

# ÍNDICE

1.	INTRODUCCIÓN.....	1
1.1.	La industria alimentaria .....	1
1.2.	Extracción sólido-líquido .....	2
1.3.	Fluidos supercríticos. Aplicaciones.....	4
1.4.	Control de procesos. ....	6
2.	ANTECEDENTES .....	10
3.	OBJETIVOS .....	12
4.	MATERIALES Y MÉTODOS .....	13
4.1.	Equipo .....	15
4.2.	Metodología .....	20
4.1.1.	Diseño y programación del software de control.....	20
4.1.2.	Ubicación del caudalímetro y elección de la magnitud a controlar.....	21
4.1.3.	Caracterización de la bomba .....	21
4.1.4.	Extracción de aceite esencial de tomillo .....	21
5.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	22
5.1.	Puesta a punto de la instalación .....	22
5.2.	Caracterización de la bomba de CO <sub>2</sub> .....	28
5.3.	Verificación final del sistema .....	29
5.4.	Diseño del interfaz gráfico.....	31
5.5.	Funcionalidades presentes en el software .....	33
5.6.	Programación .....	34
6.	CONCLUSIONES .....	38
7.	BIBLIOGRAFÍA .....	39
8.	ANEXO.....	¡Error! Marcador no definido.

## ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1.1. Esquema generalizado de extracción sólido-líquido .....	3
Fig. 1.2. Diagrama general de fases .....	4
Fig. 1.3. Etapas de una extracción con FSC .....	5
Fig.1.4. Esquema general de un control automático de proceso por retroalimentación .....	7
Fig.1.5. Efecto sobre la oscilación de la respuesta para distintos valores de $K_i$ .....	9
Fig.2.1. Esquema de la instalación en su estado previo a los cambios realizados en el marco de este TFG .....	10
Fig.2.2. Bomba ISCO 100DM (Lincoln, Nebraska, USA) .....	11
Fig.4.1. Esquema de la instalación de extracción tras los cambios introducidos en el presente TFG .....	13
Fig.4.2. Montaje de los controladores e interruptores de la instalación .....	14
Fig.4.3. Instalación de extracción mediante $CO_2$ supercrítico del grupo ASPA.....	15
Fig.4.4. Controlador OMRON E5CK .....	16
Fig.4.5. Controlador OMRON E5CC .....	17
Fig.4.6. Caudalímetro de efecto Coriolis Bronkhorst mini CORI-FLOW.....	18
Fig.4.7. Variador de frecuencia Schneider Electric ATV12 .....	18
Fig.4.8. Bomba de diafragma LEWA P/CLEAN 106/7-2674 .....	19
Fig.4.9. Captura de pantalla de Visual Studio Ultimate 2013.....	20
Fig.5.1. Primera ubicación del caudalímetro (aspiración de la bomba).....	22
Fig.5.2. Lectura de la señal del caudalímetro en FlowPlot con el instrumento instalado en la aspiración de la bomba.....	23
Fig.5.3. Segunda ubicación del caudalímetro (entrada del depósito pulmón).....	23
Fig.5.4. Lectura de la señal del caudalímetro en FlowPlot con el instrumento instalado antes del depósito pulmón.....	24
Fig.5.5. Evolución del caudal durante los ensayos con control automático del caudal. A. sin apertura del separador y B. con apertura del separador .....	25
Fig.5.6. Evolución del caudal durante la extracción con control sobre la presión .....	27
Fig.5.7. Curva característica de la bomba.....	28
Fig.5.8. Representación gráfica de la evolución del caudal de $CO_2$ durante la extracción realizada para la verificación final del sistema .....	30
Fig.5.9. Captura de pantalla del interfaz gráfico del software de control desarrollado.....	31
Fig.5.10. Panel de control del software.....	33

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1. Indicadores más significativos de la industria alimentaria por subsectores (MAGRAMA, 2014) .....	2
Tabla 5.1. Influencia de la temperatura del baño sobre el caudal (kg/h) .....	29



## Introducción

---





## **1. INTRODUCCIÓN**

### **1.1. La industria alimentaria**

En España, la rama industrial de mayor importancia económica y social es la industria alimentaria, que incluye productos de alimentación y bebidas. En el año 2014, la industria alimentaria representó el 20.5% de las ventas netas de producto, el 18.3% de las personas ocupadas, el 17.8% de las inversiones netas en activos materiales y el 15.5% del valor añadido (Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente, 2015).

Es un sector que debe estar continuamente en desarrollo e impulsado económicamente, dado que las necesidades de transformación y conservación de productos procedentes de la agricultura y la ganadería no hacen más que incrementar, al tiempo que incrementa la densidad de población. Además, el buen estado de la industria alimentaria tiene implicación directa en la salud y la calidad de vida de la población.

Las principales actividades a las que se dedica la industria alimentaria son tres:

- Transformación: Es la actividad por la cual se modifica una o varias materias primas para elaborar un producto con unas características organolépticas y nutricionales determinadas.
- Conservación: Consiste en la adecuación y estabilización de productos alimentarios para facilitar su transporte y almacenamiento a medio y largo plazo.
- Extracción: Es la actividad en la que toman parte las *industrias extractivas*, encargadas de separar mediante el uso de diversos solventes, o medios físicos, componentes de interés nutricional o químico a partir de materias primas procedentes de la agricultura, la ganadería o la pesca.

Es en el marco de los procesos extractivos donde se sitúa el presente trabajo fin de grado. Con el fin de dar una visión aproximada de la importancia que suponen las industrias alimentarias basadas en procesos extractivos, con respecto al total de subsectores alimentarios, se adjunta la Tabla 1.1, en la que se detallan los indicadores más significativos de la industria alimentaria por subsectores.

**Tabla 1.1.** Indicadores más significativos de la industria alimentaria por subsectores (MAGRAMA, 2014).

SUBSECTORES	Venta Neta Producto/ Persona Ocupada (miles €)	Gastos Personal/ Venta Neta Producto (%)	Compra de Mat. Primas/ Venta Neta Producto (%)	Valor Añadido/ Persona Ocupada (miles €) (*)	Excedente de explotación (millones €) (**)	Margen Bruto (%) (***)
Industrias Cárnicas	241	11	68	48	1.784	9
Transformación de Pescado	227	10	66	43	358	9
Conservas de Frutas y Hortalizas	265	10	57	50	726	9
Grasas y Aceites	864	4	86	89	661	6
Industrias Lácteas	355	10	60	66	741	9
Productos Molinería	497	8	74	80	244	8
Pan, Pastelería, Pastas alimenticias	85	25	36	32	838	13
Azúcar, Chocolate y Confitería	238	15	50	59	337	10
Otros Productos Diversos	222	16	49	58	706	10
Productos Alimentación Animal	750	5	77	92	643	7
Vinos	236	13	47	68	915	16
Otras Bebidas Alcohólicas	401	15	24	143	765	20
Aguas y Bebidas Analcohólicas	347	14	56	92	497	13
<b>TOTAL INDUSTRIA ALIMENTARIA</b>	<b>264</b>	<b>11</b>	<b>61</b>	<b>56</b>	<b>9.215</b>	<b>10</b>
<b>TOTAL INDUSTRIA</b>	<b>235</b>	<b>15</b>	<b>58</b>	<b>66</b>	<b>57.888</b>	<b>13</b>

Se pueden considerar subsectores que basan su producción parcialmente en la ejecución de procesos industriales extractivos a los subsectores de grasas y aceites; de azúcar, chocolate y confitería; de otros productos diversos y de otras bebidas alcohólicas. Por tanto, a partir de los datos de esta tabla, es posible inferir que los procesos extractivos presentan una implicación importante sobre el total de las industrias alimentarias existentes en España, con lo que cualquier avance en la investigación para la mejora de dichos procesos, redundará en una sensible mejoría en el rendimiento económico de la industria alimentaria.

## 1.2. Extracción sólido-líquido

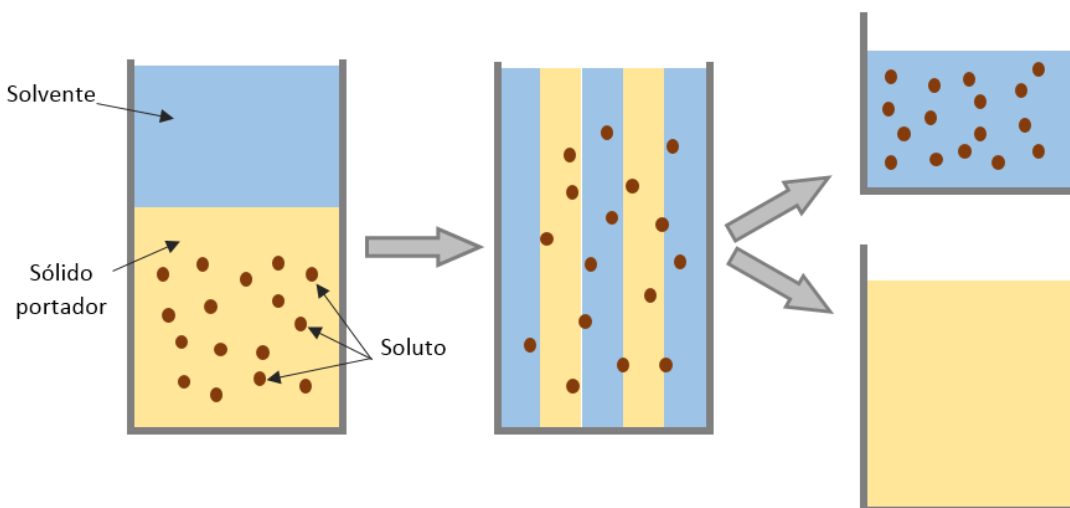
Según Vinatoru (2001), los principales métodos para obtener extractos a partir de material vegetal son los siguientes:

1. Destilación:
  - a. destilación directa de aceites esenciales;
  - b. destilación mediante vapor de agua;
  - c. destilación mediante vapor y agua.
2. Extracción por solvente:
  - a. percolación;
  - b. maceración junto al solvente;
  - c. ebullición con agua (infusión);
  - d. extracción con grasa fría (enfleurage);
  - e. extracción con grasa caliente.

3. Compresión fría.
4. Técnicas de extracción no convencionales:
  - a. Extracción mediante fluido supercrítico;
  - b. Turbo extracción por vórtice;
  - c. Extracción por energía eléctrica;
  - d. Extracción asistida por ultrasonidos.

Dentro de este conjunto de técnicas de extracción destacan las de extracción sólido-líquido, llamadas también lixiviación (concepto más usado cuando se trata de una operación de disolución y extracción de sustancias inorgánicas en la industria de la minería), percolación (cuando la extracción se realiza con disolvente a alta temperatura) o lavado (en caso de que el objeto de la extracción sea deshacerse del soluto). La extracción sólido-líquido es una operación ampliamente extendida en la industria alimentaria. Este proceso consiste en disolver un componente o grupo de componentes que forman parte de un sólido con un solvente adecuado, en el que es insoluble el resto del sólido conocido como inerte (Welty y col., 2009). Posteriormente, se realiza la separación de dichos componentes solubles por eliminación del solvente. La extracción sólido-líquido puede ser una operación en régimen estacionario o transitorio, según los volúmenes que se manejen (Treybal, 1980).

En la Figura 1.1 se ejemplifica de manera simplificada el fundamento de una extracción sólido-líquido.



**Fig. 1.1.** Esquema generalizado de extracción sólido-líquido.

El mecanismo de extracción involucra dos fenómenos físicos: la difusión a través de la pared celular y el lavado de los contenidos celulares, una vez se han roto las paredes (Azuola, 2007). Por lo general, se desea realizar la extracción a temperaturas elevadas, dado que estas

provocan un aumento en la difusividad y un descenso en la viscosidad del líquido, con lo que se mejora la velocidad de la extracción (Treybal, 1980)

Entre las principales aplicaciones que hace la industria alimentaria de las diferentes técnicas de extracción sólido-líquido se encuentran la extracción de aceites vegetales a partir de semillas, la obtención del azúcar de caña o de remolacha, la fabricación de té, y la producción de café soluble. Los métodos tradicionales de extracción de ingredientes funcionales utilizan altas cantidades de solventes tóxicos, que presentan poca selectividad (Esquivel, 2007). Una técnica cada vez más utilizada en la industria alimentaria para este tipo de extracciones consiste en la sustitución de los solventes orgánicos convencionales (hexano, etanol, acetona, etc.) por compuestos en estado supercrítico.

### 1.3. Fluidos supercríticos. Aplicaciones

Todo compuesto químico presenta en su diagrama de fases (Fig. 1.2) unas condiciones de presión y temperatura, para las cuales su densidad en fase líquida es equivalente a su densidad en fase gas, este punto se conoce como *punto crítico*. Un compuesto que se encuentre en unas condiciones de presión-temperatura iguales o mayores a las de dicho punto crítico es considerado un *fluido supercrítico* (FSC).

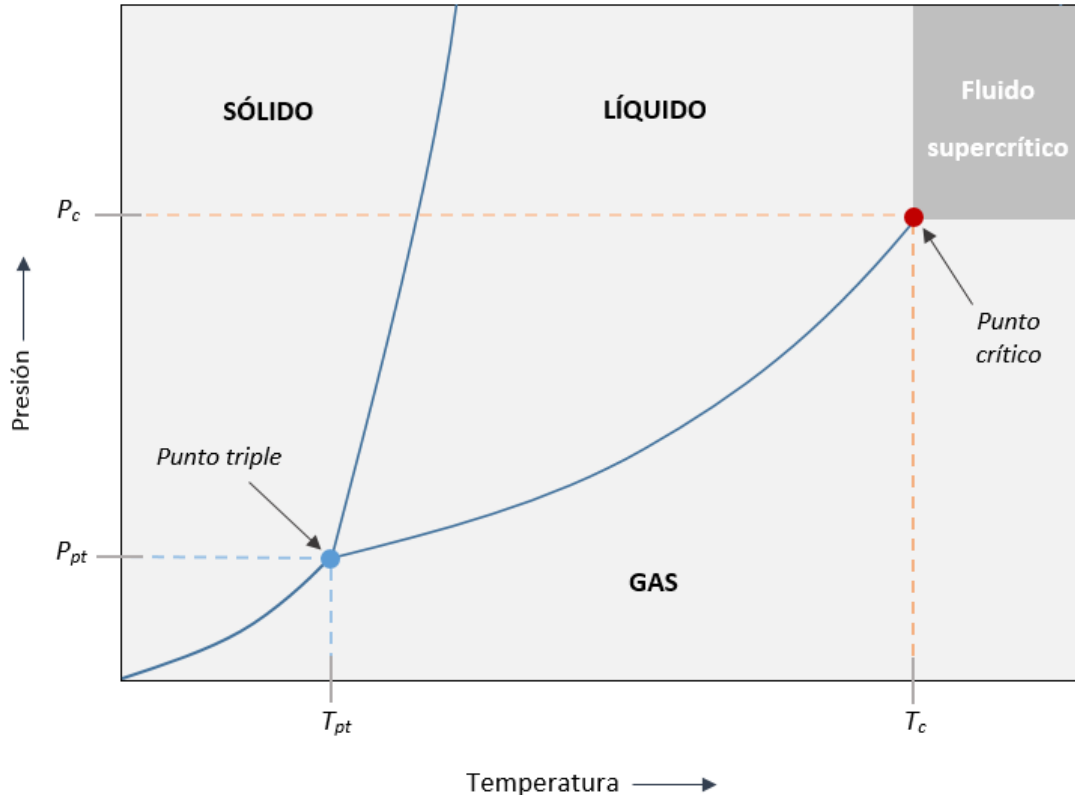
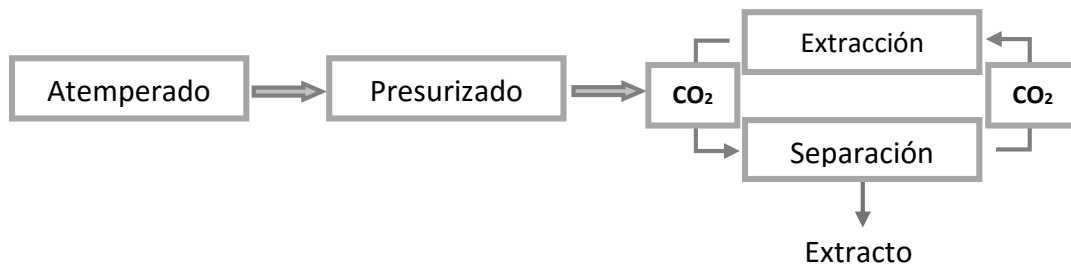


Fig. 1.2. Diagrama general de fases.

Un fluido se define como una sustancia que se deforma continuamente bajo la acción de un esfuerzo cortante. Algunos fluidos, especialmente los líquidos, poseen densidades que permanecen constantes dentro de un amplio rango de temperatura y presión (Fluidos incompresibles) (James, 1991). Esta propiedad no se cumple en los FSC, ya que estos varían mucho su densidad en función de sus condiciones de presión-temperatura. Los fluidos supercríticos resultan de gran interés para la industria extractiva alimentaria, gracias a que tienen la propiedad de difundirse a través de los sólidos como un gas (viscosidad próxima a los gases), y de disolver los materiales como un líquido (densidad similar a los líquidos) (Velasco y col., 2007). La densidad de un fluido supercrítico es de 100 a 1000 veces mayor que la de un gas, y comparable a la de un líquido (Ruiz, 1996).

El proceso de extracción supercrítica consta generalmente de las etapas que se muestran en la Figura 1.3.



**Fig. 1.3.** Etapas de una extracción con FSC.

- **Atemperado:** En esta etapa se aporta calor hasta llevar al fluido supercrítico a la temperatura de trabajo.
- **Presurizado:** Etapa que va desde la puesta en marcha de la bomba hasta que se alcanza la presión de trabajo.
- **Extracción:** Ya en condiciones estacionarias, el fluido supercrítico entra en contacto con la materia prima de la cual se quiere obtener el extracto, en el interior del extractor.
- **Separación:** Una vez superada la fase de extracción, el FSC pasa al separador, lugar donde se gasifica el FSC, lo que permite la separación del soluto.

Existen diversos compuestos que son usados en la extracción mediante fluidos supercríticos, sin embargo, en la industria alimentaria, el que presenta un uso más extendido es el dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ). El amplio uso del  $\text{CO}_2$  como solvente supercrítico se fundamenta en las siguientes propiedades: su inocuidad e incombustibilidad, no es corrosivo, es incoloro, tiene

un bajo coste económico, es fácilmente separable, no deja residuos y sus condiciones críticas son fáciles de alcanzar con diferentes grados de pureza (Ortuño, 2014). Las temperaturas del CO<sub>2</sub> supercrítico pueden ser relativamente bajas o incluso llegar a inactivar las bacterias Gram positivas y negativas, no necesitando esterilización posterior. De esta manera el extracto puede quedar libre de contaminación microbiana (Fernández-Trujillo, 2008).

Las principales aplicaciones del CO<sub>2</sub> supercrítico se centran en la extracción de aromas, saborizantes, pigmentos y otros ingredientes para las industrias de alimentos, fármacos y perfumes, principalmente de matrices de origen vegetal (del Valle, 1999). Algunos ejemplos de esta técnica son la extracción supercrítica selectiva de aceites esenciales y oleorresinas de especias, hierbas y otras materias primas; la extracción y fraccionamiento de grasas y aceites; la extracción de colorantes, antioxidantes, agentes antimicrobianos y otros principios bioactivos en productos naturales; purificación de matrices sólidas; concentración de caldos de fermentación y extracción; y fraccionamiento de zumos y esencias (del Valle y Aguilera, 1999). Como en cualquier proceso industrial, para el correcto funcionamiento de las operaciones de extracción con FSC es necesario un adecuado control del proceso.

### 1.4. Control de procesos.

El control automático de procesos surge de la necesidad de la industria moderna de desarrollar procesos industriales con una mayor productividad, elevando al máximo el rendimiento. De igual forma, el control automático también permite una mejora en la calidad del producto y en la eficiencia energética de la planta, debido a que las variables de proceso se mantienen en todo momento en el rango determinado para el funcionamiento óptimo del proceso industrial.

La inclusión de un control automático moderno y eficiente en un proceso industrial hace que resulte más fácil y directa la optimización de éste, dado que permite acceder a los datos de proceso, interactuar con el mismo y realizar modificaciones menores de manera rápida y sencilla.

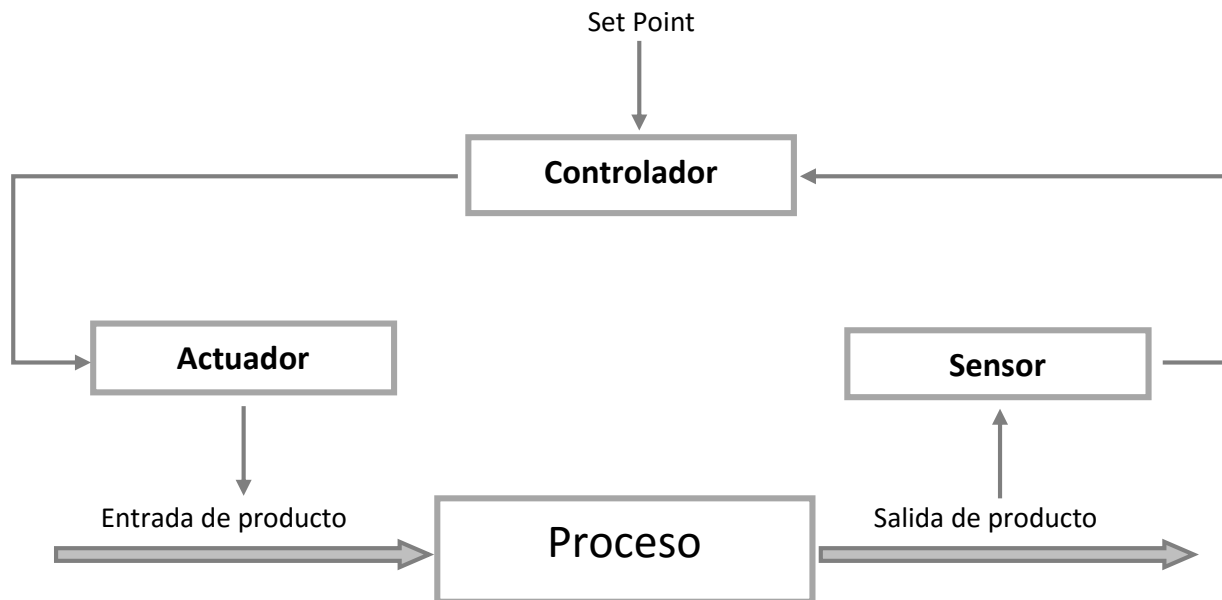
Un sistema de control debe ser capaz de mantenerse estable, conseguir las condiciones de trabajo de forma rápida y continua, trabajar correctamente bajo condiciones variables y manejar las restricciones de equipo y proceso de forma precisa.

Los elementos que conforman un sistema de control por realimentación son:

- Sensor: Es un instrumento capaz de generar una corriente eléctrica (señal analógica), a partir de una magnitud física o química.
- Controlador: Es un sistema electrónico al cual se le asigna un punto de consigna (set point) para la variable que se desea controlar, y él se encarga del accionamiento del actuador en función de la lectura del sensor.

- Actuador: Recibe una señal eléctrica del controlador, de forma que modifica la variable de actuación que corrige las desviaciones de la variable controlada. Los actuadores pueden ser de tipo proporcional, o realizar una actuación todo o nada.

En la Figura 1.4 se representa un diagrama básico del funcionamiento de un control automático sobre una línea de proceso.



**Fig.1.4.** Esquema general de un control automático de proceso por retroalimentación.

En 1990, Doyle, y col. detallaron en su publicación *"Feedback Control Theory"*, los pasos a seguir en el diseño de un sistema de control por retroalimentación:

1. Estudio del sistema que va a ser controlado y elección del tipo de sensores y actuadores que serán instalados y cuál será su emplazamiento.
2. Modelización del sistema que va a ser controlado.
3. Simplificación del modelo en caso de necesidad.
4. Análisis del modelo resultante; determinación de sus propiedades.
5. Elección de las especificaciones operativas.
6. Elección del tipo de controlador.
7. Diseño de un controlador acorde a las especificaciones operativas, si es posible, en caso de imposibilidad, modificar las especificaciones o generalizar el tipo de controlador.



8. Simulación del sistema de control resultante en un ordenador de control o en una planta piloto.
9. Repetir desde el paso 1 si es necesario.
10. Elección del hardware y del software e implementación del controlador.
11. Conexión online del controlador si es necesario.

A pesar de todos los avances realizados en el campo del control de procesos en los últimos 50 años, el mecanismo de control más comúnmente usado sigue siendo el *control PID* (Proporcional Integrativo Derivativo) (Aström y Hägglund, 2004). Éste usa un algoritmo compuesto por tres parámetros distintos, cada uno con una función determinada:

- Parámetro proporcional ( $P_{out}$ ): Este parámetro hace que la salida del controlador sea proporcional al error ( $e(t)$ ); ecuación 1), pretendiendo lograr que el error se aproxime a cero cuando se hayan alcanzado las condiciones estacionarias. El valor de este parámetro es igual al producto entre el error y la ganancia proporcional (ecuación 2)

$$P_{out} = K_p e(t) \quad (\text{Ec.1})$$

$$e(t) = SP - PV \quad (\text{Ec.2})$$

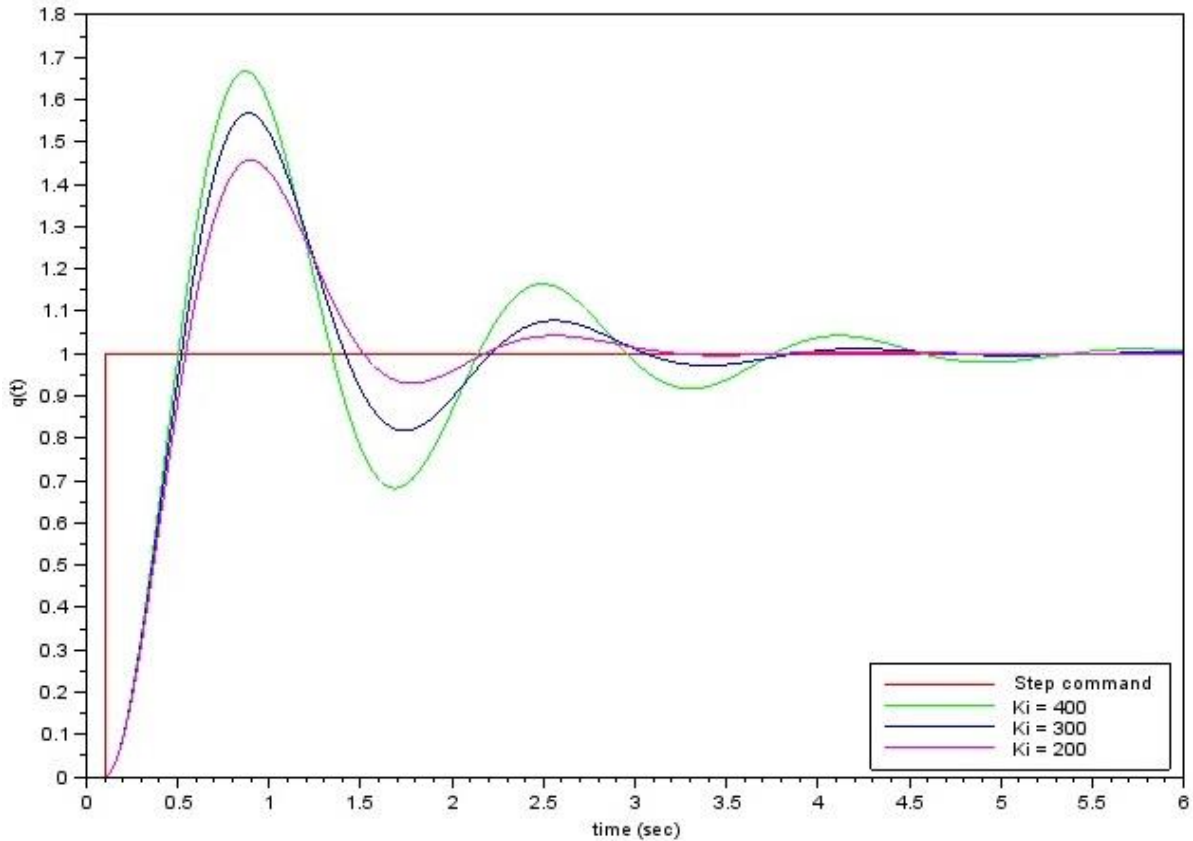
Donde  $P_{out}$  es la salida de datos del controlador proporcional;  $K_p$  es la ganancia proporcional;  $e(t)$  es el error de proceso instantáneo en el tiempo  $t$ ;  $SP$  es el Set Point y  $PV$  es el valor del proceso.

- Parámetro integral ( $I_{out}$ ): Funciona realizando una integral del error en un periodo determinado para, posteriormente, sumarlo al parámetro proporcional. De esta manera se elimina el error que provoca la acción proporcional en régimen estacionario. La fórmula para calcular este parámetro viene dada por la ecuación 3.

$$I_{out} = K_i \int_0^t e(\tau) d\tau \quad (\text{Ec.3})$$

Donde  $I_{out}$  es la salida integral del controlador;  $K_i$  es la ganancia integral y  $\tau$  es la variable de integración (tomando valores desde "0" hasta "t").

Para ilustrar el efecto que produce en la señal de respuesta la introducción del parámetro integral, se adjunta la siguiente gráfica (Fig.1.5), en la que se encuentran representadas las curvas correspondientes a señales de respuesta con para diferentes valores de  $K_i$ .



**Fig.1.5.** Efecto sobre la oscilación de la respuesta para distintos valores de  $K_i$ . Fuente: Scilab.ninja.

- **Parámetro derivativo ( $D_{out}$ ):** Esta acción disminuye el exceso de sobreoscilaciones cuando se produce un cambio en el valor absoluto del error. Actúa derivando el error con respecto al tiempo y multiplicándolo por una constante (ecuación 4), para ser posteriormente adicionado a los parámetros proporcional e integral.

$$D_{out} = K_d \frac{de}{dt} \quad (\text{Ec.4})$$

Donde  $D_{out}$  es la salida derivativa del controlador y  $K_d$  es la ganancia derivativa.



Antecedentes

---

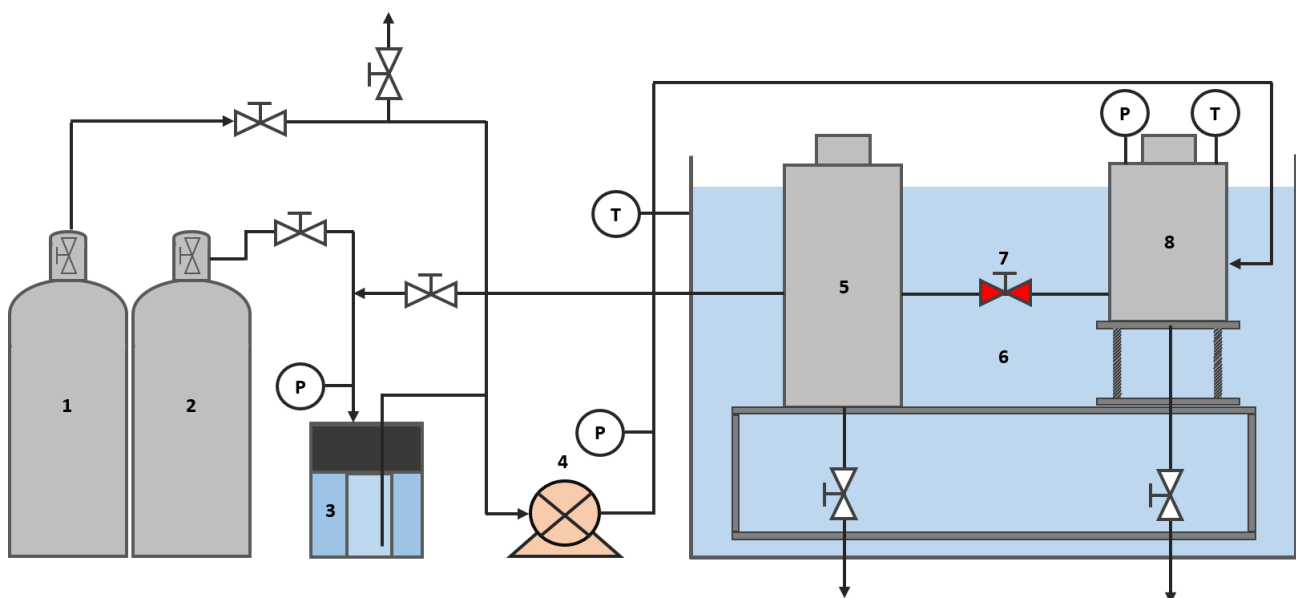


## 2. ANTECEDENTES

La planta de extracción mediante  $\text{CO}_2$  supercrítico disponible en el grupo ASPA de la UPV presentaba ciertos problemas y carencias antes de las actuaciones llevadas a cabo en el marco de este TFG.

A continuación, se describe el funcionamiento y elementos de la planta, antes de acometer la mejora propuesta en este TFG.

Como se observa en la Figura 2.1, el depósito pulmón (3) se llenaba de  $\text{CO}_2$  proveniente de la bala (1). Debido a que la bomba empleada (4) presentaba un bajo caudal y para no demorar en exceso el llenado del depósito extractor (8), que contenía la matriz a extraer, se empleaba nitrógeno (2) a 200bar para llenar el extractor con  $\text{CO}_2$  en condiciones supercríticas, en un tiempo razonable. El inconveniente de este procedimiento es que se puede producir mezcla de  $\text{CO}_2$  y  $\text{N}_2$ , dando lugar a una atmosfera en el extractor (8) donde no hay únicamente  $\text{CO}_2$  supercrítico. Una vez lleno el extractor con el  $\text{CO}_2$  del pulmón, se habría la válvula 7 de forma que el  $\text{CO}_2$ , junto con el soluto, pasaba al separador (5), donde el  $\text{CO}_2$  se gasificaba, retornándose al depósito pulmón, donde se condensaba para ser impulsado de nuevo al extractor mediante la bomba (4). Por la parte inferior del separador se recogía el extracto. Para mantener el  $\text{CO}_2$  en estado líquido y consensar el que se recirculaba, el depósito pulmón se encontraba localizado en el interior de una cámara de congelación a una temperatura de  $-18^\circ\text{C}$ .



**Fig.2.1.** Esquema de la instalación en su estado previo a los cambios realizados en el marco de este TFG. 1- bala de  $\text{CO}_2$ ; 2- bala de  $\text{N}_2$ ; 3- depósito pulmón; 4- bomba de doble jeringa; 5- separador; 6- baño termostático; 7- válvula micrométrica; 8- extractor.

En la Figura 2.2 se muestra el modelo 100DM de jeringa única, en la planta se trabajaba en configuración de doble jeringa utilizando dos ISCO 100DM trabajando conjuntamente, cargando un cilindro de CO<sub>2</sub> mientras que el otro inyectaba. Estas bombas tenían una capacidad de 103 mL cada una y eran capaces de aportar presiones de hasta 695 bar. En este estado, la planta presentaba una impulsión de CO<sub>2</sub> ineficiente, debido a que la bomba no era capaz de proporcionar un caudal constante trabajando en continuo, produciéndose numerosas paradas en el proceso de extracción. Además, el caudal estaba limitado a trabajar a 10 mL/min de CO<sub>2</sub>, lo que limitaba notablemente su uso en operaciones de extracción.



**Fig.2.2.** Bomba ISCO 100DM (Lincoln, Nebraska, USA).

Por otra parte, el sistema no contaba con ningún medio para interactuar con los elementos de control, ni de registro de las condiciones de proceso durante las extracciones.





## Objetivos

---



### **3. OBJETIVOS**

La inclusión de sistemas y software de control específicos para procesos unitarios en la industria alimentaria, se ha convertido en una acción imprescindible. La mejora en los sistemas de control permite obtener un rendimiento máximo de las instalaciones, a la par que mejora la accesibilidad de los datos para su posterior manejo, reduciendo los costes a medio y largo plazo.

En este contexto, el objetivo principal del presente Trabajo Final de Grado fue la mejora de la instalación de extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico del grupo ASPA de la Universitat Politècnica de València mediante el desarrollo de un software de control y la instalación de una nueva bomba de diafragma (P/CLEAN 106/7-2674, LEWA, Leonberg, Stuttgart, Alemania), en sustitución de la bomba de pistón (100DM, ISCO, Lincoln, Nebraska, EEUU) a la que se le venía dando uso hasta el momento.

Para la consecución del citado objetivo principal del trabajo, se plantearon como objetivos particulares los siguientes:

- Diseño y programación del software de control de la planta de FSC.
- Validación del software comprobando su estabilidad y efectividad en la toma de datos durante el procesado.
- Instalación de la bomba y el caudalímetro. Selección de la mejor localización para la instalación del caudalímetro.
- Determinar el mejor modo de control simultáneo de la presión y el caudal del sistema.
- Obtención de la curva característica de la bomba.
- Validación de la instalación mediante la extracción de aceite esencial de tomillo.



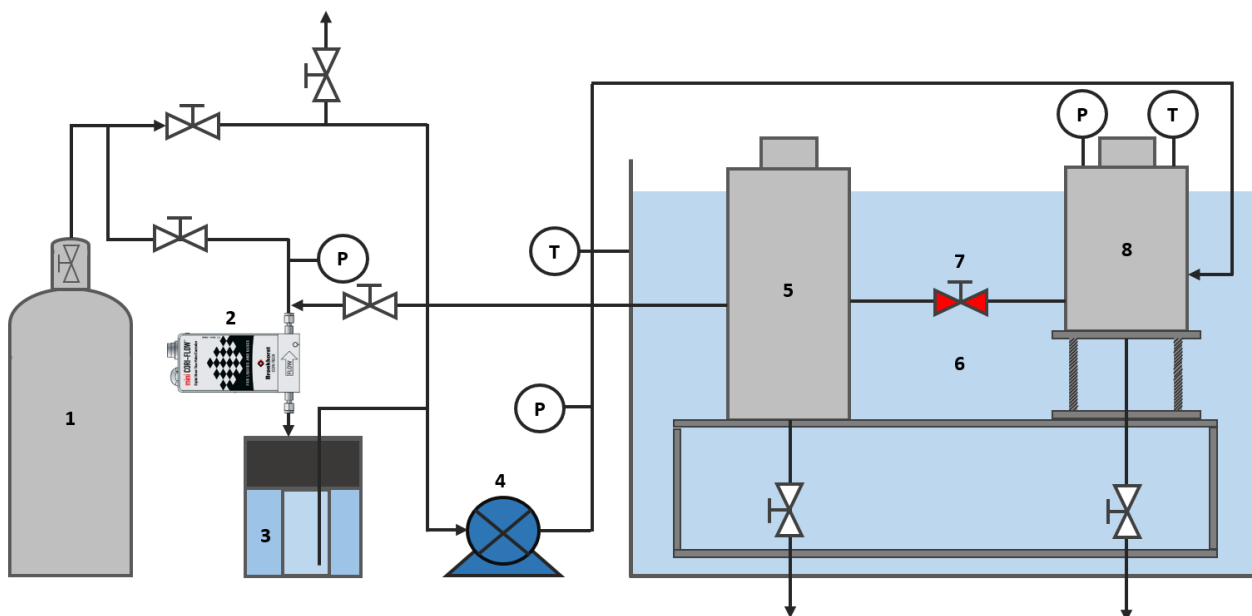
## Materiales y métodos

---



#### 4. MATERIALES Y MÉTODOS

Con respecto a lo expuesto anteriormente en el apartado de antecedentes, la instalación de extracción mediante CO<sub>2</sub> supercrítico recibió varios cambios en su funcionamiento y equipo. Gracias a la instalación de una bomba de diafragma (Fig. 4.1, (4)), se pudo prescindir del nitrógeno, que ya no fue necesario para facilitar la impulsión del CO<sub>2</sub>. Por el contrario, puesto que la nueva bomba carecía de registro propio del caudal de bombeo, fue necesario realizar la instalación de un caudalímetro (Fig. 4.1, (2)) a la entrada del pulmón. El depósito pulmón (Fig. 4.1, (3)) dejó de alojarse en una cámara frigorífica a -18°C para ser refrigerado por un pequeño equipo de frío a -8°C y fue posicionado junto a la bomba. De esta forma se aseguró que la bomba impulsara CO<sub>2</sub> en fase líquida, evitando problemas de funcionamiento durante las extracciones. En la Figura 4.1 se detalla un esquema de la disposición de la planta tras los cambios mencionados.



**Fig.4.1.** Esquema de la instalación de extracción tras los cambios introducidos en el presente TFG. 1- bala de CO<sub>2</sub>; 2- caudalímetro; 3- depósito pulmón; 4- bomba de diafragma; 5- separador; 6- baño termostático; 7- válvula micrométrica; 8- extractor.

Para el control de la instalación se montó un total de 5 controladores en un rack (Fig. 4.2) diseñado por el grupo ASPA. A cada controlador se le asignó un número de unidad de dos dígitos y una única magnitud a controlar. La unidad "00" (Fig. 4.2, (1)) controlaba la presión en el extractor, pudiendo asignársele un setpoint para que la bomba lleve la presión hasta el valor seleccionado; la unidad "02" (Fig. 4.2, (2)) controlaba la temperatura en el baño termostático; la unidad "03" (Fig. 4.2, (3)) medía la temperatura de las camisas de la anterior bomba, por lo que su lectura fue irrelevante en el contexto de este TFG; la unidad "04" (Fig. 4.2, (4)) medía la

temperatura en el interior del extractor; por último, la unidad “05” (Fig. 4.2, (5)) medía el caudal másico de CO<sub>2</sub>, a partir de la señal que recibía del caudalímetro.



**Fig.4.2.** Montaje de los controladores e interruptores de la instalación. 1- unidad 00 (presión en el extractor); 2- unidad 02 (temperatura del baño termostático); 3- unidad 03 (temperatura de las camisas de la bomba de jeringa); 4- unidad 04 (temperatura en el extractor); 5- unidad 05 (caudal másico de CO<sub>2</sub>).

El control sobre la presión en el interior del extractor se realizó con dos elementos actuadores, que modificaban su nivel de funcionamiento en función de la proximidad del valor de la presión al valor introducido como punto de consigna (o setpoint) en el controlador correspondiente a la unidad “00”. Manteniéndose la temperatura en el extractor constante, el variador de frecuencia se encargó de modificar la velocidad de giro de la bomba hasta que se alcanzara el setpoint de presión establecido. Debido a que la variación en la velocidad de la bomba produce cambios tanto en el valor de la presión, como en el del caudal, la única solución viable para realizar un control-actuación sobre ambas variables fue permitir que el sistema (controlador, variador de frecuencia y bomba) controlara y modificara automáticamente la presión, de forma que la actuación sobre el caudal quedase relegada a un control manual por medio de la válvula micrométrica. Por tanto, la unidad “05” se encargó únicamente de monitorizar el valor del caudal másico de CO<sub>2</sub>, sin realizar actuaciones sobre dicha magnitud. Tanto para la selección de la localización óptima del caudalímetro, como para determinar el mejor modo de controlar la presión y el caudal del sistema de forma simultánea, se realizaron una serie de experiencias de puesta a punto de la instalación que se describen en el apartado 4.2.2.



#### 4.1. Equipo

La planta de extracción mediante CO<sub>2</sub> supercrítico (Fig.4.3) con la que se trabajó durante el desarrollo de este TFG fue diseñada y construida por el grupo ASPA de la Universitat Politècnica de València. Entre los principales elementos de los que consta se encuentra el baño termostático, formado por tres planchas metálicas y una de plástico transparente, creando un cerramiento hermético dentro del cual se realiza el llenado de agua y su posterior calentamiento por resistencias. En el interior del baño se hallan dos depósitos: el extractor y el separador. La planta cuenta también con varios manómetros y numerosos elementos de valvulería, entre los que cabe destacar la presencia de una válvula micrométrica (Fig. 4.1, (7)), que presenta una mayor sensibilidad en su apertura, con lo que se consigue una gobernabilidad de mayor precisión sobre el fluido circulante. Fuera del baño, se encuentran el depósito pulmón con su sistema de refrigeración, la bomba y el montaje de los elementos que forman el sistema de control.



**Fig.4.3.** Instalación de extracción mediante CO<sub>2</sub> supercrítico del grupo ASPA.

## Controladores

La planta de extracción mediante CO<sub>2</sub> supercrítico presenta 5 controladores de la casa OMRON (Kyoto, Japón) montados en el sistema de control, 4 de ellos pertenecen al modelo E5CK y uno al modelo E5CC.

El modelo E5CK permite realizar métodos de control todo o nada o PID en modo auto-tuning o con introducción de parámetros (proporcional, integrativo y derivativo). Presenta tres tipos de inputs de datos (temperatura, intensidad y tensión), no obstante, no es capaz de trabajar simultáneamente con más de una entrada.

Como entrada de temperatura permite usar un termopar (K, J, T, E, L, U, N, R, S, B, W, PLII) o un RTD's (*Resistance Temperature Detector*) de platino (Pt100 y JPT100). También admite entrada de intensidad de 4 a 20 mA y de 0 a 20 mA. Las entradas de voltaje con las que puede trabajar son de 1 a 5 V, de 0 a 5 V y de 0 a 10 V (DC). Las entradas analógicas tienen un tiempo de muestreo de 100 ms.

Tiene opción de ajuste de setpoint remoto a través de la tarjeta opcional de comunicaciones, que estaba presente en el caso particular de esta instalación. La comunicación se realiza a través de puerto serie RS-232 o RS-485. La programación de la unidad se realiza a través del panel frontal apreciable en la Figura 4.4.



**Fig.4.4.** Controlador OMRON E5CK.

El controlador OMRON E5CC (Fig. 4.5) es una versión más moderna y compacta del modelo E5CK citado anteriormente. Entre las mejoras que ofrece con respecto al modelo anterior destacan la mejora del tiempo de respuesta analógica a 50 ms y la inclusión de una pantalla LCD de alto contraste y amplio ángulo de visión para facilitar su lectura desde cierta distancia. Incluye también función de alarma y temporizador.



**Fig.4.5.** Controlador OMRON E5CC.

El E5CC extiende su compatibilidad de entradas de temperatura en comparación al E5CK, ya que además de las entradas de termopar y RTD permite también el uso de sensores de infrarrojos. Trabaja con las mismas entradas de voltaje e intensidad que el modelo anterior y reduce las opciones de comunicación únicamente al estándar RS-485 a través del protocolo CompoWay/F o Modbus.

### **Caudalímetro**

Para la medida del caudal másico de CO<sub>2</sub> se utilizó un caudalímetro mini CORI-FLOW (Bronkhorst, Ruurlo, Holanda; Fig. 4.6). Este dispositivo basa su funcionamiento en el efecto Coriolis (Gaspard-Gustave de Coriolis, 1835), que es el nombre que se le da al fenómeno de aceleración o desaceleración que se observa en un cuerpo cuando éste se encuentra en movimiento respecto del sistema de referencia establecido. El mini CORI-FLOW utiliza un tubo vibrante que experimenta fuerzas de Coriolis cuando un líquido fluye a través de él, provocando dobleces o incluso torceduras a nivel microscópico a lo largo de dicho tubo. Estos pequeños desplazamientos que sufre el tubo son detectados y evaluados electrónicamente por sensores posicionados a lo largo de su estructura y transformados directamente en caudal, puesto que el

desfase experimentado en la vibración del tubo es proporcional al caudal másico. El uso de las fuerzas de Coriolis como fundamento para la medida del caudal másico presenta la ventaja de poder medir esta magnitud independientemente de la densidad, temperatura, viscosidad, presión, capacidad calorífica o conductividad del fluido.



**Fig.4.6.** Caudalímetro de efecto Coriolis Bronkhorst mini CORI-FLOW.

### **Variador de frecuencia**

Uno de los elementos actuadores de la instalación fue un variador de frecuencia ATV12 (Schneider Electric, Rueil-Malmaison, Francia; Fig. 4.7), cuya función fue la de modificar la velocidad de la bomba cuando el valor de presión en el extractor se alejaba del punto de consigna introducido en el controlador encargado de monitorizar la presión de dicho elemento.



**Fig.4.7.** Variador de frecuencia Schneider Electric ATV12.

**Bomba de CO<sub>2</sub>**

La bomba utilizada para la impulsión fue una LEWA (Leonberg, Alemania; Fig. 4.8) de diafragma fabricada a petición del grupo ASPA (nº de pedido: P/CLEAN 106/7-2674), de forma que cumpliera con las especificaciones que se requerían para su puesta en marcha en la planta de extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico.

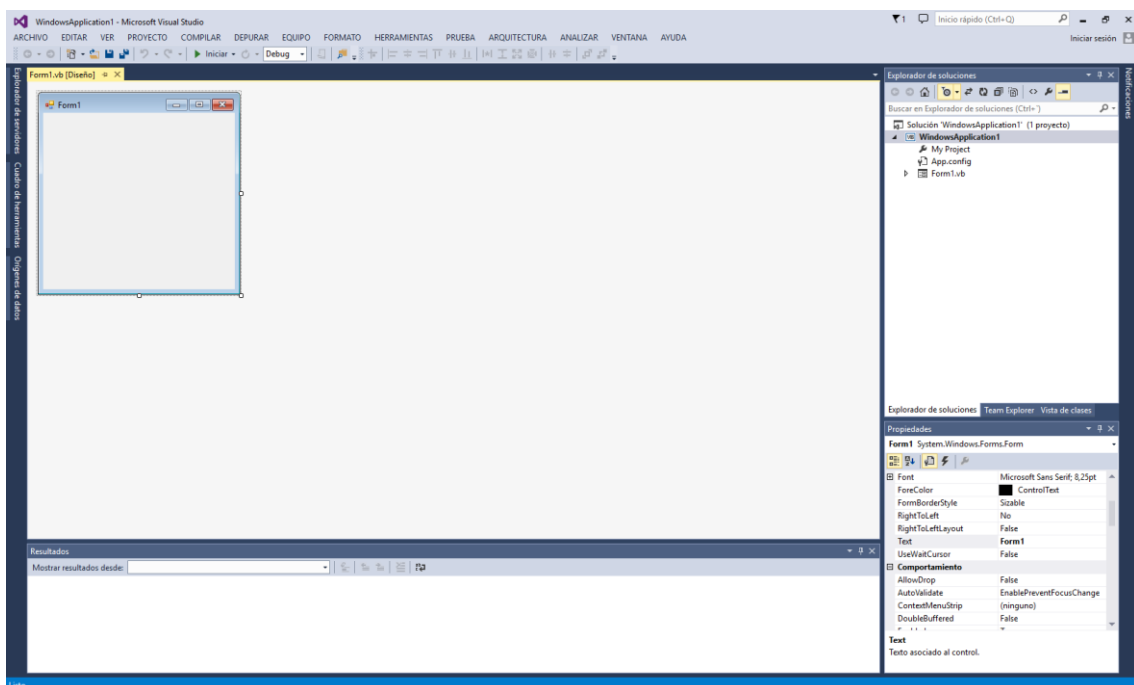


**Fig.4.8.** Bomba de diafragma LEWA P/CLEAN 106/7-2674.

## 4.2. Metodología

### 4.1.1. Diseño y programación del software de control

La programación del software se realizó empleando un IDE (Integrated Development Environment), que en este caso fue Visual Studio Ultimate 2013 (Microsoft, Redmond, Washington, Estados Unidos). Esta aplicación contiene un editor de código fuente con una amplia compatibilidad con diversos lenguajes de programación, tales como C, C++, C#, Visual Basic.NET, JavaScript, o HTML entre otros. También dispone de un depurador de código y de herramientas de construcción de contenido, de forma que el proceso de diseño del apartado visual del programa se agiliza sustancialmente. En la Figura 4.9 se ilustra el aspecto que presenta el entorno de trabajo de Visual Studio Ultimate 2013.



**Fig.4.9.** Captura de pantalla de Visual Studio Ultimate 2013.

El lenguaje de programación seleccionado para la elaboración del software fue Visual Basic.NET., con el objetivo de desarrollar un software de control que fuera fácil de usar, que aportara gran cantidad de información en un vistazo, que permitiera modificar el funcionamiento de ciertos elementos de la instalación (cambiar el valor del setpoint) y que fuera capaz de almacenar y exportar información del proceso para ser posteriormente estudiada en una hoja de cálculo.

#### **4.1.2. Ubicación del caudalímetro y elección de la magnitud a controlar**

Se realizaron pruebas de toma de datos de caudal con el caudalímetro instalado en dos emplazamientos distintos: En la conducción previa a la entrada a la bomba (zona de aspiración), y en la conducción de recirculación de CO<sub>2</sub> ubicada a la entrada al depósito pulmón.

Para el funcionamiento del sistema de control se plantearon dos escenarios:

- Control del caudal de CO<sub>2</sub> mediante variación automática de la velocidad de giro de la bomba y control de la presión por regulación manual de la válvula micrométrica.
- Control de la presión en el extractor mediante variación automática de la velocidad de giro de la bomba y control del caudal de CO<sub>2</sub> por regulación manual de la válvula micrométrica.

Se realizaron extracciones con ambas posibilidades de funcionamiento del sistema de control para seleccionar la que presentase un control más eficiente.

#### **4.1.3. Caracterización de la bomba**

Para realizar la caracterización de la bomba se llevaron a cabo dos ensayos con la planta funcionando en condiciones de recirculación sin introducción de carga en el portamuestras, en las cuales se hizo una toma de datos mediante el software de control desarrollado en el marco de este TFG. Estas dos extracciones se llevaron a cabo con distintas temperaturas en el baño termostático (40 °C y 60 °C), de forma tal que se pudiera conocer la forma en la que afecta dicha variación de temperatura al funcionamiento de la bomba durante las extracciones. La caracterización consistió en la determinación del caudal que era capaz de aportar la bomba de diafragma en función de la presión de trabajo y de la velocidad de giro (frecuencia suministrada por el variador de frecuencia a la bomba). Para los ensayos de la bomba se tomaron datos de caudal a presiones de 100, 300 y 500 bar, a velocidades de giro de 25, 35 y 50 Hz.

#### **4.1.4. Extracción de aceite esencial de tomillo**

Se llevaron a cabo diversas extracciones con el objetivo de verificar el correcto funcionamiento del software de control y de la instalación. Estas extracciones se realizaron utilizando 16 g de muestra de tomillo junto con 20 ml de etanol para mejorar la polaridad del CO<sub>2</sub>. La presión suministrada al extractor fue de 450 bar con una temperatura de 50 °C. Se sacaron muestras de extracto de aceite esencial de tomillo en el transcurso de 5, 15, 30 y 60 minutos tras alcanzar la presión de trabajo.





## Resultados y discusión

---



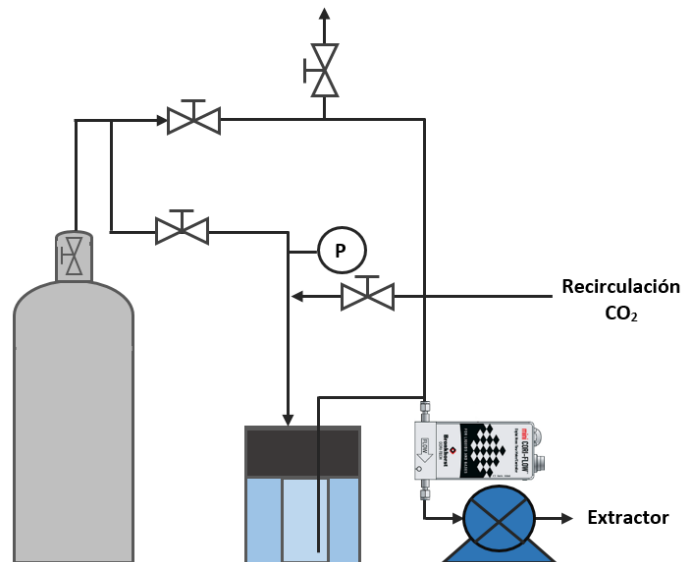
## 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 5.1. Puesta a punto de la instalación

Como paso previo a la realización de los ensayos de extracción que permitirán la verificación del software y del funcionamiento de la instalación, se llevaron a cabo una serie de pruebas en ausencia de carga y software de control, para determinar el emplazamiento óptimo del caudalímetro y el modo de control de la presión y el caudal del sistema.

#### Ubicación del caudalímetro

Inicialmente, el caudalímetro se ubicó en la zona de aspiración de la bomba de CO<sub>2</sub>, entre el depósito pulmón y la bomba (Fig. 5.1).

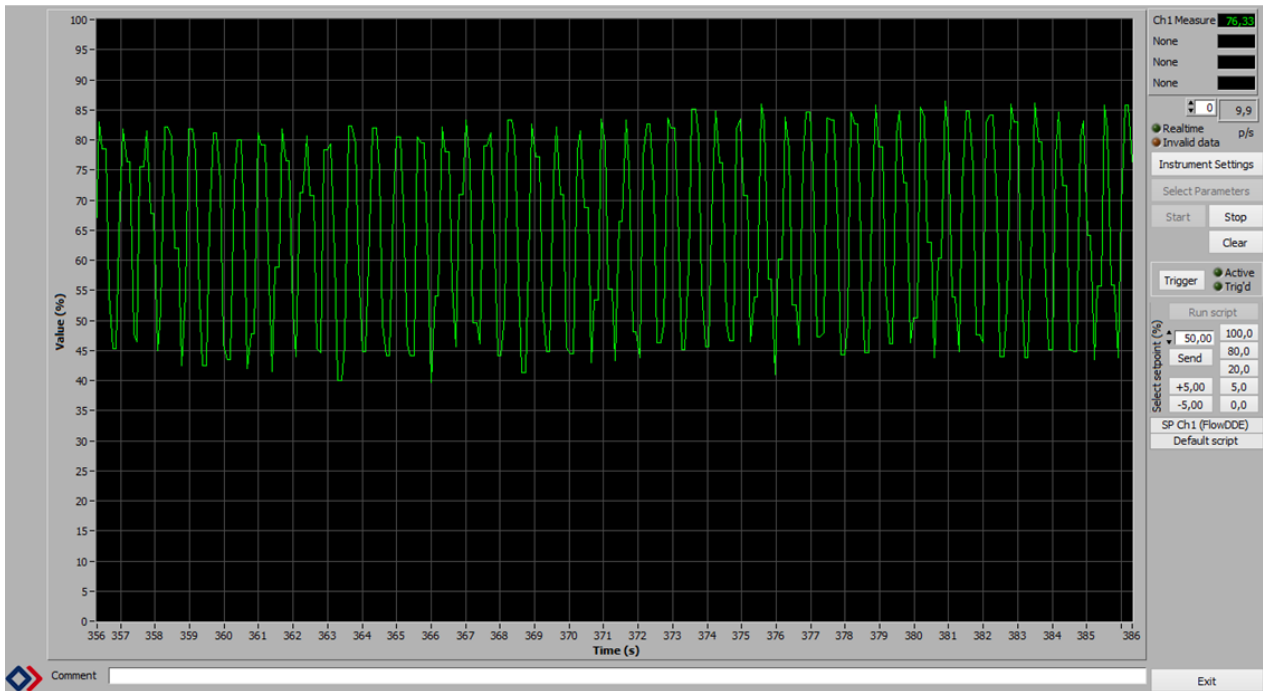


**Fig.5.1.** Primera ubicación del caudalímetro (aspiración de la bomba).

Como se observa en la Figura 5.2, esta disposición dio problemas en la medición, debido a la proximidad del caudalímetro a la entrada de aspiración de la bomba. De esta manera, el caudal se registraba con fuertes oscilaciones, coincidiendo estas oscilaciones con cada desplazamiento del pistón que movía el diafragma, siendo imposible conocer con fiabilidad el caudal exacto que estaba siendo bombeado en cada momento. La solución a esta situación pasó por cambiar de emplazamiento el caudalímetro a un lugar donde las oscilaciones debidas al bombeo pudieran ser atenuadas.

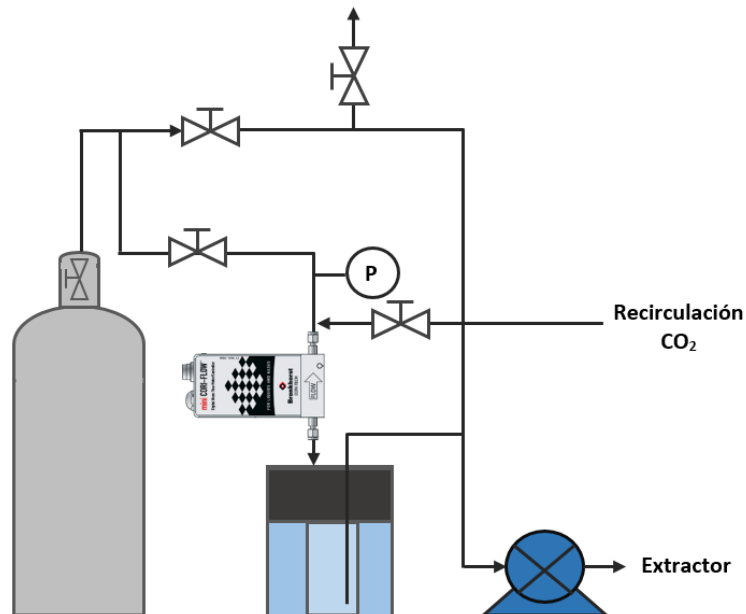
Para realizar las comprobaciones en las medidas que tomaba el caudalímetro en ambas localizaciones, se utilizó un software diseñado por la casa Bronkhorst (FlowPlot V3.34). Este software presenta diversas utilidades, entre las que se encuentran la configuración de diferentes

parámetros del caudalímetro (rango de medida, unidad de medida, etc) y la lectura y representación del output del dispositivo en porcentaje.



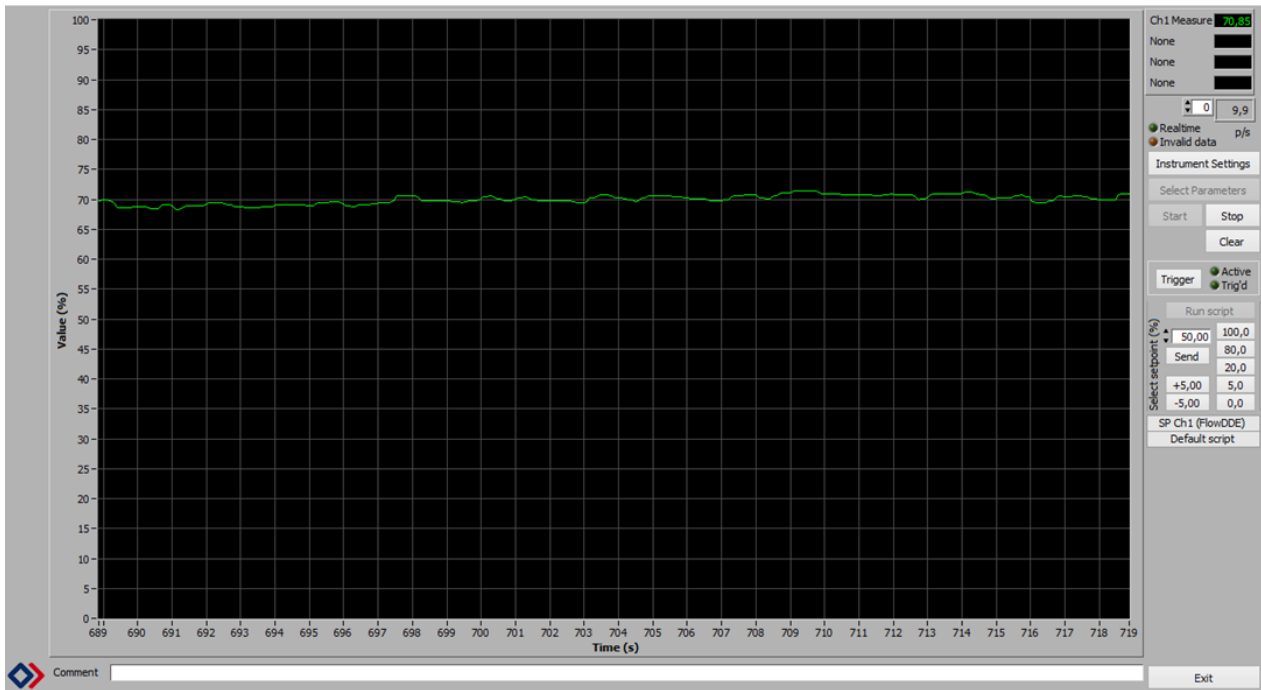
**Fig.5.2.** Lectura de la señal del caudalímetro en FlowPlot con el instrumento instalado en la aspiración de la bomba.

Finalmente, el caudalímetro se posicionó en la conducción previa al depósito pulmón (Fig. 5.3) de tal forma que las aspiraciones pulsadas de la bomba de diafragma quedaban amortiguadas por el depósito pulmón.



**Fig.5.3.** Segunda ubicación del caudalímetro (entrada del depósito pulmón).

En la Figura 5.4 se muestra el aspecto que presentaba la señal del caudalímetro en la aplicación FlowPlot una vez realizada la reubicación del instrumento.



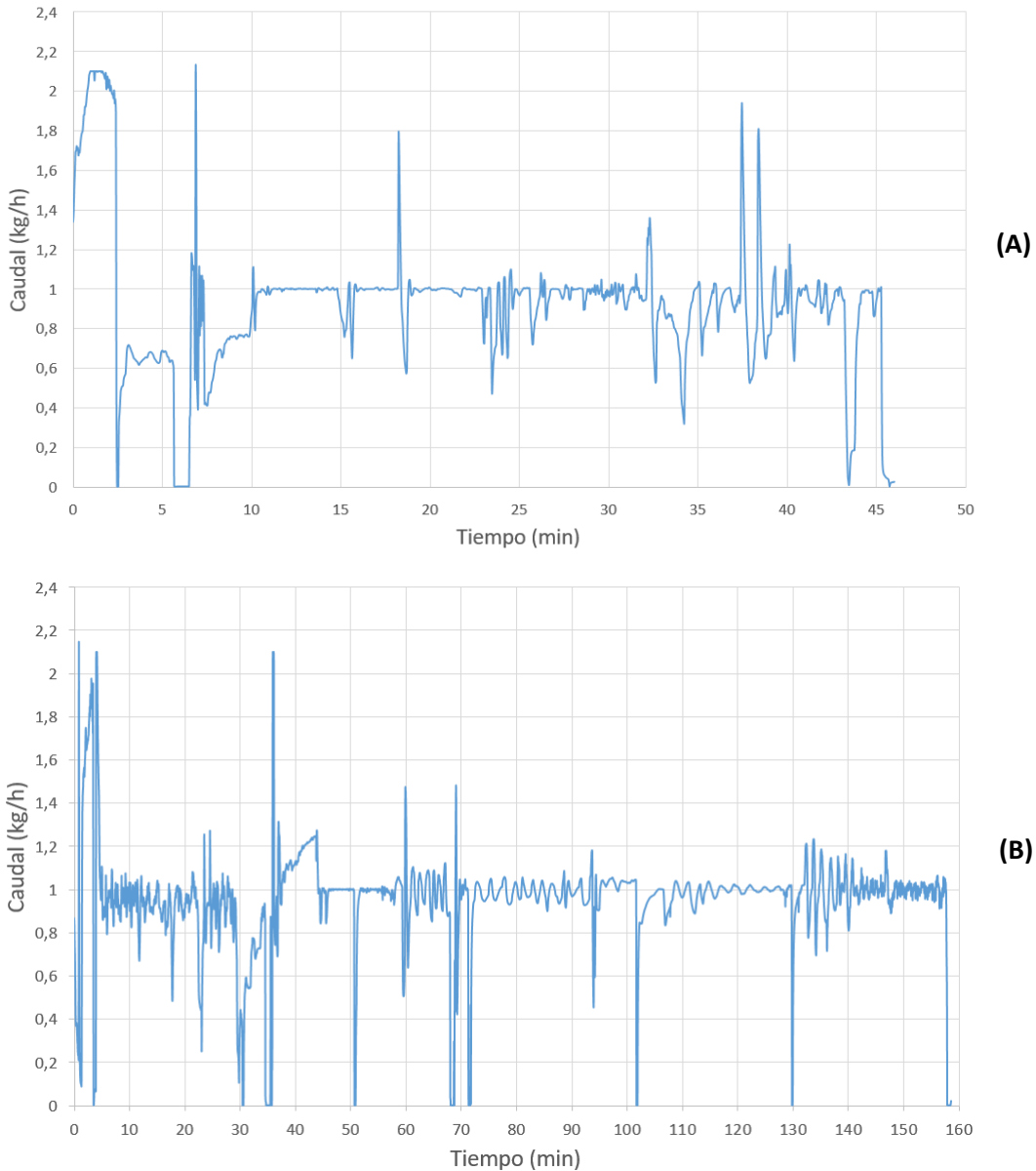
**Fig.5.4.** Lectura de la señal del caudalímetro en FlowPlot con el instrumento instalado antes del depósito pulmón.

Con el caudalímetro instalado en la entrada al depósito pulmón, se observa una gran mejoría en la estabilidad de las lecturas del caudal, tal y como muestra la ventana gráfica de FlowPlot (Fig. 5.4).

De esta forma, se puede considerar que la única ubicación viable para el caudalímetro es en la conducción previa al depósito pulmón, dado que sería prácticamente imposible realizar un control automático eficaz sobre una magnitud cuyas lecturas presentan una oscilación tan fuerte, como era el caso de las lecturas de caudal con el caudalímetro situado en la aspiración de la bomba de CO<sub>2</sub>.

**Modo de control de la presión y el caudal del sistema**

En primer lugar, se planteó un escenario en el que el control del caudal de CO<sub>2</sub> se realizaba automáticamente por variación de la velocidad de giro de la bomba y la regulación de la presión se realizaba de forma manual, mediante la válvula micrométrica. En las Figuras 5.5 A y B se muestran los datos de caudal (kg/h de CO<sub>2</sub>), correspondientes a dos ensayos distintos.



**Fig.5.5.** Evolución del caudal durante los ensayos con control automático del caudal. A. sin apertura del separador y B. con apertura del separador

La experiencia cuyos datos de caudal se representan en la Figura 5.5 A fue realizada sin carga en el portamuestras, de forma que únicamente se comprobó la estabilidad del sistema sin aperturas del depósito separador. El objetivo fue mantener el caudal de CO<sub>2</sub> en un valor lo más cercano posible a 1 kg/h (se tomó como aceptable cualquier valor comprendido entre 0.9 y 1.1

kg/h) y la presión en 450 bar. Estas medidas se tomaron una vez se alcanzó la presión del punto de consigna en el extractor.

Es posible observar una clara ineficiencia del sistema a la hora de alcanzar en primera instancia el caudal objetivo y también de mantenerlo en un rango estable en el tiempo. El sistema tardó aproximadamente 10 minutos en situar el caudal en un rango cercano al valor objetivo. Una vez alcanzado el objetivo, el sistema presentó una relativa estabilidad durante los primeros 30 minutos de la experiencia, sólo perturbada por manipulaciones puntuales de la válvula micrométrica para compensar las caídas o sobrecargas de presión.

Conforme la extracción superó el umbral de los 30 minutos se observa una creciente inestabilidad en el control del caudal.

Antes de entrar en el análisis de la segunda extracción, cabe resaltar el comportamiento de la planta que se observó en las diversas experiencias con carga de materia prima en el portamuestras durante el desarrollo de este TFG. Cuando se han realizado extracciones de aceite esencial de tomillo, la instalación ha presentado una mejora progresiva en el control del caudal conforme avanzaba la duración de la extracción. Esta variación a mejor en el funcionamiento del sistema se puede deber al agotamiento del etanol utilizado como cosolvente, que cuando se encuentra mezclado con el CO<sub>2</sub> dificulta la circulación de este último.

En el caso de la segunda extracción (Fig. 5.5.B), se cargó el portamuestras con 16 g de tomillo mezclados con 20 ml de etanol y se realizaron aperturas del depósito separador en ciertos puntos de la extracción para realizar recogida de extracto de aceite esencial de tomillo, de forma que se alterara el equilibrio del sistema de extracción y fuera posible observar la capacidad del sistema para restablecer de forma automática las condiciones de trabajo.

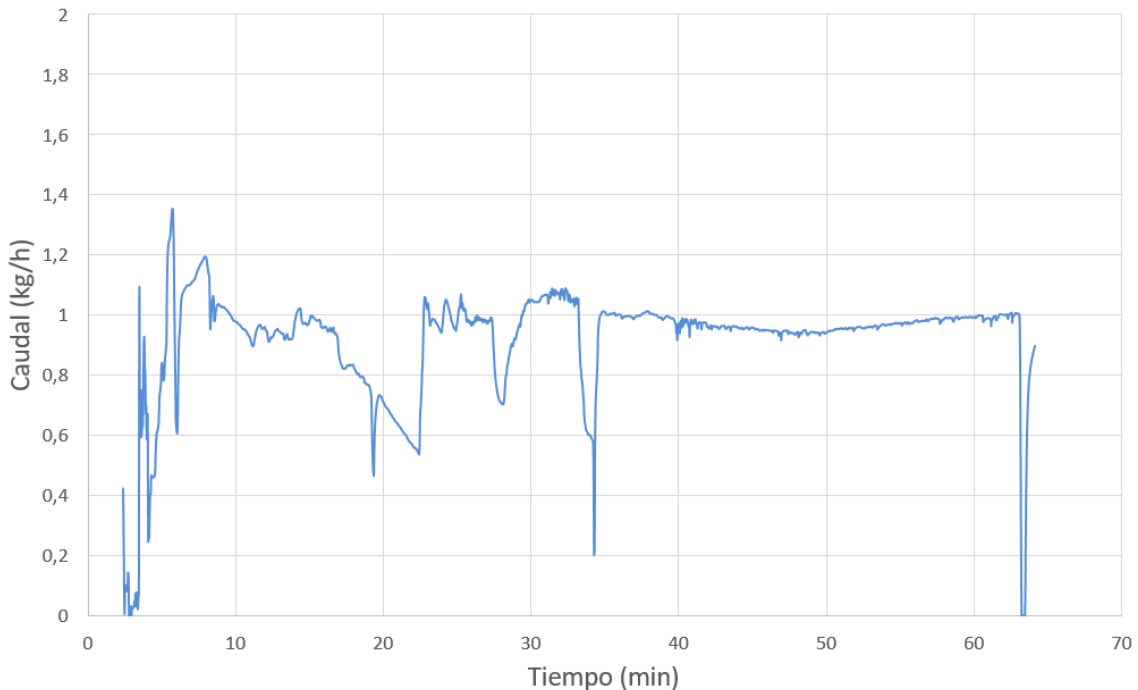
En esta ocasión, el sistema fue capaz de alcanzar el valor objetivo de caudal más rápidamente, aunque, la estabilidad fue muy reducida durante los primeros 30 minutos.

En el periodo de funcionamiento comprendido entre los 45 y 130 min, el sistema fue adquiriendo mayor facilidad para mantener el caudal en un rango 0.9-1.1 kg/h debido al progresivo agotamiento del etanol introducido en el portamuestras. También se consigue recuperar el caudal con relativa facilidad tras las aperturas de la válvula del separador en los minutos 50, 70, 100 y 130 (puntos en los que el caudal baja hasta 0 kg/h debido a que se detiene la recirculación, al escaparse el CO<sub>2</sub> por la válvula de salida del separador).

No obstante, tras un periodo de 30 minutos con relativa estabilidad en el funcionamiento (minutos 100 a 130), el sistema empezó a presentar muchas dificultades para recuperar el control del caudal tras la extracción de muestra realizada en el minuto 130, alargándose el periodo de estabilización del caudal hasta prácticamente el minuto 150.

Con este tipo de control, la instalación mostraba fluctuaciones en el valor de la presión en el extractor, que debió ser periódicamente regulada manualmente por medio de la válvula micrométrica. La presión se mantuvo en un rango de 410 a 490 bar.

Una vez terminadas estas pruebas, se modificó el sistema de control. En la prueba que se analiza a continuación, el control automático (controlador, variador de frecuencia y bomba) se realizó sobre la magnitud de presión en el extractor. Por otra parte, el control del caudal fue llevado a cabo por medio de la manipulación manual de la válvula micrométrica. En la Figura 5.6 se ilustran los datos tomados en la puesta en marcha de la planta con esta configuración en el sistema de control.



**Fig.5.6.** Evolución del caudal durante la extracción con control sobre la presión.

Con el sistema modificando la velocidad de la bomba por medio del control de la presión, se consiguió que la respuesta automática presentara menos oscilaciones

De esta forma, el sistema no tuvo ninguna dificultad en mantener la presión en niveles muy próximos al setpoint establecido (450 bar), con lecturas que oscilaron entre 440 y 460 bar en su mayoría.

El sistema experimentó una rápida recuperación del caudal tras las recogidas de muestra realizadas a los 5, 20, 35 y 60 min.

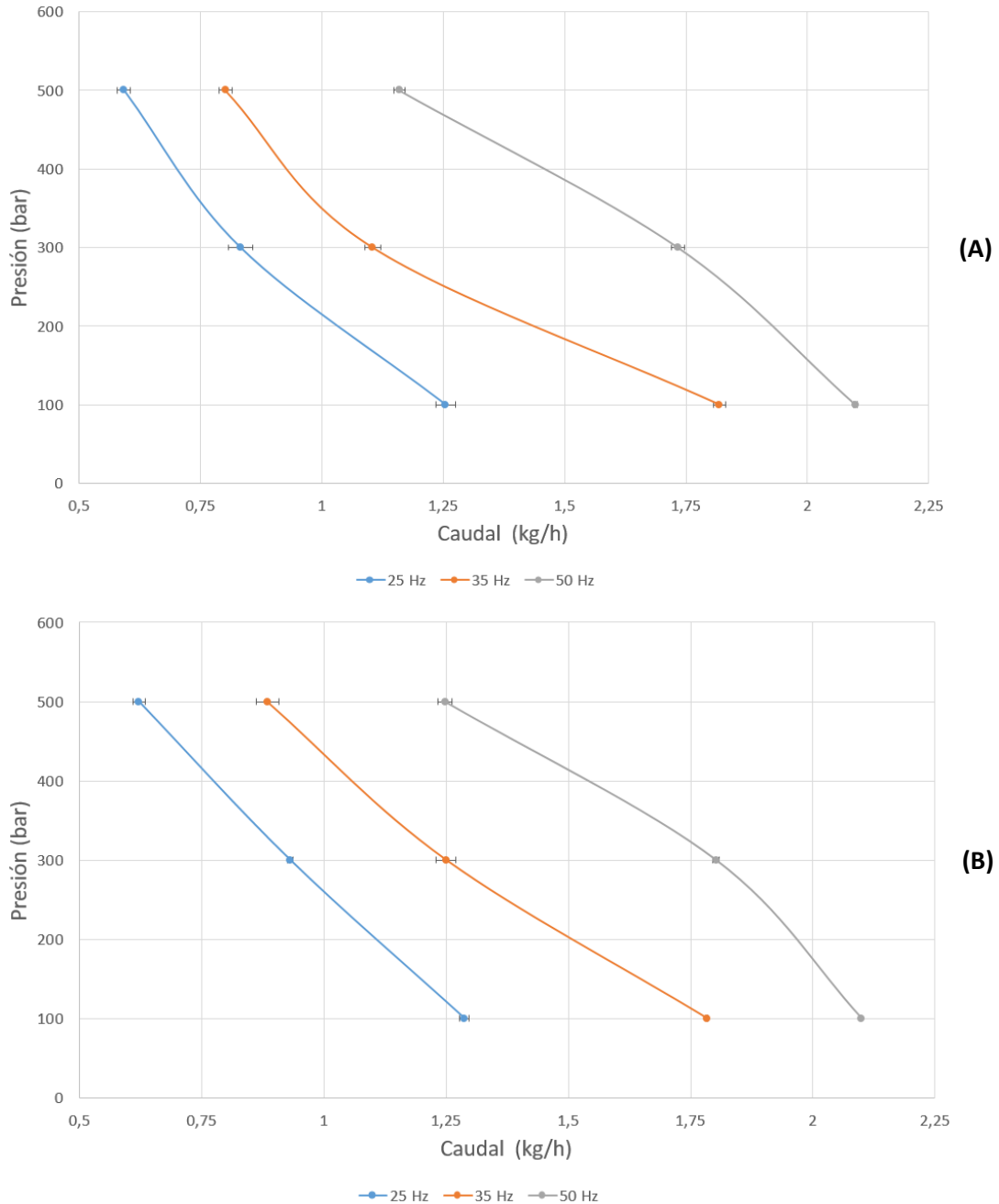
La evolución del caudal quedó sometida al manejo de la válvula micrométrica, por tanto, se obtiene un valor de caudal más próximo al objetivo en función de la experiencia que haya obtenido la persona encargada del accionamiento de la válvula micrométrica en el manejo de la misma.

De esto se concluye que, a pesar de que las lecturas de caudal fueron aceptables, todavía se puede mejorar el control si se realiza un apropiado manejo de la válvula micrométrica, tal y como queda reflejado en las extracciones que se analizan en el apartado 5.3.



## 5.2. Caracterización de la bomba de CO<sub>2</sub>

En las Figuras 5.7.A y B se muestra la representación gráfica de los datos de caudal registrados por el software de control para 3 niveles de presión y 3 velocidades de giro de la bomba, a 40 y a 60 °C (temperatura del baño termostático) respectivamente.



**Fig.5.7.** Curva característica de la bomba. A. a 40 °C y B. a 60 °C.

A tenor de los resultados obtenidos, se observa que en todos los escenarios se cumple que al aumentar la presión disminuye el caudal, para una velocidad de giro constante. Estas curvas nos permiten determinar el caudal que va a poder proporcionar la bomba bajo diferentes condiciones de proceso.

En lo referente al impacto de la temperatura del baño sobre los datos de caudal impulsado por la bomba, se observa (Tabla 5.1) cómo, a igualdad de presión y de velocidad de giro, el caudal a 60 °C es mayor que el caudal a 40 °C excepto para una condición de trabajo (100 bar y 35 Hz).

**Tabla 5.1.** Influencia de la temperatura del baño sobre el caudal (kg/h).

	100 bar			300 bar			500 bar		
	40 °C	60 °C	Δ (%)	40 °C	60 °C	Δ (%)	40 °C	60 °C	Δ (%)
<b>25 Hz</b>	1,25 ± 0,02	1,29 ± 0,01	+ 2,62	0,83 ± 0,03	0,93 ± 0,01	+ 11,90	0,59 ± 0,01	0,62 ± 0,01	+4,95
<b>35 Hz</b>	1,82 ± 0,01	1,78 ± 0,01	- 1,90	1,11 ± 0,02	1,25 ± 0,02	+ 13,18	0,80 ± 0,01	0,88 ± 0,02	+ 10,27
<b>50 Hz</b>	2,10 ± 0,01	2,10 ± 0,01	+ 0,06	1,73 ± 0,01	1,80 ± 0,01	+ 3,97	1,16 ± 0,01	1,25 ± 0,02	+ 7,59

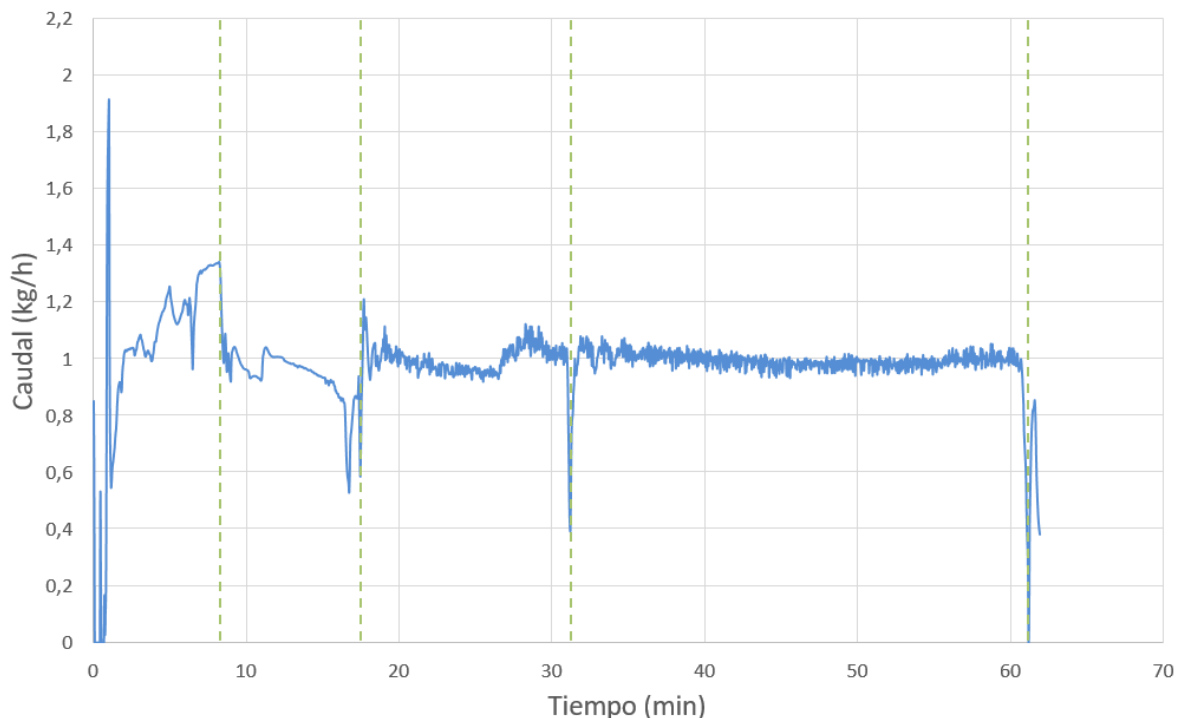
Una vez realizada la caracterización de la bomba, puede determinarse que, para obtener un caudal de 1 kg/h de CO<sub>2</sub> a una presión de 450 bar en el extractor, la bomba debe de trabajar a una frecuencia comprendida entre 35 y 50 Hz (mayor frecuencia a menor temperatura). Este rango de frecuencias quedó verificado en las extracciones realizadas.

### 5.3. Verificación final del sistema

Para completar la verificación del funcionamiento del software de control y de la instalación, se realizaron un conjunto de tres extracciones de aceite esencial de tomillo.

Para estas extracciones, se introdujeron en el portamuestras 16 g de tomillo y 20 ml de etanol. El setpoint en el controlador de presión se fijó en 450 bar. El caudal se controló mediante accionamiento manual de la válvula micrométrica, con un caudal objetivo de 1 kg/h (± 1 kg/h). La temperatura del baño fue de 50 °C.

En la Figura 5.8 se representan gráficamente los datos de caudal que el software de control registró durante el transcurso de una de las extracciones (las otras dos presentaron un comportamiento similar).



**Fig.5.8.** Representación gráfica de la evolución del caudal de CO<sub>2</sub> durante la extracción realizada para la verificación final del sistema.

Las líneas discontinuas marcan los puntos de la extracción en los que se realizó una toma de muestra de extracto de aceite esencial de tomillo.

Como se puede comprobar por el aspecto que muestra la representación de los datos de caudal registrados, el control automático ejercido sobre la presión presentó un funcionamiento satisfactorio. La presión se mantuvo durante toda la extracción entre los 440 y 460 bar.

El único margen de tiempo en el que el valor del caudal se alejó del rango objetivo, fue en los minutos que precedieron a la primera toma de muestra. Este desvío en el control se debió a las dificultades que presenta la manipulación de la válvula micrométrica, dado que es un elemento de alta sensibilidad e histéresis.

Durante el resto de la extracción, el sistema fue capaz de mantener el caudal de CO<sub>2</sub> en un rango comprendido entre 0.9 y 1.1 kg/h, con una manipulación de la válvula micrométrica relativamente reducida.

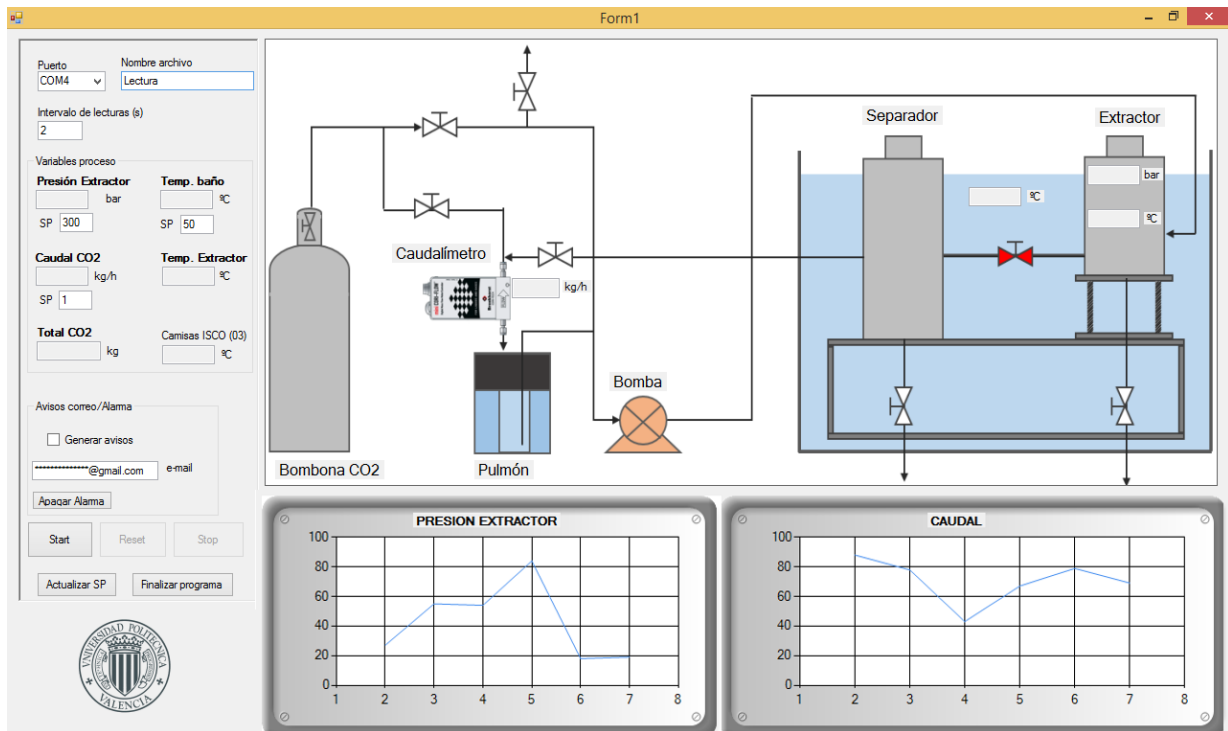
El software de control monitorizó los datos de los controladores durante toda la duración de las extracciones sin presentar ningún fallo.

**DESARROLLO DEL SOFTWARE DE CONTROL**

**5.4. Diseño del interfaz gráfico**

El diseño se realizó de forma que la ventana del software quedara dividida en tres zonas diferenciadas. En la zona izquierda se encuentra el panel de control, donde se localizan los elementos que permiten la interacción con el software. En la zona central se dispone una representación visual esquemática de la planta de FSC, de acuerdo con su estado en el marco del presente trabajo, donde también se muestran las diferentes variables del proceso. Por último, en la parte inferior de la ventana se localiza la zona de monitorización gráfica, donde se sitúan dos representaciones gráficas en tiempo real del caudal de CO<sub>2</sub> y de la presión en el extractor.

La Figura 5.9 muestra el aspecto que presenta la interfaz del software desarrollado en su última versión.



**Fig.5.9.** Captura de pantalla del interfaz gráfico del software de control desarrollado.

**Elementos del panel de control (Figura 5.10)**

Los elementos del panel de control del software desarrollado son:

- 1- Menú desplegable para seleccionar el puerto de comunicaciones que se vaya a usar.
- 2- Recuadro de entrada de texto para introducir el nombre del archivo que se creará y donde se guardará en el disco duro los valores de las variables de proceso.
- 3- Recuadro de entrada de texto para introducir el intervalo de tiempo en el que se realizaran las lecturas de los controladores.
- 4- Etiqueta: Muestra el valor de la presión en el extractor.
- 5- Etiqueta: Muestra el valor de la temperatura en °C del baño termostático.
- 6- Etiqueta: Muestra el valor del caudal de CO<sub>2</sub> en kg/h.
- 7- Etiqueta: Muestra el valor de la temperatura en °C en el interior del extractor.
- 8- Etiqueta: Muestra el valor de la masa total de CO<sub>2</sub> que ha circulado durante la extracción en kg.
- 9- Etiqueta: Muestra el valor de la temperatura en °C en las camisas de la bomba de jeringa (ISCO).
- 10- Checkbox. Habilita la función de alarma cuando se encuentra activado.
- 11- Recuadro de entrada de texto para introducir la dirección de correo electrónico a la que serán enviados los avisos.
- 12- Botón de apagado de alarma.
- 13- Botón de Start. Al pulsarlo, el software comienza a tomar medidas.
- 14- Botón de Reset. Vacía el contenido de las etiquetas de datos y reinicia el temporizador y los gráficos de caudal y temperatura en el extractor.
- 15- Botón de Stop. Detiene el temporizador y las mediciones.
- 16- Botón de Actualizar setpoint. Envía a cada controlador el valor de setpoint introducido en los respectivos cuadros de texto etiquetados como "SP".
- 17- Botón de Finalizar el programa.

The screenshot shows a software control interface with the following elements and annotations:

- 1**: Puerto dropdown menu showing 'COM4'.
- 2**: Nombre archivo text box containing 'Lectura'.
- 3**: Intervalo de lecturas (s) text box containing '2'.
- 4**: Presión Extractor text box.
- 5**: Temp. baño text box.
- 6**: Caudal CO2 text box.
- 7**: Temp. Extractor text box.
- 8**: Total CO2 text box.
- 9**: Camisas ISCO (03) text box.
- 10**: Generar avisos checkbox.
- 11**: e-mail text box containing '\*\*\*\*\*@gmail.com'.
- 12**: Apagar Alarma button.
- 13**: Start button.
- 14**: Reset button.
- 15**: Stop button.
- 16**: Actualizar SP button.
- 17**: Finalizar programa button.

Fig.5.10. Panel de control del software.

### 5.5. Funcionalidades presentes en el software

El software desarrollado presenta varias funcionalidades cuyo uso resulta de interés para la realización de extracciones con la planta de extracción mediante FSC. Cuando se pone en marcha, monitoriza las variables de proceso controladas, las cuales son la presión en el extractor, la temperatura del baño termostático, el caudal másico circulante de CO<sub>2</sub>, la temperatura en el extractor, y (aunque no sea un dato a tener en cuenta en el estado actual de la instalación) la temperatura de las camisas de la bomba de jeringa que se usaba en el contexto previo al desarrollo de este TFG. El valor de estas variables de proceso se muestra en pantalla con un intervalo de actualización mínimo de 2 segundos (intervalo de lecturas). Las magnitudes controladas se muestran y actualizan tanto en el panel de control, como en sus respectivas etiquetas en la representación esquemática de la planta.

El usuario también tiene la posibilidad de introducir en los recuadros de texto (textbox) indicados para ello el valor de setpoint que se desee en los controladores. El valor introducido sólo es enviado a los controladores una vez que el usuario pulsa el botón “Actualizar SP”.

El software contiene también una función que genera un documento de texto (cuyos nombre y carpeta de destino deben ser introducidos por el usuario) en el momento que se pulsa

el botón “Start”. En este documento (extensión “.txt” y formato ASCII) se registran todas las medidas de los controladores que se han realizado hasta que se detiene la medición (botón “Stop”). Si cuando se inician las medidas ya existe un documento de texto con el mismo nombre que el introducido en el cuadro de texto que se dispone para nombrar el documento, el programa escribirá las nuevas mediciones a partir de la última fila que tenga algún carácter escrito.

También se incluye una función de “generar avisos”, en la que, cuando es seleccionada y se superan unos umbrales, el programa envía dos correos electrónicos a la dirección introducida en el espacio reservado para ello, además de reproducir un sonido de alarma. Esta función sólo actúa cuando la presión se aleja del setpoint en un intervalo de +/- 10 bar o cuando el caudal de CO<sub>2</sub> baja 0.1 kg/h o sube 0.2 kg/h respecto del setpoint.

### 5.6. Programación

En este apartado se incluye la explicación de la parte de mayor importancia de la programación, que sería la programación correspondiente a la comunicación con los controladores. La totalidad del código que conforma el software de control se puede consultar en el Anexo.

Los controladores instalados, se comunican con el software a través de un cable adaptador de RS-485 a USB. Para que la comunicación tenga éxito, debe introducirse en el programa un componente SerialPort, y establecer correctamente los parámetros de comunicación. Estos parámetros se listan a continuación:

- PortName: COM4 (Es el nombre del puerto USB que se está utilizando)
- BaudRate: 9600
- DataBits: 7
- Parity: Even
- StopBits: Two

También se cargó un componente de temporizador (timer), al que se le debe asignar un intervalo de tiempo entre “ticks”. En el código se escribió que este intervalo (Timer.Interval) fuera equivalente al valor del cuadro de texto donde el usuario introduce el intervalo de lecturas (TextBox.6.Text).

Los controladores presentan un sistema de códigos mediante el cual son capaces de llevar a cabo distintas órdenes, en función del código que se le envíe a través del software de control. En este caso, hubo que generar códigos por duplicado para cada orden que se quiso dar a los controladores, debido a que los controladores E5CK y E5CC utilizan formatos de codificación distintos.

Para realizar la lectura del valor de proceso (PV) en los modelos E5CK, el software se programó para que enviara un código del tipo:

@XX1000000

En el que los dos dígitos que siguen a “@”, se corresponden con el número de unidad del controlador de destino (Ej: @041000000, unidad 04).

En el caso del E5CC, el código para ejecutar una lectura de PV es ligeramente más complejo:

050000101800000000001

En estos fragmentos de código están incluidos el comando a ejecutar (lectura de PV) y número de unidad, pero el software debe enviarlos junto a un código de inicio (STX), un código de terminación (ETX) y un carácter (BCC), que es calculado posteriormente y enviado junto a él. El código completo que el software debe enviar para que la unidad 05 responda con el PV, estaría compuesto por los siguientes caracteres:

- STX (Start of Text): Se hace referencia a este carácter ASCII con Chr (2)
- Node number: 05
- Sub-address: 00
- SID (Service ID): 0
- Command text:
  - MRC (Main Request Code): 01
  - SRC (Sub-Request Code): 01
  - Variable type: 80
  - Read start address: 0000
  - Bit position: 00
  - Number of elements: 0001
- ETX (End of Text): Se hace referencia a este carácter ASCII con Chr (3)
- BCC (Block Check Character): Este carácter lo calcula el software haciendo la OR exclusiva de los anteriores caracteres.

Las funciones que se encargaban de calcular y enviar estos códigos se llamaron “tempera(unidad)” en el caso del E5CK, y “tempera2( )” en el del E5CC. A continuación, se expone el código correspondiente a estas dos funciones, que se encuentra incluido en el módulo 1 del software. El contenido completo del módulo 1 se puede consultar en el Anexo.



```

Function tempera(unidad)
    TRM = "*" + Chr(13)

    uli = "@" + unidad + "1000000"
    dummy = uli
    FCS = 0
    For I = 1 To Len(dummy$)
        FCS = FCS Xor Asc(Mid$(dummy$, I, 1))
    Next I
    FlCS = Right$("0" + Hex$(FCS), 2)
    uli = uli + FlCS + TRM

    If Form1.SerialPort1.IsOpen = False Then Form1.SerialPort1.Open()
    Form1.SerialPort1.DiscardInBuffer()

    Form1.SerialPort1.DiscardOutBuffer()

    Form1.SerialPort1.Write(uli)
    'm = 1
    Do
    Loop Until Form1.SerialPort1.BytesToRead >= 15
    pp = Form1.SerialPort1.ReadExisting
    Form1.SerialPort1.Close()

    If Mid$(pp, 9, 1) = "F" Then
        tempera = -Format(Val(Mid$(pp, 10, 3)), "0.0") / 10
    Else
        tempera = Format(Val(Mid$(pp, 10, 4)), "0.0") / 10
    End If

End Function

Function tempera2()
    TRM = Chr(2)

    uli = "050000101800000000001" + Chr(3)
    dummy = uli
    FCS = 0
    For I = 1 To Len(dummy$)
        FCS = FCS Xor Asc(Mid$(dummy$, I, 1))
    Next I
    FlCS = Chr(FCS)
    uli = TRM + uli + FlCS

    If Form1.SerialPort1.IsOpen = False Then Form1.SerialPort1.Open()
    Form1.SerialPort1.DiscardInBuffer()

    Form1.SerialPort1.DiscardOutBuffer()

    Form1.SerialPort1.Write(uli)
    Do
    Loop Until Form1.SerialPort1.BytesToRead >= 21
    pp = Form1.SerialPort1.ReadExisting
    Form1.SerialPort1.Close()

    pp = Mid$(pp, 16, 5)
    tempera2 = Convert.ToInt32(pp, 16) / 10

    lectacabada = 1

End Function

```

El código para realizar la operación de cambiar el setpoint (SP), sólo se escribió para el modelo E5CK, dado que el E5CC controlaba el caudal, cuya modificación se realizaba por medio de la válvula micrométrica. Este código es el siguiente:

@XX201XXXXFCS\*CR

Donde el software escribe el número de unidad en "XX", y el SP introducido en recuadro de texto se corresponde a "XXXX". Por ejemplo, el código para que la unidad 01 cambie su SP a "500", sería el siguiente:

@012015000FCS\*CR

Donde:

- @: Carácter inicial obligatorio.
- 01: Hace referencia a la unidad "01".
- 2: Comando de escritura.
- 01: Hace referencia al Set point.
- 5000: El nuevo valor de SP, con una cifra decimal.
- FCS (Frame Check Sequence): Misma función que el BCC.
- \*: Carácter obligatorio.
- CR (Carriage return): Retorno de carro.



## Conclusiones

---



## **6. CONCLUSIONES**

Finalizada la etapa experimental y a la luz de los resultados reflejados en este trabajo, se exponen las siguientes conclusiones:

- La localización óptima para el caudalímetro se encuentra en la entrada del depósito pulmón lo que permite amortiguar las pulsaciones de la bomba de diafragma.
- El control automático sobre la presión ofrece mejores resultados que si éste se realiza sobre el caudal. Con esta configuración tanto caudal como presión mantienen sus valores con mayor estabilidad en torno al set point. Además, es sistema es más seguro ya que se evitan problemas de exceso de presión derivados de un incorrecto control manual.
- Mediante la obtención de la curva característica de la bomba, se ha constatado que el punto óptimo de funcionamiento de la bomba para realizar extracciones a 450 bar y 50 °C se encuentra entre los 35 y 50 Hz.
- El software desarrollado se ha validado, mostrándose libre de fallos, no encontrándose cuelgues del programa durante las extracciones realizadas y presentando una funcionalidad óptima.
- Se valora el software desarrollado como una herramienta que ofrece una serie de funciones de interés para las futuras extracciones que se puedan llevar a cabo en la planta de extracción mediante CO<sub>2</sub> supercrítico del grupo ASPA. Entre ellas destaca la recogida de datos de las variables de proceso en tiempo real y su posterior exportación a documento de texto, la posibilidad de realizar el cambio de setpoint desde el software, la medida de la masa total de CO<sub>2</sub> que se ha circulado durante la extracción y la función de generar avisos.



## Bibliografía

---





## 7. BIBLIOGRAFÍA

ASTRÖM, K.J., HÄGGLUND, T., 2004. *Revisiting the Ziegler-Nichols step response method for PID control. Journal of Process Control*, 14: 635–650.

AZUOLA, R., VARGAS, P., 2007. *Extracción de sustancias asistida por ultrasonido (EUA). Tecnología en Marcha*, 2007: 20-4.

DEL VALLE, J.M., AGUILERA, J.M., 1999. *Revisión: Extracción con CO<sub>2</sub> a alta presión. Fundamentos y aplicaciones en la industria de alimentos. Food Science and Technology International*, 5: 1-24.

DOYLE, J., FRANCIS, B. & TANNENBAUM, A., 1990. *Feedback control theory*. New York: Macmillan Pub. Co., 214 pp.

ESQUIVEL, F., VARGAS, P., 2007. *Uso de aceites esenciales extraídos por medio de fluidos supercríticos para la elaboración de alimentos funcionales. Tecnología en Marcha*, 2007: 20-4.

FERNÁNDEZ-TRUJILLO, J.P., 2008. *Extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico de oleorresina y otras fracciones de pimentón dulce y picante. Grasas y Aceites*, 59: 7-15.

JAMES, W.; WICK, CH. & WILSON, W., 1991. *Fundamentos de transferencia de momento, calor y masa*. Editorial Limusa. Mexico. 540pp. 4ª Edición.

ORTUÑO, C., 2014. *Aplicación de ultrasonidos de potencia para la mejora de procesos de inactivación con fluidos supercríticos*. Tesis doctoral. Universitat Politècnica de València.

RUIZ, P., 1996. *Aplicación del dióxido de carbono supercrítico al procesado de alimentos: nata, subproductos del refinado de aceites vegetales y zumo de naranja*. Tesis doctoral. Universidad Complutense de Madrid.

TREYBAL, R.E., RODRÍGUEZ, A.G., & LOZANO, F. J., 1980. *Operaciones de transferencia de masa*. McGraw-Hill. Mexico. 858pp. 2ª Edición.

VELASCO, R.J., VILLADA, H.S. & CARRERA, J.E., 2007. *Aplicaciones de los Fluidos Supercríticos en la Agroindustria. Información Tecnológica*, 18: 53-65.

VINATORU, M., 2001. *An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs. Ultrasonics Sonochemistry*, 8: 303-313.

WELTY, J.R., WICKS, C.E., RORRER, G., & WILSON, R.E., 2009. *Fundamentals of momentum, heat, and mass transfer*. 740 pp. 5ª Edición.

**Referencias electrónicas**

MINISTERIO DE AGRICULTURA, ALIMENTACIÓN y MEDIO AMBIENTE (MAGRAMA), 2016. *Informe anual de la Industria Agroalimentaria Española período 2014-2015*. Consulta el 25 de mayo 2016

[http://www.magrama.gob.es/es/alimentacion/temas/industria-agroalimentaria/informeannualindustriaalimentaria2014-2015\\_tcm7-421229.pdf](http://www.magrama.gob.es/es/alimentacion/temas/industria-agroalimentaria/informeannualindustriaalimentaria2014-2015_tcm7-421229.pdf)

SCILAB NINJA, 2016. *Module 4D: PID Control*. Consulta el 8 de junio de 2016,

<http://scilab.ninja/study-modules/scilab-control-engineering-basics/module-4-pid-control/>