

Universidad Nacional de Ingeniería

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA



“ Estudio Técnico de un Sistema de Congelación Seca (Liofilización) en Productos Medicinales ”

T E S I S

PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO MECANICO

TOMAS ALFONSO CABEZAS JARA

PROMOCION : 1975 - 2

LIMA • PERU • 1986

INDICE

ESTUDIO TECNICO DE UN SISTEMA DE CONGELACION SECA (LIOFILIZACION) EN PRODUCTOS MEDICINALES

	PAG.
INTRODUCCION	1
CAPITULO I	
Principio Físico de la Liofilización	4
CAPITULO II	
Aplicaciones de la Liofilización	8
- Dificultades Prácticas	11
CAPITULO III	
Descripción de un Proceso	13
- Congelación, Nucleación y crecimiento de cristales	13
- Curvas de solidificación y transformación	19
a) Sistemas materiales	19
b) Fases de un sistema material	21
c) Equilibrio Físico-Químico	21
d) Factores de equilibrio	23

	<u>PAG.</u>
e) Curvas de enfriamiento	23
- Solidificación de una sustancia pura	24
- Solidificación de dos sustancias formando una solución sólida	25
- Curvas de transformación	26
Vacío	31
Calentamiento, sublimación y desorción, generalidades	44
- El sólido a secar	45
- Calor por conducción, radiación	48
- Calentamiento dieléctrico	49
- Calentamiento por gas seco	49
- Fin del ciclo de la Liofilización	54

CAPITULO IV

Sistemas de Refrigeración-Refrigerantes	56
- Ciclo de compresión de vapor: Introducción	56
- Ciclo de refrigeración de Carnot	56
- Ciclo Standard de refrigeración por compresión de vapor o ciclo saturado simple	61
- Mejoras en el sistema de refrigeración por compresión de vapor, ventajas y desventajas	65
- Sistemas prácticos con intercambiadores de calor, ventajas y desventajas, Obtención de bajas temperaturas	67
- Sistemas múltiples:	69
a) Sistema con un compresor y un vaporador	69
b) Sistema con dos evaporadores y un compresor	71
c) Sistema con dos compresores y un evaporador	73

	PAG.
d) Sistema con dos evaporadores y dos compresores	75
- Sistemas en Cascada: Ventajas y desventajas	76
- Refrigerantes: Clasificación	77
- Hidrocarburos Halogenados	78
- Mezclas Azeotrópicas, hidrocarburos, oxigenados, Nitrogenados, compuestos orgánicos Cíclicos, compuestos inórganicos refrige rantes secundarios, agua, salmuera, soluciones anticongelantes.	79
- Comparación de los Refrigerantes: Propiedades Termodinámicas, Químicas, Físicas	84
- Definición de algunas propiedades de los refrigerantes	85
- Datos Físicos de los refrigerantes	88

CAPITULO V

Liofilizadores	92
- Mezclas frigoríficas	94
- Tipos de Liofilizadores, componentes principales	95
- Variante 1 - componentes principales	98
- Variante 2 y 3 - componentes principales	100
- Variante 4 - componentes principales	107
- Variante 5 - componentes principales	110
- Variante 6 - componentes principales	111
- Siliconas-Aceites siliconizados de alto punto de inflamación..	113

CAPITULO VI

Balance Térmico de un Liofilizador Industrial	116
---	-----

	PAG.
- Cálculo de las cargas de calor	118
- Diagrama P-H R 22, Tabla saturación: Sublimación del Vapor- de agua, Diagrama P-H R 13, Propiedades R-22, R-13	135
- Velocidad de evacuación de la carga de calor	138
- Cálculo de la capacidad del sistema	138
- Circuito de refrigeración a estantes cámaras	138
- Cálculos de refrigeración-potencia del compresor	140
- Intermediario, circuito de refrigeración Intermediario Ultra frío	142
- Cálculos de refrigeración equipo de alta R-13, potencia del- compresor y capacidad del sistema	144
- Evaporador del circuito de Ultrafrío	147
- Ebullición y vaporización en convección forzada	147
- Cálculos para los serpentines intermediario y ultrafrío - Serpentín intermediario	152
- Gráficos de propiedades de los distintos refrigerantes	154
- Cálculos coeficientes peliculares en evaporación R-22	156
- Cálculos coeficientes peliculares en condensación R-13	157
- Cálculos de longitud serpentín intermediario, tamaño	159
- Cálculo serpentín evaporador circuito Ultrafrío	162
- Cálculo coeficiente global transferencia de calor	165
- Cálculo de las resistencias calefactoras de estantes	173
- Secado final-Cálculo de resistencia bomba de difusión	176
- Bombas de vacío y de alto vacío	177
- Bombas de arrastre por vapor	181
- Cálculo de la potencia de una bomba de vacío	188
- Selección de la bomba difusora	190

CAPITULO VII

Selección de Componentes	191
- Tubería de refrigerante	199
- Gráficos para la selección de la tubería y pérdida de carga- correspondiente a 1 grado centígrado	205
- Empleo de los gráficos de selección de tuberías	209
- Selección de tuberías circuito de baja	210
- Selección de tuberías circuito de alta	213
- Selección de tuberías mediante la ecuación de COLEBROOK y D'ARCY WEISBACH	214

CAPITULO VIII

Análisis Económico (Presupuesto base)	220
- Análisis del Coste de los componentes y equipo mecánico Eléc- trico	220
- Lado de baja	220
- Lado de alta	222
- Grupo de vacío	224
- Sistema Eléctrico	225
- Costo total y mano de obra directa	228
- Conclusiones y observaciones	
- Bibliografía	
- Diagrama de flujo de un proceso de Liofilización y Planos Eléc- trico y mecánico eléctrico del sistema de refrigeración Plano- esquemizando equipo Liofilizador	

INTRODUCCION

Muchos y arduos han sido los caminos recorridos por el hombre en búsqueda de una solución para la conservación de aquellos productos naturales o artificiales que le resultaban primordiales y que por sus características de perecederos era imposible conservarlos fuera de su disponibilidad momentánea.

En esa búsqueda el técnico fué logrando sucesivos triunfos y afirmando posibilidades de conservación que fueron ampliando el número de productos capaces de prolongar su disponibilidad. Así comenzó a disfrutar del almacenamiento de aquellos frutos que soportaban la desecación al aire y al sol. Fué este su primer paso. Pero muchísimos ensayos resultaron fracasos, este tratamiento descomponía muchos productos y alimentos, pues bacterias y enzimas los inmunizaban antes de alcanzar su conservación. Además solo mantenían parte de su riqueza alimenticia o curativa.

El conocimiento de las propiedades del frío como preservador abrió nuevos horizontes, y ya las bacterias fueron frenadas en su desarrollo, aunque las enzimas en muchos ca-

sos presentes, y la oxidación de las fracciones susceptibles, permitieron sólo una corta conservación.

Lograda la disponibilidad de temperaturas más bajas, pudo al fin frenar las acciones enzimáticas, pues el producto congelado, conservaba largo tiempo sus cualidades, aunque la ya muy lenta acción oxidativa aún modificaba características, tales como sus contenidos vitamínicos, terapéuticos u organolépticos (propiedades por la que los cuerpos obran sobre los órganos de los sentidos).

El costo del mantenimiento de los productos congelados resultó siempre muy alto, su traslado a menudo imposible y dificultoso, por la necesidad de un frío permanente y constante.

Es aquí cuando el técnico alcanza su ideal.

Un producto congelado frena casi totalmente su posible modificación, se hace insensible a gérmenes o enzimas y aún el oxígeno. Inmediatamente completó su ambición, deshidrató el producto congelado en forma total y efectiva, para ello sublimó el hielo que impregnaba el producto gasificándolo lentamente y sin permitir por acción del vacío logrado, que descongelara, es decir el hielo pasó directamente a vapor de agua sin licuarse en ningún instante.

Se llama congelación seca pues, a la separación del agua por sublimación a baja temperatura y baja presión, lo que es menos peligroso para los tejidos que la separación del -

agua a altas temperaturas.

Al producto así obtenido se le llamó LIOFILO (derivado - de LIO: Solvente, FILO: Amante), nombre que expresa su propiedad de muy fácil hidratación y reintegro a su forma y características originales. Por derivación del producto Liofilo se pasa a Liofilización: método para obtenerlo, y sus palabras derivadas: LIOFILIZAR, LIOFILIZADOR, LIOFILIZADO.

CAPITULO I

PRINCIPIO FISICO DE LA LIOFILIZACION

El procedimiento de LIOFILIZACION permite asegurar la perfecta conservación, en el tiempo, de numerosas sustancias, efectuando en ellas una deshidratación muy avanzada, sin modificar por esto, en algún modo, las características organolépticas: el Liofilizado se presenta como una masa esponjosa y ligera, fuertemente higroscópica, de la cual se podrá reconstruir la sustancia inicial, en el acto de usarla, añadiéndole simplemente un oportuno solvente (generalmente agua destilada, solución fisiológica u otro solvente).

Los solventes, y en particular el agua, el caso más común entre los productos a liofilizar, poseen para cada temperatura su correspondiente tensión de evaporación, aún en estado sólido.

Sabemos además que existe una presión y temperatura y presión en la cual se hallan presentes el agua, el hielo y su vapor, llamado punto triple del sistema agua-hielo (0.007 c, 4.58 mm HG).

Este punto fija el límite de máxima temperatura y presión en que se encuentra el hielo cuando aún es capaz de pasar di

rectamente a vapor, por enrarecimiento de la atmósfera que lo rodea sin convertirse en su estado líquido. El agua. Y es esa tensión de vapor el límite máximo de presión a que sublima el hielo cuando liofilizamos un producto acuoso.

El cambio del estado del agua de líquido a hielo, se efectúa cuando reducimos su temperatura a 0°C si es pura o debajo de esta si es una solución más o menos concentrada.

Además la cantidad de calor que debemos sustraerle será de 1 cal-gr por grado de temperatura, que reducimos, pero cuando comienza la formación de hielo, y hasta alcanzar su total transformación en sólido, se habrán sumado 80 calorías (144 BTU) sin que el agua en cristalización bajo su temperatura de 0°C, esto será el calor de fusión o de congelamiento más conocido como calor latente de transformación del líquido al sólido para el agua.

Nuevas sustracciones de calor, luego de su total cristalización, volverán a reducir la temperatura, esta vez el hielo o de la solución ya congelada.

Ahora observaremos lo que sucede para evaporar un gramo de agua, o sea para transformarlo a vapor.

Si tenemos un gramo de agua y lo calentamos lentamente, como en el caso anterior, modificará su temperatura hasta los 100°C a razón de un grado centígrado por caloría entregada, es en ese momento en que nuevas entregas de calor no modificarán su temperatura a presión ambiente y si evaporaran-

lentamente el agua a ebullición, transformándola en vapor.

La cantidad de calor necesaria será de 540 calorías (970 BTU) a 100°C (212°F) para el agua pura.

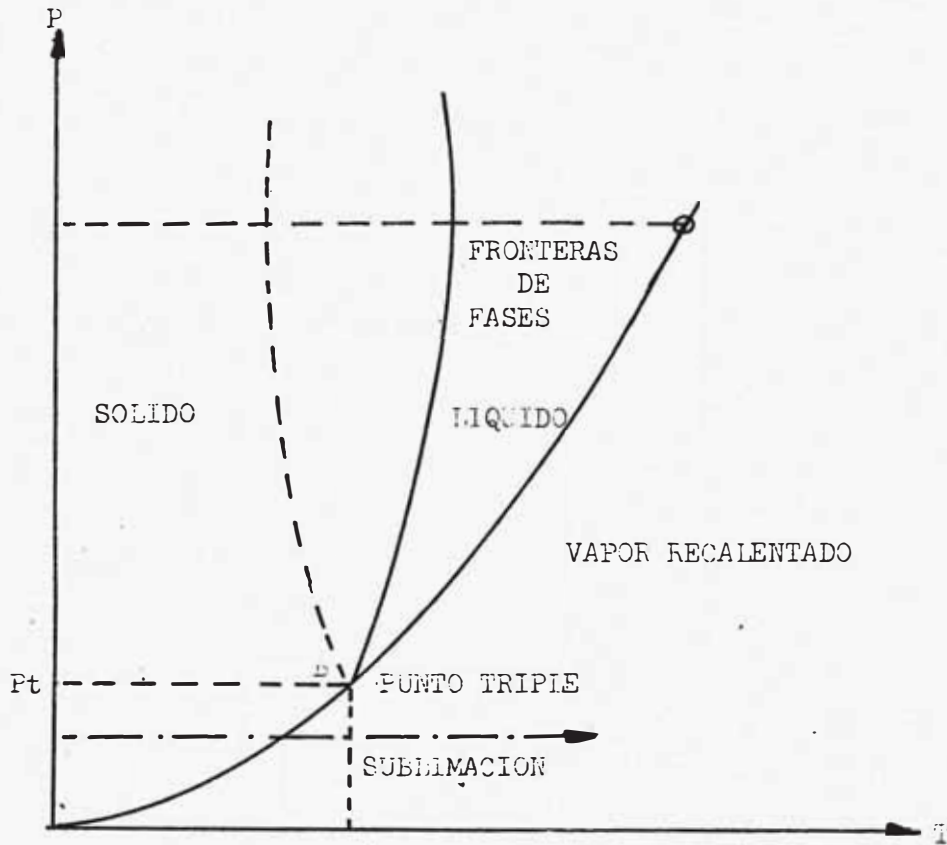
Es este el calor de evaporación, conocido como Calor Latente de transformación del sólido al gaseoso para el agua, y todo cambio de estado involucra la absorción o cesión de calor según el sentido en que se realiza ya sea de líquido a vapor o de vapor a líquido.

Si además salvamos el paso por la fase líquida, se sumará el calor de fusión o congelación al ya mencionado, resultando así que, al evaporar el hielo por medio del vacío, es necesario suministrarle al primero, el calor necesario, para la sublimación, ya que en caso contrario, se reduciría la temperatura del producto hasta alcanzar aquella en que cesa la sublimación por equilibrio de la nueva temperatura con el vacío que reinà en dicho sistema.

Es dable recordar que todo el calor cedido al vapor del producto que sublimó o destiló es necesario sustraerlo o fijarlo nuevamente como hielo, como que estos cambios son reversibles en función de P y T.

DIAGRAMA DEL PUNTO TRIPLE DEL AGUA

(P vs. T)



Pt= Presión del punto triple = 0.00624 kg/cm^2 , 4.53 mm Hg

Tt= Temperatura del punto triple 0.007°C

CAPITULO II

APLICACIONES DE LA LIOFILIZACION

Los equipos se utilizan para procesos de liofilización- (Criodesecación) que combinan las bajas temperaturas con el alto vacío. Los productos así tratados, son deshidratados, manteniendo sus propiedades intrínsecas, y posibles de ser conservados por tiempo indefinido y a temperatura ambiente.

Sus aplicaciones abarcan una gama muy amplia en el campo de la medicina humana y animal, así como también en el terreno agropecuario.

Son las aplicaciones normales:

- a. Estudios e investigaciones.
- b. Preparados para microscopía (Desecación e inmersión en parafina.
- c. Tejidos para transplantes: arterias, huesos, córneas; tejidos cartilagosos, epiteliales, etc.
- d. Culturas de bacterias y virus: Lactobacilos, bacterium coli, virus y vacunas de la fiebre amarilla, de la encefalitis, de la peste bovina, de la poliomielitis, culturas para ser empleadas como agentes de fermentación, etc.

- e. Productos biológicos: Plasma y fracciones sanguíneas (fibrina, suero-globulina y suero albúmina humana y animal); Leche humana, fermentos, hormonas placentarios; líquido-embriónal para culturas; bilis, extractos y preparados - cerebrales, gástricos, pancreáticos, preparaciones enzimáticas, etc.
- f. Productos medicinales: Penicilina amorfa y cristalizada, estreptomycin, preparados y complejos vitamínicos inyectables; sulfamidas; cocarboxilaxis, ialorunidas, ialcru-nidasi; ACTH; aminoácidos, farmicetina, otorrinomicina - proxal, etc.
- g. Productos alimenticios: Fruta, carne, verdura, pescado - mariscos, jugos, plantas officinales, café, té, hongos, - platos preparados, etc.

En lo que respecta a instalaciones para la industria alimenticia, hacemos hincapié en que difieren de las en uso en la industria farmacéutica por dos conceptos fundamentales, - esto es: su enorme capacidad de carga, que debe asegurar - producciones mensurables en toneladas de material; la necesidad de una desecación más moderada, que consiste pues el empleo de un vacío menos empujado.

Un problema que surge en este campo particular es el de la puesta a punto del proceso industrial, sea de liofilización propiamente dicho, sea de los ciclos auxiliares (que pueden ser según el caso: Concentración, preparación, etc.) este trabajo relativamente nuevo, requiere por lo tanto, -

una vez controladas las posibilidades de liofilización en sede científica y empleando normales aparatos de laboratorio, el uso de aparatos industriales de tipo piloto, cuyas capacidades, para tener eficiencia, tienen que ser del orden de decenas de Kgs. (Iguales por lo tanto a las de instalaciones que, en la industria farmacéutica, representan unidades de producción no despreciables).

Aparte de lo anteriormente mencionado, al proceder a la desecación por destilación a baja temperatura se consiguen las siguientes circunstancias de las que se derivan notables aplicaciones.

1. El proceso ocurre a muy baja temperatura (ya es conocida la influencia que tiene esta variable en las velocidades de reacción).
2. Las tensiones de vapor son muy bajas y esto permite la conservación de esencias y principios aromáticos.
3. La formación de espumas en los procesos evaporativos ordinarios exige el empleo de antiespumantes u otros procedimientos mecánicos de dudosa eficacia en muchos casos.
4. Fácil disolución. Esta ha sido una de las cualidades más relevantes y la que ha prestado su nombre. La estructura porosa del material desde el punto de vista mecánico y la ausencia de modificación en las moléculas del producto, dan lugar a su avidéz por el agua.
5. No tienen lugar procesos de coagulación ni desnaturaliza

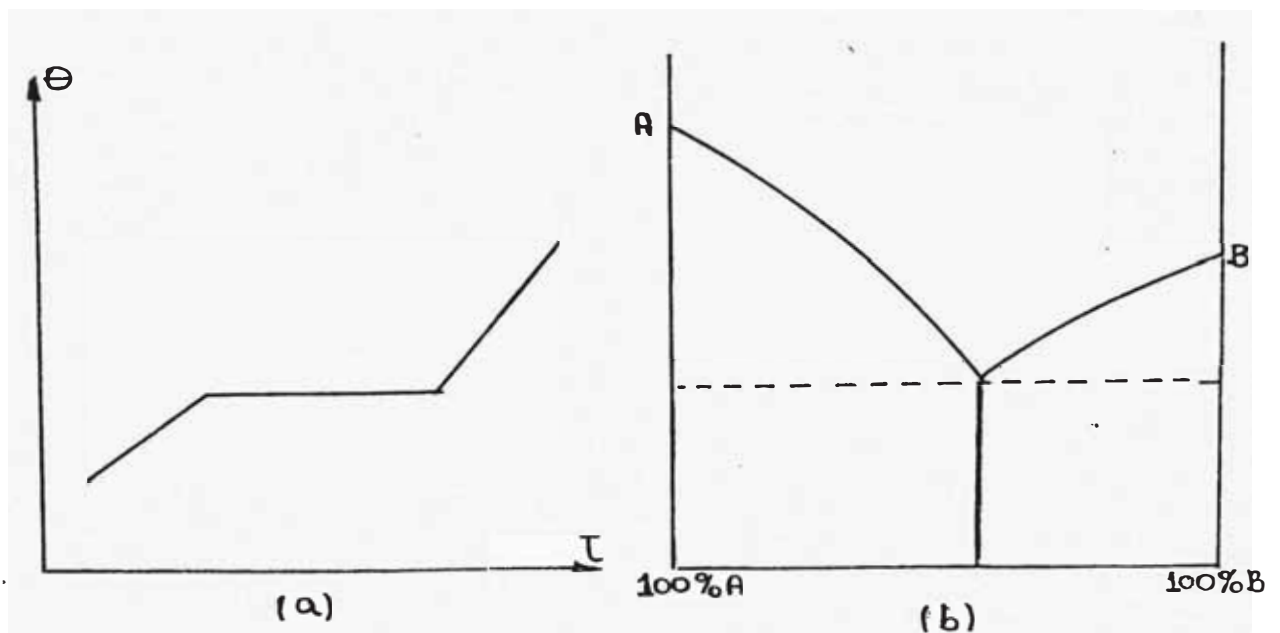
ción de proteínas.

6. La ausencia de coagulaciones y desnaturalizaciones así como las pequeñas velocidades de reacción para las que pueden tener lugar, justifica el que poblaciones microbianas difíciles de conservar no queden casi afectadas en este tipo de desecación, pues si bien es cierto que se destruyen algunas células, las que permanecen viables lo hacen con un alto grado de vitalidad y capacidad normal de reproducción.

Dificultades Prácticas

No todas las soluciones pueden ser liofilizadas, pues la frecuente presencia de dos fenómenos típicos puede dar al traste con el éxito de la operación: Formación de espuma y "Puffing"

Al enfriar una solución no es rara la aparición de cristales mixtos, como se aprecia en las figuras adjuntas.



- a. Variación de la temperatura en una mezcla con cristales mixtos al insistir en su enfriamiento.
- b. Producción de cristales mixtos en la mezcla A y B.

Estos cristales se caracterizan por presentar puntos de fusión más bajos que cualquiera de sus elementos constitutivos. Queda justificado así que a temperaturas suficientemente bajas para garantizar el estado sólido de una disolución se presenten insospechados estados líquidos que, a la baja presión de trabajo en que se lleva la liofilización, producen abundante espuma, desbordándose en el recipiente que los contiene.

Es precaución necesaria antes de proceder a la liofilización de una solución construir la correspondiente curva de enfriamiento en la que aparecerán en forma de mesetas a temperatura constante, los cristales mixtos. Práctica frecuente es sustituir en la curva de enfriamiento la indicación termométrica por la conductimétrica, donde una resistencia infinita garantiza un estado sólido perfecto.

En ocasiones las soluciones congeladas adoptan un estado plástico solamente detectable con el empleo de un penetrómetro. En estas condiciones también queda comprometida la liofilización, situación frecuente en las mezclas de proteínas, aminoácidos y carbohidratos, induciéndose un aumento de volumen en la masa conocido con el nombre ya mencionado de "Puffing".

CAPITULO III

DESCRIPCION DE UN PROCESO

El conocimiento en las bases físicas que gobiernan el proceso de liofilización, pasamos a describir un proceso teórico a título de ejemplo aclaratorio.

Dado un producto que es dable sólo conservar por medio de el frío intenso en forma congelada y que por sus características Físico-Químicas, no admite proceso alguno de desecación conservando sus cualidades originales, se lo destina a ser liofilizado. Para ello se sigue el siguiente proceso.

El producto en su envase de distribución final o a granel, es congelado rápidamente y su temperatura desciende por debajo de la necesaria, para frenar todo proceso de modificación química o enzimática.

Congelación

Otros procedimientos de desecación no recurren a la congelación. En los saladeros por ejemplo, la evaporación se produce a la temperatura ambiente, a medida que el agua se retira del medio, el tenor de sal de ésta aumenta. La salmuera se satura rápidamente y la sal cristaliza.

Tal aumento del tenor de sal de la salmuera no es aceptable cuando se opera con una sustancia biológica.

En la carne por ejemplo, una alta concentración salina del líquido intersticial puede dañar las células. Por regla general; los productos frágiles se degradan en presencia de las soluciones hipertónicas en sales que provocan, entre otros fenómenos osmóticos de consecuencias irreversibles (Osmosis: Fenómeno que se produce al introducir dentro de un líquido solvente una solución protegida en un tubo en su parte inferior por una membrana semipermeable que permite el paso de solvente hacia la solución diluyéndola, experimentando consecuentemente la solución un aumento de volumen el cual da origen a un aumento de presión que se llama presión osmótica).

La congelación tiene precisamente por objeto evitar la migración de los iones salinos en la masa del líquido que va disminuyendo, lo que hace que el líquido que persiste a temperatura ambiente llegue a concentraciones prohibitivas.

Se nos plantea pues entonces cuales serán los alcances y el comportamiento de esa congelación.

Debe saberse que la congelación se efectúa en dos fases.

- La Nucleación
- El crecimiento de los cristales.

La Nucleación

Puede ser provocada en el seno mismo del producto a congelar por agregados de moléculas de agua sometidos a la acción de ligaduras hidrógeno, pero este proceso se produce a temperaturas con frecuencia inferiores a 30 grados centígrados.

Más corrientemente son partículas extrañas, por ejemplo al contacto de las paredes, que se hallan en el origen de los primeros núcleos alrededor de los cuales se desarrollan los cristales de hielo. El crecimiento de dichos cristales es función de la importancia del frío al cual está expuesta la sustancia a congelar, si la misma está sometida a un enfriamiento lento, un pequeño número de núcleos se forma y los cristales crecen bastante lentamente, tomando sin embargo proporciones suficientemente grandes.

Si por el contrario, el enfriamiento es muy brusco se desarrolla simultáneamente una multitud de cristales, pero sólo tendrán dimensiones restringidas.

Se concibe de inmediato la importancia de estos datos cuando se sabe que la retención de los sabores de un líquido puede ser función entre otras, de las dimensiones de los canales formados por el producto liofilizado en el lugar de ubicación de los cristales de hielo, una congelación más o menos lenta tendrá pues una influencia sobre las propiedades del producto liofilizado.

Por otra parte está demostrado que el modo de congelación y el tamaño de los cristales formados obran fuertemente sobre la proporción de la sublimación y sobre la rapidez de la migración del vapor de agua y por lo tanto sobre el precio de costo de la operación.

Para los sólidos la cuestión no ofrece menos interés, pues condiciona el emplazamiento de los cristales en el interior o exterior de las células.

Puede por fin tener por consecuencia un efecto mecánico-primordial pudiendo las grandes agujas de hielo formadas por congelación lenta dañar de manera definitiva la textura del producto tratado.

Nos concentramos frente al problema de saber entonces si deben ser todas las sustancias congeladas hasta el mismo punto.

Esto depende esencialmente de la composición:

La velocidad de congelación no es el único factor en este campo. Si bien es inútil y aún perjudicial desde el punto de vista económico, congelar demasiado profundamente las sustancias, estas últimas según sus componentes, tienen todas un umbral óptimo por debajo del cual es preciso necesariamente conducir la congelación.

El agua químicamente pura se congela a 0 grados centígrados, pero los productos habitualmente liofilizados no contienen agua pura; encierran soluciones acuosas compuestas -

de sales, azúcares, etc.

Estos aditivos tienen una influencia notable sobre la temperatura de congelación completa del producto a liofilizar. Aquí aparece la noción de Eutéctica especialmente importante durante esta fase.

El determinar el punto eutéctico del producto que se va a congelar es hecho de gran importancia, ya que por decirlo así es el eslabón de seguridad para que se efectúe correctamente la criodesecación; pues puede ocurrir que tengamos un producto aparentemente bien congelado pero que no haya alcanzado dicho punto; si la operación continúa aparecerá el fenómeno conocido por "Puffing" que es la fusión parcial del producto por no haber alcanzado la temperatura de solidificación completa.

Para determinar de una manera precisa el punto eutéctico se debe utilizar el aparato ideado por Greaves y modificado por Rey.

Este aparato está formado por una especie de electrodo o por termoeléctrico que se introduce dentro del recipiente que contiene la solución a congelar. Este electrodo tiene 5 desviaciones dispuestas de tal forma que cuatro de ellas están unidas entre sí, formando un polo, y la otra se encuentra sola en el centro constituyendo el otro polo.

Estos electrodos reciben una diferencia de potencial de 2 a 220 voltios; para ello el aparato va provisto de un

reostato que se desliza sobre una escala que en sus extremos tiene las cifras indicadas con zonas de intensidad intermedia entre esos valores. Los electrodos estan en comunicaci3n con un ohmimtero que lleva una escala de 0 a 50 ohmios.

Todo producto al congelarse disminuye su conductividad por lo que aumenta la resistencia a la conducci3n.

De esta manera si en el producto a congelar introducimos los electrodos descritos conectados al m3nimo de intensidad, a medida que el producto se vaya congelando la aguja del ohm3metro que marca la resistencia a la conducci3n se acercará a valores mas altos; cuando alcance el m3ximo, esto es la divisi3n 50, aumentamos la intensidad con lo que tendremos un valor de resistencia m3s bajo si la congelaci3n sigue adelante, pronto alcanzaremos el valor 50, y as3 continuamos aumentando la intensidad hasta alcanzar los 220 voltios. Cuando con este valor el ohm3metro marque 50, podremos decir que hemos alcanzado el punto eut3ctico de aquel producto.

Este dispositivo sirve tambi3n para determinar las curvas de fusi3n del producto congelado y los electrodos descritos dentro de un aparato provisto de resistencias el3ctricas. Al poner estas en funcionamiento, y a medida que aumenta la conductibilidad disminuye la resistencia, por lo que la aguja del ohm3metro nos indicará valores pr3ximos a cero. Cuando alcancemos este valor con el m3nimo de intensidad, podremos considerar que el producto ha fundido totalmente.

Si sobre un eje de coordenadas cartesianas anotamos la temperatura y el logaritmo de la resistencia, obtendremos las curvas de congelación y fusión del producto; pudiendo conocer así la zona de seguridad de liofilización que será limitada por dichos valores.

Curvas de Solidificación y Transformación

Las sustancias y productos a liofilizar están compuestos o formados por constituyentes, cuya composición y estructura dependen de la naturaleza de los elementos que formen dicha solución, de la proporción en la que se encuentran y a la temperatura a que se realiza la mezcla.

Para estudiar la influencia de estos tres factores en la constitución de las soluciones se han ideado diagramas en los que se reflejan los resultados de los análisis sobre la constitución de las aleaciones a cada temperatura y proporción de los compuestos o componentes.

Estos diagramas cuyo valor es incalculable para el estudio de las soluciones se denominan diagramas de equilibrio, pues se supone que para cada punto del diagrama los componentes están en equilibrio Físico-Químico.

a. Sistemas Materiales

Se denomina Sistema Material o simplemente Sistema, a una sustancia o conjunto de sustancias en las que pueden ocurrir transformaciones físicas o químicas.

El conjunto de las sustancias que forman el sistema - debe estar libre de toda influencia ajena, a excepción - de los factores que deliberadamente se introduzcan en el sistema y que generalmente son la temperatura, presión - y la concentración de los diversos elementos que los componen.

No se debe confundir un sistema material con una simple reunión de cuerpos.

Para que dos cuerpos formen un sistema es necesario - que el estado de uno depende de algún modo del estado - del otro, de manera que entre la superficie de separación entre ellos no haya nada que pueda dificultar su influencia mutua. Un sistema puede estar formado por una sola sustancia.

Los sistemas pueden ser homogéneos y heterogéneos.

Son homogéneos, cuando en todas las partes del sistema son iguales las propiedades físicas. Es por ejemplo, un sistema homogéneo la disolución de cloruro de sodio - (ClNa) en agua.

Son heterogéneos cuando la sustancia o sustancias del sistema no tienen iguales propiedades físicas en toda su masa; por ejemplo, es una sustancia heterogénea el agua con hielo, a pesar de estar sólo formado por una sustancia que es el agua en dos estados distintos.

b. Fases de un sistema material

Se denominan fases de un sistema material cada parte-homogénea de un sistema físicamente diferenciable de los demás. Por ejemplo en el sistema agua puede existir 3 - fases.

La fase sólida en forma de hielo, la fase líquida y - la fase de vapor.

Las fases no es necesario que esten formadas por un - elemento químico puro. Pueden estar formadas por un com - puesto químico, o por una solución. Por ejemplo, el - agua salada con hielo constituye un sistema de 2 fases: - una, la solución salina, que es agua con cloruro de so - dio (ClNa) y otra, el hielo.

c. Equilibrio Físico-Químicos

Se dice que un sistema está en equilibrio Físico-Quí - mico, cuando no ocurre ninguna transformación en él du - rante un tiempo indefinido.

Si añadimos por ejemplo, un kilo de cloruro de sodio - (ClNa) a 2 litros de agua, se va disolviendo la sal en - él agua hasta alcanzar la concentración del 36% o sea, - hasta disolverse 720 gramos de cloruro de sodio (ClNa) - en 2 litros de agua. En este momento el sistema habrá - llegado a alcanzar el equilibrio y estará formado por - dos componentes: El cloruro de sodio (ClNa) y el agua. Y

dos fases una sólida compuesta de dos cristales de cloruro de sodio que no se han disuelto, y otra líquida, formada por la solución salina.

Los equilibrios pueden ser estables, inestables y metaestables.

Equilibrios estables: Son cuando la variación de un factor externo, como temperatura o presión, dentro de ciertos límites, no altera su estado de equilibrio.

El agua entre 0 y 100 grados centígrados está en equilibrio estable.

Equilibrios inestables: Son cuando la variación de un factor exterior altera el sistema. Por ejemplo, el agua a 0 grados centígrados tendrá normalmente 2 fases: la fase líquida y la fase sólida. Cualquier variación de temperatura variará la estabilidad del sistema, volviéndolo todo líquido o todo sólido.

Equilibrios metaestables: Son cuando la transformación debía haberse verificado totalmente y por causas ajenas al sistema no ha alcanzado el equilibrio. Por ejemplo, el agua puede estar líquida a menos de 0 grados por el fenómeno que conocemos con el nombre de sobrefusión, constituyéndose un sistema metaestable.

Cualquier alteración del sistema produce bruscamente la solidificación del agua, quedando entonces en equili -

brio estable.

d. Factores de equilibrio

Son los agentes exteriores que pueden alterar el equilibrio de un sistema. Generalmente en los equilibrios Físico-Químicos se tienen en cuenta 3 factores variables independientes: La concentración de los componentes, la temperatura en que se encuentran y la presión. Según el teorema de Le Chatelier esta rige los cambios de equilibrio y dice así: Cuando el equilibrio de un sistema se rompe por variación de uno de sus factores, el sistema experimentará una transformación tal que si se produjese espontáneamente tendería a variar el sistema contrario al factor alterado. Esta ley es, en realidad un caso particular del principio de que a toda acción corresponde una reacción igual y contraria.

Como el factor que generalmente se altera a la temperatura, puede concretarse esta ley así:

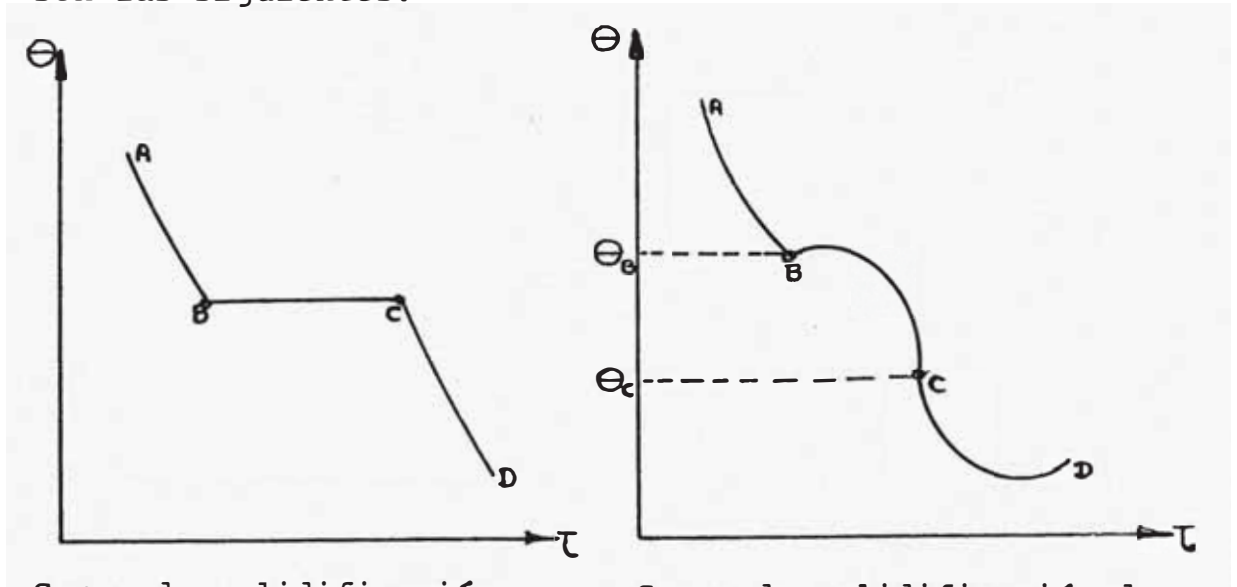
En los calentamientos se producirán transformaciones exotérmicas (que absorben calor).

e. Curvas de enfriamiento

Las curvas de enfriamiento representan el proceso de enfriamiento en función del tiempo que experimentan los sistemas líquidos hasta que alcanzan la temperatura ambiente. Se trazan llevando al eje de las ordenadas las

temperaturas, y al eje de las abscisas los tiempos en que se anoten las temperaturas.

Veremos dos curvas fundamentales de solidificación que son las siguientes:



Curva de solidificación de una sustancia pura.

Curva de solidificación de la aleación (mezcla) de 2 sustancias.

SOLIDIFICACION DE UNA SUSTANCIA PURA

La rama AB corresponde al enfriamiento cuando todavía toda la sustancia está en estado líquido.

Al llegar la sustancia a su enfriamiento en el punto B, - empieza a solidificarse y experimenta por lo tanto un cambio de estado, que según el teorema de Le Chatelier, producirá - una reacción contraria al factor que la causa, que es la temperatura, y como está descendiendo, la sustancia tenderá a - elevarla desprendiendo calor. La curva por lo tanto permanecerá sensiblemente horizontal mientras dure el cambio de estado. Este tramo BC se denomina rellano.

Al llegar al punto C, toda la sustancia se ha solidificado y se puede variar la temperatura sin que se altere el tramo CD.

Solidificación de dos sustancias formando una solución sólida

La curva de enfriamiento puede ser similar a la del caso anterior. En el ramal AB están los dos componentes en estado líquido; por tanto, el sistema en el tramo AB por ser bivalente, se pueden variar los dos factores, temperatura y concentración, de los componentes, sin romper el equilibrio. Y, al contrario, para definir al sistema hay que fijar los dos factores, temperatura y concentración, o porcentaje de los elementos.

Al llegar a B se inicia la solidificación, disminuyendo bruscamente la inclinación de la curva por desprender calor el sistema. Pero así como en una sustancia pura la solidificación es a una temperatura constante y, por tanto, BC era horizontal, la solidificación de una mezcla (2 sustancias) se verifica en un intervalo de 2 temperaturas θ_b y θ_c .

En el tramo BC hay dos componentes.

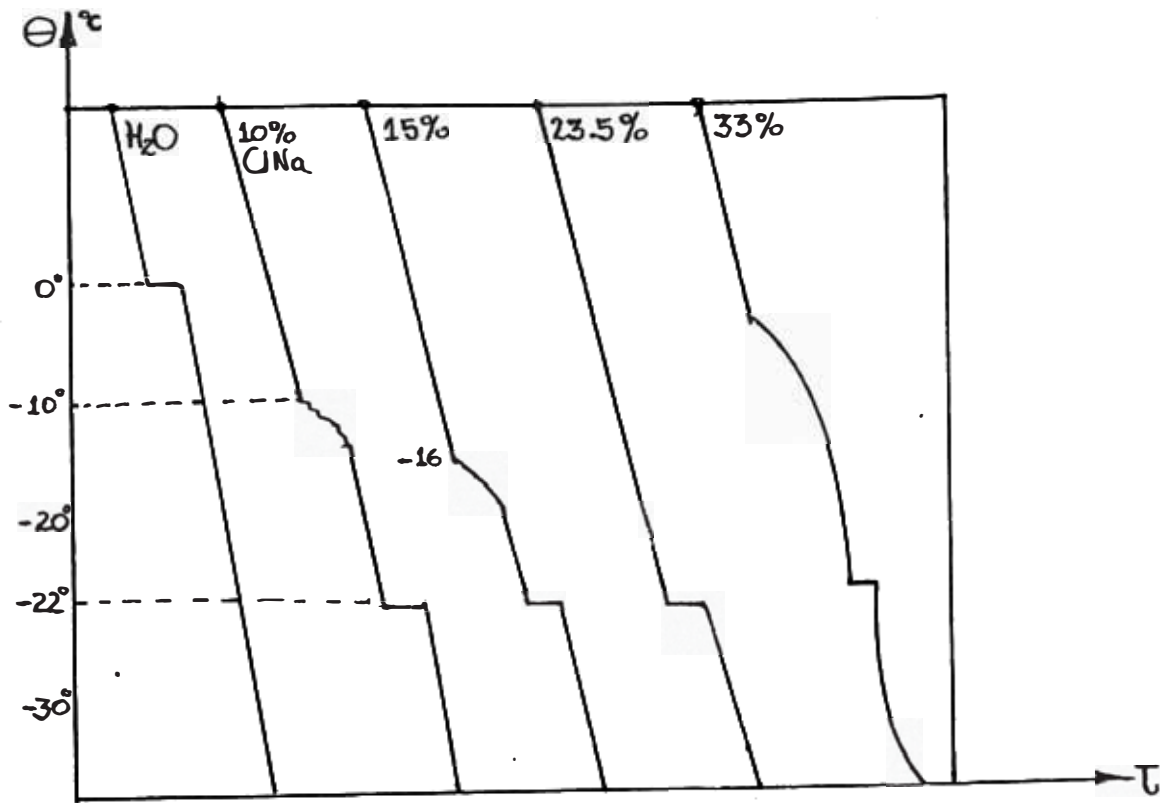
A partir de C, una vez solidificada totalmente la mezcla, el sistema vuelve a ser bivalente.

Curvas de Transformación

Si las sustancias puras o mezclas (aleadas) experimentan al calentarse o enfriarse en estado sólido, transformaciones alotrópicas (variaciones en el sistema que se cristalizan), se acusa en las curvas de enfriamiento o calentamiento anomalías que permiten fijar las temperaturas a que estas dos fases tienen lugar.

Estas variaciones de las curvas son muy pequeñas y sólo se pueden registrar por medio de análisis térmicos de precisión. Se muestra a continuación curvas de solidificación de diversas soluciones de Cloruro de Sodio (ClNa). Obsérvese que todas las soluciones tienen un intervalo de temperatura de solidificación, excepto la de 23.5% que sólo tiene una temperatura porque es una solución eutéctica.

Las mezclas eutécticas son mezclas finísimas e íntimas de cristales puros de los elementos aleados, cada uno de los cuales ha solidificado separadamente, pero que por la viscosidad atómica permanecen yuxtapuestos.

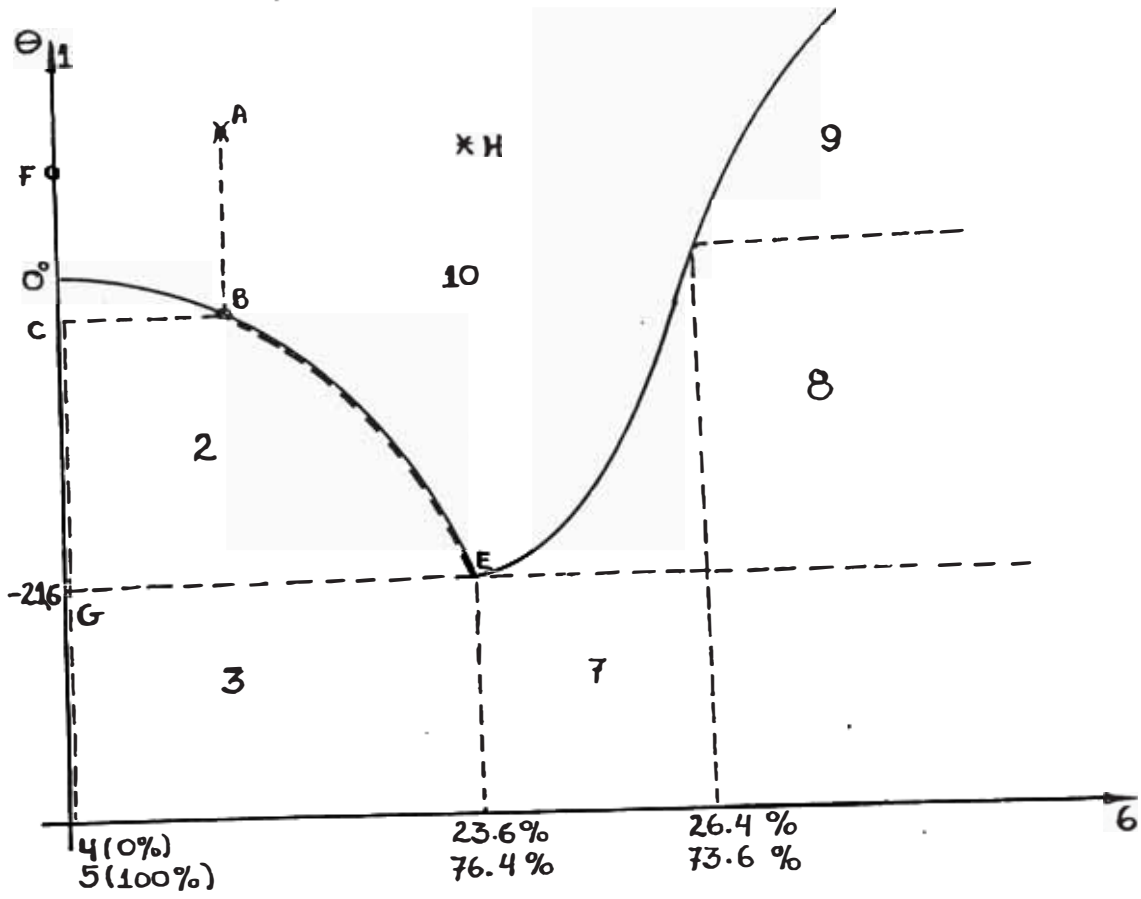


La eutéctica no puede ser definida como un constituyente, pues es solamente una estructura especial formada por dos - constituyentes en proporciones fijas y determinadas para cada mezcla.

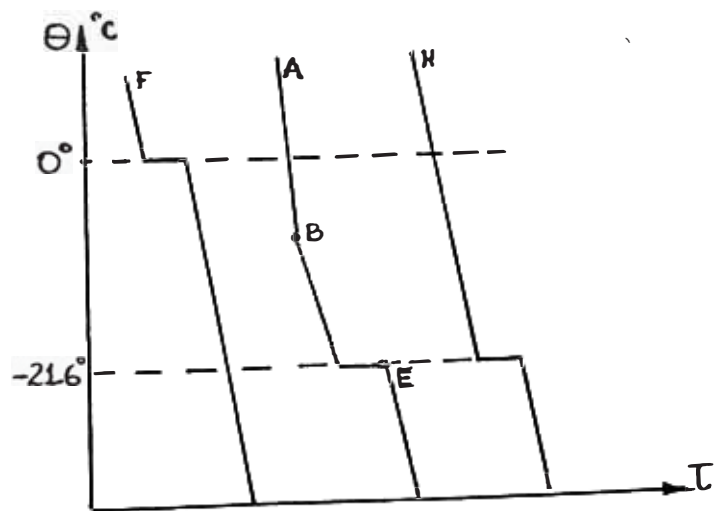
Una propiedad característica de la eutéctica (de la mezcla) es que funde a una temperatura constante, en lugar de a un intervalo de temperaturas, como se funden las aleaciones. Y además esa temperatura de fusión es más baja que la de los elementos que forman la eutéctica. De ahí su nombre, puesto que eutéctica, en griego, significa que funde bien.

Sigamos la evolución de la congelación de una solución - salada.

Si estudiamos una cantidad de agua pura representada en - F. (fig. 1).



(fig 1)



(fig 2)

1 = Temperatura, 2 = hielo + solución, 3 = hielo + eutéctico, 4 = Sal, 5 = Agua, 6 = Composición, 7 = Dihidrato + eutéctico, 8 = Dihidrato + Salmuera, 9 = Sal + Salmuera, 10 = Solución.

Obtenemos la curva clásica de congelación con horizontal en 0 grados centígrados (F, fig. 2).

Partamos ahora de una solución salada representada en el punto A (fig. 1) que será el caso general de los productos a Liofilizar.

Sometida a un enfriamiento, la temperatura de esta solución, descenderá sin variación de composición hasta B. (fig. 2). Entonces aparecerán cristales de hielo puro representados en C y asistiremos a un fenómeno de crfo/concentración: depositándose el hielo en C, la solución estará mas concentrada en sal y a proseguir su enfriamiento, se verá la composición de su fase líquida desplazarse según la curva BE, mientras que los cristales de hielo puro depositados se enfriarán siempre más según CG. En E habremos alcanzado la eutéctica.

La solución se comportará entonces como un cuerpo puro y presentará una horizontal de solidificación. Al lado de los cristales de hielo puro aparecerán cristales de eutéctica, cuya composición es una constante para cada sal.

Las características de este punto eutéctico estan bien determinadas. Así todas las soluciones acuosas de cloruro-

de sodio determinarán su congelación, cualquiera sea su composición inicial a -21.6 grados centígrados por una eutéctica que contendrá 23.6% de NaCl y 76.4% de agua.

Una solución representada en H y que tuviera precisamente, a la temperatura ambiente, tal composición, se congelaría como un cuerpo puro a -21.6 grados centígrados (fig. 2).

Con concentraciones de sal superiores, se verían aparecer al bajar la temperatura, depósitos de sal o dihidrato $\text{NaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, que empobrecerían la solución y llevarían también la fase líquida restante a solidificarse en E, en el punto eutéctico. Se comprende así la utilidad del conocimiento de los distintos puntos eutécticos.

Formar un vacío a una temperatura superior entrañaría el peligro de provocar emisiones de espuma o deformaciones en el producto, antes de llevar a la congelación.

Se nota finalmente que la cristalización limita la concentración del líquido a la de la eutéctica.

Se nota finalmente que la cristalización limita la concentración del líquido a la de la eutéctica.

Además estando ahora la fase líquida considerablemente disminuida si hemos partido de un producto poco salado, la influencia de estas concentraciones, no despreciable, es no obstante limitada.

El estudio de estos fenómenos de eutexia ha sido llevado

muy lejos. Las propiedades físicas: Resistividad eléctrica, etc. de las fases líquida y sólida alrededor de estos puntos singulares son utilizados hasta para permitir un control cuando se lleva a cabo una operación de Liofilización.

Vacio

Una vez congelado el producto y las fases estabilizadas, es preciso, según la finalidad propuesta extraerle toda el agua. Todos los cuerpos emiten vapores. Como el alcanfor, para citar un sólido volátil bien conocido, las soluciones congeladas pueden sublimarse. Bajo la acción de la agitación molecular interna del producto, moléculas de vapor de agua hallan energía y se escapan. Pueden entonces chocar contra las capas gaseosas acumuladas encima de la sustancia y, rebotando, volver para condensarse nuevamente al contacto del producto congelado. Se alcanza la tensión de vapor saturante cuando, estando el espacio encima de la sustancia ya muy poblado de partículas, el número de moléculas que se escapan es igual al de las moléculas nuevamente captadas por el sólido.

Si se desea acelerar la migración del agua, hay que evitar el regreso de dichas moléculas. Varias soluciones han sido propuestas:

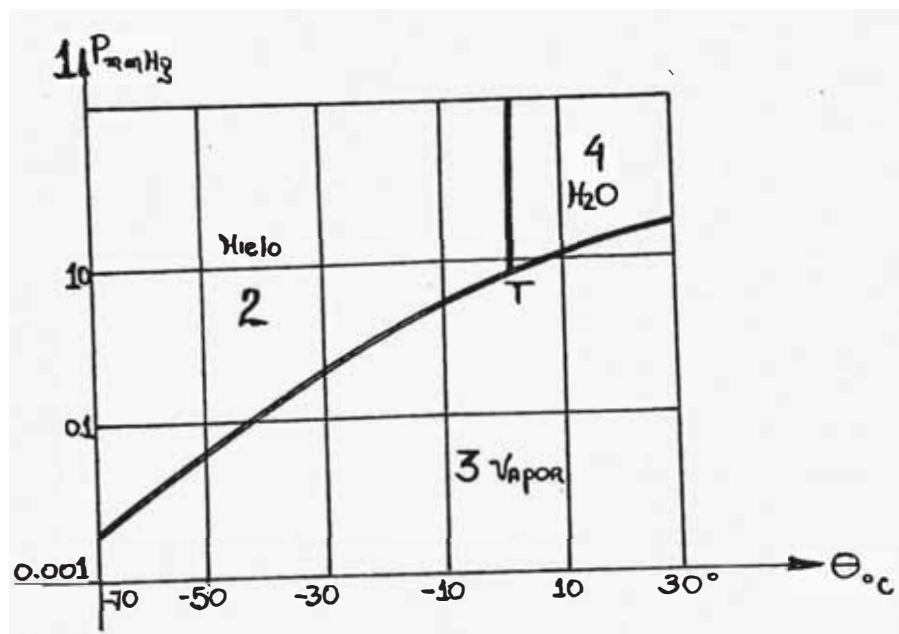
1. Chocar dichas partículas con un flujo direccional que las expulse en una dirección distinta a las del producto.
2. Crear y mantener el vacío encima de la sustancia.- No -

se produce entonces choque alguno y habiendo aumentado - considerablemente el libre recorrido medio de las moléculas fugitivas, se alejan del producto.

Para evitar todo regreso, se intenta captarlas. Se logra esto, ya sea mediante eyectores, ya sea más comunmente mediante trampas, por ejemplo un conjunto de puntos fríos - sobre los cuales se condensan y transforman en hielo las moléculas de vapor de agua.

Entonces nace aquí la interrogante de que cual deberá - ser la importancia del vacío al que habrá que someter el - producto congelado.

La respuesta a esta interrogante está en parte dada por el diagrama indicando la presión de vapor en función de la temperatura. Para el agua tenemos (fig. 3) que el punto triple tiene por coordenadas +0.007 grados centígrados y - 4.58 mm de Hg.



Resulta de ello que cualquiera sea la temperatura, no se podrá tener agua en forma líquida a una presión inferior a 4.58 mm Hg. Bajo tal vacío parcial, obtendremos hielo por debajo de 0.007 grados centígrados y vapor de agua por encima.

Si se desea tener una sublimación rápida, se tendrá interés en acercarse lo más rápido posible al punto triple.

Cuando más este la temperatura cerca de 0 grados centígrados, tanto más concentrarán las moléculas en el producto, energía para escaparse.

Sin embargo no habrá que olvidar ciertos factores tales como la presencia de los eutécticos que hacen que la curva del agua sea no absoluta y el emplazamiento de los aparatos de medición del vacío que al no estar colocados en contacto directo con la sustancia, corren el riesgo de indicar un vacío mayor que el que condiciona los intercambios de fases. Existe en efecto un gradiente de presión entre el producto y la trampa. Por ejemplo puede alcanzarse una presión de 4 mm con el contacto y en los poros de la sustancia en vías de liofilización y mientras tanto los aparatos de medición de vacío pueden indicar sólo una fracción de dicho valor. Finalmente para los recintos de calefacción por irradiación se agrega una transferencia de calor por conducción y convección.- Aunque cuando sea muy débil para un gran vacío, esta última transferencia ve aumentar su calor en cuanto se dejen algunos rastros gaseosos en la estufa de liofiliza -

ción.

Hasta han sido pedidas licencias para realizar interrupciones parciales cíclicas de vacío.

Es un error demasiado común creer que la liofilización exige grandes vacíos. Tal calificativo está fuera de lugar para una presión residual de un Torr o 1/2 Torr, con frecuencia utilizada en liofilización industrial alimentaria.

Hay que subrayar por fin que el factor importante aquí es la presión parcial del vapor de agua y no la presión total.

En el caso de las liofilizaciones con vacío cíclico o de la crío/desecación en fase gaseosa, es evidente que sólo interviene una presión parcial de vapor de agua inferior a la presión saturante. La presencia y la presión de un gas seco portador son de importancia secundaria.

Es pues el director de ciclo que corresponde, en base a su experiencia y su conocimiento de las reacciones de las instalaciones puestas a su servicio, operar, para un producto dado, en condiciones que le permitan asegurar a la vez la rentabilidad económica y la seguridad de la sustancia a tratar.- El riesgo que debe evitarse es entonces de ver "hervir" (pero en realidad, derretirse primero) por falta de vacío, los líquidos intersticiales emitidos por eutécticos complejos donde se encuentran al mismo tiempo varias sales y todo lo que hace el valor del alimento, desde las vi-

taminas hasta las sustancias aromáticas o compuestos aromáticos.

El vacío al que aludimos generalmente es producido por el efecto de un condensador que trabaja a temperatura más baja que la solución congelada. Como vacío previo de este condensador, y para eliminar los gases no condensables, suele hacerse uso de una bomba o un eyector ordinario.

Las moléculas de solvente viajan de la superficie congelada al condensador como consecuencia de la diferencia de presiones existentes entre ambos. Esta diferencia de presiones encuentra una serie de obstáculos constituidos por los recipientes y conductos y también por la propia estructura de las primeras capas liofilizadas.

Se ha comparado el proceso con la Ley de OHM y establecido que:

$$\frac{\text{Diferencia de Presiones}}{\text{Resistencia}} = \text{Velocidad de Flujo}$$

Si se tiene en cuenta que la velocidad de flujo es proporcional a la energía aplicada, puede escribirse la fórmula anterior como:

$$\Delta p/R = K. \text{ vatios}$$

El valor de la constante queda discriminada si se define la unidad de resistencia.

Si decimos que esta es la que, bajo la diferencia de presión de 0.01 mm Hg, permite el paso de vapor liberado por un vatio, la fórmula anterior se transforma en:

$$\Delta p/R = W/100$$

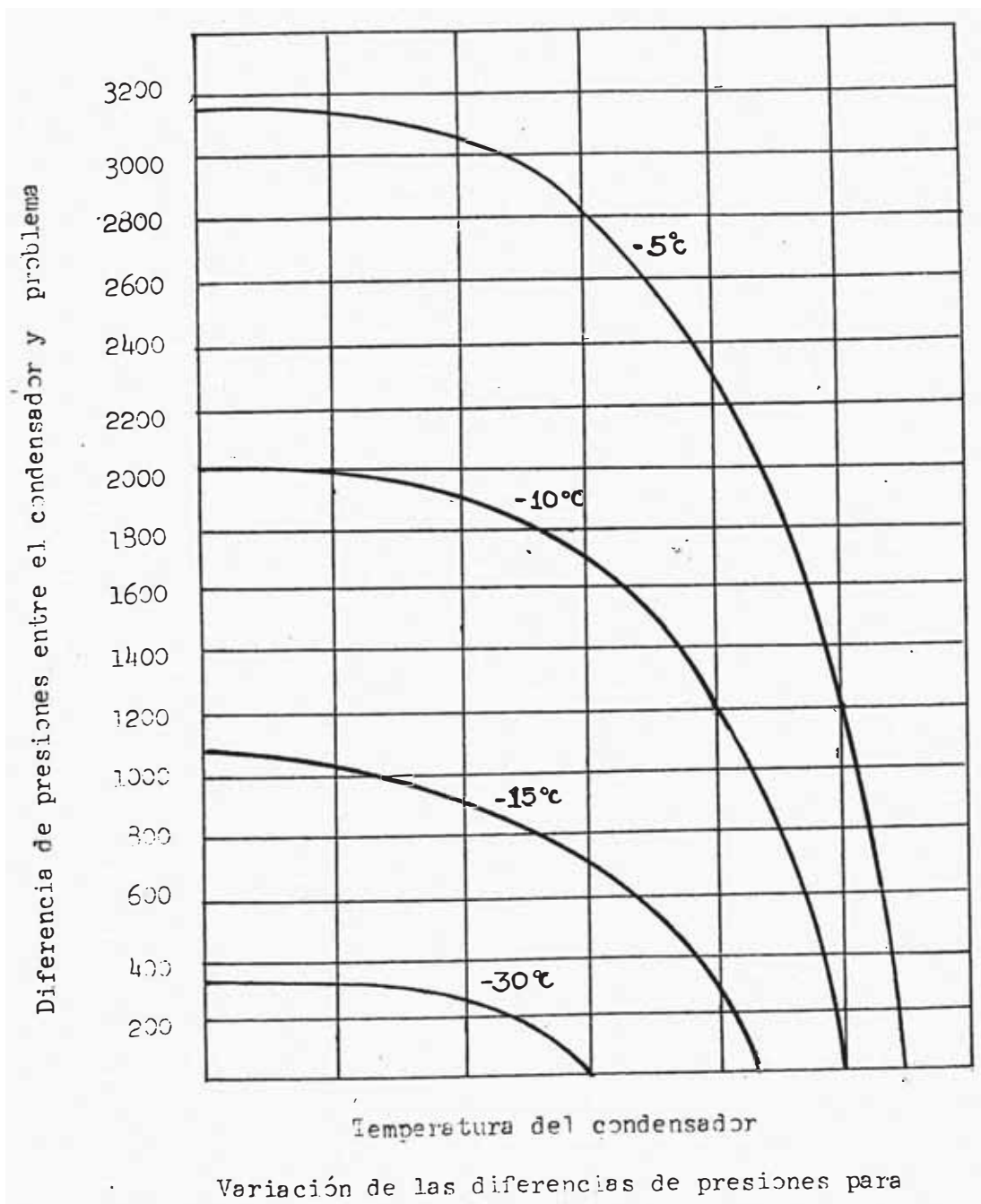
No puede generalizarse la afirmación de que cuanto mayor sea la diferencia de temperaturas entre solución y condensador, mayor será la diferencia de presiones y, por tanto, mayor será la velocidad de sublimación.

En la tabla adjunta:

<u>T</u> °gC	mm <u>Hg</u>	10^3 x <u>Δp</u> a-50 <u>gC</u>
- 50	0.0296	-
- 40	0.0966	-
- 30	0.2859	156.3
- 20	0.7760	626.8
- 10	1.9500	-
- 5	3.0130	2983.4
- 1	4.2170	-

Se copian las tensiones de vapor del agua para distintas temperaturas. Si admitimos que no hay diferencias en la tensión del vapor por efecto del soluto y tomamos como referencia la temperatura del condensador -50 grados C. Para - 30 grados C., -10 y -5 grados C. como temperatura de la masa a Liofilizar, se consiguen diferencias de presión de 156.3, 626.8 y 2983.4 milésimas de milímetro.

La gráfica siguiente: refleja de manera evidente que una disminución de la temperatura del condensador, no supone siempre aumento sustancial y práctico de la diferencia de presiones en ella se puede ver como después de -50 grados C. no se obtiene ventajas sensibles por disminución de la temperatura del condensador.



Variación de las diferencias de presiones para distintas temperaturas del condensador.

Los vapores de agua precedentes del producto sometido a desecación van a parar al condensador ya mencionado.

Pues bien se han ideado varios sistemas para fijar dichos vapores ya que se pudo observar que era muy perjudicial que las bombas de vacío absorbieran directamente esos vapores, ya que contaminaban los aceites y las bombas perdían rendimiento.

En un principio se utilizaron en los condensadores, desecantes químicos o absorbentes, pero se pudo comprobar su ineficiencia desde el punto de vista industrial, ya que se saturaban fácilmente. Por ello se ha acudido a la instalación de condensadores a baja temperatura. Las bajas temperaturas de los condensadores se alcanzan mediante un circuito del frío que está en comunicación con el compresor del equipo, como se verá posteriormente.

En los liofilizadores que dispongan de cámara de congelación propia, el circuito de frío estará dividido en dos ramales, uno para dicha cámara, y el otro para un enfriamiento intermedio o de acuerdo al diseño del equipo para el condensador del liofilizador (no confundir éste con el condensador del frigorífico).

Cuando menor sea la temperatura del condensador durante todo el proceso de congelación mejor será el rendimiento: el vacío será más alto y la operación durará menos tiempo. El circuito de frío del condensador se deberá conectar an -

tes de poner en marcha la bomba de vacío para asegurar que ningún vapor húmedo pase a la bomba de vacío.

A medida que progrese la desecación podremos apreciar como en la superficie del condensador se va depositando una capa de hielo que va en aumento con el transcurso del tiempo y que está integrada por la humedad que arrastran los vapores procedentes del producto; en definitiva es el agua del producto que se convierte en hielo en el condensador.

La capacidad de los liofilizadores viene indicada por la capacidad de condensación de los mismos, y así se dice que: Un Liofilizador tiene una capacidad de X litros o Kgs. de agua cuando su condensador es capaz de retener esa cantidad de agua.

Indicamos a continuación, aunque muy someramente algunos datos sobre las máquinas o bombas de producir vacío.

Estas pueden clasificarse en:

- Mecánicas y
- Estáticas

Las bombas de vacío mecánicas pueden subdividirse en:

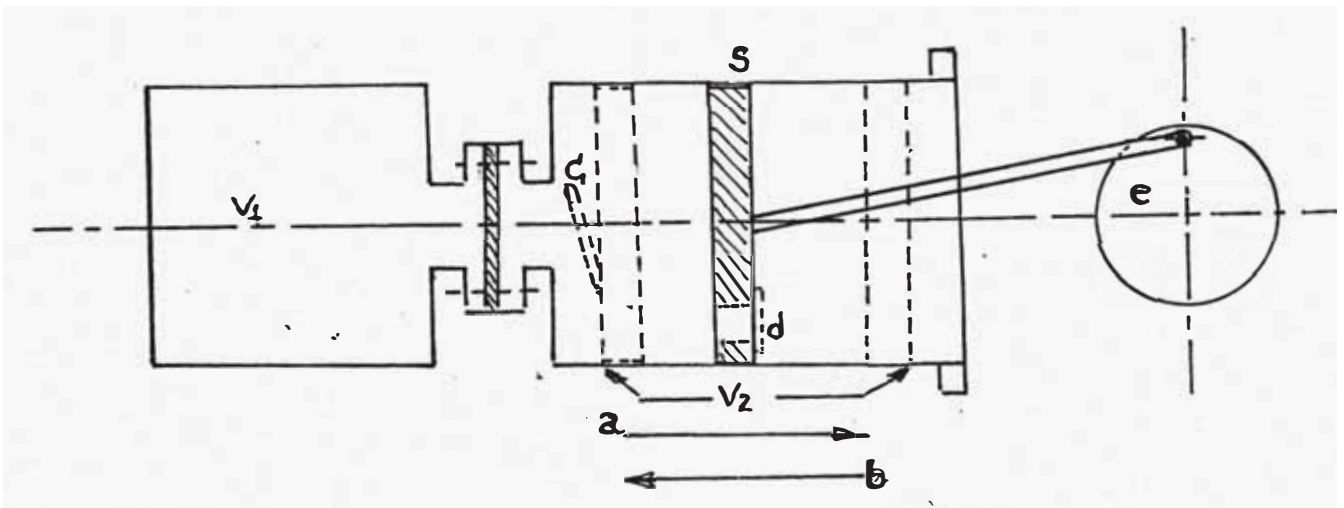
- Bombas por vacío húmedo
- Bombas por vacío seco.

Desde el punto de vista de Liofilización nos interesan - las bombas mecánicas por vacío seco y las estáticas, estas últimas las estudiaremos más adelante.

Las bombas mecánicas por vacío seco se basan en el principio de variar rítmicamente el volumen de un sistema cerrado en el que se vaya a hacer el vacío difundiéndolo luego en el ambiente.

Esta variación rítmica se puede conseguir, bien mediante un émbolo o una paleta, según que se utilicen las bombas a pistón o bombas rotativas a paletas.

Esquema de bomba de pistón



Cuando el émbolo se mueve en la dirección "a" hace que el gas contenido en el recipiente R se difunda a través de la válvula C y ocupe todo el volumen disponible $V_1 + V_2$.

Al invertirse la dirección del émbolo (dirección "b") gracias a la polea concéntrica E, el gas contenido en el sistema $V_1 + V_2$ cerrará la válvula C y se comprime todo el-

gas contenido en V2. Al aumentar la presión interna de este lugar se abre la válvula D, saliendo al exterior todo el gas contenido en V2, al repetirse una y otra vez estos movimientos rítmicos, se conseguirá transferir al exterior así todo el volumen de aire contenido en el recipiente V1 obteniéndose por tanto, un vacío que estará en función del tiempo que la bomba haya estado en marcha.

La velocidad de aspiración de un sistema cerrado o sea, la velocidad de evacuación puede calcularse mediante la siguiente fórmula:

$$v = \frac{V}{T} \log. \frac{P_i}{P_f}$$

Donde:

v = Velocidad de aspiración en Litros/seg.

V = Velocidad en litros del gas aspirado en un sistema determinado.

T = Tiempo de operación de la bomba en segundos.

Pi= Presión inicial del gas del sistema

Pf= Presión final del gas de sistema.

La instalación de aparatos idóneos en el panel de mandos del Liofilizador, nos permitirá conocer en cualquier momento el grado de vacío que tenemos en los distintos lugares del sistema (Cámara de Liofilización, bomba, etc.) Generalmente hay un indicador para vacío previo y otro para alto-vacío y para medir la intensidad se suelen utilizar manómetros McLeod, con escala de 10^{-5} mm de Hg; un vacuómetro de-

alambre caliente o pirani con escala de 10^{-4} mm de Hg o por un Vacuómetro de Ionización con escala de 10^{-3} a 10^{-8} mm de Hg. El Vacuómetro McLeod funciona comprimiendo un volumen conocido de gas hasta un volumen mucho más pequeño por un émbolo de Hg. y observando el incremento de presión en una pequeña columna de Hg. La presión original se calcula bajo el supuesto de que se cumple la Ley de Boyle. El instrumento de Pirani se apoya en el efecto refrigerante aminorado de los gases a baja presión sobre un alambre delgado calentado eléctricamente. En el alto vacío, este alambre sólo pierde calor por radiación y conducción a través de los conductores terminales. A presiones superiores a 1 mm de Hg. las pérdidas por convección son constantes, pero en el intervalo de 10^{-1} a 10^{-4} mm, la resistencia del alambre caliente varía con la presión que puede leerse en un aparato medidor conectado en el circuito del puente de Wheatstone con el alambre que dispone de un terminal que discurre directamente sobre una escala graduada en Terrs o en micrones (1 Terr = 1mm Hg. a 0° C, micron = 10^{-3} mm de Hg).

Que es lo que ocurre realmente cuando empezamos a hacer vacío en una cámara que contenga el producto a Liofilizar ya congelado, veamos primero como aclarar el concepto que se tiene sobre el vacío en la Liofilización: El vacío "no chupa" el agua del producto, lo que hace es reducir la concentración de moléculas de gas presentes en los intersticios y de esta manera se reduce la resistencia al paso del vapor de agua.

Es muy importante que el vacío sea de tal manera que evite obstáculos en el transporte de vapor y haga desaparecer la tensión que se pueda formar en la superficie del producto.

Una vez que se haya obtenido la evacuación de la cámara de Liofilización, cámara que deberá cerrarse herméticamente para que no penetre aire del exterior, comenzará la sublimación del producto: El agua que éste contenga, y que como hemos dicho anteriormente estará congelada, pasará al estado de vapor, creándose una tensión del mismo dentro de la cámara, tensión que irá aumentando progresivamente al transcurrir el tiempo, pero que no puede alcanzar valores significativos, puesto que todos los vapores son arrastrados por el vacío que produce la bomba.

Podemos comprobar como poco a poco se va formando en la masa del producto una capa superior que cambiará de tonalidad de color y aumentará de espesor a medida que se va desecando mayor cantidad de producto.

La disposición que tengan los cristales formados en la congelación, contribuirá a disminuir o aumentar el tiempo de desecación, pues cuanto más canalículos existan entre esos cristales, mayor será el paso del vapor y la desecación será más rápida.

Si se quiere acelerar en parte esta desecación nos será preciso hacer un aporte de calor.

Calentamiento Sublimación y Desorción

Generalidades:

Como parte de un proceso o como preparación de otros, el sistema de secado es una operación frecuente en la Industria Químico Farmacéutica. Se desea con tal operación eliminar cierta cantidad de disolvente, generalmente agua que acompaña a un sólido, conservando sin lesionar las propiedades químicas de éste. El objeto de la operación, como vemos es igual al de la evaporación y, estrictamente, no es posible establecer diferencia. La cantidad relativa sólido disolvente es aquí mayor, y desde el punto de vista económico cabe insistir en el hecho de que la cantidad de energía consumida por kilogramo de agua evaporada es mayor en el secado que en la evaporación.

Como ya mencionamos al tratar de la evaporación, hay que distinguir entre el vehículo del calor, la transmisión de éste al líquido a evaporar y la eliminación de los vapores producidos en la operación. Al menos desde un punto de vista práctico, es el aire el casi exclusivo agente y, como la convección es el proceso que suele regir el mecanismo de transmisión de calor unido a la circunstancia de que los vapores del líquido se eliminan por arrastre con el aire, el aire húmedo viene a jugar aquí el mismo papel que el vapor de agua en la evaporación.

La finalidad del proceso es:

1. Eliminar el líquido que constituye las aguas madre de un precipitado. El agua compromete la estabilidad del producto.
2. Facilitar el transporte
3. Conseguir un grado de división y una densidad aparente, que de otra manera sería imposible de obtener.
4. Conservar productos y alimentos.

En el secado se corre el riesgo de acelerar reacciones - que permanecen larvadas a temperatura ambiente.

El sólido a secar

Si no limitamos nuestro comentario al vapor de agua, es evidente que lo dicho a propósito del aire pueda extenderse a cualquier vapor, de acuerdo con la conducta observada por el producto sólido frente al disolvente que lo humidifica, - podemos clasificar a los productos sólidos en: Húmedos e Higroscópicos.

Húmedos: Cuando la tensión de vapor del agua que los acompaña es idéntica a la del agua a la temperatura de que se trate.

Higroscópicos: Si la tensión de vapor del agua en el sólido es inferior a la del agua a la misma temperatura de que se trate.

Una vez obtenido el vacío, el vapor de agua se escapa - sin peligro de regreso.

Si no interviene calentamiento alguno, las calorías necesarias para esta migración de vapor (el calor latente de sublimación: alrededor de 676 calorías por gramo) son tomadas en el seno mismo del producto que se enfría.

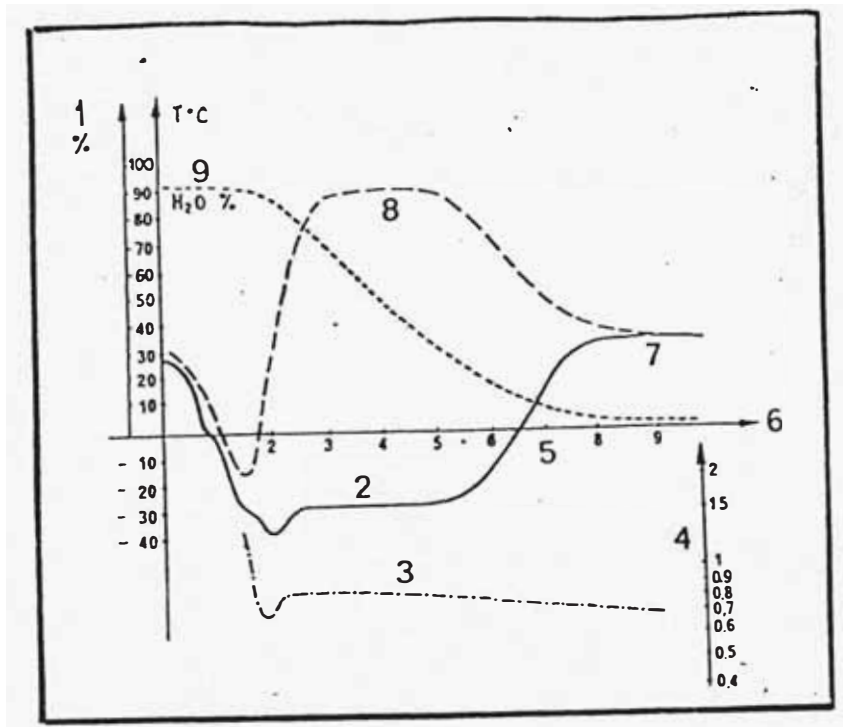
En estas condiciones, la operación pierde rápidamente interés pues, al bajar la temperatura, la presión de vapor baja también y por lo tanto la sublimación será muy pronto despreciable.

Para evitar este inconveniente, se calienta la sustancia. Las calorías aportadas en una primera fase, compensan justo el gasto de energía, para permitir el agua libre congelada de escaparse.

Sobre la curva clásica del ciclo de liofilización mostrada, que indica la temperatura del producto en función del tiempo, esta fase está representada por la horizontal baja

Se comprueba entonces la sublimación del hielo. Cuando esta fase está terminada, cuando ya no hay hielo para retirar del producto, hay un exceso de aporte de calorías y la temperatura de la sustancia sube. Se alcanza entonces la fase de DESORCIÓN que poco a poco, extrae los rastros del agua ligada no congelada, que ha permanecido dentro del producto. En realidad, esta fase jamás termina.

Se le pone fina cuando se ha obtenido la humedad residual deseada que puede ser por ejemplo, del orden de 2 a 3%.



En la figura anterior:

- 1) Humedad; 2) Deseccación; 3) Vacío; 4) Presión en Torr;
5) Producto; 6) Duración en horas; 7) Deseccación secundaria
o ph de desorción; 8) Calentamiento; 9) Humedad.

El aporte de calor durante la fase de desecación primaria se puede hacer de varias maneras:

a. Calor por Conducción

Si el sistema de calefacción del Liofilizador es por conducción, el material de las bandejas de la cámara de -

dsecación debe ser muy buen conductor del calor y lo su ficientemente fino para que ofrezca el mínimo de resis - tencia.

El calor por conducción se puede hacer por circula - ción de líquido caliente o por resistencias eléctricas; - el primero tiene el inconveniente de que hay que dispo - ner de válvulas muy sensibles para asegurar una perfecta circulación y que el lugar por donde entrará el líquido - tendría mayor temperatura que por donde saliera.

La calefacción por resistencia eléctricas, sistema - más útil deberá instalarse de tal forma que éstas estén - lo más cerca posible de los recipientes que contienen el producto.

b. Calor por Radiación

Tiene la gran ventaja de que no importa el espesor . - que tenga el producto a desecar, pero el grave inconve - niente de que en la superficie del mismo se formará una - especie de costra que dificulta el flujo de vapor; en al gunas ocasiones y si se trata de soluciones protéicas de licadas, puede haber incineración de éstas; en todo caso, el peligro de que se quemé está siempre presente.

Por otra parte se pueden formar zonas de sombras, con lo que el aporte de calor no sería igualmente repartido.

c. Calentamiento Dieléctrico

Este sistema es objeto en la actualidad de numerosas investigaciones; tiene grandes ventajas, sobre todo si fuera posible introducir las válvulas dentro de la superficie de evaporación y si el calor pudiera ser absorbido totalmente por esta superficie.- Tiene el inconveniente de ser costoso y difícil de instalar.

d. Calentamiento por Gas Seco

Se realiza utilizando una corriente de gas seco que arrastra las moléculas de vapor de agua de la superficie del producto esta corriente puede ser utilizada para suministrar el calor latente de evaporación.

En resumen: Se puede decir que un sistema combinado bien instalado de calor por conducción y radiación sería el más práctico y más efectivo en los sistemas de Liofilización.

Hoy la mayoría de los Liofilizadores sólo disponen del calentamiento por conducción como sistema de aporte de calor para acelerar la sublimación.

Los liofilizadores industriales están equipados con un sistema de calefacción que puede regularse a voluntad, pues se selecciona una determinada temperatura, y cuando una de las sondas termoeléctricas (Generalmente la que indica la temperatura de la cámara de Liofilización) al-

canza esa temperatura, se cierra el circuito y se suspende de la calefacción; cuando la temperatura donde está colocada esa sonda, vuelve a conectarse automáticamente la calefacción; de tal forma que se conecta y desconecta dentro de unos límites estrictos para la temperatura seleccionada y así sucesivamente para cada aumento de temperatura.

En lo referente a la desecación secundaria (Se llama desecación secundaria a la que se realiza mediante bombas de difusión).

Si la desecación inicial ha sido lo suficiente larga, solamente quedarían cantidades pequeñísimas de vapor, y cuando el grado de vacío es suficiente, se necesitan algunas horas más para terminar la deshidratación. No obstante a menudo es necesario recurrir a poderosas bombas de difusión para adelantar la evaporación, ya que el rendimiento de las bombas rotatorias es en ese caso prácticamente nulo.

Si se desea obtener un producto muy seco, la operación puede hacerse diez a doce horas para vacíos de 1 a 5×10^{-3} terrs. Esta operación se conoce con el nombre de desecación secundaria y puede realizarse con los mismos aparatos.

Mediante el cierre de la válvula adecuada se aísla el condensador, cargado de hielo de la cámara de condensación -

ción que está unida directamente a la bomba de difusión.

Aunque el calentamiento continuo reducido durante toda la desecación secundaria, la temperatura final que se alcance no debe ser muy elevada, y parece ser que la mayoría de los casos es de 40 grados centígrados. Al final de la operación, cuando la temperatura del producto es igual a la de la cámara se puede parar la desecación.

Es bien sabido que cuando una corriente de aire golpea el orificio de un tubo abierto cuya otra extremidad está sumergida en un líquido volátil, el líquido o sus vapores son absorbidos o aspirados en la canalización y succionados por la corriente de aire. Es el principio en que se basan los vaporizadores insecticidas, y una de sus adaptaciones son las bombas de difusión.

En la base de estas bombas existe una resistencia eléctrica que hace que se caliente el fluido productor de vapores que contiene la bomba (por ejemplo Glicerina). Esta a su vez estará en comunicación directa con la rotatoria. Antes de poner en comunicación la bomba de difusión con la cámara de secado hay que conectar la resistencia unos 30 minutos antes para que se caliente el fluido. Transcurrido ese tiempo se abre la válvula de comunicación, se aísla el condensador, como dijimos antes, sin olvidar la necesidad de refrigerar a la bomba difusora para que trabaje correctamente.

mente podremos apreciar en la esfera Pirani correspondiente al alto vacío, como la aguja va descendiendo paulatinamente, indicio de que estamos obteniendo valores muy altos de vacío.

Ahora bien, si la desecación primaria fué insuficiente, esto es, que exista en la cámara de desecación una gran tensión de vapor de agua, la bomba de difusión, por decirlo así, "No entrará", no podrá actuar, pues la tensión de vapor de la cámara impide la acción de los vapores de difusión y esto se traduce en que el alto vacío permanecerá con valores próximos o superiores a los del previo. Cuando esto sucede, habrá que seguir con la desecación primaria y al cabo de algunas horas intentar poner otra vez en comunicación el sistema con la bomba difusora.

Se han estudiado varios fluidos parecidos al aceite para ser utilizados en las bombas de difusión. Estos fluidos deben tener una baja tensión de vapor a la temperatura del agua de refrigeración, una buena estabilidad térmica y ser resistentes a la oxidación. Esta última cualidad es muy importante para el caso de que el aire atmosférico, se introduzca por accidente en el sistema durante el funcionamiento de la bomba o antes de que se enfríe el fluido.

Los fluidos más empleados son los del grupo conocido bajo el nombre de "Aroclors". El principal inconveniente reside en el hecho de que estos vapores son ligeramente.-

tóxicos. Para el proceso de Liofilización puede utilizarse como fluido la Glicerina, si bien su afinidad por el agua es muy grande, lo que constituye un handicap.

Son tan grandes las variedades de fluidos utilizados, pues cada fabricante de equipos liofilizadores utiliza uno distinto y lo alaba como el mejor, que sería demasiado extenso el indicar sus características.

Bástenos con el dicho, y tengamos en cuenta y a pesar de las buenas referencias que sus fabricantes les dan, las mayorías de las bombas difusoras forman una ligera descomposición como consecuencia de las sustancias volátiles que contienen y que son incapaces de condensarse pese a la refrigeración del sistema.

Fin del Ciclo de la Liofilización

Transcurrido el tiempo necesario de funcionamiento de la bomba de difusión para que la sustancia liofilizada satisfaga nuestras existencias, podemos dar por finalizado el proceso, si bien será necesario indicar algunos puntos de interés en esta operación.

Una vez desconectada la bomba de difusión se cierra después de una media hora, la válvula o trampa que comunica a esta con la cámara de liofilización, pero se mantiene la refrigeración de la bomba. Luego se procede a "Romper el Vacío" del sistema para sacar el producto. Para romper el vacío será necesario permitir el paso de un gas inerte (Por -

lo general hidrógeno), siendo absolutamente necesario que estos pasen previamente por un dispositivo secador (Desecador) con el fin de que la humedad que contengan no se la transmiten al producto que se ha liofilizado, que tan ávido de humedad se encuentra por su perfecto estado de desecación. Por ello se colocan torres de gel de sílice regeneradas recientemente que suelen llevar un colorante indicador para saber cuando está saturada (Viraje del color azul al rosa) y ha perdido su capacidad de retener la humedad. Además de secos, los gases inertes que se introducen deberán ser estériles, para así evitar contaminaciones peligrosas al producto.

La velocidad de dicho gas a su paso hacia la cámara de liofilización debe ser lenta y progresiva para que su esterilización y su desecación sean perfectas en lo mayor posible. Una vez que la presión del interior del aparato se iguala con la exterior podremos retirar el producto que se encuentra dentro de la cámara, recipientes que en el caso de que esten abiertos total o parcialmente se deberán llevar a una cámara acondicionada donde la humedad relativa no alcance valores significativamente altos.

CAPITULO IV

SISTEMAS DE REFRIGERACION-REFRIGERANTE

El ciclo de compresión de Vapor

Introducción

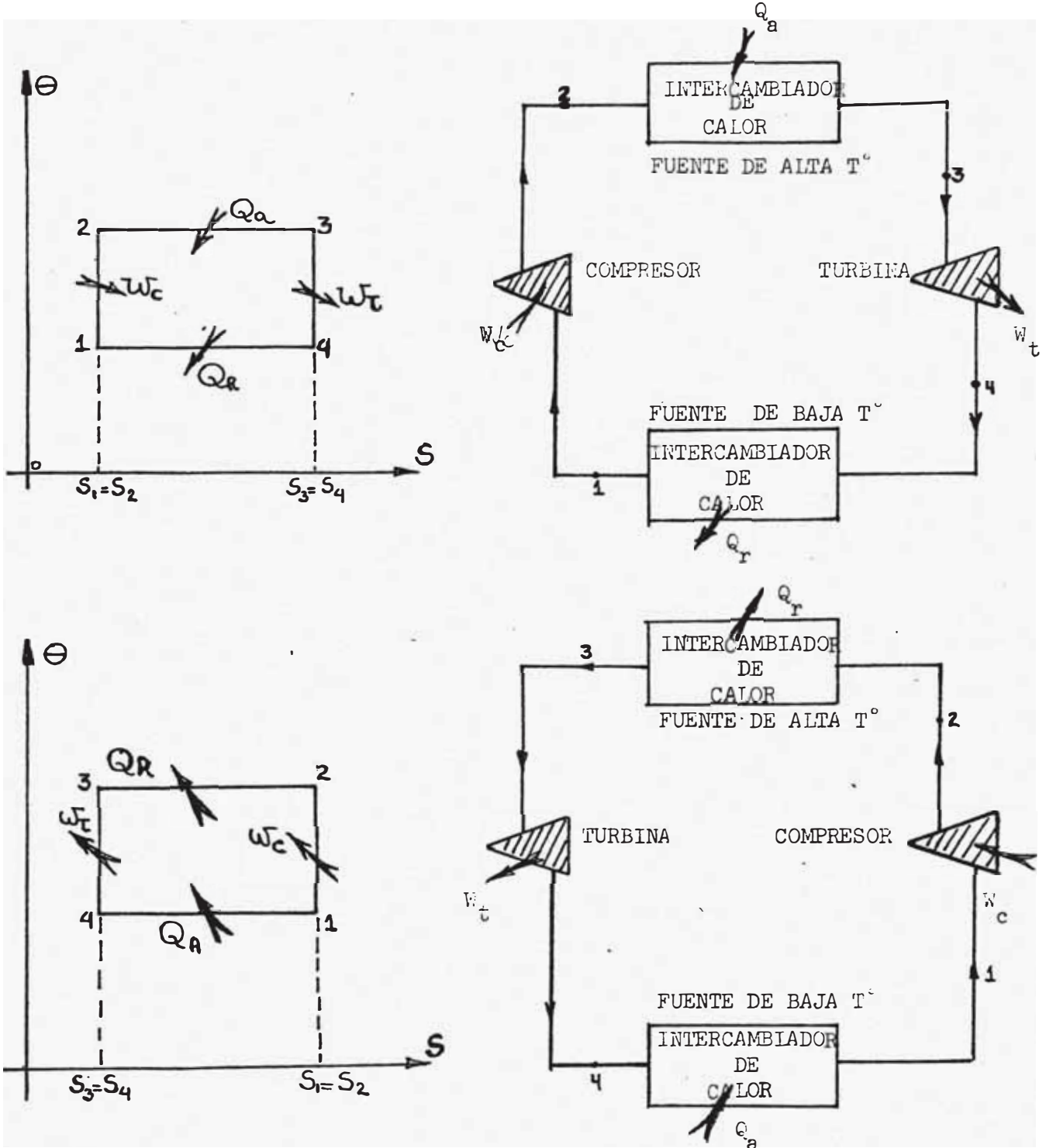
Está definido como el más importante de los ciclos desde el punto de vista comercial.- En tal ciclo un fluido se evapora y se condensa alternativamente, siendo uno de los procesos que intervienen en el ciclo una compresión de vapor.

Ciclo de refrigeración de Carnot

El rendimiento del ciclo de Carnot es mayor que el de cualquier otro ciclo que trabaje entre las dos mismas temperaturas extremas, se esquematiza en las figuras el ciclo de potencia de Carnot para una máquina térmica y un ciclo de refrigeración.

La máquina térmica de Carnot recibe energía de un foco caliente a alta temperatura, convierte una porción de energía en trabajo, y cede la restante a un foco frío a baja temperatura.

Máquina térmica de Carnot (Diagrama de Temperatura- Entropía)



Ciclo de refrigeración de Carnot (Diagrama de Temperatura-Entropía).

El ciclo de refrigeración de Carnot consigue el efecto inverso de la máquina térmica, porque transporta energía de un foco caliente. Para realizar el ciclo de refrigeración se necesita suministrar un trabajo externo.

En los diagramas anteriores los procesos que comprende el ciclo de refrigeración son:

1-2 Compresión Adiabática Reversible

2-3 Cesión de calor a temperatura constante (Isotérmico).

3-4 Proceso de expansión Adiabático (Isoentrópico).

4-1 Ganancia de calor a temperatura constante (Isotérmico).

Todos los procesos del ciclo de Carnot son termodinámicamente reversibles, por lo tanto los procesos 1-2, 3-4, son Isoentrópicos.

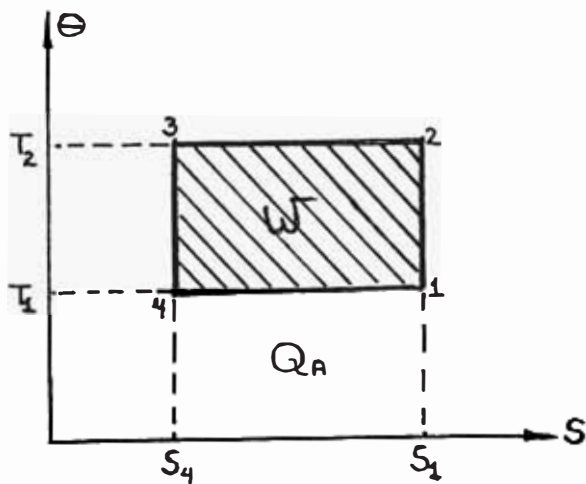
Coeficiente de performance o de funcionamiento (Cof)
Expresa el grado de bondad de un sistema de refrigeración y el Cof. Expresa la efectividad de este.- Este índice o coeficiente de funcionamiento no es o no se le llama rendimiento, ya que este término termodinámicamente se reserva comúnmente para la relación de la salida a la entrada.

La relación de la salida a la entrada daría lugar a confusión si se aplicase a un sistema de refrigeración, porque la salida en el proceso 2-3 no es generalmente aprovechable. Sin embargo la idea de índice de funcionamiento del ciclo de refrigeración es la misma que la idea que se tiene prácticamente del rendimiento, puesto que representa la relación.

$$\text{Cof} = \frac{\text{Comodidad obtenida}}{\text{Energía que cuesta para lograr comodidad}}$$

El índice de funcionamiento en el ciclo de refrigeración se llama coeficiente de funcionamiento. Está definido por:

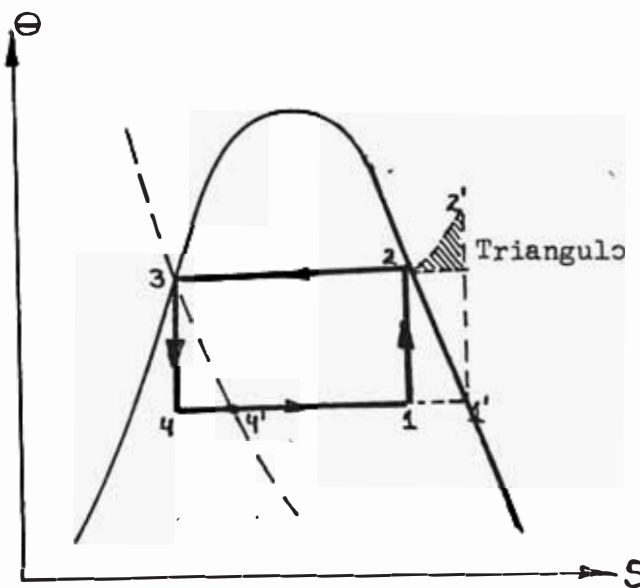
$$\text{Cof} = \frac{\text{Refrigeración}}{\text{Trabajo}} = \frac{Q_a}{W}$$



$$\text{Cof} = \frac{(S_1 - S_4)T}{(S_1 - S_4)(T_2 - T_1)} = \frac{T_1}{T_2 - T_1}$$

$$\text{Cof} = \frac{1}{\frac{T_2}{T_1} - 1}$$

CASO REAL



Triangulo de sobrecalentamiento

Problemas en la compresión (pto. 1), el proceso de compresión 1-2 se llama compresión húmeda, porque el proceso completo ocurre en la región de las mezclas en presencia de gotitas de líquido. Cuando se utiliza un compresor de émbolo hay varias razones en el uso de la compresión húmeda. Una razón consiste en que el líquido refrigerante puede quedar detenido en la culata del cilindro al subir el pistón, con la posibilidad de averiar las válvulas o la culata.

Aunque el punto final de la compresión, señalado como punto 2, corresponde a vapor saturado, lo cual significa que no hay líquido, tal cosa no sucede en la realidad. Durante la compresión, las gotitas de líquido se vaporizan según un proceso de transferencia de calor que requiere cierto tiempo.

Así el tiempo de refrigeración de Carnot teórico, cuando se quiere aplicar a máquinas reales debe de sufrir una serie de modificaciones porque ofrecen los siguientes inconvenientes:

1. Si se quisiera usar una sustancia en la zona de vapor sobrecalentando los procesos 2-3 y 4-1 no podrían ser a temperatura constante porque la presión cambia y sobre todo hay transferencia de calor.
2. Si se usa la zona de mezcla, se consigue que los procesos 2-3 y 4-1 sean a P y T constantes debido a que se aprovecha el cambio de fase, pero la condición o estado del punto 1 no es deseable en los compresores ya que com

primían líquido mezclado con el vapor y además deben proporcionar en su salida vapor saturado seco, lo cual sería muy difícil garantizar que así sea.

3. Como la compresión debe hacerse comenzando con vapor saturado seco, la descarga será inevitablemente a las condiciones de vapor sobrecalentado, deformándose de esta manera el ciclo inicial apareciendo así un triángulo de recalentamiento.
4. Como la expansión no se realiza con una turbina principalmente por razones económicas sino mediante un estrangulamiento, se utiliza un dispositivo de expansión y el proceso de 3-4 se realiza isoentálpicamente (Entalpía constante).

Ciclo Standard de refrigeración por compresión de vapor o - Ciclo Saturado Simple

Proceso 1-2: Compresión Isoentrópica se realiza en el compresor.

Proceso 2-3: Condensación Isobárica, se realiza en el condensador.

Proceso 3-4: Expansión Isoentálpica, se realiza en el dispositivo de expansión.

Proceso 4-1: Evaporación Isobárica, se realiza en el evaporador.

CICLO STANDARD vs. CICLO REAL

DIAGRAMA T-S

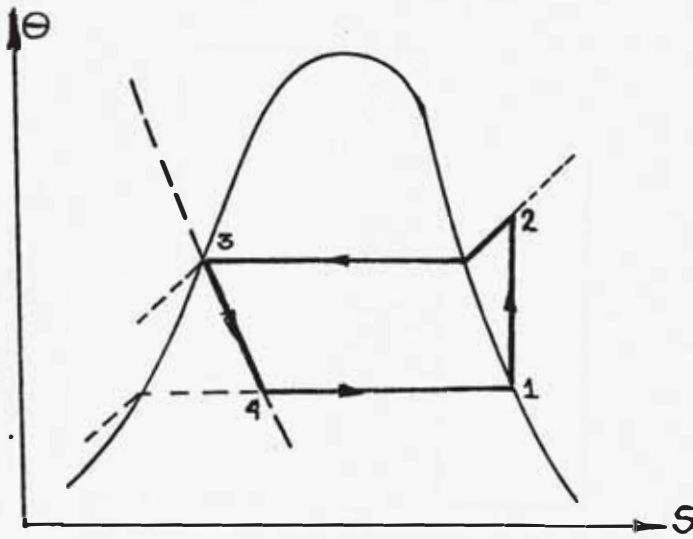
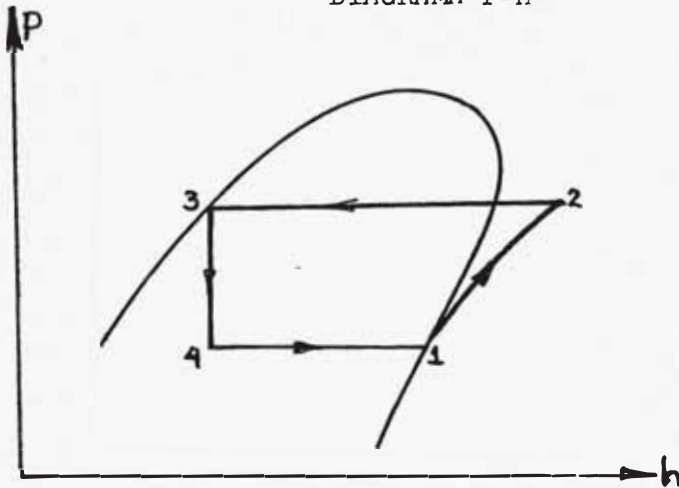
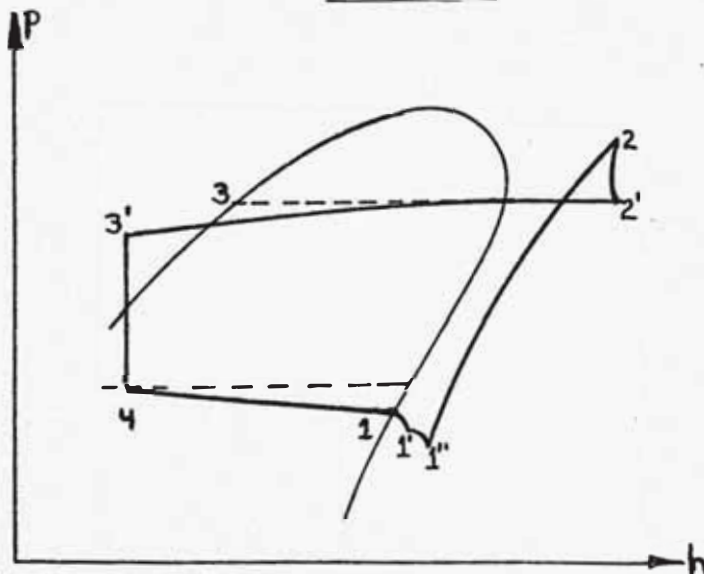


DIAGRAMA P-H



CICLO REAL



- 1-1' : Caída de presión en la línea de succión.
- 1'-1" : Caída de presión en la entrada al compresor (Válvulas).
- 1"-2 : Compresión politrópica.
- 2-2' : Caída de presión a la salida del compresor (Válvulas)
- 2'-3 : Caída de presión en la línea de descarga en el condensador.
- 3-3' : Caída de presión en la línea de líquido
- 3'4 : Proceso en el dispositivo de expansión.

A pesar de que el ciclo saturado simple no se utiliza ni siquiera en los refrigeradores domésticos y más sencillos - su estudio nos da el punto de partida para estudiar y enfocar el porque de las modificaciones que se le hacen.

Además si quisiéramos hacer trabajar un sistema cumpliendo este ciclo nos encontramos con diferencias debidas principalmente a caídas de presión que ocurren en cada uno de los componentes y en las líneas de conducción del refrigerante. Para no apartarse mucho del ciclo ideal y sobre todo para que la potencia del compresor no sea demasiado grande, las pérdidas deben de mantenerse dentro de ciertos límites que se regulan en las líneas jugando con el diámetro y longitud de líneas.

En el diagrama T-S mostrado anteriormente y en el P-H tomamos:

1. Efecto refrigerante (Qa)

$$Q_a = E_r = (h_1 - h_4)$$

2. Calor de Compresión (Qc)

$$Q_c = (h_2 - h_1)$$

3. Calor de Condensación (Qcond)

$$Q_{cond} = Q_c + E_r$$

4. Flujo de Refrigerante

$$\dot{m} = \text{Capacidad} / E_r$$

5. Potencia del compresor

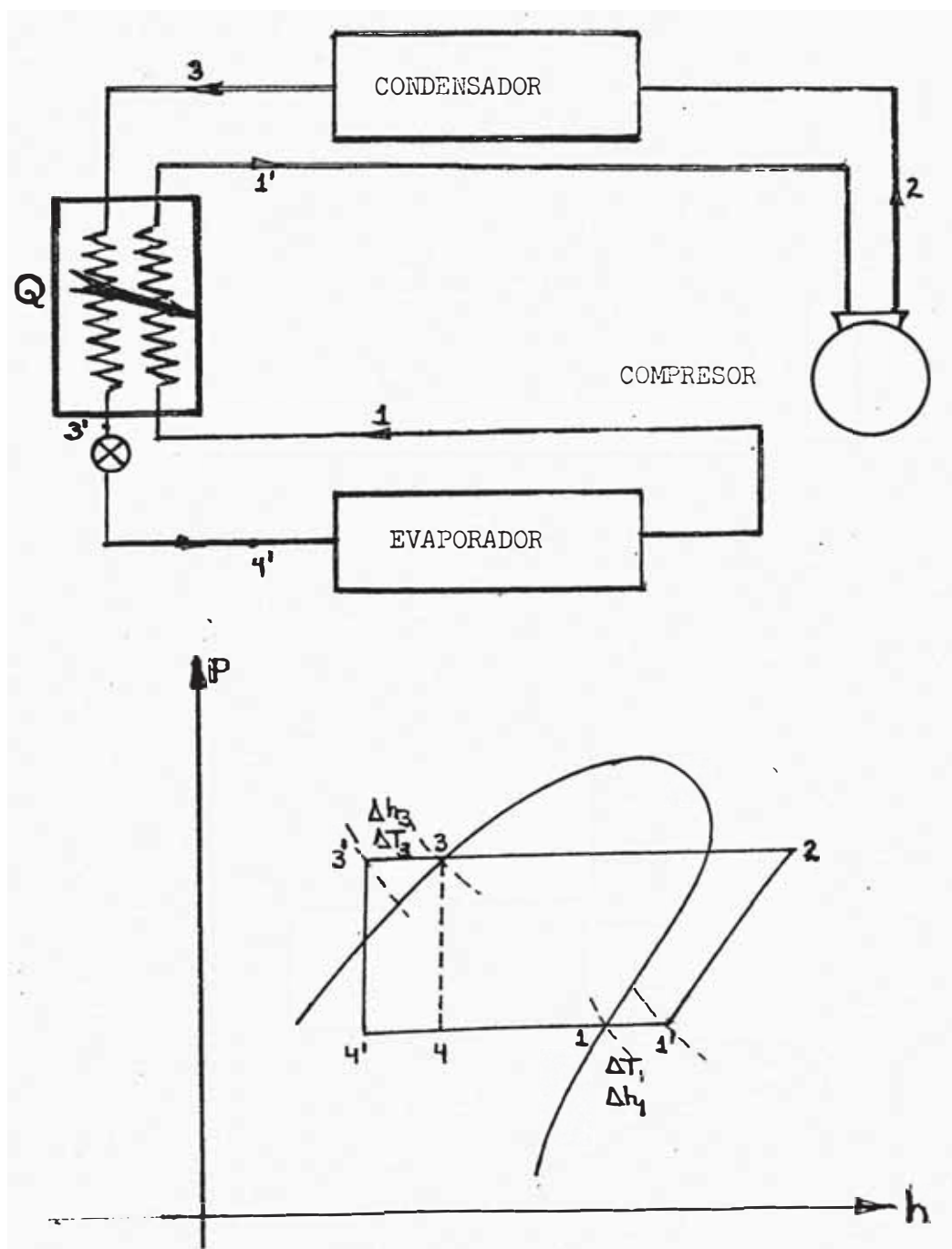
$$Pot = \dot{m}Q_c$$

6. Coeficiente de funcionamiento (Cof)

$$Cof = Q_a/Q_o = T_1 / (T_2 - T_1)$$

Mejoras en el Sistema de Refrigeración por Compresión de Vapor (Usando intercambiadores de calor)

En la práctica algunos sistemas de refrigeración utilizan intercambiadores de calor líquido-vapor de admisión.



$$mCp_1 (T_1' - T_1) = mCp_3 (T_3 - T_3')$$

$$Cp_1 \Delta T_1 = Cp_3 \Delta T_3$$

$$\Delta T_1 \neq \Delta T_3$$

$$Er = h_1 - h_4'$$

El sistema mostrado se denomina sistema básico y utiliza un intercambiador de calor Líquido-Gas del mismo refrigerante que circula por el sistema.

Ventajas:

Aumenta el efecto refrigerante.

Como el punto 1' está en la zona de sobrecalentamiento, aseguramos siempre una compresión seca, para evitar daños en el compresor por la presencia de líquidos.

Desventajas:

Como el punto 1' tiene mayor volumen específico que el 1, se requiere un compresor de mayor cilindrada.

La línea isoentrópica que comienza en 1' es más echada, lo cual indica que se requiere mayor aumento de entalpía y por lo tanto mayor potencia para lograr la compresión.

- Sólo sirve para sistemas pequeñas
- Se ha encontrado que la temperatura de sobrecalentamiento sea de 5 a 10 grados F.

Sistemas prácticos con intercambiadores de Calor

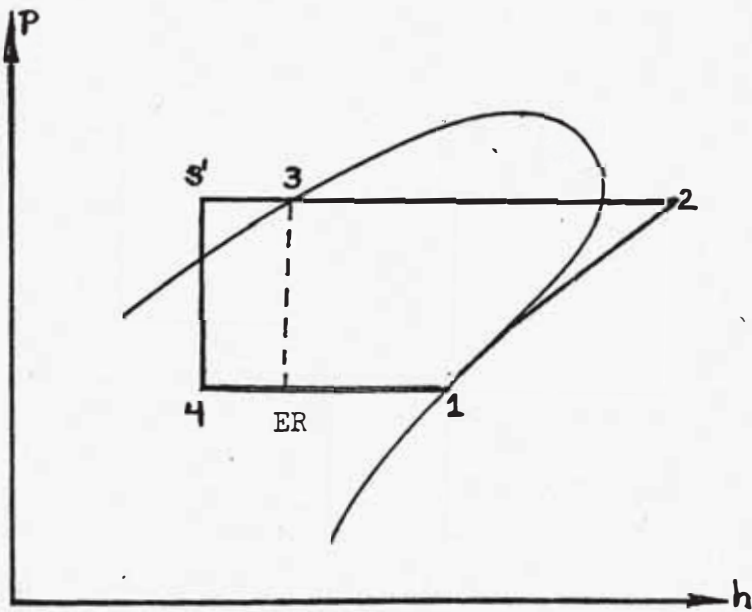
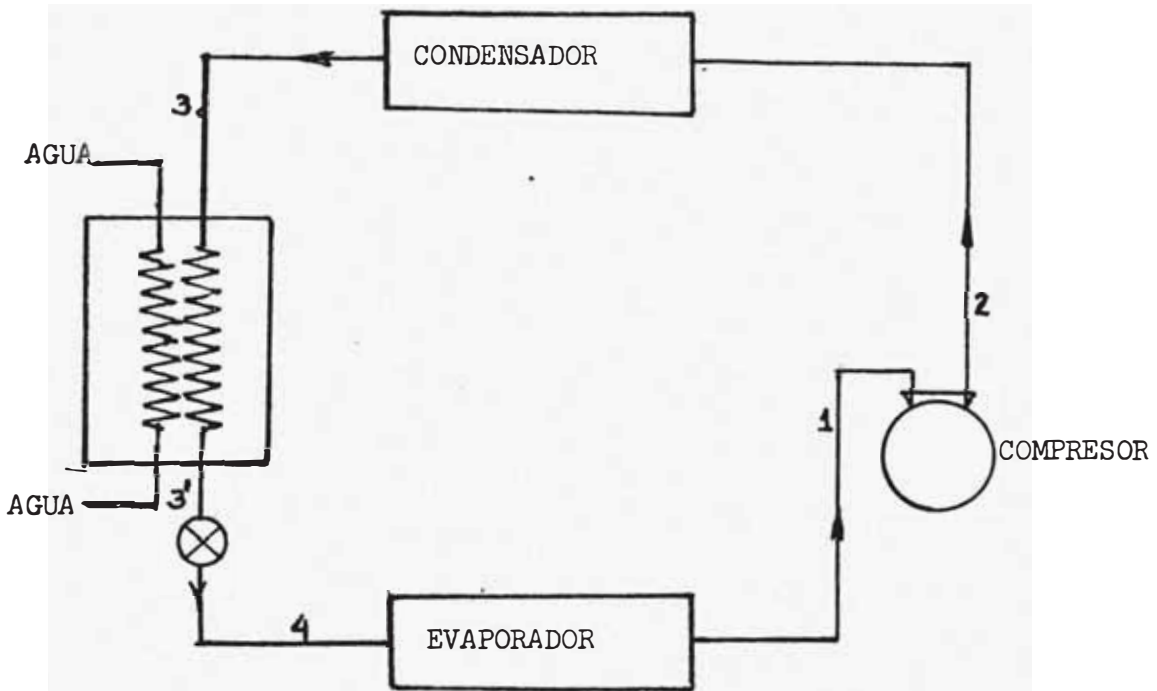
Los intercambiadores de calor normalmente son de tubos concéntricos.- Para adoptar un sistema de este tipo debe hacerse un estudio económico de tal modo que el ahorro que nos trae el aumento del efecto refrigerante (E.R.) compense la inversión que debe hacerse para que funcione el Intercambiador de calor, es decir estudiar el costo del propio intercambiador de calor, bomba de circulación de agua ó salmuera, su consumo de energía y el costo del sistema enfriador del agua o salmuera.

Ventajas:

- Aumenta el efecto refrigerante sin modificar las condiciones de entrada al Compresor.
- Se puede variar a voluntad el punto 3' de acuerdo al diseño del intercambiador de calor.

Desventajas:

- Como se utiliza un fluido distinto para lograr el sub-enfriamiento deseado; debe controlarse perfectamente la temperatura del agua a la entrada e igual el flujo de la misma.
- Requiere un costo adicional en el sistema para el diseño y construcción del intercambiador de calor.



Obtención de bajas temperaturas

para la obtención de bajas temperaturas resulta conveniente el uso de sistemas múltiples, pero para temperaturas denominadas muy bajas (debajo de -50°C) ya no resulta muy ventajosa porque el costo de la potencia por Tón. de refrigeración se eleva excesivamente llegando a límites excesivos, es por ello que se han ideado otros métodos para producir muy bajas temperaturas tales como:

- Sistemas múltiples
- Sistema de Cascada
- Sistemas para licuar gases
- Sistemas para fabricar hielo seco
- Sistema magnéticos.

Sistemas Múltiples

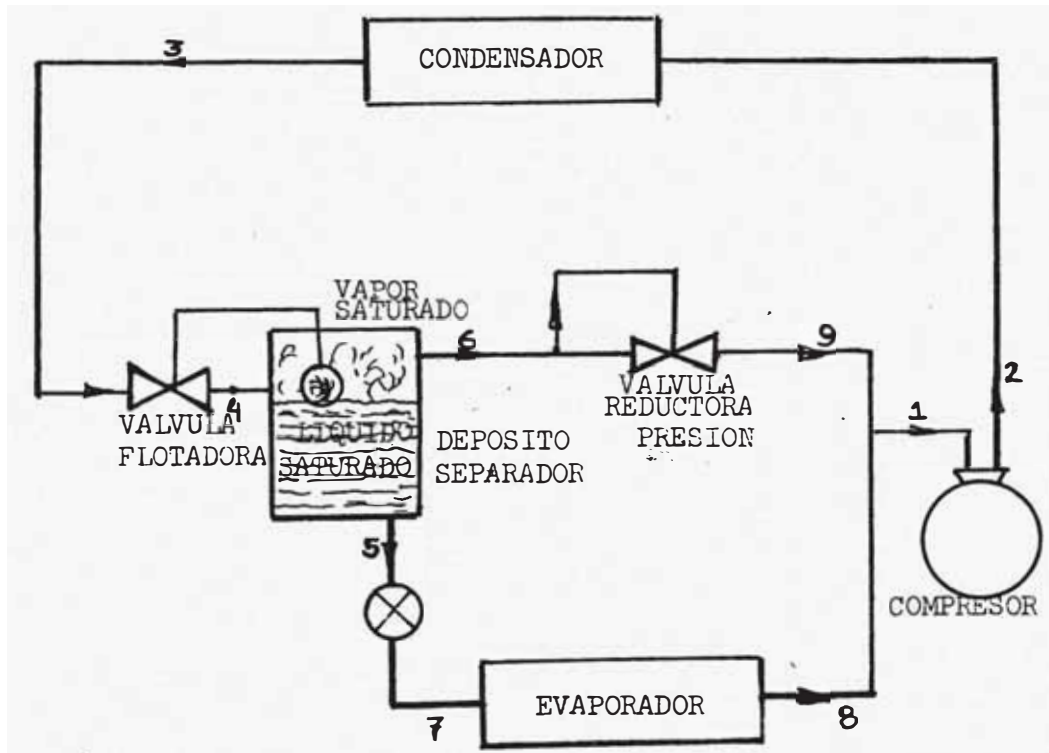
Se denomina sistemas múltiples a todo sistema de refrigeración que posee dos o más lados de baja presión, pudiendo o no tener evaporadores en cada lado de baja que posea el sistema. Estos sistemas se usan normalmente para mejorar el coeficiente de funcionamiento de un sistema frigorífico que trabaja a bajas temperaturas.

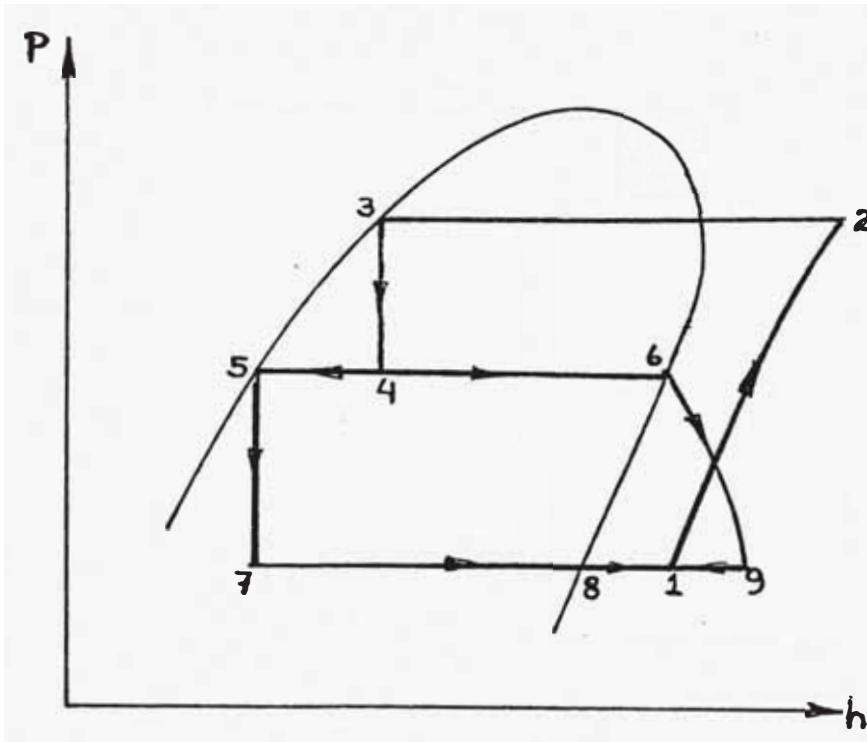
La decisión del tipo de sistema múltiple a usar depende básicamente del aspecto económico.

a. Sistema con un Compresor y un Evaporador

Este sistema sólo se utiliza cuando el ahorro de po -

tencia por el aumento del efecto refrigerante compensa - el costo de la válvula de flotador del depósito separador y válvula reductora de presión, que en la práctica - en muy contados casos ha resultado conveniente y en los pocos casos usados, el refrigerante es amoníaco.





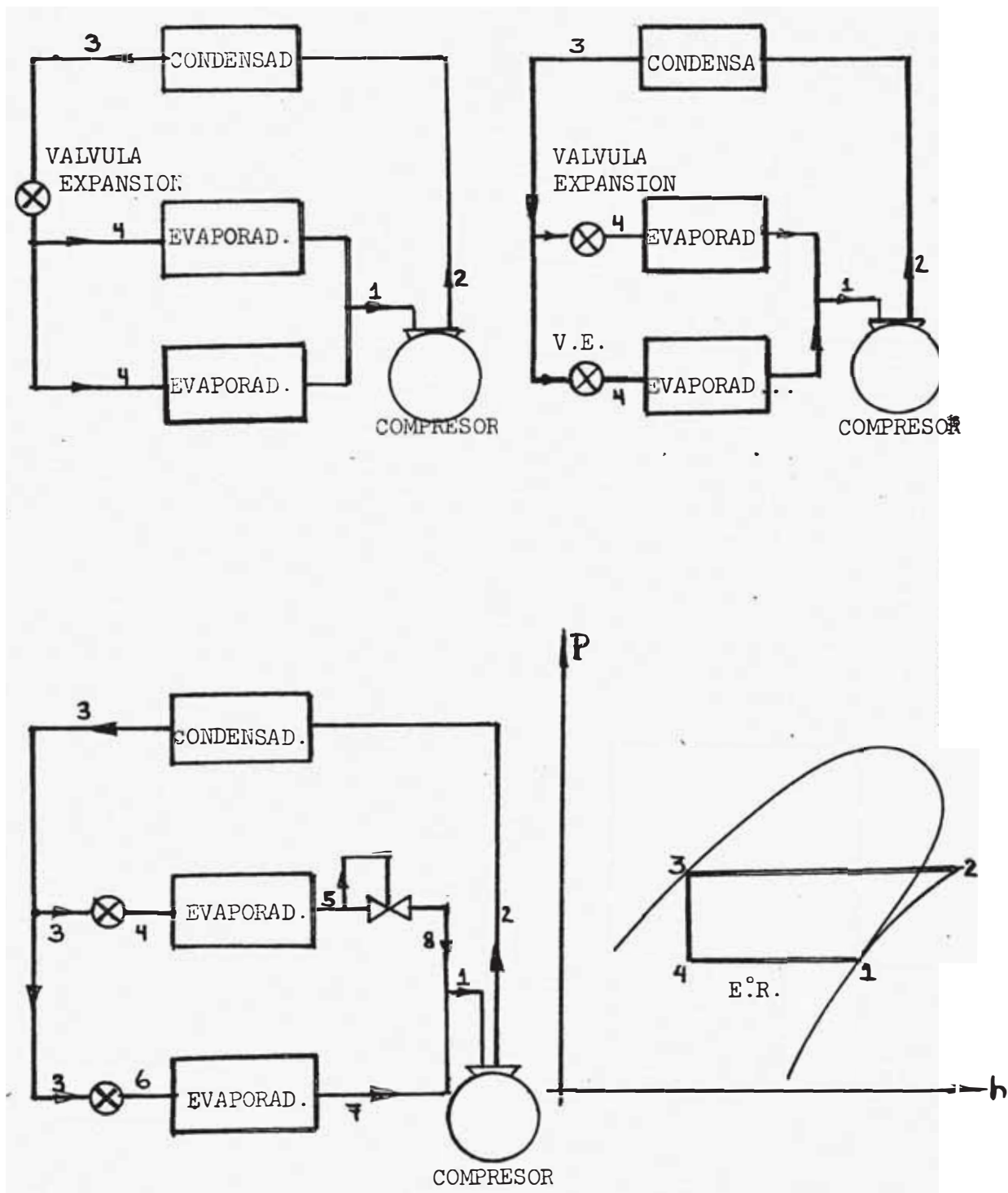
b. Sistema con dos evaporadores y un compresor

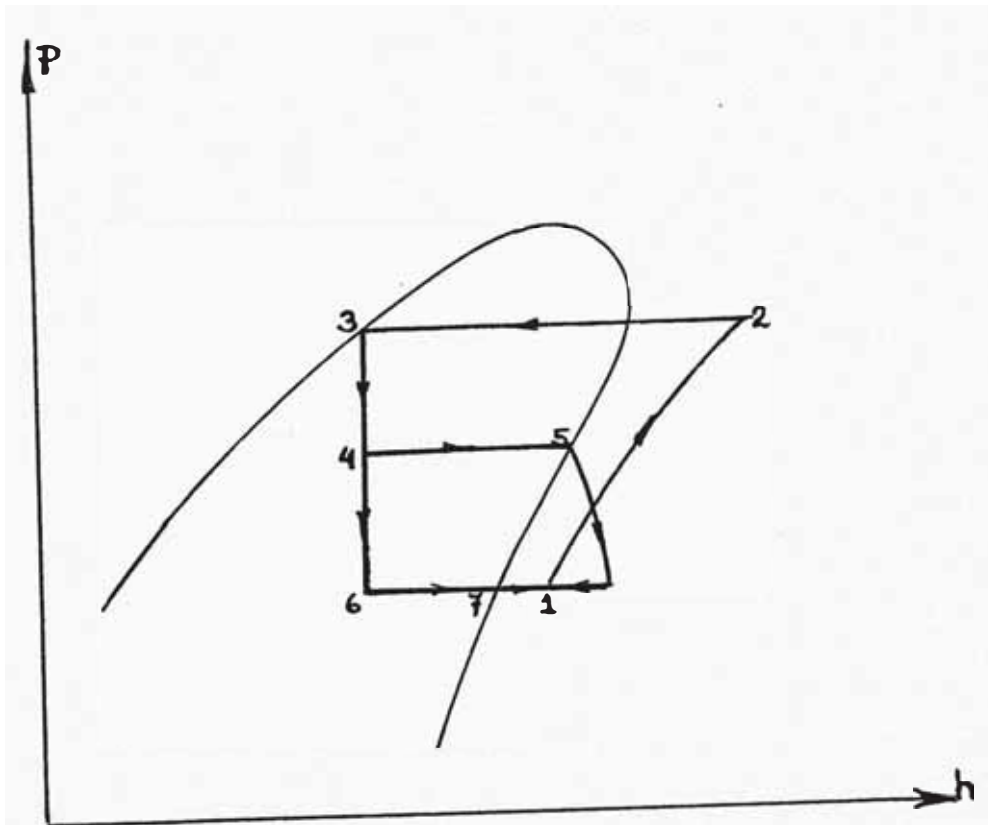
Los primeros sistemas mostrados en los casos A y B no cumplen estrictamente con la definición de sistema múltiple pero son considerados como tales.

Se utilizan para distribuir adecuadamente la Temperatura del aire dentro de una misma cámara o para tener varias cámaras a una misma temperatura pero servidas por una misma unidad de condensación (Compresor + Condensador) (Compresor + Condensador + Depósito de Líquido Separador, si es enfriado por agua).

Los sistemas de refrigeración tal como el C, se usan cuando se tengan 2 cámaras frigoríficas a diferentes tem

peraturas o para una cámara frigorífica y un equipo de aire acondicionado, ambos servidos por una misma unidad de condensación. Los evaporadores montados en serie se utilizan siempre y cuando las caídas de presión no alcancen límites prohibitivos.

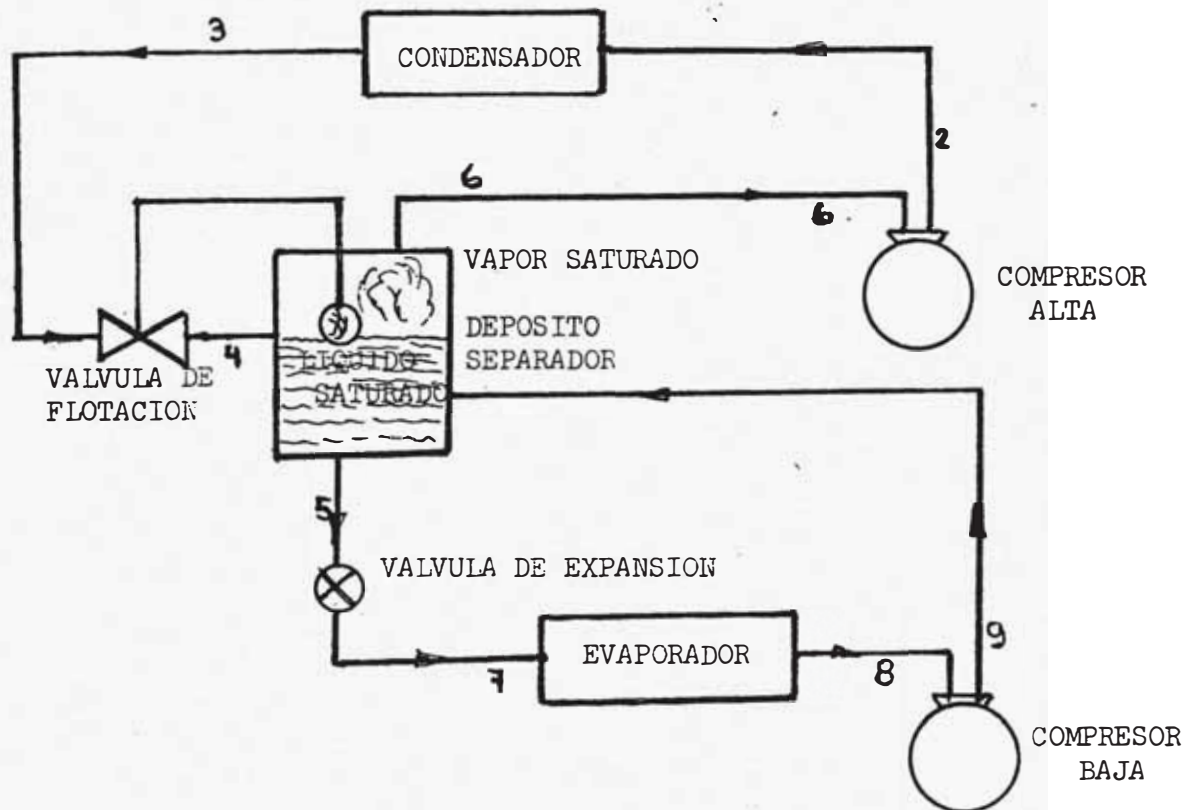
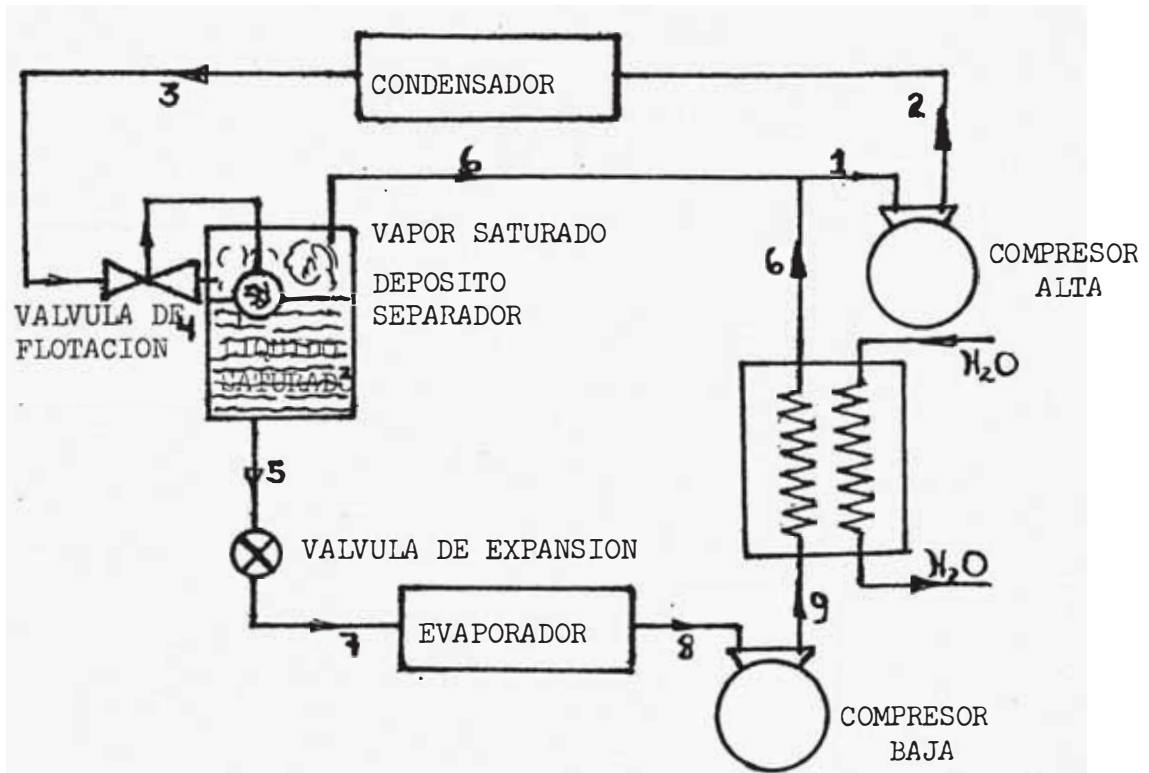


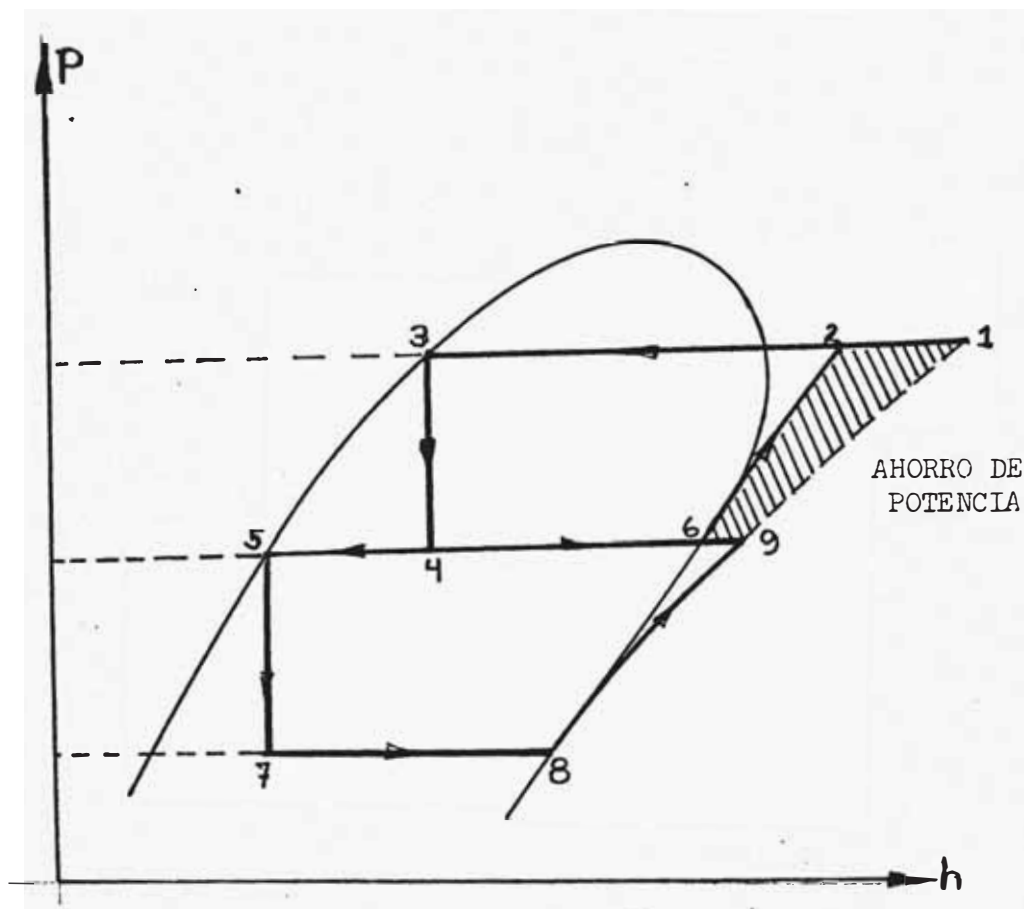


c. Sistemas con dos compresores y un evaporador.

Este tipo de Sistemas se utiliza cuando el ahorro de potencia y la mejora en la refrigeración compensan el costo del depósito separador, válvula de flotador o intercambiador de calor.

Cuando se utiliza refrigerantes no adecuados, el ahorro de potencia con el enfriamiento intermedio no es significativo.





d. Sistemas con 2 evaporadores y dos compresores

Sistemas de este tipo se utilizan cuando se tiene una cámara frigorífica con temperatura normal y además otra cámara o aplicación frigorífica de baja temperatura. Las lecherías que enfrían leche y helados son un ejemplo.

Una planta de congelación de alimentos puede necesitar dos evaporadores a diferentes temperaturas, una a -40 grados C y otra a -25 grados C la primera para congelar rápidamente los alimentos y la segunda para la conservación de los mismos después de congelarlos. En procesos industriales y en la industria química se necesi -

tan frecuentemente diferentes temperaturas de refrigeración en varias secciones de la fábrica.

La decisión de adoptar o no un sistema de estos depende de un análisis económico y también de la comparación con dos sistemas de refrigeración separados sirviendo c/u a una cámara.

Sistemas en Cascada

- Si se usa un mismo refrigerante.
- Si se usa refrigerantes diferentes

Las ventajas de estos sistemas son:

- a. Permite la utilización de refrigerantes diferentes en cada uno de los sistemas con lo cual podemos escoger refrigerantes que se adecúen con ventajas termodinámicas a los rangos de temperatura a que estén sometidos. Debe buscarse en lo posible que tanto en los sistemas de alta T como en los de baja T, las presiones sean siempre superiores a la presión atmosférica, para detectar fugas rápidamente y evitar ingresos de aire.
- b. Si es que hay fugas o arrastre de aceite en el sistema de alta no afecta absolutamente al sistema de baja y viceversa.

Desventajas:

- a. Como siempre existe una variación de temperatura entre la presión de condensación y la correspondiente a la presión

de evaporación, los compresores consumen ligeramente más potencia que la necesaria, la diferencia de temperaturas puede variar entre 5 y 10 grados Fahrenheit para cada caso.

- b. Como las dos unidades se combinan para un mismo fin, debe hacerse un perfecto balance entre ambas para que el calor rechazado por uno de ellos sea perfectamente y exactamente absorbido por el otro, porque si existe desbalance pueden existir variaciones de temperaturas, lo cual haría variar a su vez la T final a obtener.
- c. Deben utilizarse lubricantes especiales sobre todo en el sistema de baja T para evitar cristalización de algún componente, y si se usan aditivos estos deben estar perfectamente garantizados para recibir muy bajas T.
- d. Si es que hubiera presencia de humedad en el refrigerante ésta se congelaría inmediatamente, obstruyendo la válvula de expansión preferentemente.
- e. El costo de estas instalaciones por Ton. de refrigeración es excesivamente alto, por lo cual todo proyecto que haga debe garantizar su inversión, de preferencia a corto plazo porque estos equipos tienen una depreciación bien rápida.

Refrigerantes

Un refrigerante es un medio de transmisión del calor que absorbe calor al evaporarse a baja temperatura y lo cede al condensarse a alta temperatura y presión.

Existe una gran variedad de refrigerantes y todos ellos poseen sus ventajas como sus inconvenientes.

Clasificación de los Refrigerantes

La Sociedad Americana de Ingenieros en Refrigeración clasifica a los refrigerantes en varios grupos. Los más importantes de estos grupos son los hidrocarburos halogenados, mezclas azeotrópicas, hidrocarburos, compuestos inorgánicos y sustancias orgánicas no saturadas.

Hidrocarburos Halogenados

Comprende los refrigerantes que contienen uno o más de los tres halógenos: Cloro, Fluor, Bromo.

El sistema de numeración del grupo de los hidrocarburos halogenados sigue la siguiente regla: El primer dígito a partir de la derecha es el número de átomos de Fluor en el compuesto; el segundo dígito es uno más que el número de átomos de Hidrógeno del compuesto; y el tercero es uno menos que el número de átomos de Carbono del compuesto. Cuando el último dígito es cero, se omite.

Refrigerantes Hidrocarburos Halogenados

Designación numérica	Nombre químico	Fórmula química
11	Tricloromonofluormetano	CCl_3F
12	Diclorodifluormetano	CCl_2F_2
13	Monoclorotrifluormetano	$CClF_3$
22	Monoclorodifluormetano	$CHClF_2$
30	Cloruro de Metileno	CH_2Cl_2
40	Cloruro de Metilo	CH_3Cl
113	Triclorotrifluoretano	CCl_2FCClF_2
114	Diclorotetrafluoretano	$CClF_2CClF_2$
114a	Diclorotetrafluoretano	CCl_2FCF_3
152a	Difluoretano	CH_3CHF_2
115	Cloropentafluoretano	$ClCF_2CF_3$

Mezclas Azeotrópicas

Son refrigerantes que se obtienen mezclando dos sustancias que frecuentemente también son refrigerantes; que están mezcladas en tal proporción que ya no se pueden separar de ninguna manera adquiriendo sus propiedades termodinámicas propias y diferentes a las de sus componentes.

Designación Numérica	Mezcla Azeotropa	Fórmula química
500	73.8% R-12 + 26.2% R-152a	$CCl_2F_2 + CH_3CF_2H$
502	48.8% R-22 + 51.2% R-115	$CHClF + ClCF_2CF_3$
503	59.9% R-13 + 40.1% R-23	$ClCF_3 + CHF_3$

Hidrocarburos

Son hidrocarburos simples que se utilizan como refrigerantes siendo su principal aplicación en algunos procesos de refrigeración en la industria petroquímica.

Designación Numérica	Nombre químico	Fórmula química
50	Metano	CH ₄
170	Etano	CH ₃ - CH ₃
290	Propano	CH ₃ - CH ₂ - CH ₃

Oxigenados

Son compuestos muy estables y que al igual que los compuestos nitrogenados tienen su mayor aplicación en el tratamiento de metales radioactivos.

Designación Numérica	Nombre químico	Fórmula química
610	Eter etílico	C ₂ H ₅ O - C ₂ H ₅
611	Formiato Metílico	CHO - CH ₃ O

Nitrogenados

Son menos estables que los anteriores, es decir que pueden cambiar sus propiedades con el tiempo, aplicaciones en materiales radioactivos.

Designación Numérica	Nombre químico	Fórmula química
630	Aminometil	$\text{CH}_3 - \text{NH}_2$
631	Aminoetil	$\text{C}_2\text{H}_5 - \text{NH}_2$

Compuestos Orgánicos Cíclicos

Son compuestos obtenidos químicamente a partir del Butano y se caracterizan por poseer bajísimos puntos de solidificación, se les utiliza bastante en aplicaciones criogénicas, - es decir para aplicaciones con temperaturas a -100°F (-37.7C).

Designación Numérica	Nombre químico	Fórmula química
C-316	Dicloro exafluor ciclo butano	$\text{C}_4\text{Cl}_2\text{F}_6 - \text{C}_4\text{H}_8$
C-317	Cloro Heptafluor ciclo butano	$\text{C}_4\text{Cl F}_7 - \text{C}_4\text{H}_8$
C-318	Octa fluor ciclo butano	$\text{C}_4\text{Cl F}_8 - \text{C}_4\text{H}_8$

Compuestos Inorgánicos

Son los primeros refrigerantes que hicieron su aparición con los inicios de la refrigeración a escala industrial, - usándose muchos de ellos en la actualidad por las propiedades ventajosas que poseen.

Designación Numérica	Nombre químico
704	Helio
717	Amoníaco
718	Agua

729	Aire
732	Oxígeno
744	Anhidrido Carbónico
764	Anhidrido Sulfuroso

Refrigerantes Secundarios

Son sustancias que transportan el calor no bombeado de un sistema hacia el evaporador de un sistema de refrigeración - que utiliza otro refrigerante denominado principal, son sustancias que para lograr refrigeración necesitan ser enfriadas previamente por otro refrigerante denominado principal. Se usan para tales efectos:

Agua, Aire, Salmuera y Soluciones Anticongelantes.

Agua: Es utilizada tanto como para refrigeración como para calefacción en grandes edificios y hoteles; porque se enfría y calienta ya sea con un refrigerante o con un vapor respectivamente en una central para luego ser bombeado hacia los ambientes, es enfriado por una central frecuentemente por freón, canalizando luego por ductos y transportarlo a las áreas requeridas para confort.

Salmuera: Las salmueras de ClNa (Cloruro de Sodio) se usan principalmente en aplicaciones a temperaturas menores a -18°C.

Desventaja principal: La salmuera de ClNa se utiliza en grandes proporciones en instalaciones de enfriamiento y congelamiento de carne, pescado y algunos otros productos, gene

ralmente atomizándolo en forma de una niebla de salmuera que cae sobre el producto.

Posee propiedades térmicas inferiores a las del agua pura además que al aumentar el % de sal, disminuye la fluidez, disminuye el calor específico y como consecuencia a mayor cantidad de sal que contenga la salmuera, mayor será la cantidad que debe circular para producir un efecto de refrigeración determinado.

Soluciones Anticongelantes: Son también soluciones de bajo punto de fusión respecto al agua pura y estan formadas por disminución de fluidos solubles en agua tales como:

Glicel propilénico

Clicel Etilénico

Metanol o Alcohol Metílico

Glicerina

Las ventajas de estas soluciones es que no tienen propiedades corrosivas ni electrolíticas por lo cual pueden utilizarse en instalaciones donde se utilizan diferentes materiales metálicos.

Sus propiedades termodinámicas son inferiores a las de las salmueras, pero pueden sustituir a éstas si se aumenta el flujo que circula por la instalación.

Comparación de los Refrigerantes

Para la selección de un refrigerante a utilizar en un determinado sistema de refrigeración es necesario tener presente una serie de factores, los que pueden agruparse según sus propiedades termodinámicas, químicas y físicas.

Termodinámicas:

- a. Presiones a las temperaturas de evaporación y de condensación.
- b. Punto de congelación.
- c. Volumen puesto en juego por ton. de refrigeración.
- d. Potencia por ton. de refrigeración y coeficiente de funcionamiento.

Químicas:

- a. Inflamabilidad
- b. Toxicidad
- c. Reacción con los materiales en construcción
- d. Daños a los productos refrigerados.

Físicas:

- a. Tendencias a las fugas y detección
- b. Viscosidad y conductividad térmica
- c. Acción sobre el aceite.
- d. Costo
- e. Preferencia personal

Se discuten algunos de los factores mencionados anteriormente.

1. Ebullición y presiones de condensación

Las presiones de trabajo deben ser lo suficientemente bajas para que el material que contiene el enfriamiento sea de poco peso.- Por otro lado, las presiones han de ser con frecuencia, superiores a la atmósfera, para evitar que el aire entre en el sistema en el caso de fugas.

Punto de Congelación:

El refrigerante debe trabajar por encima de la temperatura de congelación, por lo que es deseable un punto de congelación bajo.

Caudal en volumen por Ton!

El caudal en volumen de vapor de refrigerante que el compresor debe comprimir da una indicación aproximada del tamaño del compresor.

Coeficiente de funcionamiento y potencia por Ton:

Una característica que tiene gran importancia en la elección de un determinado refrigerante es el coeficiente de funcionamiento o la potencia por ton.

Inflamabilidad:

El peligro de inflamación o explosión influirá ciertamente en la elección del refrigerante. Los hidrocarburos tales

como el propano, etano y butano son altamente inflamables y explosivos, por lo que se usan únicamente en aquellas aplicaciones industriales en las que se pueden disponer de métodos de seguridad para el empleo de gases explosivos.

Toxicidad:

Un refrigerante tóxico es el que es perjudicial a los seres humanos cuando se mezcla con el aire en pequeños porcentajes.

Todos los refrigerantes comunes, excepto el aire pueden causar sofocación, pero esto, generalmente, sólo ocurre a grandes concentraciones.

En la práctica los distintos tipos de freón son atóxicos y no irritan la mucosa y además son inodoros en una proporción de hasta un 20% en volumen con aire. Estas propiedades del freón confieren a las instalaciones climáticas y frigoríficas, la seguridad necesaria para evitar estados de pánico, provocados por fugas o escapes en lugares donde se aglomera el público.

Cuando las concentraciones son más elevadas, el olor es algo agradable y algo dulzón. En cuanto a comestibles en contacto con freón no adolecen por ello de la menor alteración química, ni tampoco sufre detrimento su sabor; siempre que no permanezcan durante un tiempo excesivo bajo los efectos de dicho agente se pueden consumir sin el menor reparo.

Viscosidad y conductividad térmica:

Poseen gran influencia en las características de transmisión de calor del refrigerante.- Para una buena transmisión del calor, la viscosidad debe ser baja y la conductividad térmica alta.

Acción sobre el aceite:

No es de esperar reacción química entre el refrigerante y el aceite de lubricación del compresor, pero la miscibilidad del aceite y el refrigerante es importante, un poco de aceite saldrá del compresor con el vapor refrigerante caliente para lubricar convenientemente los pistones y las válvulas de escape.- Este aceite pasa a través del condensador y llega al evaporador.- En el evaporador, el refrigerante se vaporiza y sale, dejando el aceite, con el que se reduce la efectividad de la transmisión de calor en el evaporador.

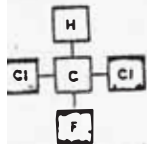
Se utiliza varios procedimientos para evitar que el aceite llegue al evaporador, o para extraerle si se acumula en éste. Un separador de aceite situado en la conducción de escape separa continuamente el aceite y lo devuelve al compresor.

A continuación damos las características de algunos de los refrigerantes más usuales para la selección de los mismos a utilizar en un sistema de Liofilización o congelación-seca

		Tricloro- fluorometano	Diclorodi- fluorometano
Fórmula Química		CCl ₂ F	CCl ₂ F ₂
Peso Molecular		137.38	120.93
Punto de ebullición a 1 atmósfera	°F. C	74.8 23.8	-21.62 -29.8
Punto de congelación	°F. C	-168 111	-252 158
Temperatura Crítica	°F. C.	388.4 198	233.6 112
Presión Crítica	atm. lb/sq. in. abs kg/sq. cm. abs	43.2 635 44.6	40.6 596.9 42.0
Volumen Crítico	cu. ft/lb cc/mol	0.0289 247	0.0287 217
Densidad Crítica	lb/cu. ft g/cc	34.6 0.551	34.84 0.558
Calor específico del Líquido a 86°F a 30 C	B.t.u./lb/°F. cal/g/ C.	0.209 0.209	0.236 0.236
Calor específico del Vapor a Presión Constante (1 atm. a 86°F.) (1 atm. a 30 C.)	B.t.u./lb/°F. cal/g/ C.	0.135 0.135	0.148 0.148
Relación de Calores Específicos (Cp/Cv) a 1 atm. y 86°F. a 1 atm. y 30 C.		1.136 1.136	1.136 1.136
Densidad del Líquido a 86°F. a 30 C.	lb/cu. ft g/cc.	91.38 1.464	80.67 1.292
Densidad del Vapor Saturado a punto de ebullición	lb/cu. ft g/l	0.365 5.87	0.395 6.33
Calor de Vaporización Latente a punto de ebullición	B.t.u./lb cal/g	78.31 43.51	71.04 39.47
Conductividad Térmica del Líquido a 86°F. a 20 C.	B.t.u./ft/sq. ft/h/°F. J/cm/sq.cm/s/°C.	0.053* 0.000911*	0.042* 0.000725*
Conductividad Térmica del Vapor a 86°F. (1 atm.) a 30 C. (1 atm.)	B.t.u./ft/sq. ft/h/°F. J/cm/sq.cm/s/°C.	0.0048 0.000083	0.0059* 0.000102*
Tensión Superficial a 77°F. a 25 C.	dynes/cm dynes/cm	19 19	9 9
Viscosidad del Líquido a 86°F. a 30 C.	Centipoise Centipoise	0.405 0.405	0.251 0.251
Viscosidad del Vapor a 1 atm. y 86°F. a 1 atm. y 30 C.	Centipoise Centipoise	0.0111 0.0111	0.0127 0.0127
Solubilidad del agua en 'Arcton'	wt. % at 86°F. 32°F. wt. % at 30 C. 0 C	0.013 0.0036 0.013 0.0036	0.012 0.0076 0.012 0.0026
Solubilidad del 'Arcton' en agua a 1 atm. y 77°F. a 1 atm. y 25 C	wt. % wt. %	0.11 0.11	0.028 0.028
Fuerza di-eléctrica relativa a 1 atm. y 73.4°F. (Nitrógeno = 1) a 1 atm. y 23 C (Nitrógeno = 1)		3.1 3.1	2.4 2.4
Constante di-eléctrica, líquido. Temperatura en °F. Temperatura en C.		2.28*** 2.28**	2.13*** 2.13**
Constante di-eléctrica, vapor. (0.5 atm.) Temperatura en °F. Temperatura en C.		1.0019*** 1.0019**	1.0016*** 1.0016**

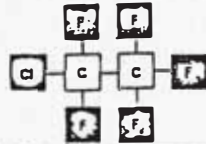
13	14	21	22	113	114	115	500	502	503	13B1
Clorotri-fluorometano	Tetrafluoro-metano	Dicloro-fluorometano	Clorodifluorometano	Tricloro-fluoroetano	Diclorotetra-fluoroetano	Cloropenta-fluoroetano	Azeótropo	Azeótropo	Azeótropo	Bromotrifluorometano
CClF ₃	CF ₄	CHCl ₂ F	CH ₂ CF ₂	CCl ₂ F-CClF ₂	CClF ₂ -CClF ₂	CClF ₂ -CF ₃				CF ₃ Br
104.47	88.01	102.93	86.43	187.39	170.92	154.5	99.29	111.8	87.5	148.9
-114.6 -81.4	-198.3 -127.4	48.0 11.9	-41.4 40.3	117.6 47.57	38.4 3.55	-38.4 1.1	-28 33.3	-50.1 45.6	-127.8 81.6	-72 17.8
-294 -151	-299 -183.9	-211 -135	-256 1.0	-31 35	-137 94	-159 106.1	-254 15.9			-270 167
83.9 28.0	-50.2 -45.7	353.3 178.5	204.8 116	417.4 214.1	294.3 135.7	175.9 71.3	221 105.0	194.1 90.1	67.1 19.5	153 ...
38.6 567 40.0	36.9 543 38.2	51.0 750 52.7	48.7 718 50.3	33.7 495 34.9	32.1 474 33.3	31.2 458 32.3	43 631 44.4	42.1 618.7 43.5	41.3 607 42.8	39.1 575 40.4
0.0277 181	0.0258 141	0.0307 177	0.0305 164	0.0278 225	0.0275 203	0.028 252	0.0321 199.4	0.0286 199.5	0.0326 179	0.0215 144.1
36.3 0.581	39.06 0.627	32.6 0.522	32.8 0.525	36.0 0.576	36.3 0.572	38.3 0.614	31.1 0.478	34.91 0.529	30.67 0.493	46.5 0.745
0.247 (-22°F.) (-24.7 (-30 C.))	0.305 (-100°F.) 0.305 (-73.3 C.)	0.256 0.256	0.335 0.235	0.218 0.218	0.238 0.238	0.263 0.263	0.284 0.284	0.30 0.30	0.29 (-30°F.) 0.29 (-21.1 C.)	0.215 0.215
0.138 (-22°F.) (-128 (-30 C.))	0.134 (-100°F.) 0.134 (-73.3 C.)	0.140 0.140	0.152 0.152	0.161 (140°F.) 0.161 (60 C.)	0.160 0.160	0.176 0.176	0.171 0.171	0.168 0.168	0.143 (-30°F.) 0.143 (-34.4 C.)	0.11 0.11
1.172 (-22°F.) 1.172 (-30 C.)	1.217 (-100°F.) 1.217 (-73.3 C.)	1.175 1.175	1.134 1.134	1.080 (140°F.) 1.080 (60 C.)	1.088 1.088	1.08 1.08	1.13 1.13	1.133 1.133	1.21 (-30°F.) 1.21 (-34.4 C.)	1.116 1.116
81.05 (-22°F.) (-29.8 (-30 C.))	78.57 (-100°F.) 1.26 (-73.3 C.)	84.52 1.354	73.36 1.175	96.96 1.553	89.91 1.440	78.59 1.25	71.2 1.139	76.13 1.218	79.2 (-30°F.) 1.27	93.6 1.39
0.487 2.80	0.48 7.7	0.285 4.57	0.301 4.22	0.461 7.38	0.488 7.82	0.52 8.35	0.326 5.22	0.377 6.032	0.37 5.1	0.544 7.1
63.7 25.4	58.5 32.6	104.15 57.36	100.68 55.92	63.12 35.07	59.00 32.78	53.4 29.7	88.5 49.16	76.46 42.47	74.2 41.5	51.08 32
0.034* 0.00058*	0.063 (-100°F.) 0.00108	0.062* 0.00108	0.052* 0.000901*	0.0521 (88°F.) 0.00090 (30 C.)	0.038* 0.000662*	0.03 (88°F.) 0.000515	0.048 (88°F.) 0.000791 (30 C.)	0.037 0.000636	0.045 (-30°F.) 0.000725	0.024 0.000415
0.0047 (-40°F.) 0.00081 (-40 C.)	0.005 (-100°F.) 0.00086	0.0057 0.00099	0.0068 0.00117	0.00450 (0.5 atm.) 0.00078 (0.5 atm.)	0.0065 0.00113	0.008 (77°F.) 0.00138 (25 C.)	0.005 (86°F.) 0.00087 (30 C.)	0.013 0.001224	0.0052 (68°F.) 0.00099 (20 C.)	
8.5 (-40°F.) (-40 C.)		19 19	9 9	19 19	13 13	5.1 5.1		8 8		4 4
0.37 (-95°F.) (-7 C.)	0.22 (-100°F.) 0.22 (-73.3 C.)	0.330 0.330	0.229 0.229	0.619 0.619	0.356 0.356	0.25 0.25	0.210 0.210	0.24 0.24	0.15 (-30°F.) 0.15 (-34.4 C.)	0.15 0.15
0.0116 (-40°F.) 0.0116 (-40 C.)	0.012 (-100°F.) 0.012 (-73.3 C.)	0.0116 0.0116	0.0131 0.0131	0.0104 (0.1 atm.) 0.0104 (0.1 atm.)	0.0117 0.0117	0.013 (77°F.) 0.013 (25 C.)	0.013 0.013	0.013 0.013		0.0156 0.0156
0.0055** 0.0019 0.0005** 0.0019		0.16 0.055 0.16 0.055	0.15 0.060 0.15 0.060	0.013 0.0038 0.013 0.0038	0.011 0.0028 0.011 0.0028		0.022 0.022	0.022 0.022		0.0092 (68°F.) 0.0092 (70 C.)
0.009 0.009		0.95 0.95	0.30 0.30	0.017 (Sat. press.) 0.017 (Sat. press.)	0.013 0.013					0.03 0.03
1.4 1.4	3.1 3.1	1.3 1.3	1.3 1.3	2.6 (0.4 atm.) 2.6 (0.4 atm.)	2.8 2.8	2.5 2.5		2.34 2.34		1.8 1.8
2.3** 2.3**		5.34** 5.34**	6.11** 6.11**	2.44** 2.44**	2.17** 2.17**		1.8** 1.8**			
1.0013** 1.0013**	1.0006 1.0006	1.0035** 1.0035**	1.0035** 1.0035**	1.0024** 1.0024**	1.0021** 1.0021**	1.0018** 1.0018**				

'Arcton' 21
Diclorodifluorometano



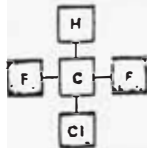
El 'Arcton' 21 tiene un punto de ebullición de 48°F (8-9°C). Encuentra su aplicación solamente en un número limitado de usos, usualmente en conexión con equipos especiales.

'Arcton' 115
Cloropentafluoroetano



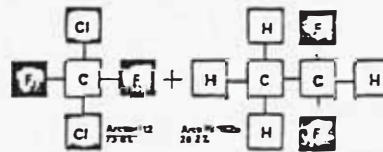
El mayor uso del 'Arcton' 115 es como un componente del 'Arcton' 502—una mezcla azeotrópica de 'Arcton' 115 y 'Arcton' 22.

'Arcton' 22
Clorodifluorometano



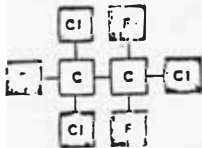
El 'Arcton' 22 se emplea en donde se requieren temperaturas más bajas que las que fácilmente pueden ser obtenidas con 'Arcton' 12 y puede utilizarse para llegar a temperaturas hasta de -58°F (-50°C) o incluso más bajas. Comparado con el 'Arcton' 12, el 'Arcton' 22 tiene la ventaja de necesitar un menor desplazamiento de compresor por tonelada de refrigeración. Este es un factor de considerable importancia donde existen limitaciones de espacio y en donde, por razones varias, es deseable una unidad pequeña. Por esta razón, el refrigerante resulta excelente para equipos de aire acondicionado.

'Arcton' 500



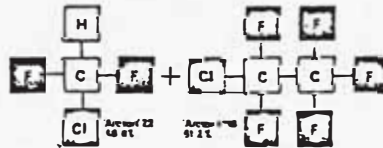
El 'Arcton' 500 es un azeótropo que se usa como un refrigerante especializado en ciertas máquinas como sustituto del 'Arcton' 12, dando un efecto refrigerante similar bajo distintas condiciones de trabajo.

'Arcton' 113
1:2:2 tricloro 1:2:2 trifluoroetano



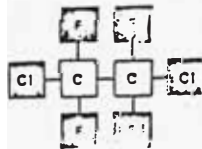
Debido a que su punto de ebullición es de 117.6°F (47-57°C) el 'Arcton' 113 se emplea como refrigerante solamente en los límites de más altas temperaturas, encontrándose su uso en sistemas centrífugos pequeños utilizados para aplicaciones comerciales e industriales, en donde las condiciones son apropiadas. Se emplea también extensamente como disolvente especial para limpieza.

'Arcton' 502



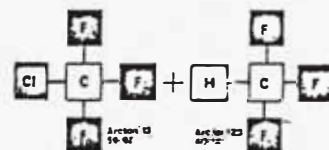
El refrigerante 502 es un azeótropo que se usa como sustituto para el 'Arcton' 22. Ofrece ventajas en capacidad y características de descarga superior. Esta última ventaja lo hace atractivo para uso en unidades herméticas.

'Arcton' 114
1:2 dicloro 1:1:2:2 tetrafluoroetano



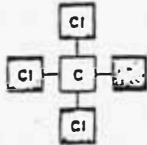
El 'Arcton' 114, al igual que el 'Arcton' 12, es uno de los más estables del grupo 'Arcton' de compuestos, pero no se emplea extensamente en refrigeración. Su punto de ebullición, 38.4°F (3.5°C), hace que este producto no sea atractivo para temperaturas de congelación, ó más bajas, y encuentra su principal aplicación en equipos especializados para acondicionamiento de aire. Al igual que el 'Arcton' 12, se emplea como propulsor en envases de aerosoles, pero por otra parte sus aplicaciones industriales son limitadas.

'Arcton' 503



El 'Arcton' 503 es una mezcla azeotrópica de 'Arcton' 13 y 'Arcton' 23 y ofrece ventajas de capacidad comparado con el 'Arcton' 13 cuando se usa para refrigeración de baja temperatura en sistemas de cascada.

'Arcton' 11
Triclorofluorometano

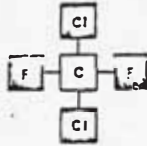


El 'Arcton' 11 tiene un punto de ebullición de 74-8°F (23-8°C) y, por consiguiente, una presión de vapor baja. Se utiliza más extensamente en los niveles altos de temperatura de la refrigeración, particularmente en el campo del acondicionamiento de aire. Una de sus ventajas en este campo es la conveniencia de su empleo en compresores de tipo centrífugo. Por estar exento de riesgos y poseer una conductividad térmica apreciable, este producto resulta un medio útil de transferencia de calor para trabajo a baja temperatura o a niveles de temperatura hasta aproximadamente 200°C, dando el empleo de agua sería inadecuado. La limpieza de unidades de refrigeración de tipo hermético después de un "quemado" se ha simplificado considerablemente empleando 'Arcton' 11 para el baldeo o limpieza por inundación.

de evaporadores, condensadores, y tuberías. La acción de baldeo elimina ácidos y otros productos de descomposición, minimizando de este modo la incidencia de un desmontado completo. El 'Arcton' 11 también se emplea en la fabricación de espumas de poliuretano, rígidas o flexibles. Las espumas rígidas, frecuentemente aplicadas in situ, son productos de alta calidad de gran importancia en el aislamiento térmico. El 'Arcton' 11 es un buen aislante térmico y cuando se emplea como agente sopiante en espumas de poliuretano, produce una mejora en el valor K, así como ventajas en el proceso de espumado. Las espumas de este tipo se emplean ahora para el aislamiento en frigoríficos mediante la inyección directa dentro de las cavidades existentes entre el interior y exterior de la carcasa.

También se usan para dar fuerza estructural a laminados de madera y metal para distintas aplicaciones, por ejemplo, particiones, aislamiento de tubos. La mejora en el valor K es de mucha menor importancia en algunas lluzillas, pero aún así se ha visto que el 'Arcton' 11 ofrece ventajas técnicas en la producción de algunos tipos de espuma.

'Arcton' 12
Diclorodifluorometano

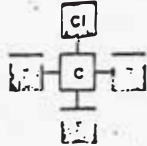


El miembro más extensamente empleado de la gama 'Arcton', el 'Arcton' 12, tiene un punto de ebullición de -21-62°F (-29-8°C). Es un refrigerante de uso general utilizado extensamente en compresores de tipo recíproco para una variedad de aplicaciones, desde pequeñas unidades domésticas hasta grandes equipos industriales. Se han desarrollado grandes compresores de tipo centrífugo para utilizarse con este refrigerante. El 'Arcton' 12 tiene un olor débil y es uno de los

miembros más estables de un grupo estable de compuestos. No se considera peligroso, siendo no-inflamable y posee una toxicidad baja. Debido a estas propiedades se emplea extensamente como propulsor en la industria de aerosoles, generalmente en combinación con 'Arcton' 11. Además de estas dos principales aplicaciones, el 'Arcton' 12 es también útil como gas indicador en la detección de fugas; empujado solo ó mezclado con aire, nitrógeno, u otro gas inerte, permite localizar

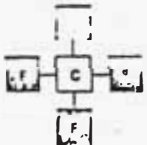
fácilmente pequeñas fugas en recipientes a presión, etc., por medio de una lámpara de haluro ó un detector de fugas de tipo "H".

'Arcton' 13
Clorotrifluorometano



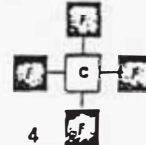
El 'Arcton' 13, con un punto de ebullición de -144-5°F (-81-4°C) se emplea como refrigerante en la más baja etapa de temperatura de algunas unidades de dos etapas. Empleando este refrigerante en cascada con 'Arcton' 22 es posible alcanzar temperaturas de menos de -150°F. (-100°C).

'Arcton' 13B1
Bromotrifluorometano



El 'Arcton' 13B1 puede usarse como un refrigerante directo en compresores rotativos ó alternativos para obtener temperaturas intermedias entre aquellas para las que se usan el 'Arcton' 22 y el 'Arcton' 13. El 'Arcton' 13B1 se puede usar en compresores de una sola fase a temperaturas algo más bajas que aquellas para las que se puede usar el 'Arcton' 22.

'Arcton' 14
Tetrafluorometano



El 'Arcton' 14 tiene un punto de ebullición de -198-3°F (-127-9°C) y se usa generalmente en aplicaciones a temperatura muy baja en sistemas de doble cascada.

CAPITULO V

LIOFILIZADORES

Para llevar a cabo el proceso de eriosublimación es necesario hacer uso de los Liofilizadores.

Pues bien, un Liofilizador por muy simple que sea, necesita de una cámara (L) donde se introduzcan los productos a de secar y que llamaremos cámara de Liofilización, una bomba (Br) que produzca el vacío para que se efectúe la sublimación, y un condensador (C) donde quedarían fijadas los vapores desprendidos en la desecación; los liofilizadores dispondrán también de una serie de válvulas (V) que servirán para comunicar unas partes con otras. Si el grado de desecación deseado ha de alcanzar cifras inferiores al 1,6 2%, entonces se deberá disponer de liofilizadores equipados con bomba de difusión (Bd), según podemos ver en los esquemas.

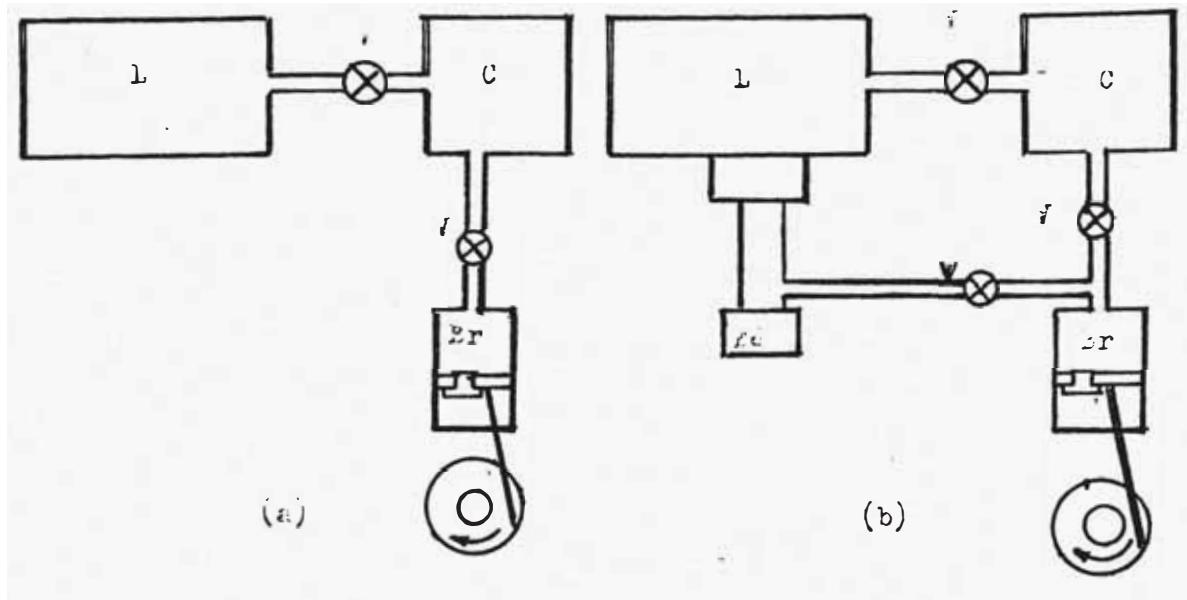


Figura a: Muestra un equipo sin bomba de difusión.

Figura b: Muestra un equipo con bomba de difusión.

La primera fase: Congelación del producto se puede realizar de distintas maneras.

La más utilizada es la de congelar por refrigeración y esto se puede conseguir de tres formas.

- A. Refrigerando las bandejas sobre las que se apoyan los productos a congelar y liofilizar.
- B. Refrigerando mediante una corriente de aire que se difunde rápidamente a través de los productos a congelar.
- C. Refrigerando una mezcla incongelable en la que se introducen los productos.

El primer sistema es el que corrientemente se emplea en la industria farmacéutica, el segundo sistema para la congelación de alimentos (carne, vegetales, etc.) y el tercero para congelar plasma, células vivientes, etc.

Se puede obtener una buena congelación de productos si los introducimos directamente en mezclas frigoríficas como las que indicamos en la tabla siguiente.

MEZCLAS FRIGORIFICAS

Sustancia 1	Partes	Sustancia 2	Partes	Temperatura final
Cloruro amónico	3	Agua	10	- 5C
Nitrato amónico	1	Agua	1	-16
Cloruro de sodio	1	Nieve	3	-20
Acido sulfúrico (66%)	1	Nieve	4.32	-25
Alcohol	1	Nieve	0.95	-30
Acido sulfúrico (66%)	1	Nieve	1	-40
Cloruro de calcio	1	Nieve	0.7	-50

Mezclando nieve carbónica (CO₂) (sólido) con alcohol, cloro formo o éter se pueden obtener temperaturas de -72, -77 y -78 grados centígrados respectivamente.

Por último señalaremos que otra forma de congelar los productos es por evaporación con vacío, si bien este método no es de tipo industrial.

Tipos de Liofilizadores: Componentes principales

Existe una gran variedad de Liofilizadores y diversos modelos de acuerdo a las necesidades y fines a los cuales se piensan destinar dichos equipos.

Tenemos así:

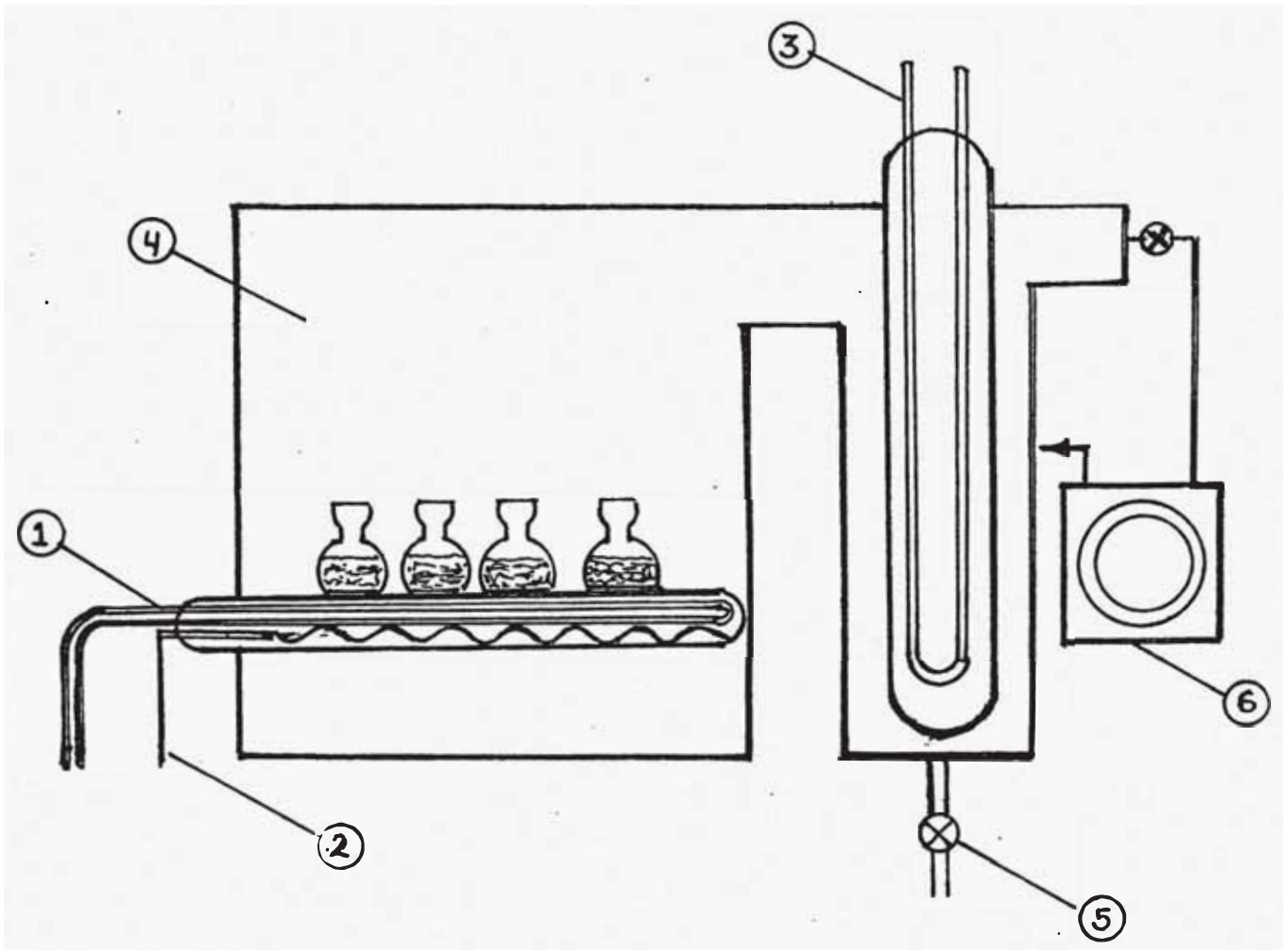
Liofilizadores para la investigación Universitaria y/o Privada que son de pequeña capacidad.

Liofilizadores para la industria farmacéutica, que varían en su capacidad de acuerdo a la capacidad de producción.

Liofilizadores para la industria alimenticia, que difieren enormemente de los de la Industria Farmacéutica por dos conceptos fundamentales, esto es:

Su enorme capacidad de carga, que debe asegurar producciones mensurables en toneladas de material y, la necesidad de una desecación más moderada, que consiste pues en el empleo de un vacío menos empujado.

Esquema de un Liofilizador Industrial



En el esquema mostrado tenemos:

1. Serpentín de enfriamiento a la cámara
2. Resistencia para calefacción
3. Serpentín o refrigerador del condensador
4. Cámara de Liofilización
5. Válvula de purga de condensado
6. Vacío generado (Bomba de vacío).

Conociendo ya las fases de un proceso de Liofilización, - en el esquema de principio anterior tenemos que:

1. Se encarga de enfriar la sustancia o producto a Liofilizar (congelarlo) colocada en la cámara de Liofilización y llevarla hasta la temperatura recomendada para dicho fin.
2. Se encarga de condensar las partículas de agua y humedad-existentes en el ambiente procedentes de la cámara de Liofilización #4.- Una vez alcanzada la congelación deseada se aplica el vacío mediante 6; la finalidad del vacío es poder llevar la presión del producto muy por debajo del punto triple de la mezcla de los componentes, para luego calentar el producto mediante 2 y producir de esta manera la sublimación de toda el agua contenida en el producto - en forma de hielo pasando del estado sólido de la sustancia al estado gaseoso (vapor), esta humedad en estado de vapor será luego recogida en el condensador del equipo #3.

Una vez alcanzada la temperatura de liofilización de dicha sustancia se da por finalizado el proceso.

La válvula #5 sirve para eliminar el agua (la humedad) extraída del ambiente interno del sistema una vez que se descongele el condensador.

Tenemos otras variantes que las mostramos a continuación en cuyos sistemas utilizan dos diferentes circuitos para llevar a cabo el proceso de Liofilización, uno de -

ellos trabaja con un fluido auxiliar Diatérmico, y el otro con un refrigerante comercial.

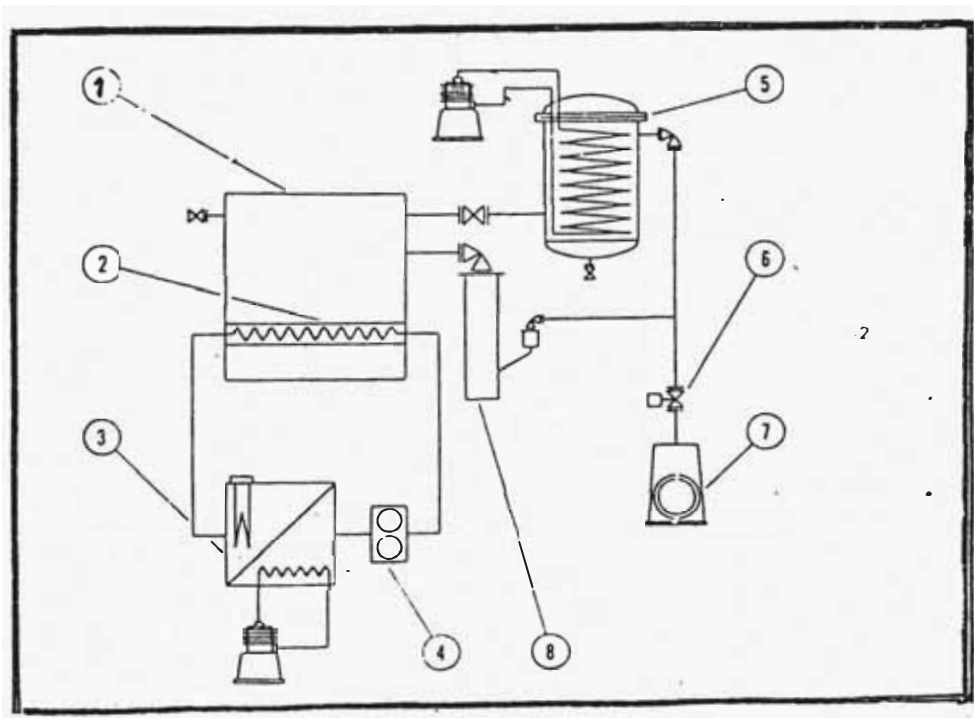
Dentro de los fluidos Diatérmicos a utilizarse tenemos:

- OLIO SILICONICO
- BUTIL CARBITOL

De estos dos fluidos diatérmicos termostatizados en el campo de $-40\text{ C} + 80\text{ C}$ nos ocuparemos más adelante.

El condensador trabaja en estos sistemas con enfriamientos por Refrigerantes comerciales (R-22, R-502) y/o camisetas de Nitrógeno líquido.

VARIANTE #1



Componentes Principales:

1. Autoclave de Liofilización
2. Serpentín de calentamiento y enfriamiento de las planchas a circulación de fluido auxiliar.
3. Intercambiadores de calor con calentadores y grupo frigorífico.
4. Bomba de circulación de fluido diatérmico
5. Condensador con grupo frigorífico
6. Electroválvula de seguridad
7. Bomba rotativa de aceite o bomba de vacío.
8. Bomba difusora.

En el sistema mostrado, el enfriamiento y el calentamiento se realiza a través del sistema #3 descrito como intercambiadores de calor con calentadoras y grupo frigorífico, que está compuesto de un cambiador para el frío y otro para el calor conectados eléctricamente, puestos en serie en el circuito y mandados por un termoresistencia sumergida en el circuito sobre el colector de retorno.

El fluido diatérmicos es impulsado por una bomba apropiada 4, que garantiza la velocidad óptima para el intercambio térmico realizándose el proceso de sublimación en los límites del punto eutéctico gracias a una perfecta uniformidad de la temperatura de las placas de carga por medio del fluido diatérmico a circulación forzada, termostatzado en el campo de -40°C a $80^{\circ}\text{Centígrados}$.

El condensador posee un grupo frigorífico que trabaja con un refrigerante apropiado u otra sustancia tal como Nitrógeno Líquido de acuerdo a características de diseño; a través de este actúa la bomba de vacío #7 que está unida mediante una derivación a la bomba difusora #8, este equipo (Bomba difusora) que forma parte de algunos sistemas de Liofilización; trabaja en forma independiente del proceso, la finalidad de esta es extraer la humedad residual del sistema y en sí del producto a Liofilizar, trabaja con una sustancia tal como la Glicerina y con un banco de resistencias en la parte inferior que se encargan de llevar a la Glicerina a su punto de ebullición; los vapores de esta, atrapan a los vapores de agua (Humedad residual), obteniendo así un secado con bajo porcentaje de humedad; puesto que esta es altamente higroscópica.

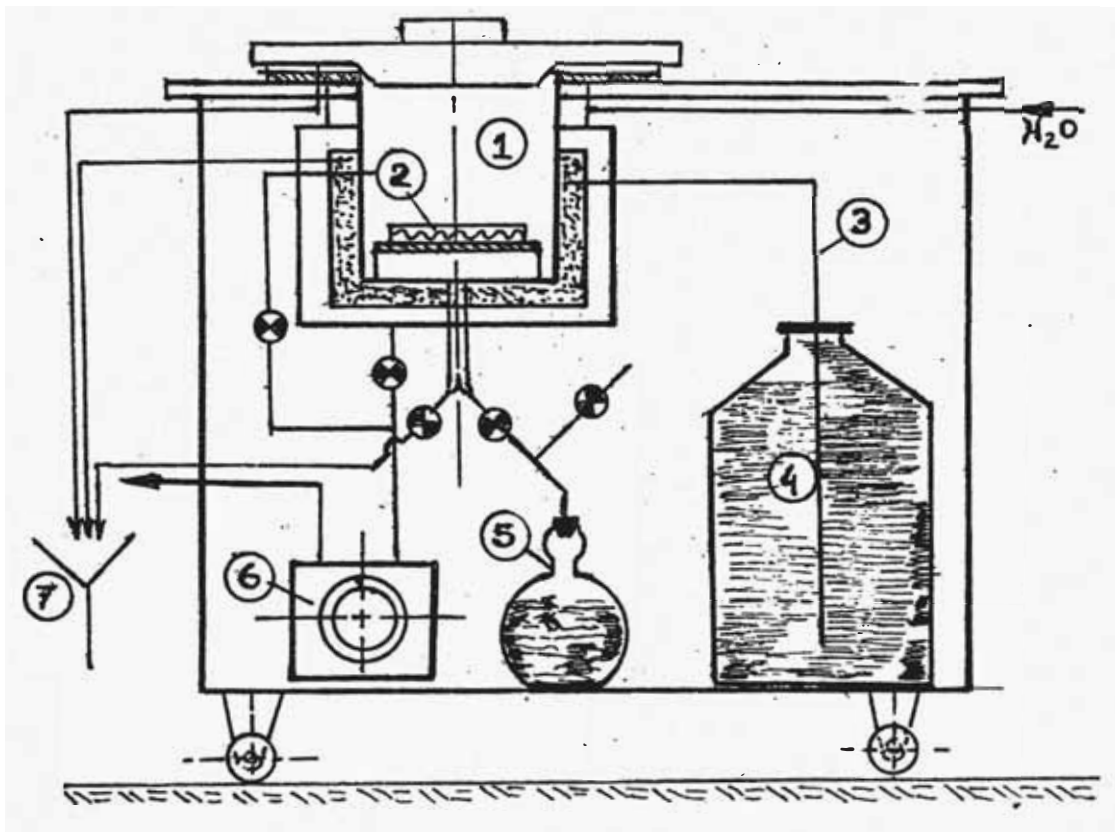
La finalidad de este sistema es llevar el producto final a un contenido de humedad en un porcentaje que sea menor o igual al 1% ya que de obtenerse resultados mayores se acertaría la vida útil del producto Liofilizado.

VARIANTE 2 Y 3

Conforme a los esquemas mostrados, estos equipos están dotados de una bomba rotativa, válvula de seguridad, cámara de desecación, dispositivo de termostatación de las placas de carga, calentado eléctricamente entre +10°C y +80°C.

El congelador está dotado de un sistema especial para el precongiamiento del producto a Liofilizar.

El dispositivo como está ilustrado permite la entrada de un líquido incongelable en la cámara de desecación para favorecer el intercambio térmico entre el producto y la superficie refrigerante.



VARIANTE 2

La superficie refrigerante después del proceso de congelamiento tiene funciones de condensador.- El enfriamiento en esta variante se efectúa mediante Nitrógeno Líquido.

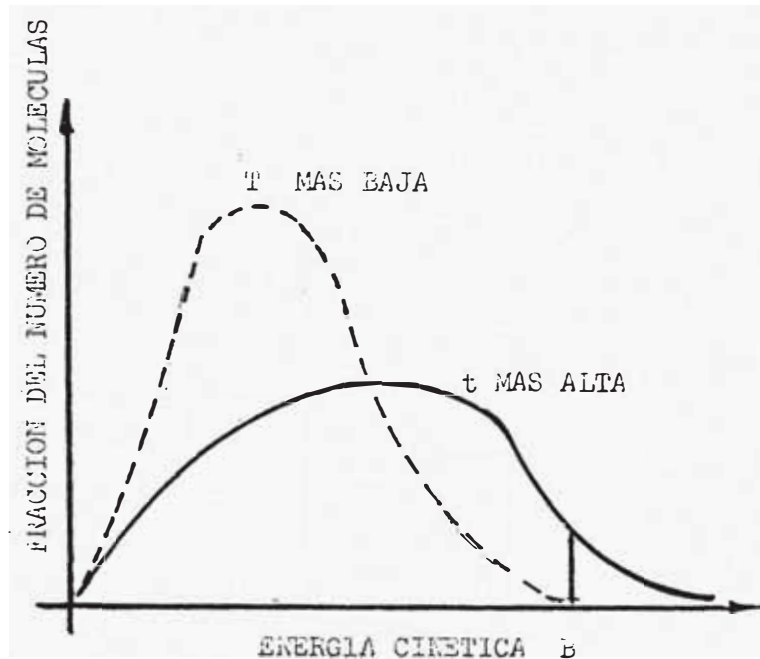
Partes principales de la Variante # 2

1. Cámara de Liofilización.- Construida en acero inoxidable.
2. Placa de calentamiento o sistema de calefacción que se efectúa mediante plancha calefaccionable eléctricamente con variador continuo de tensión.
3. Camisa o compartimiento para Nitrógeno líquido.
4. Vaso Dewar.- La característica esencial de estos recipientes es su doble pared de vidrio, en el interior del cual se ha hecho un vacío que actúa como manto aislante capaz de atenuar el flujo de calor desde el interior hacia el exterior o en sentido contrario. Al evaporarse el líquido contenido en una vasija de este tipo, el flujo calorífico procedente del exterior no llega con la rapidez suficiente para compensar la pérdida de energía por evaporación.

La temperatura del líquido disminuye, decrece la energía cinética media de las moléculas y la evaporación se retarda hasta alcanzar un ritmo tal que el calor necesario para que se produzca sea igual al que llega al líquido procedente del exterior.

A temperatura más bajas la distribución de energía cinética se desplaza hacia la izquierda, como se muestra en la fig. mediante líneas trazadas.- También al decrecer la temperatura disminuye la fracción de moléculas de gran energía y se aminora la intensidad de la evaporación: el nivel del líquido permanece casi constante y lo mismo sucede con la tempera

tura, aunque se estacione en un valor muy por debajo de su valor oficial.- A pesar de ser muy volátil por ejemplo el aire líquido se conserva durante muchas horas en un vaso Dewar abierto a una temperatura aproximada de -190°C .



Si se tapa todo el sistema donde existe un líquido volátil, el nivel de este desciende durante algún tiempo y permanece luego constante. La explicación es la siguiente: Algunas moléculas escapan del líquido a la fase de gas (o vapor), y allí quedan confinadas en un espacio limitado. A medida que las moléculas se acumulan en este espacio situado sobre la masa líquida, aumenta la posibilidad de que algunas en su movimiento desordenado, vuelvan a ella. Es obvio que cuanto más dure la experiencia mayor será la posibilidad de regresar hasta llegar a una situación en la cual la frecuencia de las moléculas que retornan a la fase líquida sea -

igual a la frecuencia de las que abandonan. En este momento se detiene el descenso del nivel del líquido, ya que el número de moléculas que se condensan por segundo, compensa el de las que se evaporan.

Un estado como el descrito, en el que dos transformaciones se contrarrestan exactamente, se denomina equilibrio dinámico. El sistema no está en reposo, pero no tiene lugar en él ningún cambio neto.

La cantidad de líquido permanece constante en el vaso al igual que la concentración molecular en el vapor saturado sobre dicho líquido. Las moléculas pasan una parte de su tiempo en la fase líquida y otra en la de vapor, mientras unas se desplazan en el sentido líquido-gas, otras lo hacen en el opuesto, conservándose constante el # de las que integran cada fase.

5. Recipiente recolector de líquido incongelable, se utiliza para recibir el líquido que se ha acondicionado a la cámara para favorecer el intercambio térmico entre el producto y la superficie refrigerante.

6. Bomba de vacío, como se ilustra en la figura el vacío está aplicado a dos zonas:

a: En la camiseta externa de la cámara de Liofilización - después de la camiseta de Nitrógeno.- La finalidad de este vacío generado en dicha zona es la de generar un manto aislante capaz de atenuar el flujo de calor des-

de el interior hacia el exterior y/o en sentido contra
rio.

b. En la cámara de Liofilización para efectos del proceso.

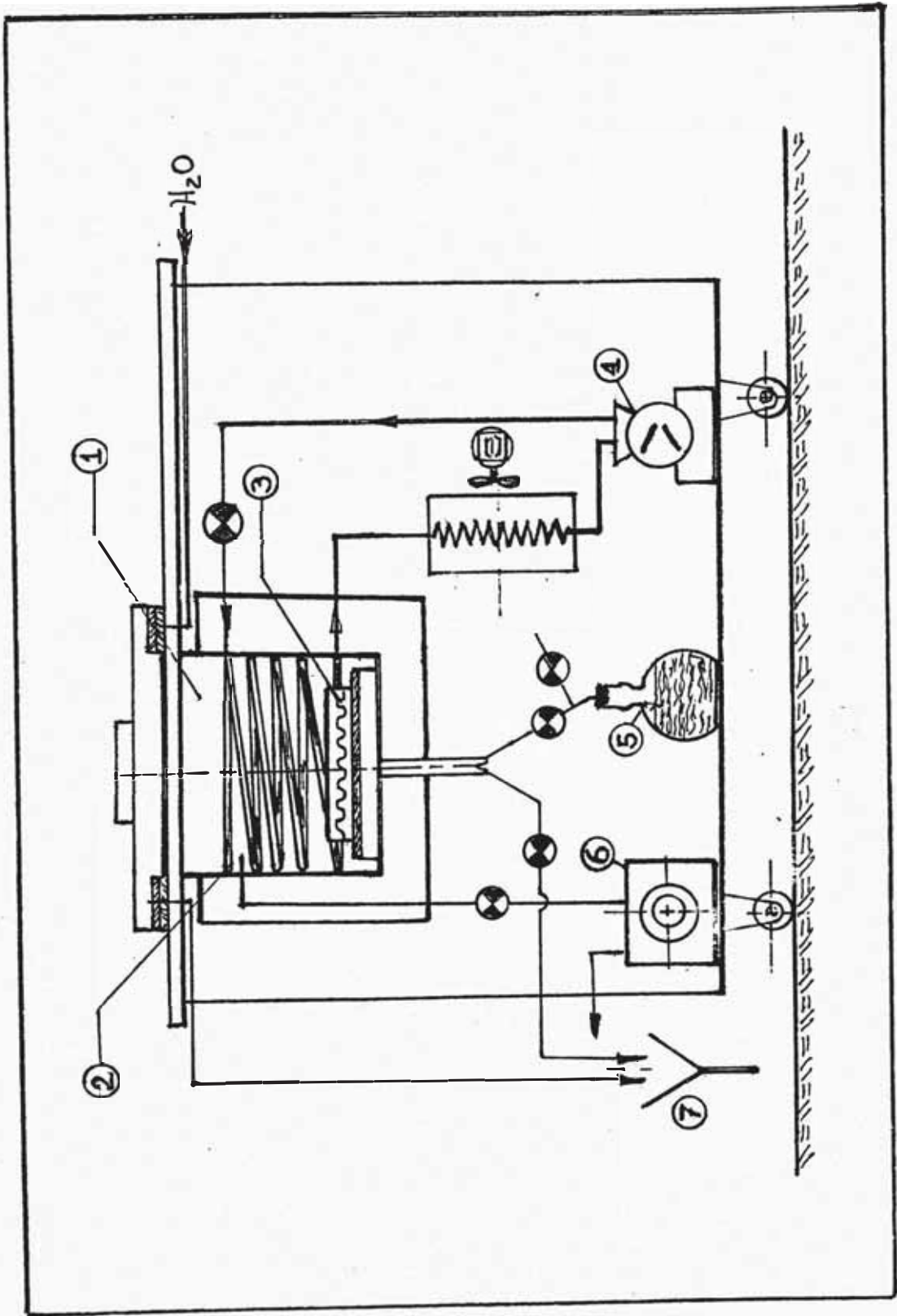
7. Descarga.- Se encarga de evacuar la humedad condensada y-
el agua que se hace circular por el sistema.

VARIANTE # 3

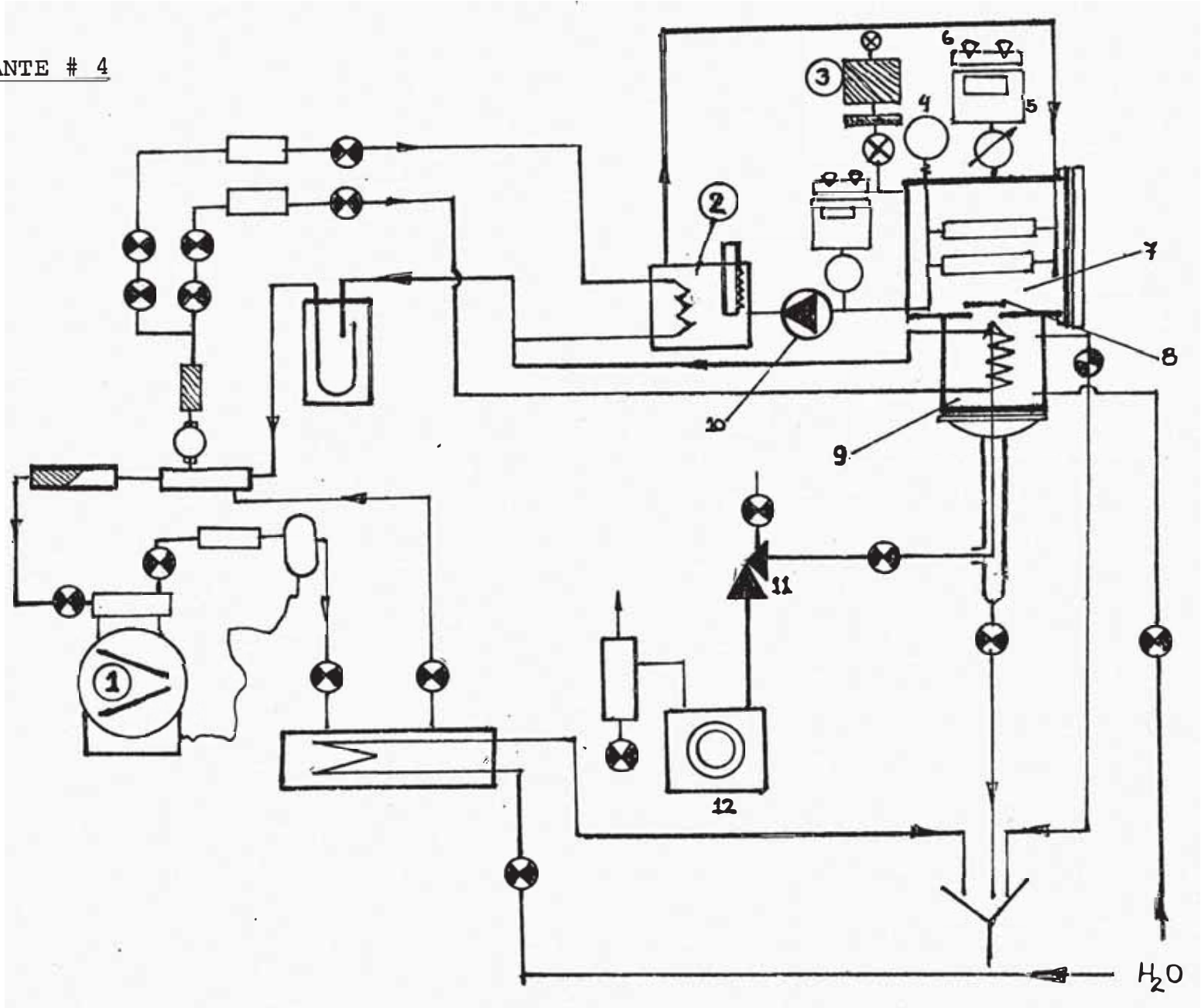
Se diferencia de la anterior en que trabaja mediante un -
grupo frigorífico que se encarga de realizar el congelamien-
to total del producto y a la vez actúa como condensador del-
mismo.

Partes principales

1. Cámara de Liofilización
2. Serpentín de enfriamiento
3. Placa de calentamiento
4. Grupo frigorífico
5. Recogida del líquido incongelable
6. Bomba de vacío
7. Descarga.



VARIANTE # 4



Conceptos principales (componentes)

1. Grupo compresor frigorífico
2. Mando termostático
3. Filtro para romper vacío en la cámara
4. Vaso de expansión
5. Registrador de vacío
6. Indicador de vacío
7. Cámara de Liofilización
8. Válvula de Cámara de condensación
9. Condensador de haz tubular
10. Bomba de circulación
11. Válvula de seguridad para el vacío
12. Bomba de vacío.

En este sistema el grupo frigorífico se encarga de:

a. Enfriar el baño termostático (fluido diatérmico) que circulará por su circuito correspondiente mediante la bomba de circulación # 10 a través de las placas para producir el congelamiento del producto mediante intercambio térmico del fluido diatérmico (termostatizado en el campo -40°C a $+80^{\circ}\text{C}$).

Una vez congelado el producto se conecta el condensador (9) que será el encargado de coger a las partículas de humedad (agua) existencias en la cámara de Liofilización.- Una vez alcanzada la congelación requerida se conecta la bomba de vacío (2) que será la encargada de despresurizar la cámara de Liofilización.

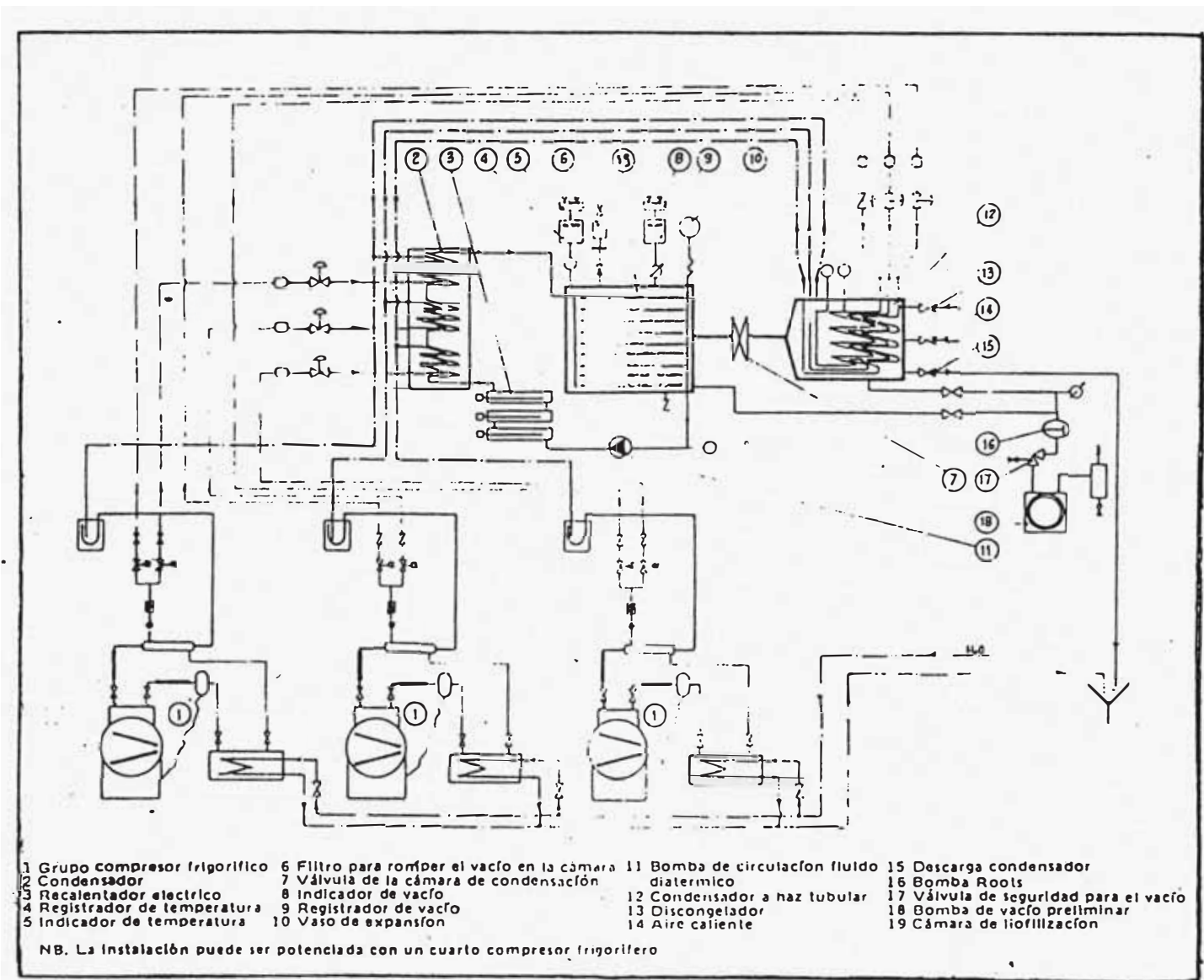
La calefacción de las placas donde está colocado el producto se logra conectando el banco de resistencias ubicado en el baño termostático. El fluido diatérmico será impulsado a través del circuito de calentamiento por donde antes circulaba frío mediante la misma bomba de circulación (10) produciendo así el calentamiento de placas y por ende del producto.

Conseguida la depresión del producto muy por debajo de la presión del punto triple y estando calentándose el mismo, se prosigue el proceso dando pase a que toda la humedad contenida en el producto en su estado sólido pase directamente a estado gaseoso sin pasar por el estado líquido, es decir estamos sublimando toda la humedad contenida en el sistema.

Este sistema es más bien una variante del primer caso presentado, a diferencia de que el enfriamiento primario y secundario (placas y condensador) se realiza con un solo grupo frigorífico de mayor potencia, así como se nota la carencia de una bomba difusora cuya finalidad es empujar la humedad residual hacia el condensador como ya se ha explicado anteriormente.

De acuerdo a la necesidad de liofilizadores para la industria farmacéutica, estas instalaciones para ampliar su capacidad pueden ser potenciadas con mas grupos frigoríficos, mostramos otra variante pero de mayor capacidad que hasta los ahora mostrados.

VARIANTE # 5



Como se aprecia el sistema posee el mismo principio de los ya mencionados pero con un mayor número de compresores-frigoríficos y equipo adicional para vacío.

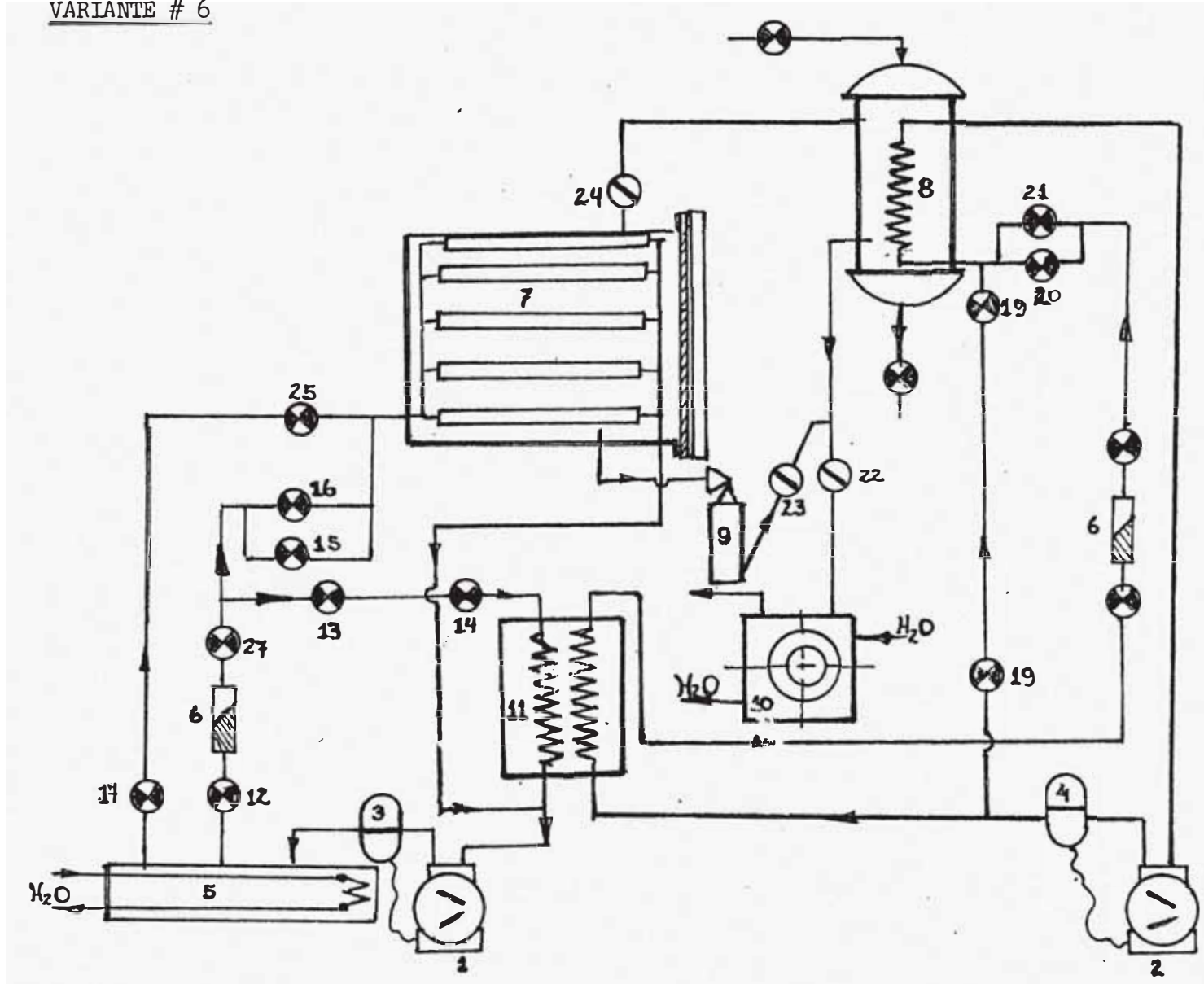
VARIANTE # 6,

Mostramos en esta variante un sistema de Liofilización - con una instalación en cascada con dos grupos frigoríficos - uno de alta y otra de baja.

Componentes principales

1. Equipo frigorífico de baja (Moto-compresor)
2. Equipo frigorífico de alta (Moto-compresor)
3. Separador de aceite de compresor de baja
4. Separador de aceite de compresor de alta
5. Tubo recibidor condensador (baja)
6. Filtro secador
7. Cámara de Liofilización
8. Serpentin del condensador (condensador)
9. Difusora
10. Bomba de vacío
11. Condensador intermedio
12. Salida de líquido (baja)
13. Válvula selenoide de enfriamiento
14. Válvula termostática a intermedio
15. Válvula termostática a estantes
16. Válvula de expansión a estantes
17. Válvula descarga de gas

VARIANTE # 6



19. Válvula de soplado manual a serpentina
20. Válvula termostática a condensador
21. Válvula de expansión termostática
- 22-23-24. Válvulas para alto vacío
25. Válvula de soplado manual a estantes.

En los sistemas anteriormente mencionados se ha visto un sistema de enfriamiento y calentamiento por intermedio de un fluido auxiliar o fluido diatérmico.

Los fluidos diatérmicos que se utilizan para enfriar la cámara y luego calefaccionarla mediante la circulación del mismo, como se ha mencionado anteriormente son:

- OLIO SILICONICO
- BUTIL CARBITOL

Las Siliconas

Son polímeros de óxidos organosilícicos caracterizados por una notable estabilidad a la temperatura, inercia química, resistencia al agua y por sus excelentes propiedades dieléctricas, dentro de la gran gama de siliconas tenemos:

1. Repelentes del agua: en forma de película extremadamente delgada.
2. Grasas y compuestos
3. Barnices y resinas
4. Las caucho siliconas
5. Aceites Siliconizados de altos puntos de inflamación.-
(Por encima de los 315°C), bajas puntos de ácido (-84°C)

y con una constancia de viscosidad notablemente superior a la de los productos del petróleo en el intervalo de -260 a -73 C. Son prácticamente incombustibles.

Estas en uso para fluidos de servomotores hidráulicos fluidos de amortiguamiento, líquidos dieléctricos para transformadores, medios para la transmisión del calor, etc. en nuestro caso (Liofilización) le utilizamos como agente transmisor del calor y del frío.

El Butil Carbitol: Butil diethylene Glycol monoethylene ther, El Carbitol: $C_6H_{14}O$ es un líquido muy higroscópico y se utiliza como agente transmisor del calor en sistemas donde se requiere calentamientos, enfriamientos.- Es una sustancia anticongelante.

En la Liofilización,- Es necesario alcanzar temperaturas lo suficientemente bajas como para poder asegurar una buena congelación de la sustancia, por lo tanto debemos de poseer un sistema de refrigeración tal que nos asegure y garantice dichos resultados.

Básicamente este estudio está encaminado a la variante # 6, que nos muestra un sistema de Liofilización con una instalación en cascada.

Tenemos presente que este tipo de instalación es uno de los apropiados para la obtención de bajas temperaturas dentro del campo de la Liofilización.

Basándose en la gran variedad de refrigerantes existen -

tes y la catalogación de los mismos, se ha seleccionado para trabajar con un sistema en cascada, a los refrigerantes R-13 y R-22 (dos refrigerantes) para el lado de alta y de baja respectivamente, como también podemos hacer uso de un sólo refrigerantes tal como el R-502.

Tenemos entonces:

Sistema en cascada trabajando con R-13 y R-22 para el lado de alta y lado de baja respectivamente y/o sistema en cascada trabajando con R-502 para el lado de alta y lado de baja como único refrigerante.

CAPITULO VI

BALANCE TERMICO DE UN LIOFILIZADOR INDUSTRIAL

- Selección de la capacidad del liofilizador:

Decimos que un Liofilizador tiene una capacidad de X litros (Kgs) de agua cuando su condensador es capaz de retener esa cantidad de agua (Pag.39).

Trataremos en este trabajo con una capacidad de 20 Kgs de agua.

Así: Capacidad de condensación del equipo 20 Kgs de agua.

Sistema de refrigeración - Refrigerantes

No habiéndose recibido datos sobre las sustancias Diatérmicas que circulan por los equipos descritos anteriormente, tales como:

Oleo Silicónico

Butil Carbitolo

Trabajaremos con un sistema que utiliza refrigerantes conocidos en el campo de la refrigeración y utilizaremos un sistema de refrigeración adecuado para dicho fin, como lo son los sistemas de refrigeración en cascada.

Los refrigerantes más apropiados para trabajar en un sistema en cascada son R-22 para el lado de Baja presión y R-13 para el lado de Alta Presión.

Variante: Podemos utilizar un sólo refrigerante tanto para el lado de alta como para el lado de baja, tal como el R-502.

Consideración de la cámara de Liofilización

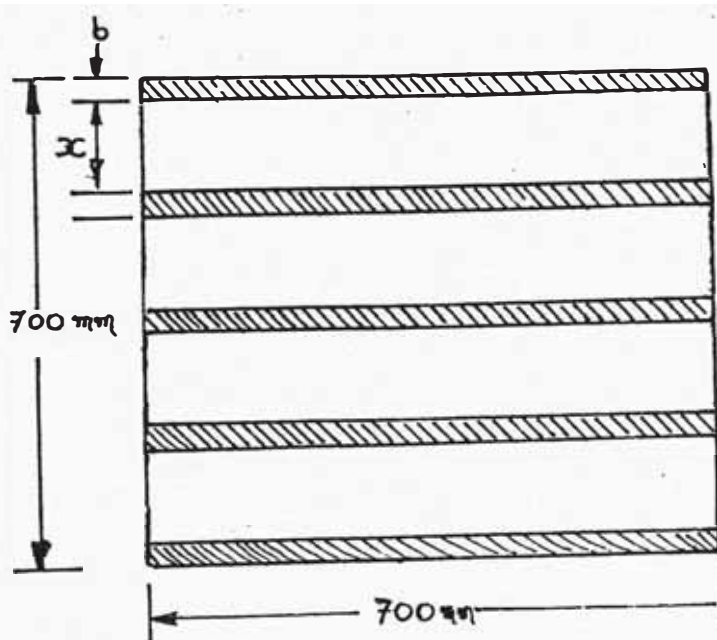
(Cámara de sublimación)

Sean las medidas de la cámara

Altura : 700mm

Ancho : 700mm

A su vez la cámara estará separada o dividida en 4 estantes con una separación entre ellos de 125mm.



Espesor de estante: $b = \frac{700 - 125(4)}{5} = 20\text{mm.}$

Este espesor de 20 mm. se utilizará para la instalación interna de los serpentines de enfriamiento a las placas y a su vez las resistencias de calefacción que serán las encargadas de calentar posteriormente a los productos.

Cálculo de la capacidad de la cámara de Liofilización

1) La temperatura máxima que se desea alcanzar en la cámara de Liofilización en el proceso de congelamiento es de: -45 grados centígrados.

Temperatura de Evaporación: -45 Grados Centígrados.

Cálculo de las cargas de calor

a) Carga de calor a través de paredes techo y piso.

Se halla de:

$$Q_1 = U A (T_{\text{ext.}} - T_{\text{int.}})$$

donde:

Q_1 = Carga de calor en Btu/Hr

U = Coeficiente global de transferencia de calor en Btu/hr
pie² F.

A = Area de la superficie de la transferencia de calor -
(considerando el espesor del material aislante).

$T_{\text{ext.}}$ = Temperatura exterior existente fuera de la cámara.

$T_{\text{int.}}$ = Temperatura interior mínima alcanzada en la cámara.

El valor de U se calcula de:

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_e} + \sum_{\substack{x_n k_n = n \\ x_i k_i = 1}} \frac{X_i}{K_i} + \frac{1}{h_i}$$

h_e = Coeficiente pelicular sobre la cara exterior de la pared en Btu/hr pie² F o Cal/hr m² C.

h_i = Coeficiente pelicular sobre la cara interior de la pared en Btu/hr pie² F o Cal/hr m² C.

X = Espesor del material aislante en pulgadas (cm)

K = Conductividad térmica del material en Btu/hr pie F ó - Cal/hr m C.

Tenemos además métodos prácticos que permiten el cálculo de la carga de calor mediante la relación:

$$Q_1 = F_1 \cdot A$$

Donde:

Q_1 = Carga de calor por paredes, techo y piso.

F_1 = Factor de ganancia de calor obtenido de tablas.

A = Area exterior de transferencia de calor, la cual se -
asume que es igual a las dimensiones interiores más el
espesor del aislamiento usado.

Dichas tablas trabajan con el aislante más usual como es el corcho que después lo reemplazaremos por un material equivalente en espesor de menor conductividad térmica que la del corcho.

Por lo tanto, utilizamos la relación:

$$\frac{X_m}{X_c} = \frac{K_m}{K_c}$$

X_m = Espesor equivalente del material

X_c = Espesor de corcho seleccionado

K_m = Conductividad térmica del material equivalente

K_c = Conductividad térmica del corcho.

$K_{\text{corcho}} = 0.025 \text{ Btu/hr pie}\cdot\text{F}$

Para disminuir el espesor del corcho, nuestro material equivalente debe poseer menor constante de conductividad térmica.

Utilizaremos como material equivalente a la lana de vidrio con cubierta de aluminio, que posee un $K = 0.016 \text{ Btu/hr pie F}$.

Mediciones externas a la cámara.

TBS = Temperatura de bulbo seco = $25\text{C} = 77\text{ F}$

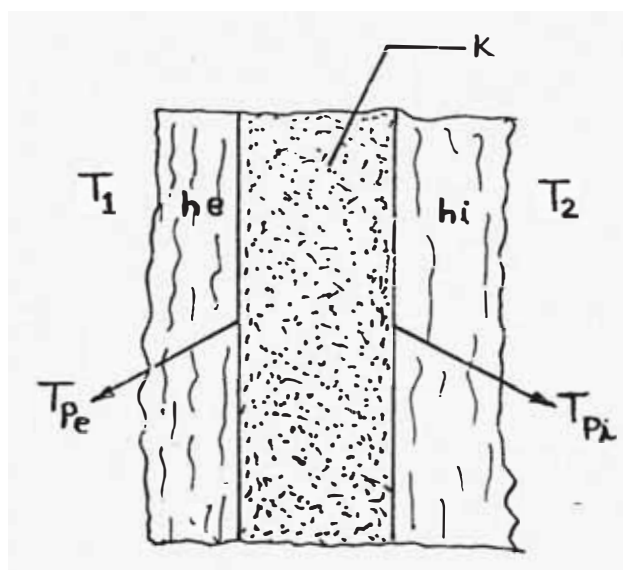
TBH = Temperatura de bulbo húmedo = $19\text{ C} = 66.2\text{ F}$

TR = Temperatura de rocío = $15.8\text{ C} = 60.5\text{ F}$

Tenemos que verificar que la temperatura externa al material aislante seleccionado sea mayor que la temperatura de rocío del aire circundante a la cámara, para evitar de esta manera la condensación y humidificación del aislante, ya que la condensación de la humedad ocurre cuando la temperatura desciende por debajo de la temperatura de rocío del aire.

Dicha condensación de la humedad en las paredes es peli -
grosa, puesto que origina una reducción en la eficacia del -
aislamiento, deterioro físico del mismo, aumentando el costo
de funcionamiento del equipo.

La configuración externa es:



Debemos tener:

$$T_{pe} > T_{rocío}$$

T_1 = Temperatura ext. cámara = 77 F

T_2 = Temperatura int. cámara = -49 F = -45 C

T_{pe} = Temperatura de pared externa

T_{pi} = Temperatura de pared interna

h = Coeficiente pelicular del aire ext.

h_i = Coeficiente pelicular del aire int.

Para la verificación de la temperatura externa tenemos:

$$1) Q = h_e A (T_1 - T_{pe})$$

$$2) Q = \frac{KA}{L} (T_{pe} - T_{pi})$$

$$3) Q = h_i A (T_{pi} - T_2)$$

Así tenemos:

$$Q/A = h_e (T_i - T_{pe}) = \frac{K}{L} (T_{pe} - T_{pi}) = h_i (T_{pi} - T_2)$$

Donde las propiedades de proporciones:

$$h_e (T_i - T_{pe}) = U_o (T_{pe} - T_2) \dots\dots\dots (4)$$

Donde U_o = Coeficiente global de transferencia de calor entre la Lana de vidrio y el coeficiente pelicular del aire interno a la cámara.

Coeficiente peliculares del aire

Según Stoecker

<u>Superficies</u>	h (Btu/hr <u>pie</u> ² ° F
Muy Lisa	1.4 + 0.174 V
Estuco aspero	2.2 + 0.3074 V

Donde V es la velocidad del aire expresada en Km/hr.

Considerando la velocidad del aire dentro y fuera de la cámara igual a cero (0).

$$h_i = 1.4 \text{ Btu/hr } \text{pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$h_e = 2.2 \text{ Btu/hr } \text{pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

De la expresión # 4 el único parámetro desconocido es el valor de la temperatura de pared externa T_{pe} , ya que U° se calcula del espesor de material y h_i de:

$$\frac{1}{U^{\circ}} = \frac{L}{K} + \frac{1}{h_i}$$

Espesores de Corcho Recomendado

T ^o de Cámara °F	Espesor pulg.
- 45 a -15	10
- 15 a 0	8
0 a 15	7
15 a 25	6

Dichos valores han sido obtenidos de un análisis económico para las temperaturas indicadas considerándose como los espesores de aislamiento óptimos.

Por lo tanto:

La temperatura mínima que se alcanza en la cámara de Liofilización está considerada en -49°F .

Así tenemos que el espesor recomendado de aislamiento de corcho es:

$$X_c = 10''$$

Calculando otro espesor equivalente con la Lana de vidrio.

$$K_c = 0.025 \text{ Btu/hr pie } ^{\circ}\text{F}$$

$$K_{lv} = 0.016 \text{ Btu/hr pie } ^\circ\text{F}$$

$$X_c = 10''$$

$$X_{lv} = ??$$

Tenemos que:

$$X_{lv} = X_c (K_{lv}/K_c) = 10'' (0.016/0.025) = 6.4''$$

Por lo tanto utilizaremos 6.5 pulgadas de lana de vidrio

$$X_{lv} = 6.5'' = 165.1 \text{ mm}$$

Cálculo del área externa de transferencia de calor

Según la disposición mostrada:

$$A = 2(860 + e) (700 + 2e) + 2(860 + e) 700 + 700^2$$

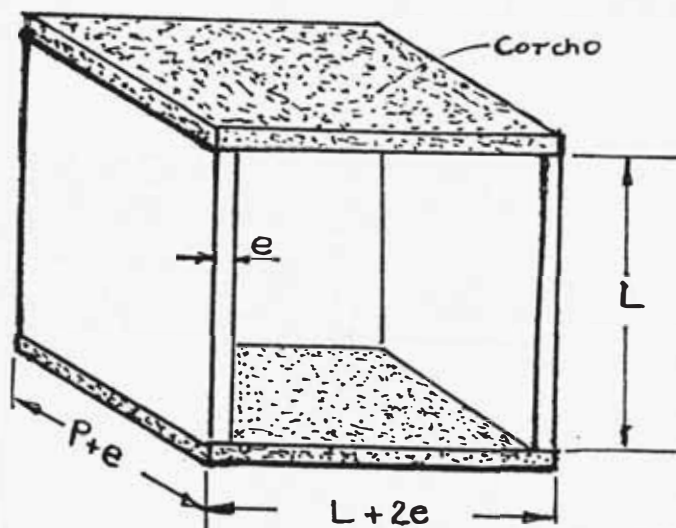
No consideramos el área de puerta, puesto que es de vidrio y no lleva otro tipo de aislamiento, además el calor irradiado por dicha zona se puede omitir, ya que el porcentaje que representa es el: 10.8%

$$\begin{aligned} 2(1,025.1) (1,030.2) + 2(1,025.1) 700 + 700^2 &= 40,372.56 \text{ cm}^2 \\ &= 43.456 \text{ pies}^2 \end{aligned}$$

Considerando el área de puerta: 45,272.56 cm²,

$$\text{Puerta} = 4,900 \text{ cm}^2$$

$$\% = (4,900/45,272.56) (100) = 10.8\%$$



Cálculo de Q_1

$$Q_1 = U A (t_e - t_1)$$

Cálculo de U:

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_e} + \frac{L}{K} + \frac{1}{h_i} = \frac{1}{2.2} + \frac{6.5}{12(0.016)} + \frac{1}{1.4}$$

$$\frac{1}{U} = 35.023 \quad U = 0.02856 \text{ Btu/hr pie}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$Q = 0.02856 \times 43.456 (77 + 49) = 156.38 \text{ Btu/hr}$$

Utilizando factores de ganancia de calor por paredes tenemos:

Espesor de corcho	$(T_{\text{ext.}} - T_{\text{int.}}) \text{ } ^\circ\text{F}$					
	105	110	115	117	120	126
9"	84	88	92	93.6	96	100.8
10"	76	79	83	84.2	86	89.6
11"	69	75	76	77.2	79	82.6

Factores de ganancia en Btu/pie² x día

$$Q_1 = F \times A = 89.6 \times 43.456 = 3,893 \text{ Btu/día} = 162.2 \text{ Btu/hr.}$$

Tomaremos a $Q_1 = 160 \text{ Btu/hr} = 672 \text{ Cal/min.}$

Chequeo de la Temperatura exterior T_{pe}

$$2.2 (77 - T_{pe}) = U_a (T_{pe} + 40)$$

$$\frac{1}{U_a} = \frac{L}{K} + \frac{1}{h_i} = \frac{6.5}{12 (0.016)} + \frac{1}{1.4} = 34.568 \dots \dots U_a = 0.028928$$

Reemplazando tenemos que:

$$T_{pe} = 75.36 \text{ } ^\circ\text{F} = 24.09 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$T_{pe} > T_{rocío} \quad 24.09 \text{ } ^\circ\text{C} > 15.8 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Por lo tanto no existirá condensación ni humidificación en la lana de vidrio.

La temperatura de la pared interna que se obtiene es de:

$$h_e (T_1 - T_{pe}) = h_i (T_{pi} - T_2)$$

$$2.2 (77 - 75.36 \text{ } ^\circ\text{C}) = 1.4 (T_{pi} - 49)$$

$$T_{pi} = -46.4 \text{ } ^\circ\text{F} = -43.6 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Carga por renovación de aire (Q_2)

Al iniciarse el proceso de Liofilización, generalmente se arranca el equipo de frío con la finalidad de ir enfriando la cámara y posteriormente realizar la carga de las ocho

bandejas portafrascos, conforme estas se vayan cargando, - por lo cual consideramos 8 cambios de aire puesto que son - ocho (8) las bandejas existentes que llenarán la cámara.

El ambiente de la sala estéril se encuentra a una temperatura normal entre 20 y 22°C (68 y 71.2 °F) por lo tanto - tenemos aire a dicha temperatura dentro de la cámara.

Las condiciones más desfavorables son a 20°C

Densidad del aire a 20°C = 0.0012 gr/cm³

Volumen de la cámara = V

$V = 70 \times 70 \times 86 \text{ cm}^3 = 421,400 \text{ cm}^3$

Espacio ocupado por los estantes

$V = 11,900 \text{ cm}^3$

Volumen Libre = 409,500 cm³

Calor específico C_e del aire = 0.240 Btu/lbm°F (Cal/Kgm°C)

Masa de aire = $M_a = \text{Volumen} \times \text{Densidad}$

$M_a = 409,500 \times 0.0012 = 491.4 \text{ gramos.}$

$\dot{Q}_2 = M_a \times C_p \text{ aire} (T_{\text{aire}} - T_{\text{cámara}})$

$Q_2 = 491.4 \times 0.240 \times 65 = 7,665.84 \text{ calorías}$

Considerando 8 cambios de aire.

$Q_2 = 61,326.72 \text{ cal} = 243.36$

Carga por radiación solar (Q_3)

No existe ninguna parte del equipo expuesta a dicho tipo - de carga por lo tanto la carga por radiación será nula.

$Q_3 = 0$

Carga por productos (Q_4)

Las posibles cargas de refrigeración impuestas por los productos son para:

Reducir una temperatura, condensar un vapor, congelar un líquido o extraer el calor de reacción si se está realizando un proceso químico.

El calor que debe extraerse para reducir la temperatura de un producto desde T_1 hasta T_2 está dado por:

$$Q_4 = M \int_{T_1}^{T_2} c_e dT$$

Donde:

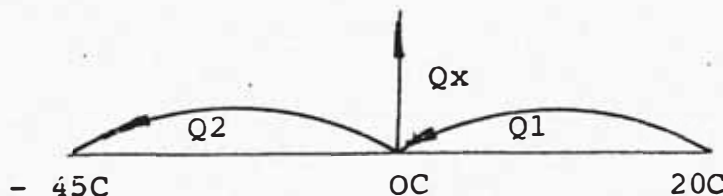
Q_4 = Carga de enfriamiento

M = Masa del producto

c_e = Calor específico

T = Temperatura del producto

La masa del producto puede suplirse con la cantidad máxima de agua que acepta el condensador del liofilizador que es de 20 Kg.



$$Q_4 = Q_1 + Q_x + Q_2 = 20(1)(20) + 20(80) + 20(0.5)(45) = 2,450 \text{ Kcal.}$$

$$Q_4 = 2'450,000 \text{ cal} = 9,722.2 \text{ Btu.}$$

Carga de calor para enfriar cámara y estante a -45 C (Q₅)

El material del que están conformados los estantes de la cámara es Aluminio.

Volumen de cada estante:

(ancho = 700mm, Profundidad = 850mm, e = 20mm)

$$\text{Volumen} = 11,900 \text{ cm}^3$$

$$\text{Densidad del Aluminio} = 2.7 \text{ gr/cm}^3$$

Densidad = masa/volumen Masa = Volumen x Densidad

$$\text{Masa} = 2.7 \times 11,900 = 32,130 \text{ gramos por estante.}$$

Según el esquema de la página **117** tenemos 5 bloques de Alu^uminio de los cuales 4 de ellos servirán para la colocación de los productos a Liofilizar y el quinto está ubicado en el techo de la cámara y al igual que los otros llevará incorporado un serpentín para el enfriamiento de la cámara más no resistencias incorporadas para la calefacción de los productos.

La masa total del aluminio asciende a:

$$M_{Al} = 5 \times 32,130 = 160,650 \text{ gramos}$$

Calor específico del Aluminio = 0.215 cal/gr C

Calor absorbido por las planchas de Aluminio = Q₅

$$Q_5 = 160,650 \times 0.215 (20 + 45) = 2'245,083 \text{ cal} = 8,909 \text{ Btu.}$$

Calor absorbido por las planchas de acero inoxidable que forman la cámara (Q_6)

Material de la cámara: Acero inoxidable de $e = 1/16"$ (cal 316)

Densidad del acero inoxidable $P_1 = 7.85 \text{ gr/cm}^3$

Calor específico = 0.126 cal/gr C

Cálculo del peso de las Planchas.

Volumen de planchas =

$$= 1/16" (25.4\text{mm/plg}) (4 \times 860 \times 700 + 700 \times 700) =$$

$$= 1.5875 (2'898,000) = 4'600,575 \text{ cm}^3 \times 10^{-3}$$

$$\text{Masa} = \text{Volumen} \times \text{Densidad} = 4'600,575 \times 10^{-3} \times 7.85 = 36,114.5 \text{ gr.}$$

Calor absorbido por las planchas:

$$Q_6 = 36,115 \times 0.126 (20 + 45) = 295,781 \text{ cal} = 1,173.73 \text{ Btu.}$$

Carga de calor por envases (Q_7)

Considerando frascos de $\emptyset 23 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ de altura.

Peso promedio por frascos = 18 gramos

Cálculo de la cantidad de frascos que entran en cada estante

Cada estante es de $700 \times 850 \text{ mm}$

$$\therefore \quad 850/23 \quad 700/23 = 36, \quad 30$$

Entrarán por estante $36 \times 30 = 1080$ frascos

Total de frascos: $4 \times 1080 = 4,320$

Espacio libre por estante:

Profundidad: $850 - 23 (36) = 22 \text{ mm}$

Ancho : $700 - 30 (23) = 10 \text{ mm.}$

Espacio que será ocupado por las bandejas portafrascos.

Ce del vidrio = 0.2 Cal/gr C

Peso promedio del vidrio = 77,760 gramos

$$Q_7 = M_{\text{vidrio}} C_{e_{\text{vidrio}}} (\text{Dif de temp.}) = 77,760 \times 0.2 \times 65 =$$

$$Q_7 = 1'010,880 \text{ cal} = 4,012 \text{ Btu.}$$

Calor absorbido por las bandejas portafrascos (Q_8)

Material de las bandejas portafrascos : Aluminio

Dimensiones de las bandejas : Considerando que entran 2 por estante de 840 x 348 x 25 mm; espesor del Aluminio: 1.5 mm

Densidad del Aluminio : 2.7 gr/cm³

Calor específico = 0.215 cal/gr C

Volumen de las bandejas (en material);

$$= 890 \times 398 \times 1.5 \text{ mm} = 531,330 \text{ mm}^3$$

Peso de la bandeja: Volumen x Densidad=

$$= 531.33 \times 2.7 = 1,434.6 \text{ gr.}$$

Para 8 bandejas:

Peso = 8 (1,434.6) = 11,476.728 gr.

$$Q_8 = 11,476.728 \times 0.215 (20 + 45) = 160,387 \text{ cal} = 636.5 \text{ Btu.}$$

Calor absorbido por los tapones de los frascos (Q_9)

Material caucho sintético

Ce = 0.45 cal/gr C

Peso promedio por tapón = 1.750 gramos

Peso total de los tapones = 1.750 x 4,320 = 7,560 gramos

Temperatura de los tapones: 30 C

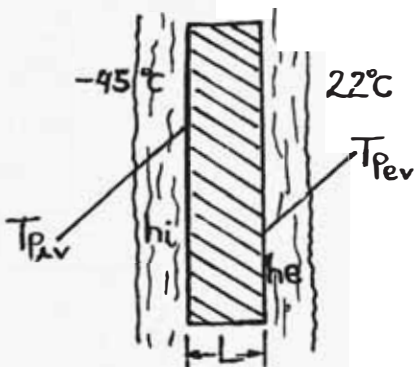
Estamos considerando la temperatura de los tapones plásticos en 30 C debido a que antes de colocarlos sobre los frascos con la sustancia a Liofilizar, han sido retirados de una estufa de esterilización, que mantienen a los mismos a una temperatura aproximada de 70C los cuales se colocan sobre los frascos cuando su temperatura es aproximadamente 40 C, por lo tanto tenemos:

$$\begin{aligned} Q_{10} &= M_{\text{tapones}} \times C_{e_{\text{Tapones}}} (T_{\text{tapones}} - t_{\text{cámara}}) = \\ &= 7,560 \times 0.45 \times 75 \\ Q_{10} &= 255,150 \text{ cal} = 1,012.5 \text{ Btu.} \end{aligned}$$

En el cálculo previo se omitió la puerta por donde se carga la cámara, la cual es de vidrio de un espesor de 3/4", ya que representa un 10.8% del área total.

Efecto del frío con el vidrio en la temperatura de la parte externa a la cámara que da a una área estéril.

La configuración es:



$$T_a = \text{Temperatura de cámara} = -45$$

$$T_b = \text{Temperatura ambiente estéril} = -22\text{C}$$

$$T_{pev} = \text{Temperatura externa del vidrio}$$

$$T_{piv} = \text{Temperatura interna del vidrio}$$

$$KV = 0.45 \text{ Btu/hr pie F}$$

$$\begin{aligned} h_i = h_e &= \text{Coeficiente peliculares interno y externo del aire} = \\ &= 1.4 \text{ Btu/hr pie}^2 \text{ F.} \end{aligned}$$

De la relación:

$$Q/A = h_e(22 - T_{pev}) = L/K (T_{pev} - T_{piv}) = h_i (T_{piv} + 45) \dots\dots\dots (1)$$

$$T_{piv} + T_{pev} = -23 \text{ C} \dots\dots\dots (2)$$

Reemplazando los datos existentes tenemos:

$$1.4(22 - T_{pev}) = 0.75/12(0.45)/(T_{pev} - T_{piv}) \dots 221.76 = 11.08 T_{pev} - T_{piv}$$

Donde resolviendo se llega a:

$$T_{pev} = 16.45 \text{ C}$$

$$T_{piv} = -39.45 \text{ C}$$

Resumen de las Cargas de calor

Carga de calor por paredes techo y piso:	Q1 =	672 cal/min
Carga por renovación de aire	: Q2 =	61,326.72 cal
Carga por radiación solar	: Q3 =	0 cal
Carga por productos	: Q4 =	2'450,000.00 cal
Carga para enfriar cámara y estantes	: Q5 =	2'245,083.00 cal
Carga para enfriar planchas de acero	: Q6 =	295,781.00 cal
Carga de calor por envases	: Q7 =	1'010,880.00 cal
Carga de calor por bandejas	: Q8 =	160,387.00 cal
<u>Carga de calor por tapones plásticos</u>	: Q9 =	255,150.00 cal
Carga de calor total existente	: Q _T =	6'478,607.72 cal + 672 cal/min.

Considerando que toda esta carga debe ser extraída del sistema en un tiempo de 2.5 horas.

$$Q \text{ total: } 672 \times 2.5 \times 60 + 6'478,607.72 \text{ cal} = 6'579,407.72 \text{ cal.}$$

El cálculo de la carga a utilizar la obtenemos de :

$$Q_T = \sum_{i=1}^{i=n} Q_i + n\% \sum_{i=1}^{i=n}$$

El tanto por ciento de seguridad que se agrega depende de la confianza que se tenga de los cálculos hechos, como de la veracidad de las fuentes de información y que además debe compensar algún olvido que se halla hecho de fuentes de calor.

Lo usual es siempre considerar un porcentaje del 10% por que la carga de motores no se puede calcular de antemano sino hasta después de haberlos seleccionado con el equipo, por lo tanto este factor de seguridad absorbe parcialmente dicha carga, así mismo como para enfriar el sistema de tuberías, válvulas y el mismo compresor durante las horas de enfriamiento.

Tenemos así:

$$Q_{total} = 1.1 (6'579,407.72) \text{ cal} = 7'237,348.5 \text{ cal.}$$

A.3.- Saturación: Sublimación

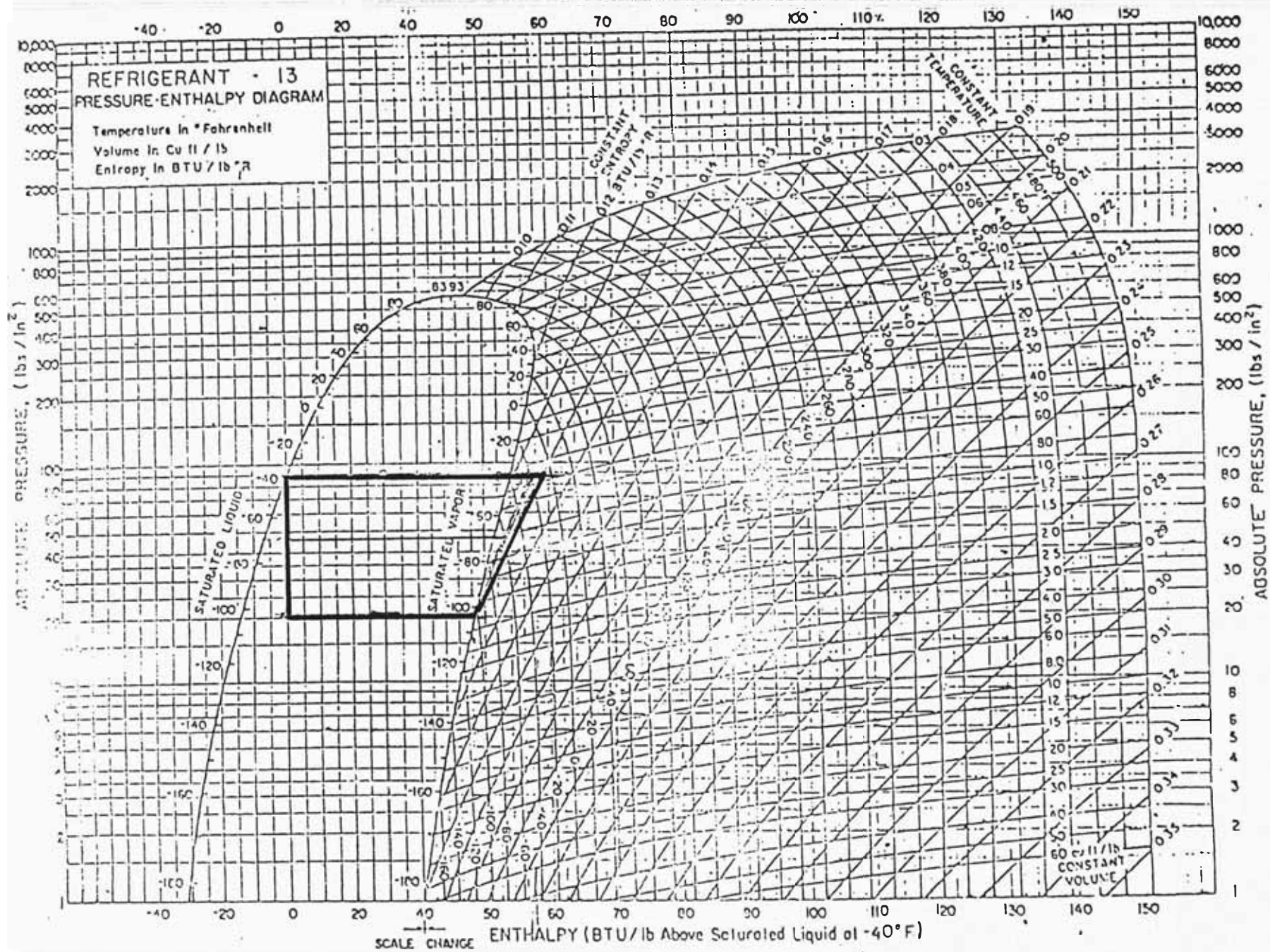
Temp. °C T	Specific Volume			Internal Energy			Enthalpy			Entropy		
	Pres. kPa P	Sat. Solid v _s × 10 ³	Sat. Vapor v _g	Sat. Solid u _s	Sat. Subl. u _{sg}	Sat. Vapor u _g	Sat. Solid h _s	Sat. Subl. h _{sg}	Sat. Vapor h _g	Sat. Solid s _s	Sat. Subl. s _{sg}	Sat. Vapor s _g
01	.6113	1.0906	206.1	-333.40	2766.7	2375.3	-333.40	2834.8	2501.4	-1.221	10.378	9.156
0	.6109	1.0906	206.3	-333.43	2708.3	2375.3	-333.43	2834.8	2501.3	-1.221	10.378	9.157
-2	.5176	1.0904	241.7	-337.05	2710.1	2372.6	-337.05	2835.3	2497.7	-1.237	10.456	9.219
-4	.4375	1.0901	283.8	-341.72	2711.6	2369.8	-341.72	2835.7	2494.0	-1.255	10.536	9.283
-6	.3689	1.0898	334.2	-346.91	2712.9	2367.0	-346.91	2836.2	2490.3	-1.268	10.616	9.348
-8	.3102	1.0894	394.4	-350.02	2714.2	2364.3	-350.02	2836.6	2486.6	-1.284	10.698	9.414
-10	.2602	1.0891	466.7	-354.09	2715.5	2361.5	-354.09	2837.0	2482.9	-1.299	10.781	9.481
-12	.2176	1.0888	553.7	-358.14	2716.8	2358.7	-358.14	2837.5	2479.2	-1.315	10.863	9.550
-14	.1815	1.0884	658.8	-362.15	2718.0	2355.9	-362.15	2837.9	2475.5	-1.331	10.950	9.619
-16	.1510	1.0881	789.0	-366.14	2719.2	2353.1	-366.14	2838.3	2471.8	-1.346	11.036	9.690
-18	.1252	1.0878	940.5	-370.10	2720.4	2350.3	-370.10	2838.7	2468.1	-1.362	11.123	9.762
-20	.1035	1.0874	1126.6	-374.03	2721.6	2347.5	-374.03	2839.1	2464.3	-1.377	11.211	9.835
-22	.0853	1.0871	1356.4	-377.93	2722.7	2344.7	-377.93	2839.6	2460.6	-1.393	11.302	9.909
-24	.0701	1.0868	1640.1	-381.80	2723.7	2342.0	-381.80	2840.0	2456.9	-1.408	11.394	9.985
-26	.0574	1.0864	1986.4	-385.64	2724.8	2339.2	-385.64	2840.4	2453.2	-1.424	11.486	10.062
-28	.0469	1.0861	2413.7	-389.45	2725.8	2336.4	-389.45	2840.8	2449.5	-1.439	11.580	10.141
-30	.0381	1.0858	2943	-393.23	2726.8	2333.6	-393.23	2841.2	2445.8	-1.455	11.676	10.221
-32	.0309	1.0854	3600	-396.98	2727.8	2330.8	-396.98	2841.6	2442.1	-1.471	11.773	10.303
-34	.0250	1.0851	4419	-400.71	2728.7	2328.0	-400.71	2842.0	2438.4	-1.486	11.872	10.386
-36	.0201	1.0848	5444	-404.40	2729.6	2325.2	-404.40	2842.4	2434.7	-1.501	11.972	10.470
-38	.0161	1.0844	6721	-408.06	2730.5	2322.4	-408.06	2842.8	2431.0	-1.517	12.073	10.556
-40	.0126	1.0841	8294	-411.70	2731.4	2319.6	-411.70	2843.2	2427.3	-1.532	12.176	10.644

TABLE XXVII: REFRIGERANTE 22 (Clorodifluormetano). LIQUIDO Y VAPOR SATURADOS

Temp F	Pressure		Volume cu ft/lb	Density lb/cu ft	Enthalpy** Btu/lb			Entropy** Btu/(lb) (°R)		Temp F	Pressure		Volume cu ft/lb	Density lb/cu ft	Enthalpy** Btu/lb			Entropy** Btu/(lb) (°R)			
	psia	psig			Vapor v _g	Liquid l/v _f	Liquid h _f	Vapor h _g	Liquid s _f		Vapor s _g	psia			psig	Vapor v _g	Liquid l/v _f	Liquid h _f	Vapor h _g	Liquid s _f	Vapor s _g
-150	0.27163	23.30810	341.23	08.236	-23.074	87.421	-0.07147	0.22501	44	89.177	74.441	0.61448	78.770	22.558	108.472	0.04875	0.21312				
-145	0.34899	23.79841	311.31	07.810	-24.851	84.113	-0.07787	0.22100	46	102.280	77.841	0.61423	78.520	23.127	108.424	0.04907	0.21370				
-140	0.44698	24.31120	288.832	07.383	-26.725	80.681	-0.08432	0.21725	48	115.401	81.707	0.61399	78.280	23.701	108.376	0.04939	0.21429				
-135	0.57681	24.84744	270.081	06.955	-28.640	77.233	-0.09080	0.21379	50	128.522	86.073	0.61375	78.039	24.282	108.328	0.04971	0.21488				
-130	0.74119	25.40714	257.374	06.528	-30.599	73.785	-0.09730	0.21052	52	141.643	90.445	0.61351	77.798	24.863	108.279	0.05003	0.21547				
-125	0.88853	26.11829	241.622	06.101	-32.602	70.331	-0.10381	0.20749	54	154.764	94.817	0.61327	77.557	25.444	108.230	0.05035	0.21606				
-120	1.10181	26.86100	228.260	05.674	-34.647	66.877	-0.11032	0.20469	56	167.885	99.189	0.61303	77.316	26.025	108.181	0.05067	0.21665				
-115	1.3455	27.63818	215.894	05.247	-36.732	63.423	-0.11683	0.20200	58	181.006	103.561	0.61279	77.075	26.606	108.132	0.05099	0.21724				
-110	1.6117	28.45048	204.242	04.820	-38.858	60.000	-0.12334	0.19941	60	194.127	107.933	0.61255	76.834	27.187	108.083	0.05131	0.21783				
-105	1.9003	29.29889	193.030	04.393	-41.024	56.577	-0.12985	0.19691	62	207.248	112.305	0.61231	76.593	27.768	108.034	0.05163	0.21842				
-100	2.2087	30.18330	182.033	03.966	-43.231	53.154	-0.13636	0.19451	64	220.369	116.677	0.61207	76.352	28.349	107.985	0.05195	0.21901				
-95	2.5327	31.10381	171.111	03.539	-45.478	49.731	-0.14287	0.19221	66	233.490	121.049	0.61183	76.111	28.930	107.936	0.05227	0.21960				
-90	2.8682	32.06042	160.189	03.112	-47.765	46.308	-0.14938	0.19001	68	246.611	125.421	0.61159	75.870	29.511	107.887	0.05259	0.22019				
-85	3.2183	33.05423	149.267	02.685	-50.092	42.885	-0.15589	0.18791	70	259.732	129.793	0.61135	75.629	30.092	107.838	0.05291	0.22078				
-80	3.5859	34.08624	138.345	02.258	-52.459	39.462	-0.16240	0.18591	72	272.853	134.165	0.61111	75.388	30.673	107.796	0.05323	0.22137				
-75	3.9741	35.15745	127.423	01.831	-54.872	36.039	-0.16891	0.18401	74	285.974	138.537	0.61087	75.147	31.254	107.754	0.05355	0.22196				
-70	4.3861	36.26886	116.501	01.404	-57.329	32.616	-0.17542	0.18221	76	299.095	142.909	0.61063	74.906	31.835	107.712	0.05387	0.22255				
-65	4.8251	37.42147	105.579	00.977	-60.830	29.193	-0.18193	0.18051	78	312.216	147.281	0.61039	74.665	32.416	107.670	0.05419	0.22314				
-60	5.2941	38.61528	94.657	00.550	-64.379	25.770	-0.18844	0.17891	80	325.337	151.653	0.61015	74.424	32.997	107.628	0.05451	0.22373				
-55	5.7881	40.85029	83.735	00.123	-67.978	22.347	-0.19495	0.17741	82	338.458	156.025	0.60991	74.183	33.578	107.586	0.05483	0.22432				
-50	6.3121	43.12630	72.813	00.000	-71.627	18.924	-0.20146	0.17601	84	351.579	160.397	0.60967	73.942	34.159	107.544	0.05515	0.22491				
-45	6.8681	45.44331	61.891	00.000	-75.326	15.501	-0.20797	0.17471	86	364.700	164.769	0.60943	73.701	34.740	107.502	0.05547	0.22550				
-40	7.4501	47.80132	50.969	00.000	-79.075	12.078	-0.21448	0.17351	88	377.821	169.141	0.60919	73.460	35.321	107.460	0.05579	0.22609				
-35	8.0621	50.20033	40.047	00.000	-82.874	8.655	-0.22100	0.17241	90	390.942	173.513	0.60895	73.219	35.902	107.418	0.05611	0.22668				
-30	8.7081	52.64034	29.125	00.000	-86.723	5.232	-0.22752	0.17141	92	404.063	177.885	0.60871	72.978	36.483	107.376	0.05643	0.22727				
-25	9.3941	55.12135	18.203	00.000	-90.622	1.809	-0.23404	0.17051	94	417.184	182.257	0.60847	72.737	37.064	107.334	0.05675	0.22786				
-20	10.1201	57.64236	7.281	00.000	-94.571	0.000	-0.24056	0.17001	96	430.305	186.629	0.60823	72.496	37.645	107.292	0.05707	0.22845				
-15	10.8861	60.20337	0.359	00.000	-98.570	-1.123	-0.24708	0.17001	98	443.426	191.001	0.60800	72.255	38.226	107.250	0.05739	0.22904				
-10	11.6921	62.80438	-0.563	00.000	-102.629	-2.246	-0.25360	0.17001	100	456.547	195.373	0.60776	72.014	38.807	107.208	0.05771	0.22963				
-5	12.5381	65.44539	-1.411	00.000	-106.748	-3.369	-0.26012	0.17001	102	469.668	199.745	0.60753	71.773	39.388	107.166	0.05803	0.23022				
0	13.4241	68.12640	-2.299	00.000	-110.927	-4.492	-0.26664	0.17001	104	482.789	204.117	0.60730	71.532	39.969	107.124	0.05835	0.23081				
5	14.3501	70.84741	-3.227	00.000	-115.166	-5.615	-0.27316	0.17001	106	495.910	208.489	0.60707	71.291	40.550	107.082	0.05867	0.23140				
10	15.3161	73.60842	-4.195	00.000	-119.465	-6.738	-0.27968	0.17001	108	509.031	212.861	0.60684	71.050	41.131	107.040	0.05899	0.23199				
15	16.3221	76.40943	-5.203	00.000	-123.824	-7.861	-0.28620	0.17001	110	522.152	217.233	0.60661	70.809	41.712	107.000	0.05931	0.23258				
20	17.3681	79.25044	-6.251	00.000	-128.243	-8.984	-0.29272	0.17001	112	535.273	221.605	0.60638	70.568	42.293	106.958	0.05963	0.23317				
25	18.4541	82.13145	-7.339	00.000	-132.722	-10.107	-0.29924	0.17001	114	548.394	225.977	0.60615	70.327	42.874	106.916	0.05995	0.23376				
30	19.5801	85.05246	-8.467	00.000	-137.261	-11.230	-0.30576	0.17001	116	561.515	230.349	0.60592	70.086	43.455	106.874	0.06027	0.23435				
35	20.7461	88.01347	-9.635	00.000	-141.860	-12.353	-0.31228	0.17001	118	574.636	234.721	0.60569	69.845	44.036	106.832	0.06059	0.23494				
40	21.9521	91.01448	-10.843	00.000	-146.519	-13.476	-0.31880	0.17001	120	587.757	239.093	0.60546	69.604	44.617	106.790	0.06091	0.23553				
45	23.1981	94.05549	-12.091	00.000	-151.238	-14.600	-0.32532	0.17001	122	600.878	243.465	0.60523	69.363	45.198	106.748	0.06123	0.23612				
50	24.4841	97.13650	-13.379	00.000	-156.017	-15.723	-0.33184	0.17001	124	613.999	247.837	0.60500	69.122	45.779	106.706	0.06155	0.23671				
55	25.8101	100.25751	-14.707	00.000	-160.856	-16.846	-0.33836	0.17001	126	627.120	252.209	0.60477	68.881	46.360	106.664	0.06187	0.23730				
60	27.1761	103.41852	-16.075	00.000	-165.755	-17.969	-0.34488	0.17001	128	640.241	256.581	0.60454	68.640	46.941	106.622	0.06219	0.23789				
65	28.5821	106.61953	-17.483	00.000	-170.714	-19.092	-0.35140	0.17001	130	653.362	260.953	0.60431	68.400	47.522	106.580	0.06251	0.23848				
70	29.9981	109.86054	-18.931	00.000	-175.733	-20.215	-0.35792	0.17001	132	666.483	265.325	0.60408	68.160	48.103	106.538	0.06283	0.23907				
75	31.4541	113.14155	-20.419	00.000	-180.812	-21.338	-0.36444	0.17001	134	679.604	269.697	0.60385	67.920	48.684	106.496	0.06315	0.23966				
80	32.9501	116.46256	-21.947	00.000	-185.951	-22.461	-0.37096	0.17001	136	692.725	274.069	0.60362	67.680	49.265	106.454	0.06347	0.24025				
85	34.4861	119.82357	-23.515	00.000	-191.150	-23.584	-0.37748	0.17001	138	705.846	278.441	0.60339	67.440	49.846	106.412	0.06379	0.24084				
90	36.0621	123.22458	-25.123	00.000	-196.409	-24.707	-0.38400	0.17001	140	718.967	282.813	0.60316	67.200	50.427	106.370	0.06411	0.24143				
95	37.6781	126.66559	-26.771	00.000	-201.728	-25.830	-0.39052	0.17001	142	732.088	287.185	0.60293	66.960	51.008	106.328	0.06443	0.24202				
100	39.3341	130.14660	-28.459	00.000	-207.107	-26.953	-0.39704	0.17001	144	745.209	291.557	0.60270	66.720	51.589	106.286	0.06475	0.24261				

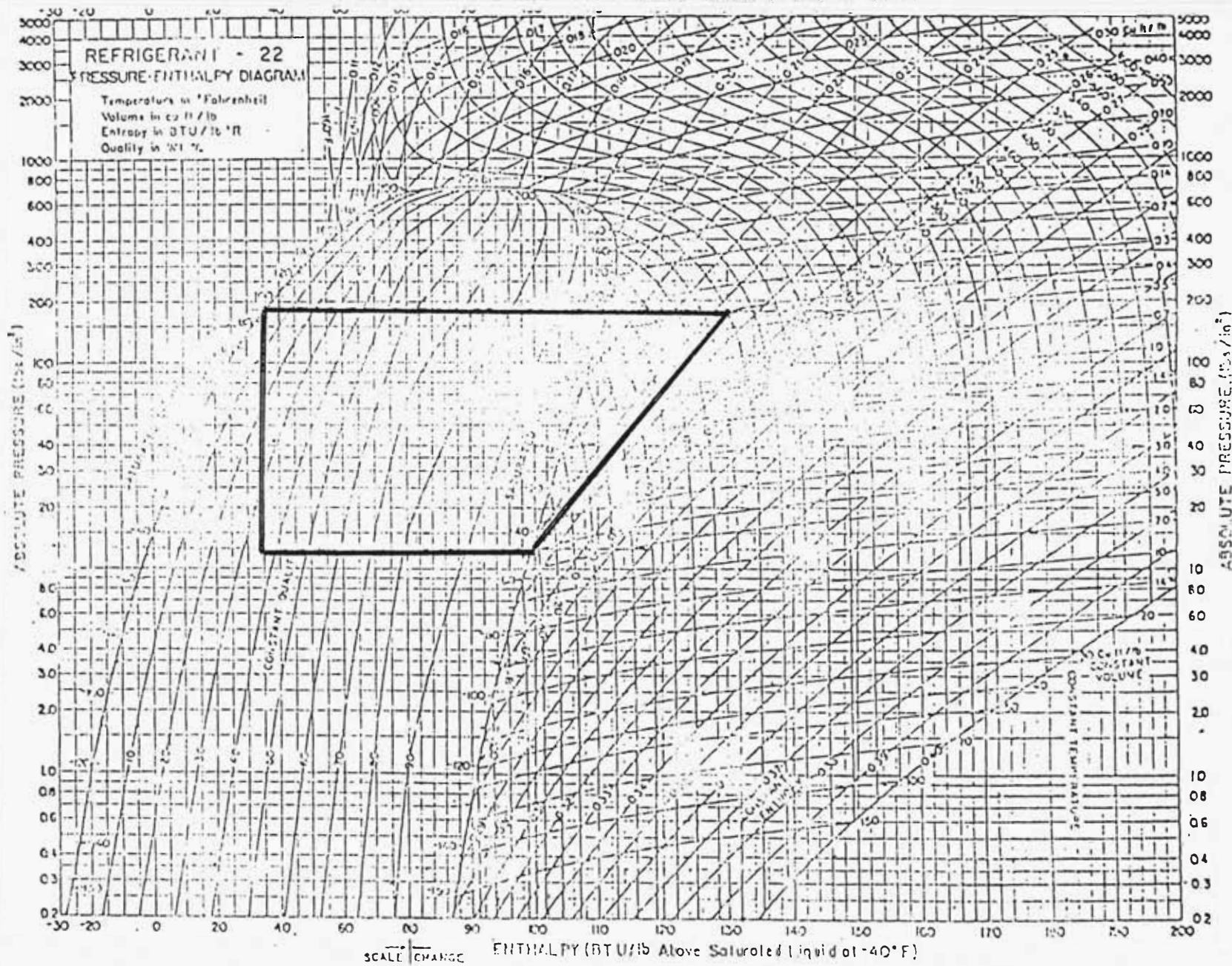
TABLE XXVIII: REFRIGERANTE 13 (Clorotrifluormetano). LIQUIDO Y VAPOR SATURADOS

Temp F	Pressure		Volume cu ft/lb	Density lb/cu ft	Enthalpy** Btu/lb			Entropy** Btu/(lb) (°R)	
-----------	----------	--	-----------------------	------------------------	----------------------	--	--	----------------------------	--



© 1960, E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc. (Used by permission.)

DIAGRAMA PRESION-ENTALPIA DEL REFRIGERANTE 13



© 1964, E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc. (Used by permission)

DIAGRAMA PRESSION-ENTALPIA DEL REFRIGERANTE 22

Velocidad de evacuación de la carga de calor

Considerando que toda esta carga de calor se debe evacuar en un lapso de tiempo de 2.5 horas:

$$q = \frac{7'237,348.5}{2.5 \times 60} = 48,249 \text{ cal/min}$$

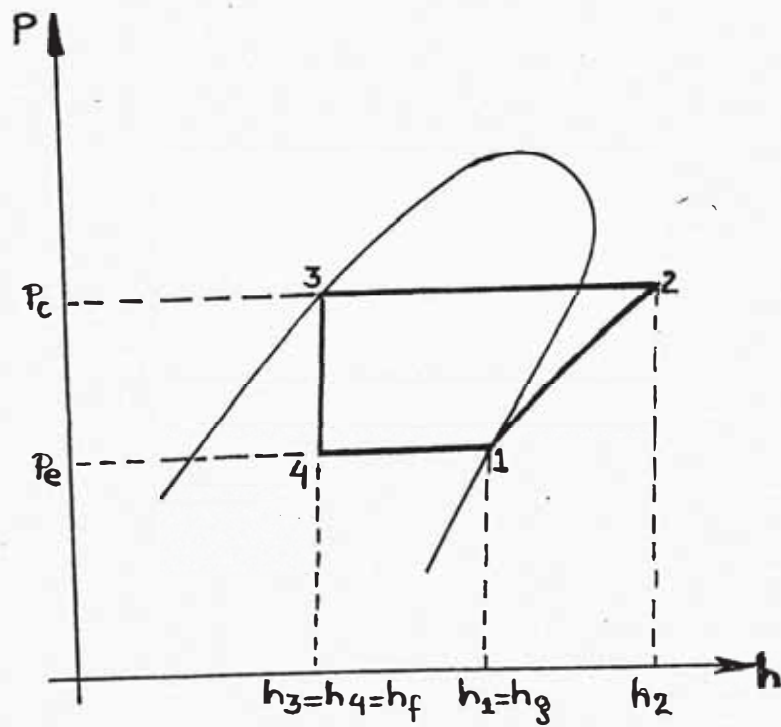
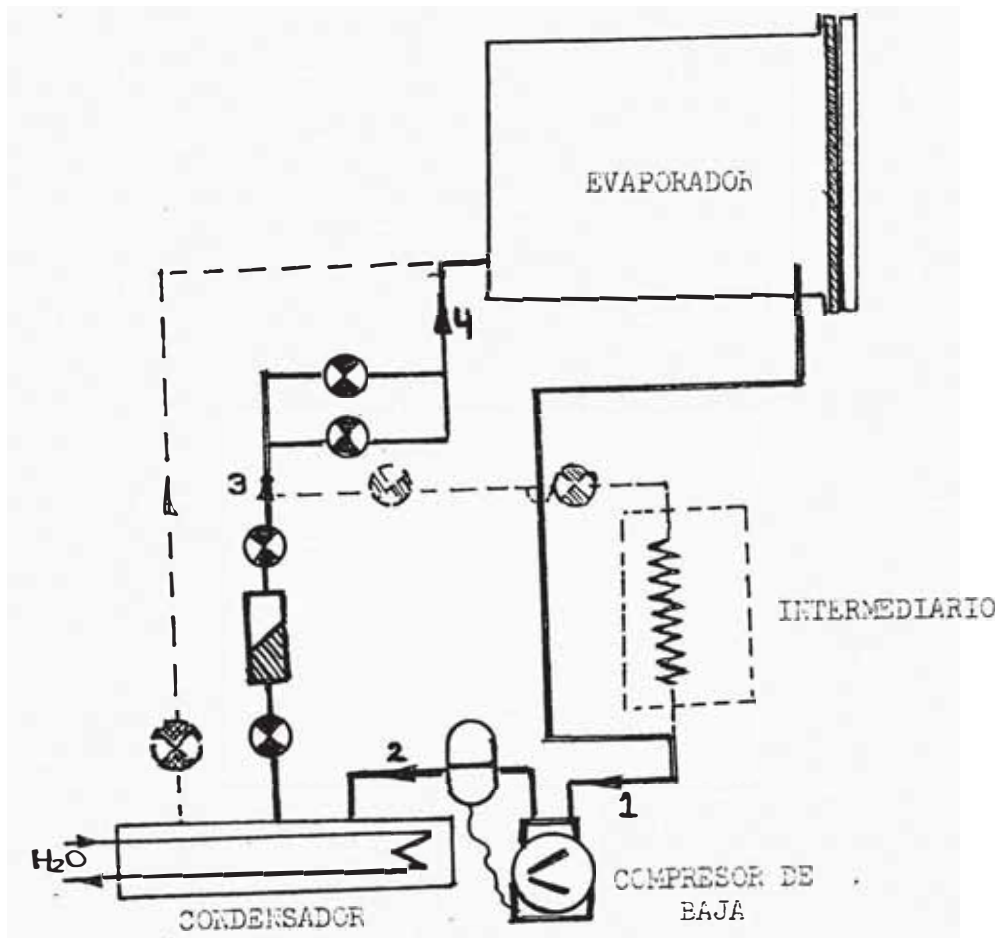
Cálculo de la capacidad del sistema

$$L \text{ Ton} = 50,400 \text{ cal/min}$$

$$C = \frac{48,249}{50,400} = 0.958 \text{ Ton}$$

Circuito de refrigeración a estantes - Cámara

Es el circuito que se encarga de refrigerar a las placas (Planchas de aluminio) que se encuentran dentro de la cámara sobre las cuales se colocarán las bandejas con el producto a Liofilizar.



Consideraciones:

Refrigerante F-22

Temperatura de evaporación: $-45^{\circ}\text{C} = -49^{\circ}\text{F}$ $P = 12 \text{ Psia}$.

Temperatura de condensación: $32.2^{\circ}\text{C} = 90^{\circ}\text{F}$... $P = 183.09 \text{ Psia}$.

Cálculo de las entalpías

$$h_3 = h_4 = h_f = 36.158 \text{ Btu/lb} = 20.09 \text{ cal/gr.}$$

$$h_1 = h_g = 99.2 \text{ Btu/lb} = 55.1 \text{ cal/gr.}$$

$$h_2 = 130 \text{ Btu/lb} = 72.23 \text{ cal/gr.}$$

Efecto refrigerante (ER)

$$\text{ER} = h_1 - h_4 = 35.01 \text{ cal/gr.}$$

Calor de condensación

$$Q_{\text{cond.}} = h_2 - h_3 = 52.14 \text{ cal/gr.}$$

Calor de compresión

$$Q_{\text{compresión}} = h_2 - h_1 = 17.13 \text{ cal/gr.}$$

Flujo másico

$$\dot{m} = \text{Capacidad/Efecto Refrigerante} = C/\text{ER.}$$

$$\dot{m} = \frac{0.958 \text{ Ton} \times 50,400 \text{ cal/min-Ton}}{35.01 \text{ cal/gr}} = 1,379.13 \text{ gr/min}$$

Potencia del compresor

$$P = \dot{m} \times \text{Calor de compresión} = 1,379.13 \text{ gr/min} \times 17.13 \text{ cal/gr} = 23,625.7 \text{ cal/min.}$$

Factor de conversión: Kilo cal/seg (5.692) = HP

$$\text{Potencia} = \frac{23,625.7 \text{ cal/min}}{1000 \text{ cal/Kcal} \times 60 \text{ seg/min}} \times 5.692 = 2.24 \text{ HP}$$

Considerando los factores de servicio (Fs)

<u>Compresores</u>	10 Hr	24 Hr
Centrífugos	1.00	1.25
De lóbulos rotativos	1.25	1.50
<u>Reciprocantes</u>		
Simple cilíndrico	1.75	1.75
Multi cilíndrico	1.25	1.50

Vamos a trabajar con compresores reciprocantes simples cilíndricos, por lo tanto nuestro factor de servicio es 1.75.

Tenemos así:

$$\text{Potencia requerida} = \text{Potencia calculada} \times \text{Fs} = 2.24 \times 1.75 = 3.92 \text{ HP}$$

La disponibilidad de compresores de este tipo en el mercado va de 3HP a 5HP.

Por lo cual tomaremos un compresor de 5 HP.

Ajustando los cálculos:

$$\dot{m} = \text{Potencia}/Q_{\text{comp.}} = \frac{5\text{HP} \times 10,688 \text{ cal/min-Hp}}{17.13 \text{ cal/gr}} = 3,119.67 \text{ gr/min.}$$

Capacidad del equipo:

$$C = \dot{m} \times \text{ER} = \frac{3,119.67 \text{ gr/min} \times 35.01 \text{ cal/gr}}{50,400 \text{ cal/min-Ton}} = 2.167 \text{ Tons}$$

Coefficiente de performance

$$\text{Cof} = \text{ER}/Q_{\text{comp}} = 35.01/17.13 = 2.043$$

Resumen de Datos obtenidos

Masa de refrigerante = 3,119.67 gr/min
(flujo)

Potencia del compresor = 5 HP

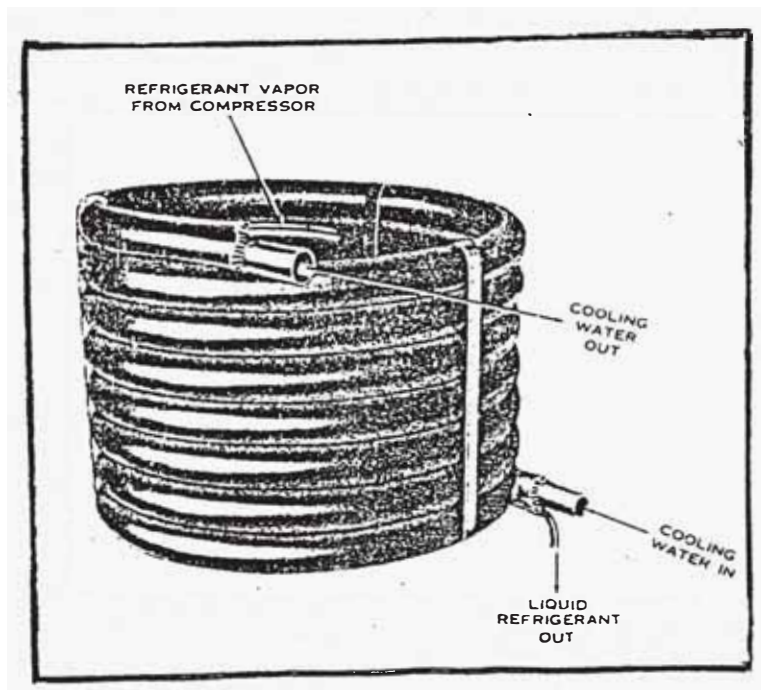
Capacidad del sistema = 2.167 Tons.

Tipo de compresor = Simple cilíndrico (reciprocante).

Una vez alcanzada la temperatura requerida de acuerdo al enfriamiento de los productos a liofilizar, dentro de la cámara de liofilización, se apaga el circuito de refrigeración a la misma e inmediatamente se conecta el circuito intermedio (número 11 del esquema en mención).

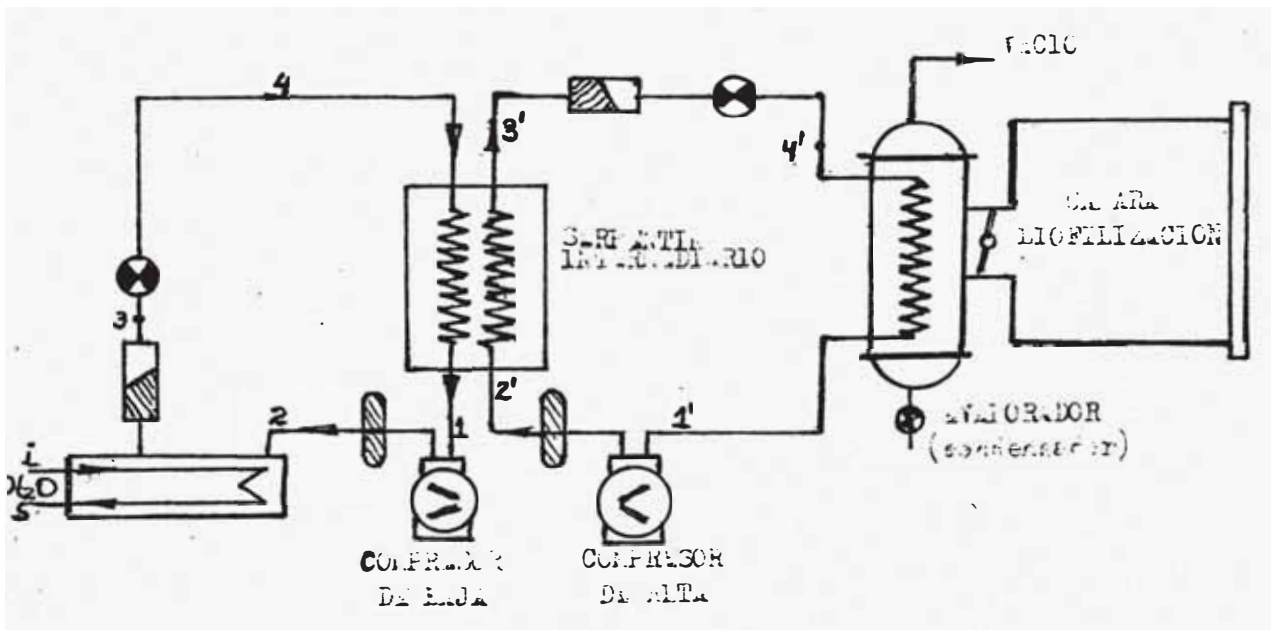
Intermediario

Está formado por un condensador de doble tubo concéntrico similar al mostrado en la figura adjunta.



Es una tubería concéntrica de dimensiones $1\frac{1}{4}$ y 2", el líquido pasa a través de las tuberías de $1\frac{1}{4}$ mientras que el condensado del vapor refrigerante dentro del espacio anular existente entre 2" y $1\frac{1}{4}$ " de la tubería.- Este condensador de doble tubería está normalmente diseñado para trabajar en forma vertical y formado también dentro de un serpentín de 12 a 20" de diámetro.

Mostramos a continuación el circuito de refrigeración a sistema intermedio.



Para arrancar el sistema de ultrafrío, es necesario que el intermedio se encuentre a una temperatura igual o inferior a los -30 C para que cumpla la función a la cual está destinado.

De los cálculos anteriores

$$h_3 = h_4 = h_f = 20.09 \text{ cal/gr.}$$

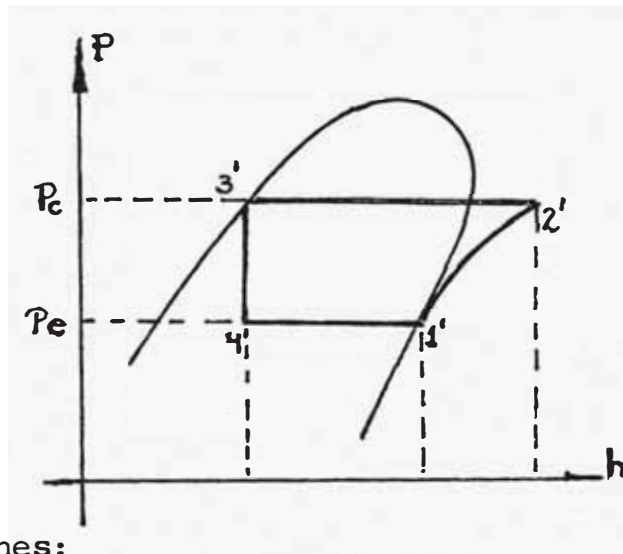
$$H_1 = 99.2 \text{ Btu/lb} = 55.1 \text{ cal/gr.}$$

$$\text{Variación de la entalpía} = h_1 - h_4 = 35.01 \text{ cal/gr.}$$

Circuito de refrigeración del equipo de alta

Refrigerante R-13

Diagrama P-H



Consideraciones:

La temperatura de evaporación que se desea alcanzar es de :
-75C (103F).

Temperatura de evaporación = -75C P. evap. = 20 Psia.

Temperatura de condensación = -40C P. cond. = 87.43 Psia.

Cálculo de las entalpías

$$h_3 = h_4 = h_f = 0$$

$$h_1' = h_g = 27 \text{ cal/gr.}$$

$$h_2 = 31.10 \text{ cal/gr.}$$

Efecto refrigerante (ER)

$$ER = h_1 - h'_4 = 27 \text{ cal/gr.}$$

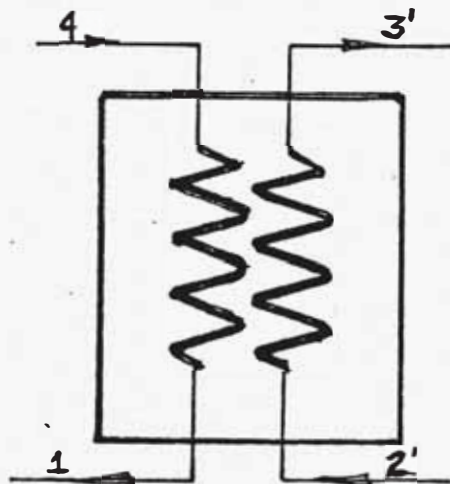
Calor de condensación

$$Q_{\text{cond.}} = h'_2 - h'_3 = 31.10 \text{ cal/gr.}$$

Calor de compresión

$$Q_{\text{comp.}} = h'_2 - h'_1 = 4.1 \text{ cal/gr.}$$

En el sistema intermedio tenemos:



Si m_1 es la masa del refrigerante que circula por la unidad de tiempo en el ciclo de baja (calculado anteriormente - por la cantidad de refrigeración requerida) entonces la cantidad de refrigerante requerida m_2 para el otro ciclo tiene que estar de acuerdo con un balance de energía en el evaporador - condensador que es:

$$m_1 (h_1 - h_4) = m_2 (h'_2 - h'_3)$$

En consecuencia tenemos:

$$3119.67 \text{ gr/min} \times 35.01 \text{ cal/gr.} = M_2 \times 31.10 \text{ cal/gr.}$$

$$M_2 = 3511.88 \text{ gr/min.}$$

Cálculo de la capacidad del equipo de alta

$$m = \text{Capacidad/ER} \dots \dots \dots \text{Capacidad} = m \times \text{ER}$$

$$C = 3511.88 \times 27 \text{ (cal/min)} = 94,821 \text{ cal/min.}$$

$$1\text{Ton} = 50,400 \text{ cal/min}$$

$$C = \frac{94,821}{50,400} = 1.88 \text{ Tons}$$

Potencia del compresor

$$P = m \times Q_{\text{comp.}} = 3511.88 \times 4.1 \text{ (cal/min)} = 14,398.7 \text{ cal/min.}$$

$$\text{Factor de conversión : (Kcal/seg) (5.692) = HP}$$

$$\text{Potencia } P = (14.3987/60) \text{ Kcal/seg (5.692)} = 1.365 \text{ HP}$$

Según la página 141 tenemos un factor de servicio de 1.75.

$$\begin{aligned} \text{Potencia requerida} &= \text{Potencia calculada} \times F_s = 1.365 \times 1.75 = \\ &= 2.39 \text{ HP.} \end{aligned}$$

Seleccionamos un compresor de 3 HP.

Ajustando los cálculos:

$$m = \frac{\text{Potencia}}{Q_{\text{comp.}}} = \frac{3 \text{ HP} \times 10,688 \text{ cal/min-HP}}{4.1 \text{ cal/gr}} = 7,820.48 \text{ gr/min.}$$

Capacidad teórica del equipo

$$C = m \times \text{ER} = 7820.48 \times 27 = 211,153 \text{ cal/min} = 12,669.18 \text{ Kcal/hr}$$

$$\text{Capacidad en tons} = 211,153 / 50,400 = 4.19 \text{ Tons.}$$

Coficiente de performance

$$\text{Cof} = \text{ER}/\text{Q comp.} = 27/4.1 = 6.585$$

Evaporador del circuito de Ultrafrío

Dicho evaporador como ya se explicó anteriormente, se encargará de condensar las partículas de agua y humedad (vapor de agua) existentes dentro de la cámara de Liofilización.

Dicho serpentín construido en tubería de acero, debe tener la capacidad suficiente para retener la máxima cantidad de agua para la cual se selecciona o se proyecta un equipo, que en nuestro caso es de 20 Kg. de agua.

La temperatura a la cual se encuentra el refrigerante 13- al llegar al evaporador es del orden de los -75 Centígrados.

Dentro de la cámara tenemos entonces vapor de agua saturado a la temperatura de -45 centígrados, el cual va a ser absorbido por el evaporador condensador mediante el vacío generado, es decir que escapará como vapor saturado, luego se condensará y se escarchará a toda la superficie del Evaporador-Condensador bajando su temperatura hasta -75°Centígrados.

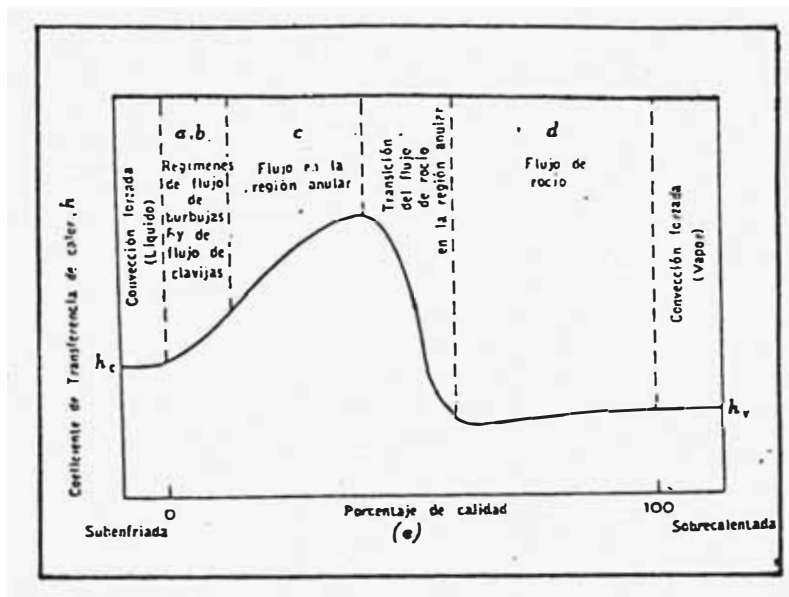
Esto en igual forma ocurrirá con el aire existente dentro de la cámara de Liofilización.

Ebullición y Vaporización en convección forzada

En la mayoría de las situaciones prácticas, un fluido a una temperatura inferior a su punto de ebullición y a la pre

si3n del sistema, entra a un conducto hasta que progresivamente ocurre la vaporizaci3n.

Se muestra esquemáticamente lo que ocurre dentro de un conducto en el que se vaporiza un fluido.



La parte e de la figura es una gráfica cualitativa sobre la que se ha dibujado, como una función de la calidad local, el coeficiente de transferencia de calor en una posición específica (a pesar del número de grandes investigaciones experimentales y analíticas que se han dirigido al área de vaporización en la convección forzada, no es posible predecir cuantitativamente todas las características de este proceso, esto es debido al gran número de variables de lo que depende el proceso y a la complejidad de los diferentes patrones de flu-

jo que ocurren en dos fases, así como a la calidad de la mezcla vapor-líquido definida como el porcentaje de la masa total que está en forma de vapor en un punto dado y que se incrementa durante la vaporización) como la calidad se empezará a incrementar desde la entrada, la ecuación:

$$\frac{hc}{C_p G} = 0,023 (u_f/D_h G)^{0.2} P_{rf}^{-2/3}$$

Donde u_f y P_{rf} se evalúan a las condiciones promedio de la película del fluido con T_f , definida como $T_f = 0.5(T_s + T_b)$ donde:

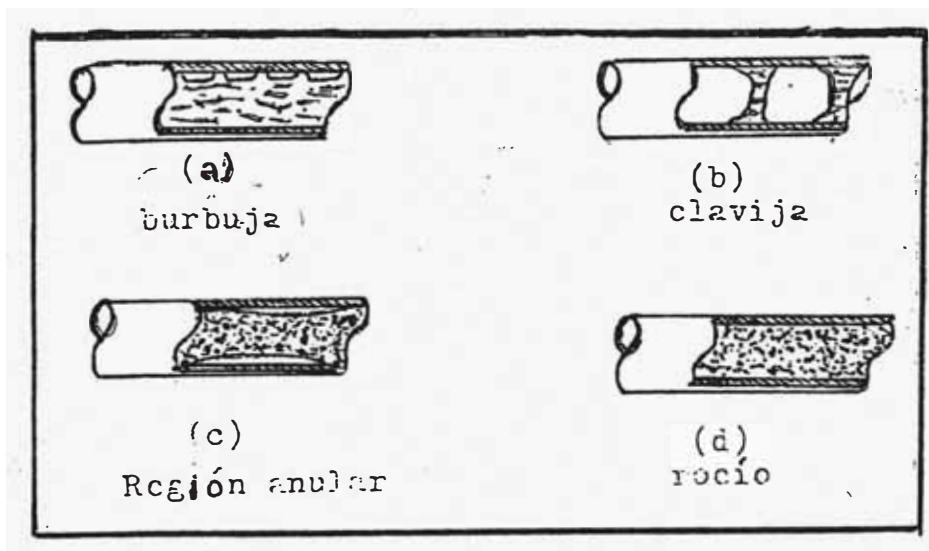
T_s = Temperatura de pared.

T_b = Temperatura promedio de la masa principal del fluido - donde $G = \rho V$, que es la velocidad de masa/pie² = Lbm/hr-pie², pudiendo así predecirse el coeficiente de transferencia de calor con precisión satisfactoria. Sin embargo a medida que la masa principal de fluido se incrementa hacia su punto de saturación, lo que generalmente ocurre a corta distancia de la entrada de un sistema diseñado para vaporizar el fluido, principiarán a formarse burbujas en los lugares donde se forman o reúnen los núcleos, los que serán llevados hacia la corriente principal como en el caso de los núcleos de ebullición en un recipiente. Este régimen conocido como el régimen de flujo de burbujas, se muestra esquemáticamente en la figura adjunta (a).

Dicho flujo de burbujas ocurre a muy baja calidad y con-

siste de burbujas individuales de vapor que entran al flujo principal a medida que se incrementa el volumen de vapor de la fracción las burbujas individuales comienzan a aglomerarse y forman clavijas o pequeños cilindros de vapor, aunque en este régimen conocido como régimen de flujo de clavijas - generalmente la fracción de masa de vapor es mucho menor que el 1% mientras que el 50% del fluido en el régimen del flujo de clavijas puede incrementarse apreciablemente (b).

Transferencia de calor con cambio de fase.



Régimenes de flujo

A medida que el flujo fluye a mayor distancia a lo largo del tubo y se incrementa la calidad, aparece un tercer régimen de flujo, conocido comunmente como régimen de flujo anular. En este régimen la pared del tubo se cubre con una película muy delgada del líquido y el calor se transfiere a -

través de la misma.

En el centro del tubo el vapor está fluyendo a una velocidad mayor y aunque puede haber un número de burbujas activas en los lugares de formación de los núcleos de la pared. El vapor se genera principalmente por vaporización en la cara intermedia líquido-vapor dentro del tubo y no por la formación de burbujas dentro del líquido anular.

Además del líquido anular en la pared hay una cantidad significativa de líquido dispersado como gotas en toda la parte central del vapor. El dominio de calidad para este tipo de flujo está afectado fuertemente por las propiedades del fluido y por la geometría, pero generalmente se piensa que la transición hacia el siguiente régimen de flujo conocido como régimen de flujo de rocío ocurre en calidades alrededor del 25% o mayores.

La transición desde el flujo anular al flujo de rocío es de gran interés, puesto que este es presumiblemente el punto en el que el coeficiente de transferencia de calor experimenta un decrecimiento marcado como se visualiza en el gráfico anterior, por lo tanto, este punto de transición puede ser la causa de un excesivo calentamiento en la vaporización por convección forzada, a menos que se reduzca el flujo de calor apropiadamente antes de que se encuentre esta condición.

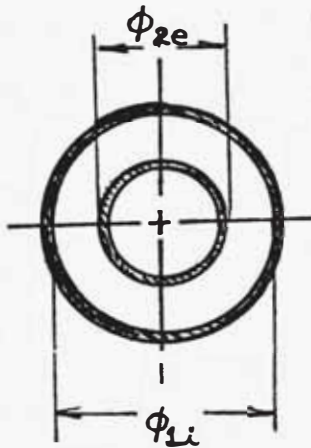
Cálculos para los Serpentes del circuito Ultrafrío e Intermediario: Serpentín Intermediario

Para líquidos o gases calientes o fríos en espacios anulares

El coeficiente pelicular para fluidos que fluyen a través de espacios anulares en intercambiadores de calor de tuberías concéntricas o dobles tuberías, en el cual el calor transferido es tomado del sitio entre el fluido que circula por la tubería interna y el fluido que va por el espacio anular, puede ser determinado mediante el uso de un diámetro equivalente igual a cuatro veces el radio hidráulico.

$$d_e = 4 \frac{A}{P} = 4 \frac{\text{Area de la sección transversal}}{\text{Perímetro mojado}}$$

En nuestro caso tenemos:



$$D \text{ equi.} = \frac{4 (\pi d_{1i}^2 - \pi d_{2e}^2)}{\pi d_{1i} + \pi d_{2e}}$$

$$D \text{ equi.} = d_{1i} - d_{2e}$$

Ø nominal Pulg.	Ø externo (d_{2e})	espesor cm.	Ø interno (d_{1i})	Area cm ²
1½	<u>4.2164</u>	0.356	3.50	9.65
2	6.0325	0.391	<u>5.25</u>	21.68

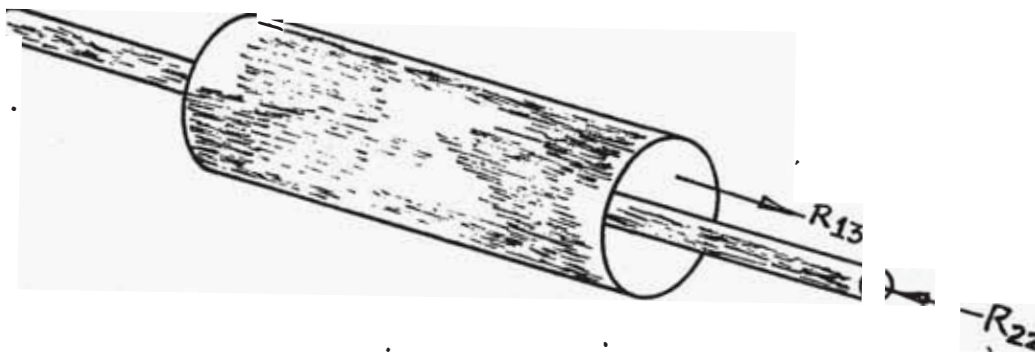
Tenemos así que nuestro diámetro equivalente será:

$$D \text{ equivalente} = 5.25 - 4.2164 = 1.0336 \text{ cm.}$$

Se prefiere que el fluido cuya temperatura es más cercana a la del medio ambiente esté en el espacio anular para reducir al mínimo la pérdida de calor, por tanto la disposición dada represente la mejor para un proceso de refrigeración.

Por el espacio anular pasará el R-13

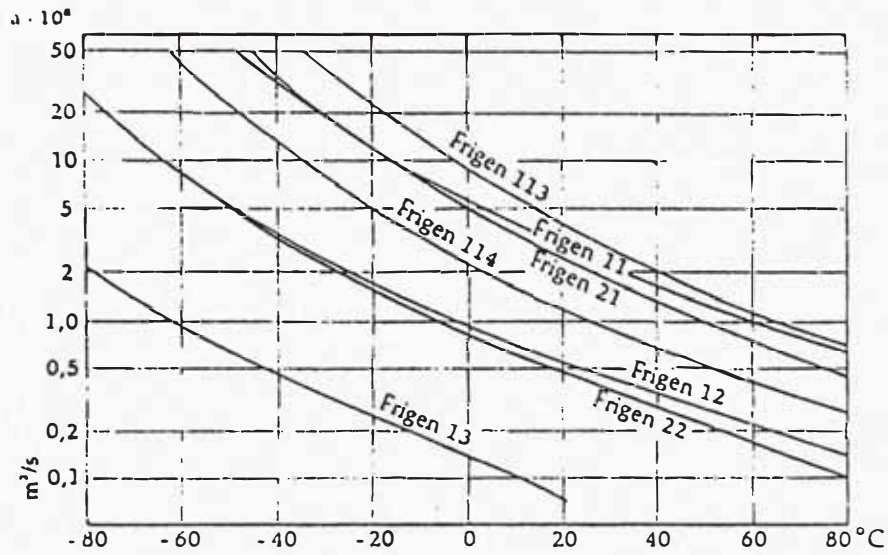
Por la tubería interna el R-22.



Según Davis y David para flujos de una mezcla vapor Líquido a través de tubos encontraban que mientras el líquido moje a la pared, la ecuación empírica permitirá calcular el coeficiente pelicular del R-22 en el serpentín intermedio.

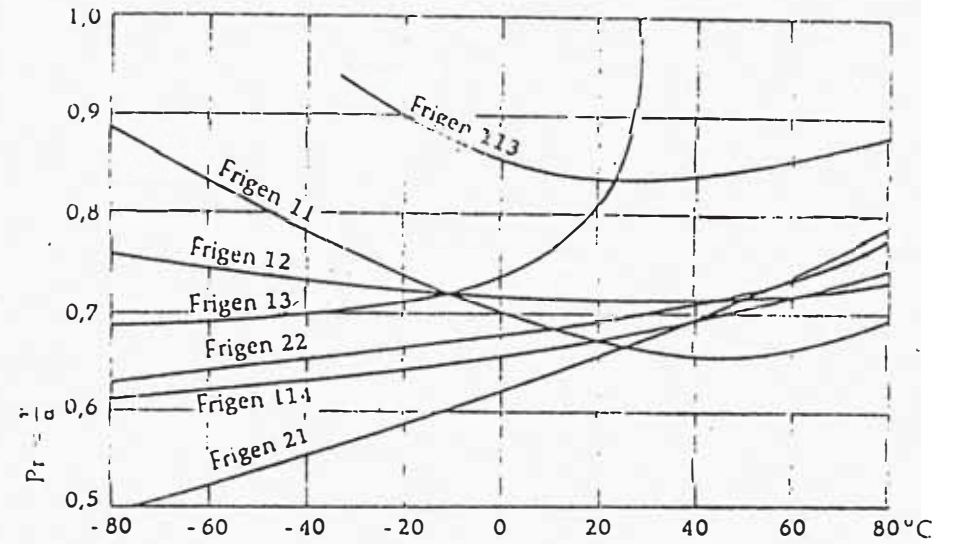
$$\left(\frac{hD}{K_1} \right) = 0.06 \left(\frac{l}{v} \right)^{0.28} \left(\frac{Dg_x}{u_1} \right)^{0.87} Pr_1^{0.4}$$

GRADIENTE DE TEMPERATURA ($\alpha \cdot 10^6$) Vapor (saturado)

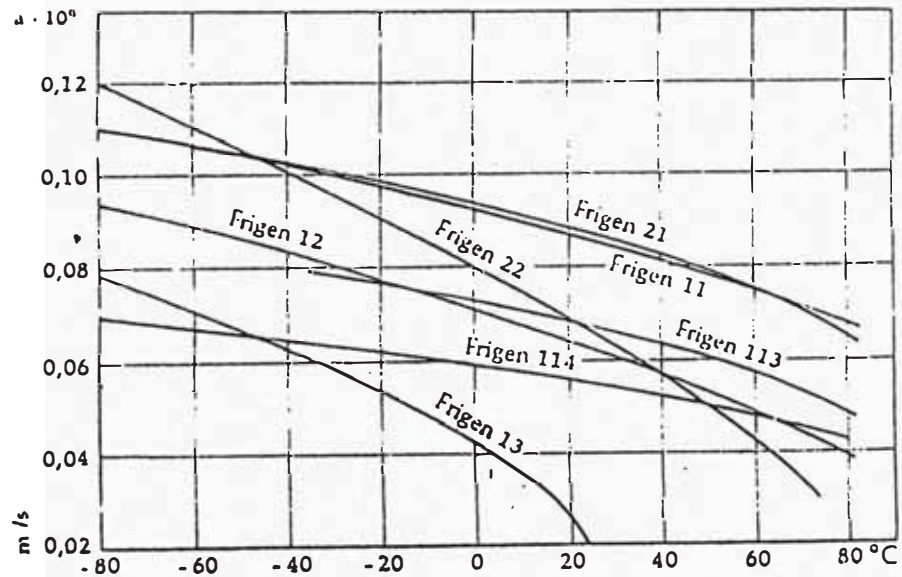


Vapor (saturado)

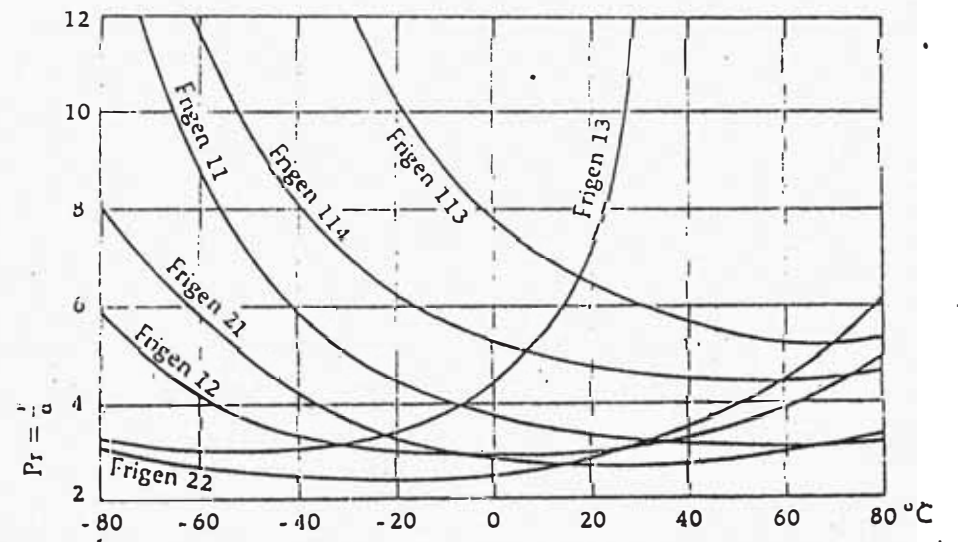
INDICE DE PRANDTL (Pr)



Líquido

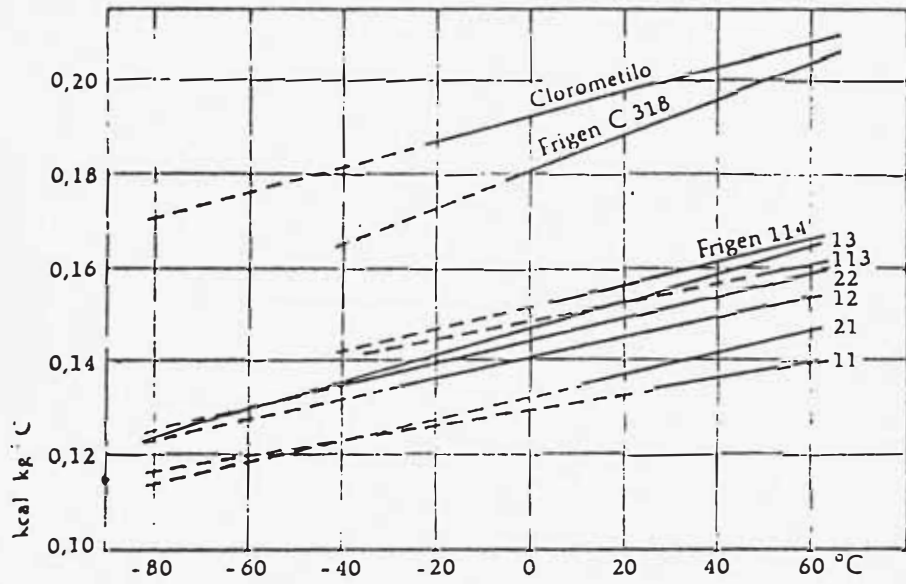


Líquido



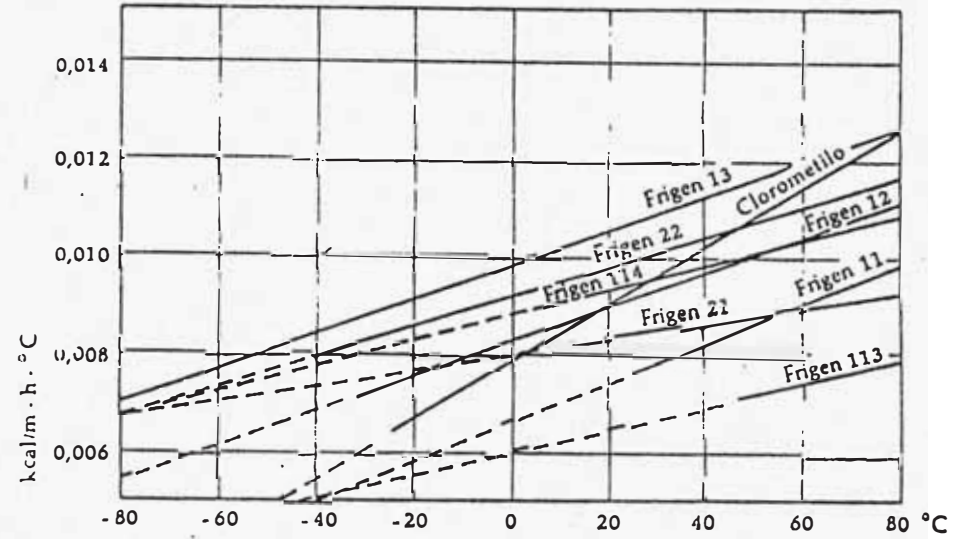
CALOR ESPECIFICO c

Vapor (1 atm)

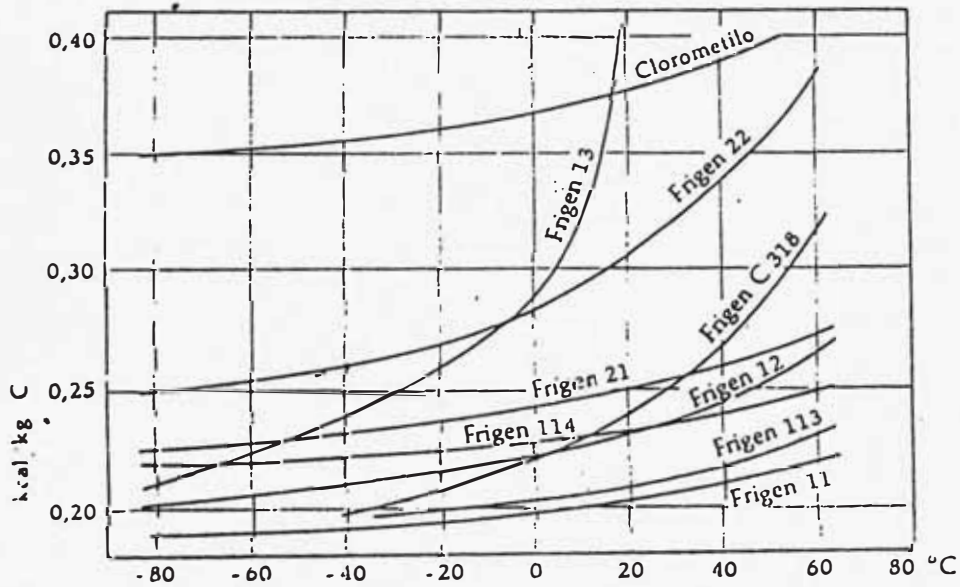


INDICE DE CONDUCTIBILIDAD TERMICA λ

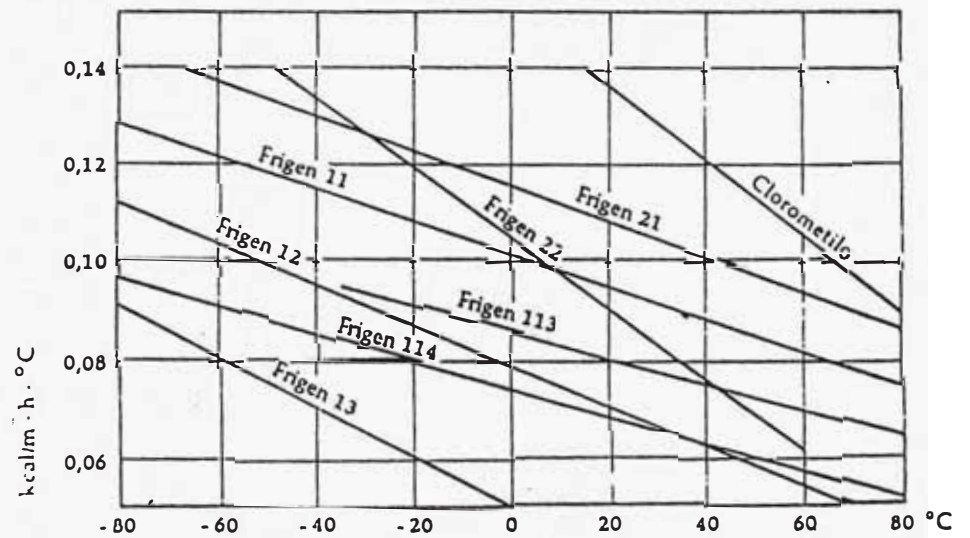
Vapor (1 atm)



Líquido



Líquido



Donde:

x = Calidad o fracción de la masa de vapor.

G = Flujo másico por unidad de área gr/seg-cm²

D = Diámetro en cm.

u - Viscosidad en gr/cm-seg.

ρ = Densidad gr/cm³

Pr = Número de Prandlt.

K = Conductividad térmica del líquido en Kcal/hr-mC.

Dicha fórmula nos permitirá calcular el coeficiente pelicular del refrigerante R-22 en el serpentín intermediario.

Cálculo del coeficiente pelicular (h) para el refrigerante 22 en Evaporación

De los gráficos y tablas adjuntas (pags. **154, 155**)

$$Pr_1 = 2.5$$

$$m = 52 \text{ gr/seg.}$$

$$K_1 = 0.135 \text{ Kcal/hr m C (-45 C).}$$

$$x = \text{Fracción de masa de vapor o calidad (0.5)}$$

$$C_p = 0.26 \text{ Kcal/Kg C.}$$

Conociendo que $Pr_1 = C_p u_1 / K_1$ obtenemos:

$$u_1 = 0.36 \times 10^{-2} \text{ gr/cm-seg. (-45 C)}$$

$$\text{Densidad del líquido} = 1.42532 \text{ gr/cm}^3$$

$$\text{Densidad del vapor} = 0.0039 \text{ gr/cm}^3$$

Tabulando los datos para reemplazarlos en la fórmula:

∅ nom.	∅ ext.	∅ int.	Area	G=m/A	$(DGx/u_1)^{0.87}$
Pulg.	Pulg.	cm.	cm ²	gr/cm-seg ²	
1½	1.66	3.5	9.65	5.388	941.46

$0.06 Pr_1^{0.4} (d_1/d_v)^{0.28}$	hD/K_1	h	$hs=1.2h$
			Kcal/hr cm ² C
0.451777	425.33	1640.55	1968.67

Cálculo del coeficiente pelicular para el refrigerante 13 en Condensación

Cuando los vapores se condensan sobre una superficie pueden hacerlo ya sea mediante condensación por gotas o mediante condensación de tipo de película.

Para tubos verticales la ecuación de KIRKBRIDE

$$h (u^2/K^3 d^2 g)^{1/3} = 0.0084 (W'/u D)^{0.4} \dots\dots\dots (1)$$

donde cada una de las propiedades físicas son evaluadas a la Temperatura de la película de condensado.

Se basa en la ecuación de Nusselt para coeficientes peliculares de condensación de vapor saturado puro en superficies verticales.

$$h = 0.943 (h_{fg} d^2 K^3 g/ N u (\Delta T))^{1/4} \dots\dots\dots (2)$$

Si $W'/uD = 1020$ ambas ecuaciones dan el mismo valor.

Si W'/uD mayor que 1020 utilizar ecuación 1

Si W'/uD menor que 1020 utilizar ecuación 2

$$W' = \dot{m} = 130.34 \text{ gr/seg.} = 469.224 \text{ Kg/Hr.}$$

$$K_1 (-40 \text{ C}) = 0.07 \text{ Kcal/m h C.}$$

$$\text{densidad del líquido} = 84.1 \text{ Lb/pie}^3 = 1348.4 \text{ Kg/m}^3$$

$$g = 1.27 \times 10^8 \text{ m/hr}^2$$

$$C_p = 0.24 \text{ Kcal/Kg C.}$$

$$Pr_1 = 3.2$$

$$D = 1.0336 \times 10^{-2} \text{ m}$$

Cálculo de u_1

$$Pr_1 = C_p u_1 / K_1 \dots\dots\dots u_1 = 0.934 \text{ Kg/m Hr.}$$

Cálculo de W'/uD

$$W' / uD = 469.224 / 0.934 \times 1.0336 \times 10^{-2} = 48,639.7$$

Utilizaremos la ecuación 1:

$$h/K (u^2/d^2g)^{1/3} = 0.0084 (W'/uD)^{0.4} = 0.63$$

Reemplazando valores

$$h/K (0.934^2/1348.4^2 \times 1.27 \times 10^8)^{1/3} = 0.63$$

$$h = 40,450.42 \text{ K.}$$

$$h = 2,831.53 \text{ Kcal/m h}^2 \text{ C}$$

Para serpentines de éste tipo tenemos que:

$$h_{\text{Serpentín}} = (1 + 3.54 d/d_o) h_{\text{tubo.}}$$

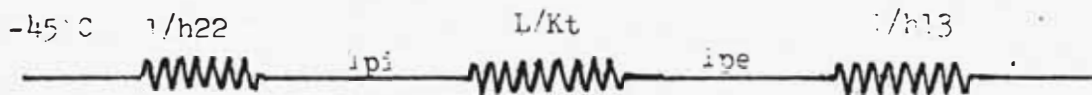
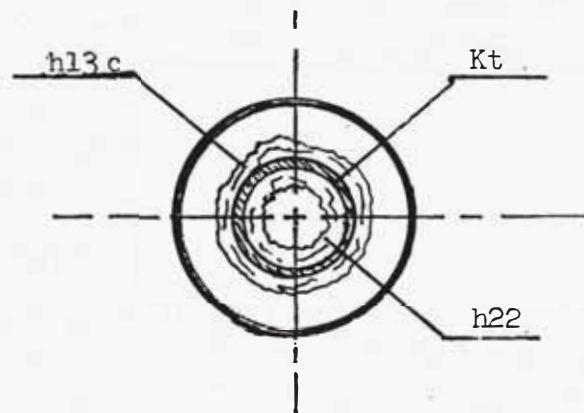
$$h_s = (1 + 3.54 \times 2.0669/20") 2831.53$$

$$h_s = 3,867.5 \text{ K cal/m h}^2 \text{ C.}$$

d = diámetro interior de la tubería o tubo = 2.0669"

d_c = diámetro del serpentín = 20"

Cálculo de la longitud del serpentín intermediario



Datos:

$$R_1 = 1.75 \times 10^{-2} \text{ m}$$

$$R_2 = 2.1082 \times 10^{-2} \text{ m}$$

$$h_{22} = 1968.67 \text{ Kcal/m h}^2 \text{ C}$$

$$h_{13} = 3867.5 \text{ Kcal/m h}^2 \text{ C}$$

$$X_t = e = 0.3582 \text{ cm} = 35.82 \times 10^{-4} \text{ m}$$

$$K_t = 38.9 \text{ K cal/m h C}$$

$$Q = m_{13} \Delta h_{13} = m_{22} \Delta h_{22} = 109,220 \text{ cal/min} = 6553.2 \text{ Kcal/Hr.}$$

Consideraremos una variación de 5 grados centígrados.

$$1/AU = 1/2 \eta R_1 L h_{22} + \ln R_2/R_1 / 2\pi K_1 L + 1/2 \eta R_2 L h_{13}$$

Reemplazando los datos llegamos a:

$$AU = 136.46 L$$

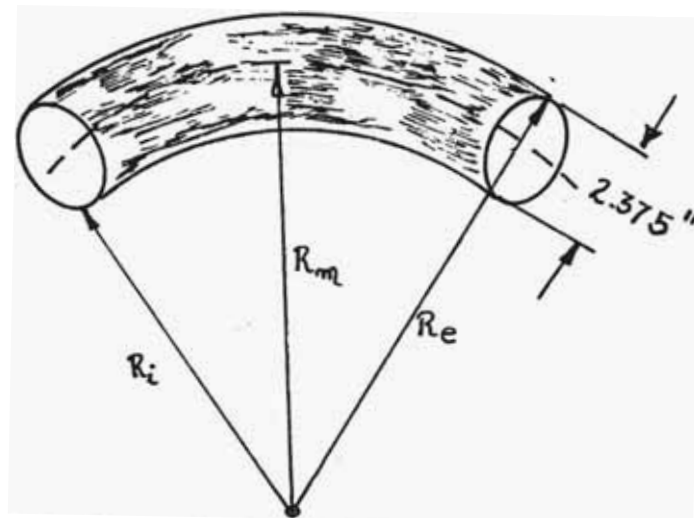
$$Q = AU \Delta T = 136.46 L \times 5 + 682.3 L$$

Tenemos que:

$$L = 6553.2/682.3 = 9.6 \text{ metros.}$$

Cálculo del tamaño del Serpentín

Se ha considerado un diámetro de 20" externo para el cálculo del coeficiente pelicular del R13, por lo tanto tenemos que:



$$R_i = R_e - 2.375''$$

$$R_m = (R_i + R_e) / 2$$

$$R_i = 20'' / 2 - 2.375'' = 7.625''$$

$$R_m = (7.625 + 10) / 2 = 8.8125''$$

Longitud de la circunferencia considerando el radio medio:

$$L_c = 2 \pi R_m = 2 \pi (0.8125") = 55.37" = 140.64 \text{ cm} = 1.4064 \text{ m}$$

El número de espiras estará dado por:

$$\text{Número de espiras} = \frac{\text{Longitud del tubo}}{\text{Longitud de la circunferencia}}$$

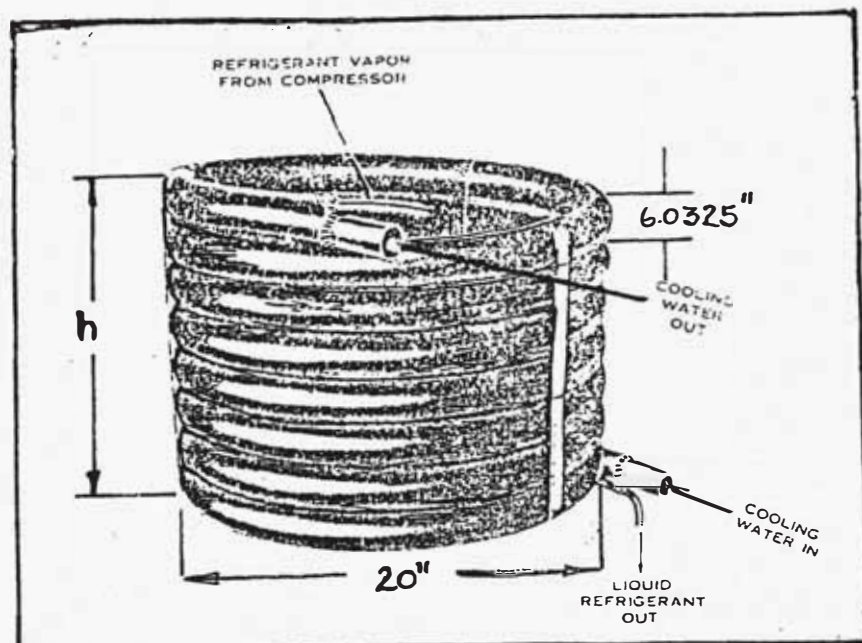
$$\text{Número de espiras} = \frac{9.6\text{m}}{1.4064 \text{ m}} = 6.857 \text{ espiras}$$

por lo tanto consideraremos un número de espiras igual a 7

$$N.e = 7$$

Por lo tanto la altura del serpentín intermediario será de:

$$H \text{ del Serpentín} = 7 \times 6.0325 = 42.23 \text{ cm.}$$



Cálculo del serpentín evaporador del circuito de Ultrafrío

Para realizar este cálculo también nos basamos en la fórmula:

$$hD/K_1 = 0.06 (d_1/d_v)^{0.28} (DGx/u_1)^{0.87} Pr_1^{0.4}$$

la cual nos permitirá calcular el coeficiente pelicular del R13 dentro del serpentín evaporador-condensador de humedad de la cámara de Liofilización.

Consideraremos diversos diámetros de tubería para realizar la selección del tamaño más adecuado.

Datos para el R13

°
 $M = 130.34 \text{ gr/seg.}$

$$Pr_1 = 3.1$$

$$\text{densidad del líquido} = d_1 = 94.4 \text{ Lb/pie}^3 = 1.5135 \text{ gr/cm}^3$$

a - 112 F

$$\text{Densidad del vapor} = d_v = 0.00786 \text{ gr/cm}^3$$

$$K (-80C) = 0.09 \text{ Kcal/mhC.}$$

$$C_p = 0.21 \text{ Cal/grC.}$$

$$\text{Cálculo de } U_1 \dots\dots\dots Pr_1 = C_p u_1 / K_1$$

$$u_1 = 0.37 \times 10^{-2} \text{ gr/cm}^2\text{seg.}$$

calidad del vapor x = 0.25 del diagrama.

Cálculo de h

\emptyset nom	\emptyset ext	\emptyset int.	A	G=m/A	$(DGx/u_1)^{0.87} \left[(d_1/d_v)^{0.28} Pr_1^{0.4} \right]^{0.06}$	
Pulg.	pulg.	cm.	cm ²	gr/seg cm ²		
3/8	0.675	1.2525	1.232	105.8	2743.1	0.4145
1/2	0.840	1.48	1.96	66.5	2241.6	0.4115
3/4	1.050	2.1	3.46	37.67	1751.1	0.4115
1	1.315	2.66	5.57	23.4	1421.46	0.4115
1¼	1.66	3.505	9.65	13.5	1119.8	0.4115

hD/K_1	h	$H_s = hx1.2$
1128.8	8111.1	9733.36
922.4	5254	6305
720.58	3088.2	3705.84
584.94	1979.1	2375
460.8	1183.2	1419.87

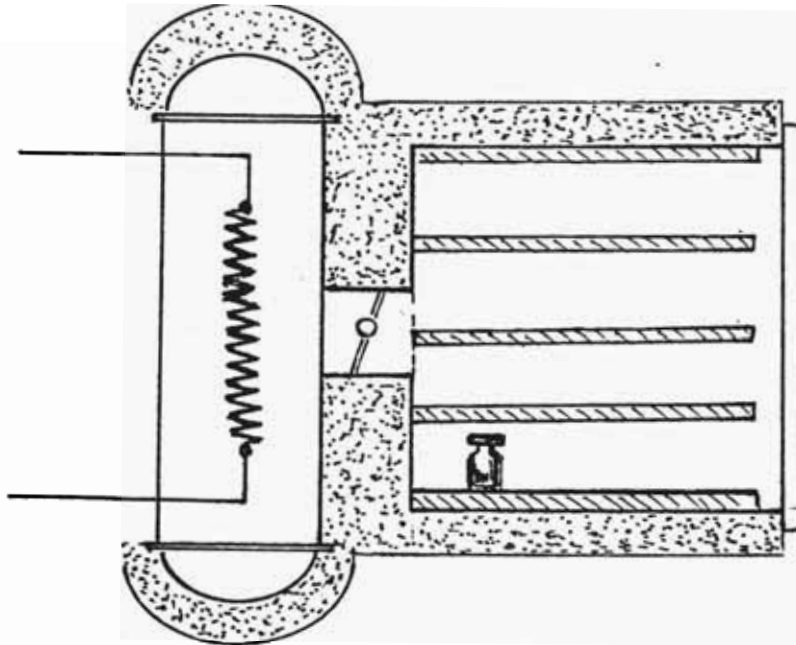
Para líquidos fríos o calientes dentro de serpentines, el valor aproximado del coeficiente pelicular puede ser determinado por la ecuación.

$$h_s = 1.2 \times h_{\text{tubo}}$$

Donde h_{tubo} , se calcula de la fórmula anterior.

En el esquema adjunto mostraremos la cámara de Liofilización y el condensador por el cual el refrigerante 13 circulará y después de realizar el proceso de expansión, comenzará a atrapar a todas las partículas de vapor de agua existentes

en el ambiente dentro de la cámara, dentro del cual existe una mezcla de aire húmedo con vapor de agua.



Masa del aire existente dentro de la cámara = 491.4 gr.

Masa de vapor de agua = 20 Kg.

Entalpía del aire húmedo a $T = -45^{\circ}\text{C} = 411 \text{ R}$

$$\dots h_{-45} = 98.1645 \text{ Btu/lbm.}$$

Entalpía del aire húmedo a $T = -75^{\circ}\text{C} = 357 \text{ R}$

$$\dots h_{-75} = 83.096 \text{ Btu/lbm.}$$

La variación de entalpía es:

$$\text{Dif. } h_{\text{aire}} = 15.0685 \text{ Btu/lbm} = 8.372 \text{ cal/gr.}$$

El calor absorbido por el aire será:

$$Q_1 = m \Delta h = 491.4 \text{ gr} \times 8.372 \text{ cal/gr} = 4114 \text{ cal.}$$

El calor absorbido por el serpentín en atraer a todo el vapor de agua existente en el ambiente lo obtenemos de:

$$Q_2 = m h_w$$

Donde h_w es la entalpía de sublimación.

$$h_w = 2,840.04 \text{ Joules/Kg } (-75C)$$

$$h_w = 678.46 \text{ cal/gr.}$$

El calor absorbido será:

$$Q_2 = m \cdot h_w = 20,000 \text{ gr} \times 678.46 \text{ cal/gr} = 13,569,200$$

$$Q_2 = 13,569.2 \text{ Kcal.}$$

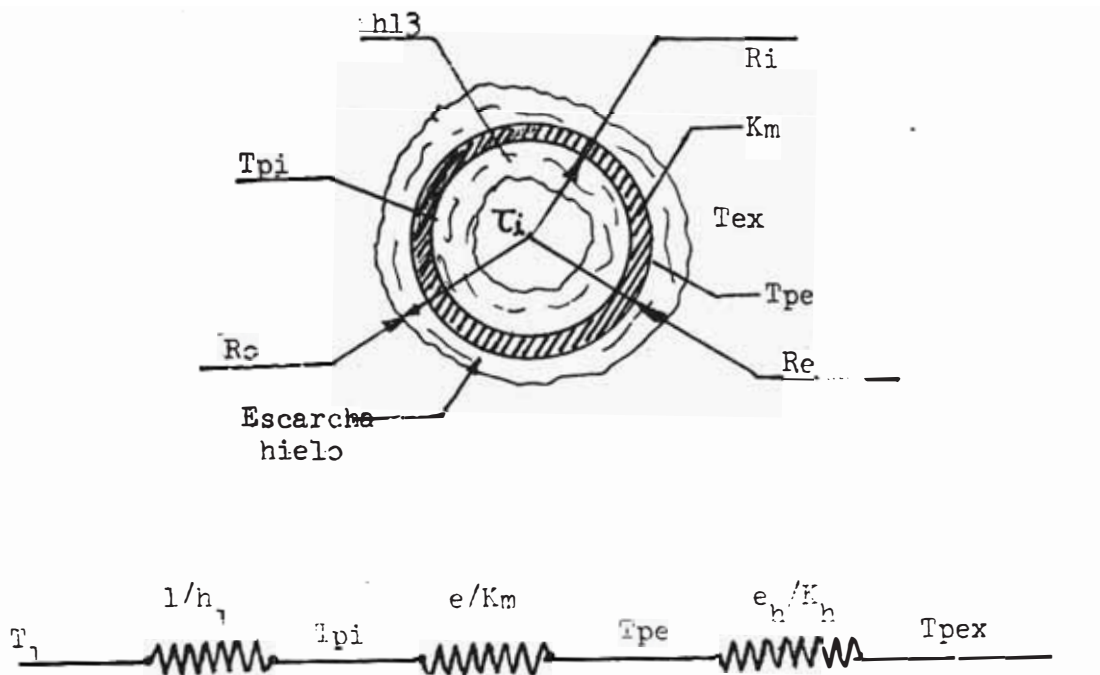
$$Q_t = Q_1 + Q_2 = 4,114 + 13,569.2 = 13,573.24 \text{ Kcal.}$$

Cálculo del coeficiente global de transferencia de calor - considerando:

1. Que inicialmente el serpentín se encuentra libre de escarcha.
2. Que al término del proceso, este se encuentra completamente lleno de escarcha de hielo con un espesor aproximado de hielo de 1.5 cm, según las experiencias observadas.

Consideraremos por lo tanto una resistencia promedio de escarcha de hielo de un espesor igual a 1 cm., a lo largo de todo el serpentín uniformemente.

tenemos así:



Datos

Seleccionaremos dos diámetros diferentes de tubería para realizar el cálculo correspondiente de la longitud de la tubería del mismo. Trabajaremos con diámetros de 1" y 1¼".

Ø 1"

Ø 1¼"

$$h_1 = 2375 \text{ Kcal/h m}^2 \text{ C}$$

$$h_1 = 1419.87 \text{ Kcal/h m}^2 \text{ C}$$

$$R_i = 1.33 \times 10^{-2} \text{ m}$$

$$R_i = 1.7525 \times 10^{-2} \text{ m}$$

$$R_e = 1.67 \times 10^{-2} \text{ m}$$

$$R_e = 2.1082 \times 10^{-2} \text{ m}$$

$$K_m = 38.9 \text{ Kcal/h m C}$$

$$K_h = 1.28 \text{ Btu/hr pie F} = 1.905 \text{ Kcal/hr m C}$$

radios para el espesor de hielo

$$\begin{aligned} R_o &= 1.67 \times 10^{-2} + 0.01 \text{ m} = & R_o &= 2.82 \times 10^{-2} + 0.01 \text{ m} = \\ &= 2.67 \times 10^{-2} \text{ m} & &= 3.1082 \times 10^{-2} \\ R_e &= 1.67 \times 10^{-2} \text{ m} & R_e &= 2.1082 \times 10^{-2} \text{ m} \end{aligned}$$

De la fórmula

$$1/AU = 1/2 \pi R_i L h_{13} + (\ln R_e/R_i)/2 \pi K L + (\ln R_o/R_e)/2 \pi K_h L$$

Donde reemplazando los datos para $\emptyset = 1''$ tenemos:

$$AU = 22.15 \text{ L}$$

Y reemplazando los datos para $\emptyset = 1\frac{1}{4}''$ tenemos que:

$$AU = 25.26 \text{ L}$$

En consecuencia tenemos:

$\emptyset = 1''$	$\emptyset = 1\frac{1}{4}''$
AU = 22.15 L	AU = 25.26 L

También el tamaño del serpentín depende del tiempo en el cual se desee extraer todo el vapor de agua que se encuentre dentro de la cámara de Liofilización.

Como el equipo en cuestión es un EQUIPO EXPERIMENTAL proporcionaremos diferentes tiempos de erradicación del aire húmedo y vapor de agua con lo cual tendremos diferentes longitudes de tuberías y por ende diferentes tamaños de serpentines, dentro de los cuales seleccionaremos uno de ellos.

Consideraremos un 10% en pérdidas por radiación del frío por lo tanto tenemos:

$$Q_T = 1.1 (Q_t) = 13,573.24 \times 1.1 \text{ K cal} = 14,930.65 \text{ K cal.}$$

Duración del Proceso (Hr)	Flujo de Calor Kcal/Hr
10	1,493.065
12	1,244.22
14	1066.47
16	933.17
18	829.5
20	746.53

Por otro lado es conveniente trabajar con un serpentín - seleccionado para una duración del proceso corto, ya que es te nos proporciona una mayor longitud y podemos continuar - con el proceso un período superior al ya escogido, para así estar completamente seguros de que toda la humedad del am - biente (dentro de la cámara de Liofilización) a sido erradi - cada casi en su totalidad.

Como $Q = A U \Delta T$ y considerando una variación de temperatu - ra de 5 grados centígrados tendremos diferentes longitudes - de tuberías para los diámetros seleccionados de 1" y 1½", - la tabla adjunta muestra las diferentes longitudes obteni - das para diferentes períodos o tiempos de duración del pro - ceso.

De la fórmula: $Q = A U \Delta T$ y conociendo que:

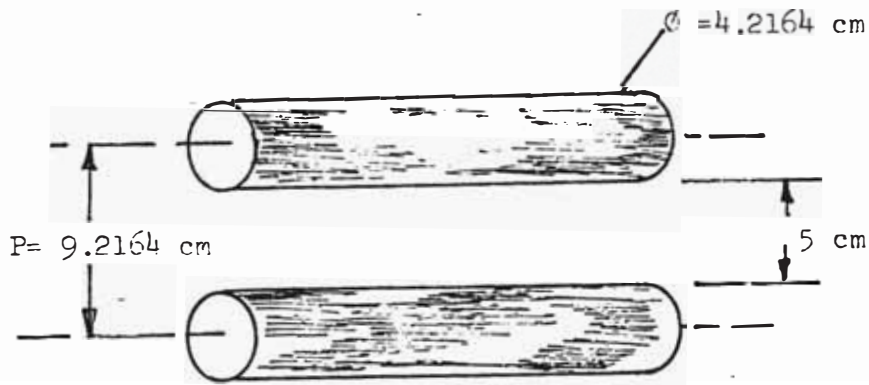
AU = 22.15 L para $\varnothing = 1''$

AU = 25.26 L para $\varnothing = 1\frac{1}{4}''$

Duración del Proceso (Hr)	Flujo de calor Kcal/hr	L= Q/110.75 $\varnothing= 1''$	L= Q/126.3 $\varnothing= 1\frac{1}{4}''$
10	1,493.065	13.48	11.82
12	1244.22	11.234	9.85
14	1066.47	9.63	8.444
16	933.17	8.425	7.388
18	829.5	7.49	6.567
20	746.53	6.74	5.91

Considerando que el proceso durará 10 horas y seleccionando una tubería de $1\frac{1}{4}''$ tendremos como longitud de tubería L = 11.82 metros.

Realizaremos un serpentín Helicoidal de 35cm de diámetro exterior y una separación entre espiras (de superficie a superficie) de 5 cm, tenemos así:



La longitud de una espira según el desarrollo de la hélices de:

$$Lc = \sqrt{(\pi d)^2 + p^2}$$

$$Lc = \sqrt{(3.1415 \times 35)^2 + (9,2164)^2} = 110.34 \text{ cm.}$$

El número de espiras será de:

$$\text{Número de espiras} = \frac{\text{Longitud total}}{\text{Longitud de espira}}$$

$$Ne = 11.82 \text{ m} / 1.1034 \text{ m} = 10.71 \text{ espiras.}$$

Consideraremos nuestro serpentín de 11 espiras.

La altura del serpentín será:

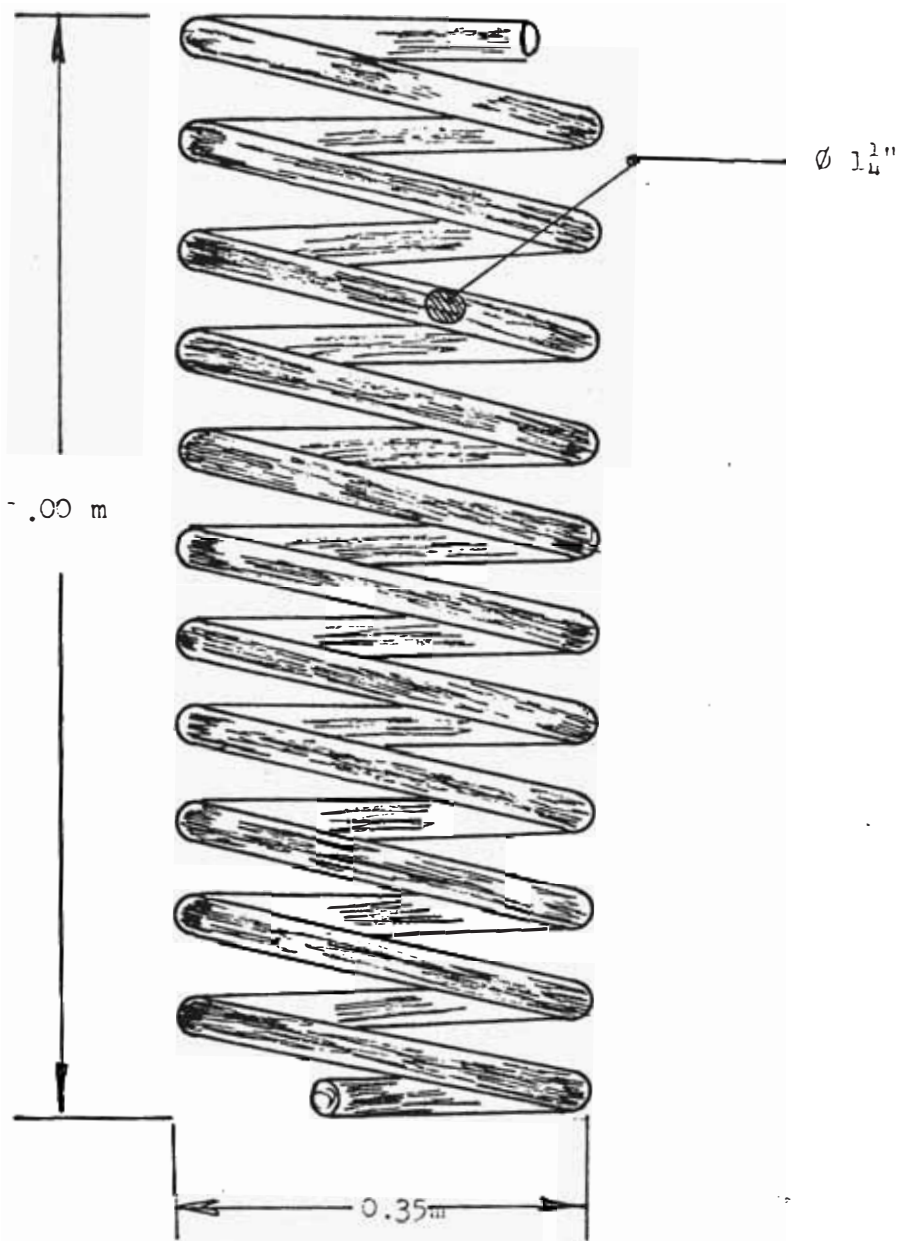
$$H = Ne (\emptyset) + N \text{espacios} (5) = 11(4.2164) + 10(5) = 96.38 \text{ cm.}$$

Por lo tanto nuestro serpentín tendrá:

$$\emptyset \text{ tubería} = 1\frac{1}{4}'' \quad \text{Altura del serpentín} = 1 \text{ metro}$$

$$\emptyset \text{ Serpentín} = 35 \text{ cm} \quad \text{Número de espiras} = 11.$$

Esquema del evaporador condensador del equipo Ultrafrío.



Una vez que existe un buen vacío dentro de la cámara de Liofilización empezamos a calentar los productos dentro de la misma, generalmente el producto debe de llevarse a una temperatura de +30C, que inicialmente se encuentra a una --

temperatura de -45°C , es en dicha trayectoria donde se realiza el proceso de la Sublimación y se da el proceso inverso a la misma a bajas presiones, el calor necesario para producir dicho incremento en la temperatura de los productos es suministrado por un banco de resistencias las cuales se encuentran internamente alojadas a las placas, el calor pues liberado por estas será el encargado de realizar la sublimación mientras que el serpentín mostrado realiza el proceso inverso a ella en el tiempo seleccionado que es de 10 horas pudiendo lógicamente tomarse un tiempo mayor que esté para tener la seguridad y certeza de que se ha realizado la misma en una totalidad del 90% al 95%.

Las resistencias pues se seleccionarán considerando que el calor por ellas liberado será absorbido por:

- Los estantes de aluminio
- Los frascos porta productos
- Las bandejas porta frascos
- Los tapones de caucho
- El producto propiamente dicho, en nuestro caso Agua
- El material de acero inoxidable que conforma a la cámara.

Diseñaremos a las resistencias para poder alcanzar una temperatura máxima de 80°C .

La finalidad de esto es de no colocar una sola resistencia en una placa o estante sino una serie de resistencias instaladas en paralelo, para garantizar una temperatura superior a 30 grados centígrados en caso de que alguna de

ellas se deteriore.

$$QT = Q_{ab/estantes} + Q_{ab/vidrio} + Q_{ab/bandejas} + Q_{ab/tapones} + \dots\dots\dots \\ \dots\dots\dots Q_{ab/H_2O} + Q_{ab/cámara}.$$

1) Calor absorbido por los estantes (por estante)

$$Q_{ab/estante} \text{ Mest. Ce Aluminio .Variación de } T = 32,130 \text{ Gr} \times \frac{0.215 \text{ cal}}{\text{gr C}} \\ \dots\dots\dots (80 - (-45))$$

$$Q_{ab/estante} = 863,493.75 \text{ cal/est.}$$

2) Calor absorbido por los frascos de vidrio

$$Q_{ab/Fcos \text{ Vidrio}} = \frac{(1080 \text{ fcos}}{\text{estante}} \times \frac{18 \text{ gr}}{\text{fco}}) 0.2 \text{ cal/grC} (80 - (-45))$$

$$Q_{ab/fcos \text{ vidrio}} = 486,000 \text{ cal/est.}$$

3) Calor absorbido por las bandejas

$$Q_{ab/bandejas} = 2 \text{ ban/est.} \times 1434.6 \text{ gr/ban} \times 0.215 \text{ cal/grC} (80 - (-45))$$

$$Q_{ab/bandejas} = 77,109.75 \text{ cal/est.}$$

4) Calor absorbido por los tapones

$$Q_{ab/tapones} = (1080 \text{ tap/est.} \times 1.750 \text{ gr/tap}) 0.45 \text{ cal/grC} (80 - (-45))$$

$$Q_{ab/tapones} = 106,312.5 \text{ cal/est.}$$

5) Q_{ab}/Agua = Q sublimación/estante = M agua/est. x hw

$$Q_{ab/Agua} = 5 \text{ Kg/est.} \times 678.46 \text{ cal/gr} = 5000 \text{ gr/est.} \times 678.46 \text{ cal/est.}$$

$$Q_{ab/Agua} = 3'392,300 \text{ cal/est.}$$

6) Calor absorbido por la estructura de la cámara

Q_{ab}/planchas de acero inox, (cámara)

$$Q = M C_e (\text{Variación de } T) = 36115 \text{ gr} \times 0.126 \text{ cal/gr } ^\circ\text{C} (80 - (-45))$$

$$Q_{ab}/P_1 = 568,811.25 \text{ cal.}$$

$$Q_{ab}/\text{correspondiente a cada estante} = 568,811.25/4 = 142,202.8125 \text{ cal/est.}$$

$$Q_{total} = 5'067,418.813 \text{ cal/est.}$$

Que será el calor que deberá disipar cada estante para poder calentar a los productos, considerando un 10% por pérdida de radiación, por lo tanto tendremos:

$$Q = Q_{total} \times 1.1 = 5'574,160.694 \text{ cal/est.}$$

Dicho calor debe ser liberado en un tiempo de 10 horas - mínimo, el flujo de calor por lo tanto será:

$$\dot{Q} = \frac{5'574,160.694 \text{ cal/est.}}{36000 \text{ seg.}} = 154.838 \text{ cal/est-seg.}$$

Sabiendo que 1 vatio = 0.24 cal/seg.

necesitamos entonces:

$$\text{Potencia (vatios)} = \frac{154.838 \text{ cal/est-seg}}{0.24 \text{ cal/seg.}} = 645.15 \text{ vatios/est.}$$

Como son 4 los estantes por calentar la potencia calorífica instalada en la cámara será de:

$$4 \text{ mts.} \times 645.15 \text{ vatios/est.} = 2580 \text{ Vatios.}$$

La selección será:

Potencia calorífica de la cámara : 2600 vatios.

Vatía je por estante : 650 vatios.

Disposición de las resistencias dentro de cada estante

Se colocarán 5 resistencias de 130 vatios cada una transversalmente al estante perpendicularmente a la puerta de vidrio.

Consideraremos que dichas resistencias trabajarán con voltaje de 12V, 24V y 36 Voltios máximo, los que serán suministrados por un auto transformador, tendremos también una resistencia variable que nos indicará mediante un amperímetro la cantidad de amperios que estamos suministrando para realizar el secado, considerando que las resistencias nunca trabajarán a su máxima capacidad.

Secado Final

Utilizamos para este fin una Bomba de Difusión (Bomba difusora) en la cual la base de la misma posee una resistencia para calefacción de la sustancia que trabaja con la misma, - que por lo general es altamente higroscópica y puede ser capaz de que sus vapores atrapen a la humedad residual de la cámara y productos.

Bombas de aceite de difusión

La clase más típica y la más empleadas de bombas de alto vacío, quedan siendo las bombas de vacío de difusión.

Las bombas de vacío fraccionarias, refrigeradas por agua-
enteramente metálicas, trietápicas y su carga de trabajo la
forma el aceite que trabaje dentro de ella; pudiendo ser:

Aceite silicónico de alto vacío.

Aceite de tipo mineral.

El vacío, alcanzable de las bombas de vacío de difusión -
se halla en la esfera de 10^{-7} Torr, que ya se ha explicado -
ampliamente en las páginas anteriores como en la parte de:
Fase de la Liofilización denominada Deseccación secundaria.

Cálculo de la resistencia que actúa bajo la bomba de difusión

Dicha resistencia sirve para llevar a la sustancia de -
trabajo dentro de la bomba de difusión a su punto de ebulli-
ción en un lapso de 30 minutos.

Sustancia de trabajo: GLICERINA

Ce = 0.561 cal/gr C

Punto de ebullición = 198.93 C

Densidad = 9.3 lbs/gal.

Considerando una cantidad de Glicerina de 1 galón dentro-
de la cavidad receptora del líquido en la bomba de difusión
tenemos:

Masa de Glicerina = $M=D \times V= 9.3 \text{ Lbs/Gln} (1 \text{ Gln}) = 9.3 \text{ Lbs.}$

Calor entregado por la resistencia:

T inicial = 23C

T final = 198.93 C 199C

$$Q = M C_e (\text{variación de } T) = 9.3 \text{ lbs} \times 453.4 \text{ gr/Lb} \times 0.561 \text{ cal/gr}^\circ\text{C} (199-23)^\circ\text{C}$$

$$Q = 416,332.2 \text{ Cal.}$$

Que deben ser liberadas en el tiempo de 30 minutos, por lo tanto el flujo de calor será:

$$\dot{Q} = 416,332.2 \text{ cal}/1800 \text{ seg.} = 231.3 \text{ cal/seg.}$$

como 1 vatio = 0.24 cal/seg.

La potencia calorífica será de: $231.3/0.24 = 963.73$ vatios.

Si consideraremos un 5% de pérdidas por radiación.

Potencia calorífica será = $963.73 \times 1.05 = 1001.8$ vatios.

Potencia disipada por la resistencia de la base de la bomba de difusión = 1000 vatios.

Bombas de vacío y de alto Vacío (de difusión)

Las bombas que producen los más altos vacíos son las bombas secundarias y/o bombas de difusión y requieren de una bomba de respaldo para manejar su descarga, es decir una bomba de vacío mecánica que trabaja entre la presión atmosférica y de 5 a 0.05 mm Hg; una reforzadora de vacío que funciona entre una descarga de 5 a 0.5 mm y una admisión de 0.5 a 0.01 mm Hg; y una bomba de alto vacío, generalmente una bomba de condensación que trabaja entre la descarga de 0.5 a 0.01 mm y una admisión de 10^{-4} a 10^{-7} mm Hg.

Reforzadores mecánicos de vacío

Una reciente innovación de la tecnología del vacío es el ventilador Roots o Connorsville, que se ha vuelto a diseñar por ingenieros alemanes para manipular grandes cantidades - volumétricas con bajas diferencias de presiones; trabajando sustancialmente sin lubricación, estas reforzadoras, vendidas por diferentes compañías tales como: Stokes, Leybold, - Kinney etc. están aplicándose cuando se desean transferir - grandes masas a presiones moderadas (10 a 0.01 mm de Hg).

Pasos para la selección de una bomba reforzadora de vacío

Las bombas de vacío son realmente el corazón de un sistema de vacío; pero a menos que se seleccione una bomba apropiada para el trabajo, la eficiencia sufrirá.- Para simplificar el proceso de determinar el tamaño más económico y el tipo de la bomba para el trabajo, se sugiere seguir estos - ocho pasos.

1. Determinación de las necesidades de vacío

Esto se hace utilizando los cálculos disponibles en - base a las fórmulas de manuales, datos teóricos y de catálogos o las curvas y pruebas de rendimiento hechas con sistemas de prototipos.

2. Determinación de la capacidad de flujo

Primero se usan las fórmulas de los manuales, las especificaciones de los catálogos etc, para determinar el-

volumen de aire libre que debe eliminarse por ciclo, entonces se multiplica el total por el número de ciclos de trabajo por minuto. Se usan los requisitos máximos del sistema tratando de obtener una capacidad nominal del 10 al 25% superior a la masa de aire que se necesite eliminar.

3. Determinación de la potencia y velocidad necesaria

La determinación de la potencia y la velocidad necesaria para satisfacer los valores del volumen y capacidad, después que se hayan identificado las tasas de flujo y niveles de vacío, es fácil calcular la potencia y velocidad de operación correctas.

Una regla general es que se necesita 1Hp por cada $0.5 \text{ m}^3/\text{min}$ ($20 \text{ pies}^3/\text{min}$) de aire bombeado. Los requisitos de velocidad pueden obtenerse de un catálogo una vez que se hayan establecido los requisitos de potencia.

Determinación de la T° del aire del ambiente en el lugar de trabajo

A más de 38°C (100°F) se debe escoger una bomba con capacidad nominal para una operación de vacío más alta para proveer enfriamiento externo.

Además hay que recordar que el funcionamiento a un alto vacío aumenta la temperatura interna de la bomba que puede ser el factor más limitador en la operación de una bomba.

5. Determinación de la presión atmosférica en el lugar de trabajo

La presión atmosférica afectará la capacidad de la bomba para determinar el aire libre que debe eliminarse del sistema; el volumen físico se multiplica por el valor del vacío creado (en Atmósferas); este valor a su vez se obtiene dividiendo el vacío del manómetro por la presión atmosférica.

6. Determinación de las necesidades de ciclos de trabajo

En general las bombas de trabajo pesado pueden funcionar continuamente a un vacío máximo.

Las bombas de trabajo liviano pueden funcionar a un vacío máximo solamente por períodos cortos. A menos del vacío máximo, las unidades de trabajo liviano pueden funcionar por un período prolongado.

7. Determinación de las necesidades de fuerza

Una bomba de vacío puede ser impulsada de varias maneras, por lo que la decisión debe basarse en consideraciones prácticas y económicas.

8. Verificación de las limitaciones de espacio

El espacio disponible para la bomba puede ayudar para determinar si la unidad debe ser una que tenga la propulsión mentada en el motor (más compacta) o una propulsión separada.

Bombas de arrastre por vapor

El principio del eyector de vapor ha sido aplicado a la producción de vapor de todos los grados conocidos de vacío. La bomba de arrastre puede ser de función primaria o secundaria. El gas o vapor sale por un surtidor o telera del eyector y pasa a través de una pequeña separación a un difusor o boquilla receptora.

Las moléculas del gas que se bombea, entran en la corriente y son arrastradas a través del difusor.

Se conocen dos clases de bomba de arrastre:

Las que utilizan fluidos estables con alta presión y alta velocidad (vapor de agua, vapor de mercurio, siliconas), en las que el vacío máximo es mejor que la presión de vapor del fluido condensado a la temperatura ambiente; y las que usan vapores enrarecidos de baja velocidad, procedentes de aceites relativamente inestables (Aceite Apiczón, Myvoil, Narcoil, Octoil y Octoil-S) en las que el vacío máximo es igual a la presión del vapor en el ambiente.

Es un eyector de vapor de agua de varios saltos se puede alcanzar una presión límite de 50u en cinco saltos, teniendo cada uno de ellos una relación de compresión de 6:1 a 8:1. El vacío máximo, que es de 400 a 500 veces menor que la presión de vapor de agua a 21°C, coloca a la bomba dentro de la primera clase. Un ejemplo de bombas de segunda clase es la de tipo eyector de aceite (vapor de aceite) más conocidas como:

Bombas de aceite para aumentar el vacío o reforzadores de vacío accionadas con vapor de aceite entre 0.07 y 0.35 Kg/cm² abs, las cuales producen vacíos de 10 a 100 u y descargan a una bomba impelente entre 1 a 5mm.

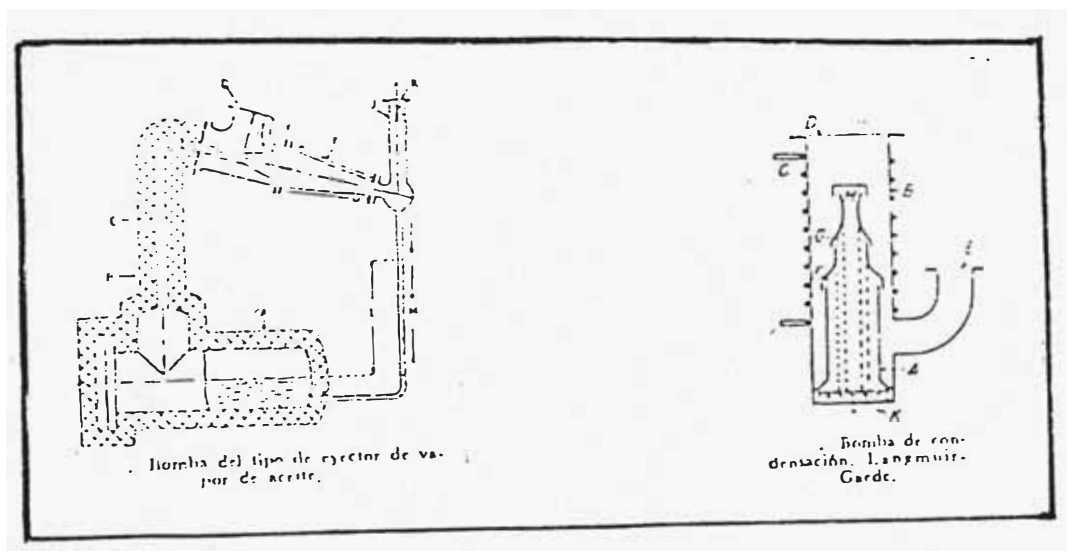
En la bomba que se ilustra el vapor procedente de la caldera calentada eléctricamente A (envuelta en aislamiento térmico B) asciende por el tubo C y pasa por el surtidor de la conexión múltiple de admisión, D. Después de sufrir una expansión en E entra en el difusor enfriado por agua F en el que se comprime y condensa y retorna por el tubo M a la caldera; las placas desviadoras J, impiden que el vapor escape al vacío previo, el cual está unida la bomba por la brida K. El fluido de trabajo es generalmente un producto del petróleo de alto punto de ebullición, que en evaporado bajo una presión absoluta ilustrada por la columna L de la columna de aceite de retorno.

La bien conocida bomba de condensación Langmuir Gaede emplea Mercurio o un aceite especial que hierva entre 150° y 200°C, entre 0.1 y 1.0 mmHg. El líquido es hervido en un recipiente, y el vapor forma corrientes al salir por una serie de boquillas o surtidores invertidos, arrastrando el gas de la parte superior y expeliéndolo por el tubo lateral hacia una bomba previa que establece un vacío previo de 0.05 a 0.10 mm. La bomba de condensación simple puede producir un vacío de 5×10^{-3} mm, a la temperatura ambiente con mercurio y de 5×10^{-6} mm, con Octoil.

La figura adjunta también nos muestra una bomba de condensación de tres surtidores, sin fraccionamiento de aceite.

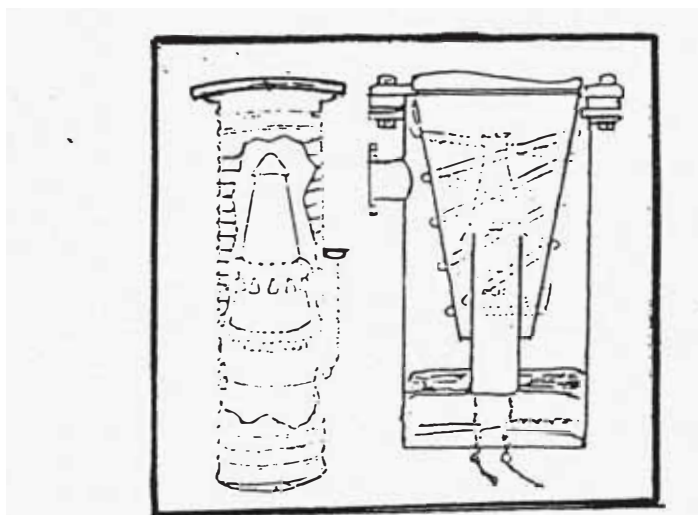
Posee tres superficies metálicas de revolución F,G y H - que descansan sobre el tubo A el cual se apoya en la caja B, y cuya parte superior es enfriada por agua mediante el tubo C; una resistencia eléctrica K esta en contacto con la base del recipiente que contiene el fluido de trabajo.

El vapor sale formando corriente por los tres surtidores - y barre el gas de D hacia la salida de E. El fluido condensado retorna al grupo de surtidores a través de agujeros situados en el extremo inferior ensanchado.



Se muestran así mismo otros tipos de bombas de alto vacío tales como la Stokes y la Hickman de difusión, la primera de surtidores múltiples en el que muchos pequeños surtidores en paralelo aumentan las zonas de arrastre, para conseguir el alto vacío.

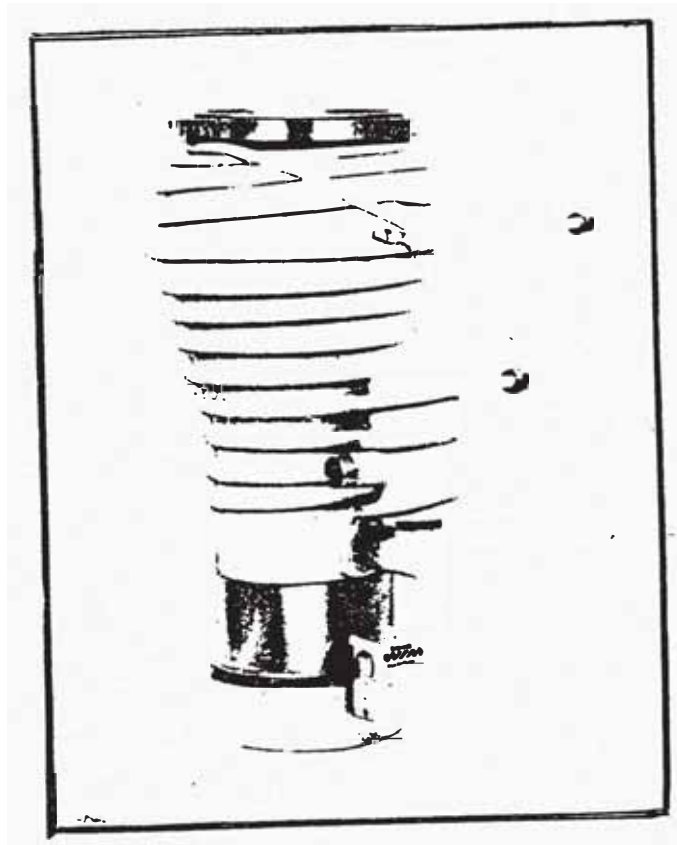
La segunda combina un difusor interno enfriado por agua - con un conjunto de surtidores extraordinariamente simple que tiene la característica adicional de un recipiente concéntrico dentro del cual el fluido de trabajo se recoge cuando la bomba es puesta a la presión atmosférica; aumenta la velocidad de bombas y la eficacia de su funcionamiento.



(a)
Bomba Stokes de difusión
con múltiples surtideros
en anillo

(b)
Bomba Hickman de difusión
del tipo Ever Ready (siem-
pre dispuesta)

Mostramos esquemas de bombas de difusión apropiadas para equipos de Liofilización tipo Langmuir-Gaede.



ESQUEMA DE UNA BOMBA DE ALTO VACIO PARA EQUIPO
DE LIOFILIZACION

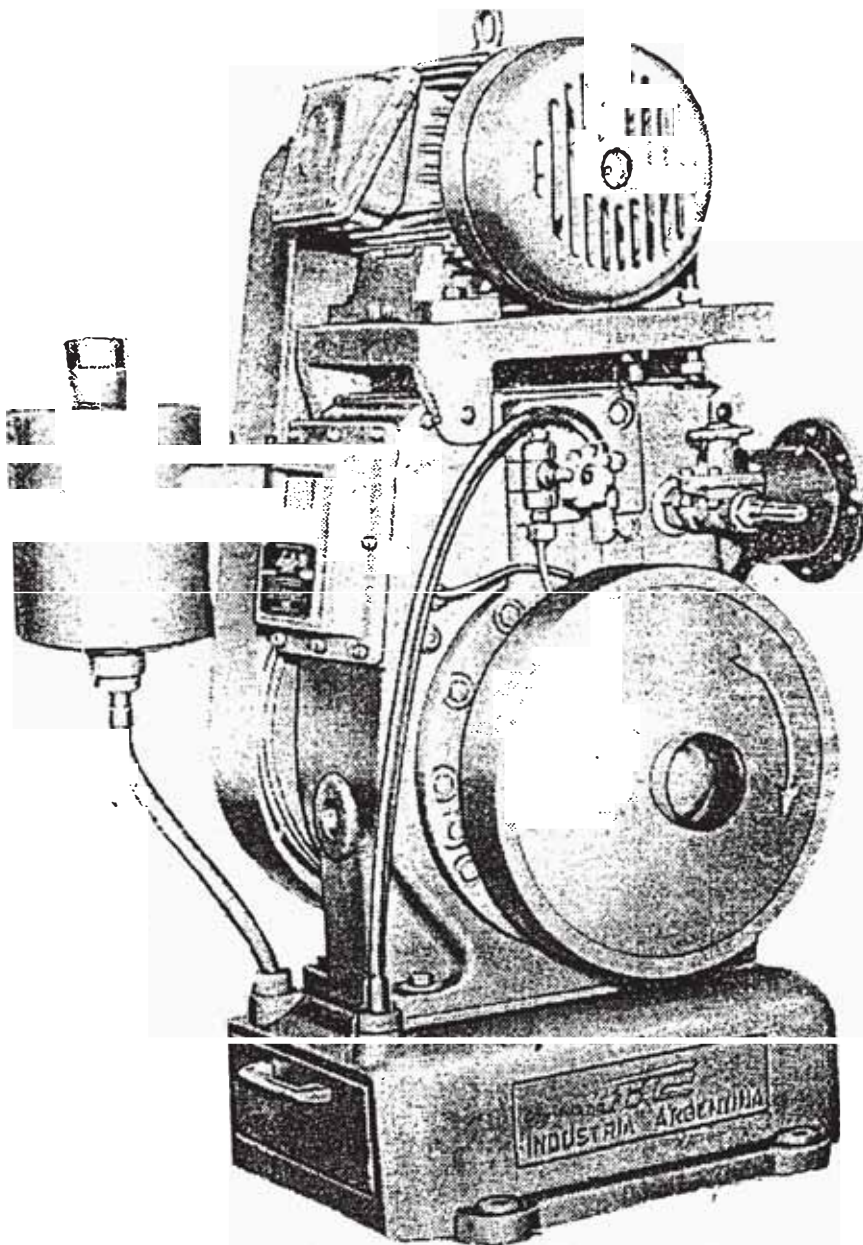


Tabla 1. Resultados de funcionamiento y usos de las bombas de alto vacío

Tipo	Potencia o energía necesaria	Intervalo de presión			Aplicaciones típicas	
		Presión previa (escape)	Presión afinada (admisión)			Capacidad de admisión
			Acoplado directo	Con sifón frío		
Mecánicas						
De movimiento alternativo, llenas de aceite	Accionadas a mano	Atm.	0.1 mm	50 cm ³ por seg.	Laboratorio, histórico
Rotatorias, llenas de aceite, de un salto	$\frac{1}{4}$ a 30 hp.	Atm.	0.05 mm	10 μ	0.5 - 400 l por seg.	Laboratorio e industrias. Bombas de vacío, en vacío una bomba de alto vacío.
Rotatorias, llenas de aceite, de dos saltos	$\frac{1}{4}$ a 30 hp.	Atm.	8 μ	0.1 μ	0.5 - 400 l por seg.	
Eyectores						
De agua	Carga de 15 a 30 m	Atm.	5 - 30 mm	0.045 a 0.45 Kg de aire por hr.	Laboratorio, bajo vacío
De agua + vapor, uno y dos saltos	Atm.	1 - 0.1 mm	Pequeñas unidades compactas
De vapor, un salto	3.5 a 35 Kg/cm ² abs.	Atm.	100 - 200 mm	0.45 a 4.5 Kg de aire por hr.	Industria pesada
De vapor, dos saltos	9 a 450 Kg/hr.	Atm.	10 - 100 mm	0.45 a 4.5 Kg de aire por hr.	
De vapor, tres saltos	300 a 19 000 l/hr.	Atm.	1 - 10 mm	0.45 a 4.5 Kg de aire por hr.	Deshidratación
De vapor, cuatro saltos	Condensación	Atm.	0.01 - 3 mm	10 ⁻⁴ mm	0.45 a 4.5 Kg de aire por hr.	Procesos industriales al vacío; hornos, alambiques
De vapor, cinco saltos	Agua	Atm.	1 μ - 0.5 mm	0.045 a 0.136 Kg de aire por hr.	
Refrigeradoras intermedias						
Ventiladores mecánicos	0.5 a 20 Kw	5-50 mm	10 ⁻² - 10 ⁻¹ mm	10 ⁻² mm	0.45 a 4.5 Kg de aire por hr.	Hornos, servicio duro
Eyectores de vapor de mercurio	0.5 a 20 Kw	5-250 mm	5 \times 10 ⁻²	10 ⁻² mm	1 a 300 l por seg.	Electrónica
Eyectores de vapor de aceite	1 a 10 Kw	1-15 mm	10 ⁻² - 2 mm	1 a 500 l por seg.	Hornos, etc.
Bombas de condensación difusión						
De mercurio, uno y dos saltos	0.2 a 2 Kw	0.3-3.0 mm	3 \times 10 ⁻² mm	10 ⁻² mm	1 a 1 000 l por seg.	Dispositivos electrónicos
De aceite, simple sustitución	0.1 a 1 Kw	0.05-0.15 mm	5 \times 10 ⁻² mm	10 ⁻² mm	1 a 20 000 l por seg.	Laboratorio
De aceite, sustitución múltiple, fraccionamiento	0.3 a 20 Kw	0.1-0.5 mm	5 \times 10 ⁻² mm	10 ⁻² mm	1 a 20 000 l por seg.	Aplicaciones universales del vacío
Bombas de absorbente metálico de alto vacío						
"Evaporación" de titanio	3 a 15 Kw	0.001 - 0.01 mm	10 ⁻⁴ - 10 ⁻² mm	1 000 a 3 000 l por seg.	Aceleradores de partículas
Sistema bien cerrado, absorbente en filamento	100 vatios	10 ⁻⁴ - 10 ⁻¹¹ mm	0.01 a 0.1 l por seg.	Investigación

Cálculo de la potencia de la bomba de vacío

Hay que tener presente el volumen de aire libre que se debe sea eliminar por minuto para realizar el cálculo correspon- diente; para ello consideramos las cámaras a las cuales estará aplicado practicamente todo el vacío, que vienen a ser:

Cámara de Liofilización

Tanque del condensador circuito ultrafrío.

Normalmente se considera un 25% más del aire a eliminar - para compensar en parte las fugas, tuberías y difusora.

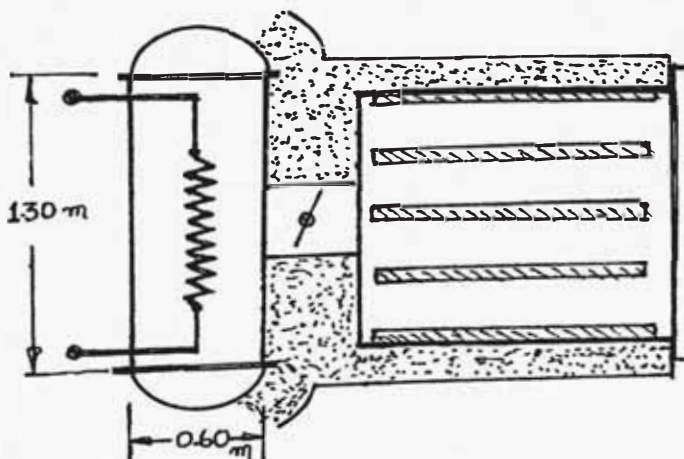
El tanque que contiene el condensador del circuito de ul-trafrío tiene por dimensiones:

$$H = 1.30 \text{ m.}$$

$$\varnothing = 0.60 \text{ m.}$$

Construido en plancha de fierro de 1/4" y forrado también con material aislante similar al de la cámara.

En el esquema adjunto se muestra la cámara de Liofiliza-ción unida al tanque condensador para el cálculo respectivo- del volumen de aire a eliminar.



Volumen de aire = Volumen de Cámara + Volumen del tanque del condensador

$$\begin{aligned} V_a &= 409,500 \text{ cm}^3 + \pi \frac{60^2}{4} \times 120 \text{ cm}^3 = \\ &= 409,500 \text{ cm}^3 + 339,292 \text{ cm}^3 = 748,792 \text{ cm}^3. \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volumen de aire a eliminar} = V_{ae} &= V_a \times 1.25 = 935,990 \text{ cm}^3 = 0.936 \text{ m}^3 = \\ &= 33 \text{ pies}^3 \end{aligned}$$

el que será evacuado en el lapso de un minuto.

$$\text{Caudal} = (\text{Velocidad de evacuación}) = 0.936 \text{ m}^3/\text{min.}$$

Normalmente se necesita 1 Hp por cada $0.5 \text{ m}^3/\text{min.}$

$$\text{Hp necesarios} = 0.936/0.500 = 1.872 \text{ Hp.}$$

Factores de servicio para transmisiones accionadas por motor eléctrico.

Para bombas	10Hr	24Hr
Rotativas	1.00	1.25

Seleccionamos el que tiene 1.25 puesto que el funcionamiento de la bomba de vacío será mucho mayor que 10hr.

$$F_s = 1.25$$

$$\text{Hp real} = \text{Hp necesarios} \times F_s = 1.872 \times 1.25 = 2.34 \text{ HP.}$$

El valor más próximo en el mercado para bombas de alto vacío es de 3 HP. así tenemos:

Bomba de alto vacío de potencia = 3 HP.

El caudal de aire eliminado será entonces:

$$Q = HP \times 0.5 \text{ mt}^3/\text{min} = 1.5 \text{ mt}^3/\text{min} = 90 \text{ mt}^3/\text{hr.}$$
$$= 1500 \text{ lit}/\text{min.}$$

Selección de la bomba difusora

Conociéndose el caudal de la bomba de vacío, procedemos a realizar la selección de la bomba de difusión, considerando que el caudal de una bomba de difusión debe ser entre 30 a 40 veces el caudal la bomba de alto vacío.

Así tenemos:

$$Q \text{ bomba de difusión} = 40 Q \text{ bomba de vacío.}$$

considerando una bomba de mayor caudal.

$$Q \text{ bomba de difusión} = 1500 \text{ lit}/\text{min} \times 40 =$$
$$= 60,000 \text{ lit}/\text{min} = 1,000 \text{ lit}/\text{seg.}$$

Por lo tanto tenemos:

Bomba de difusión Langmiur - Gaede

Resistencia de calefacción = 1000 vatios = 1 Kw

Caudal de la bomba = 1,000 lts/seg.

Conexión trifásica.

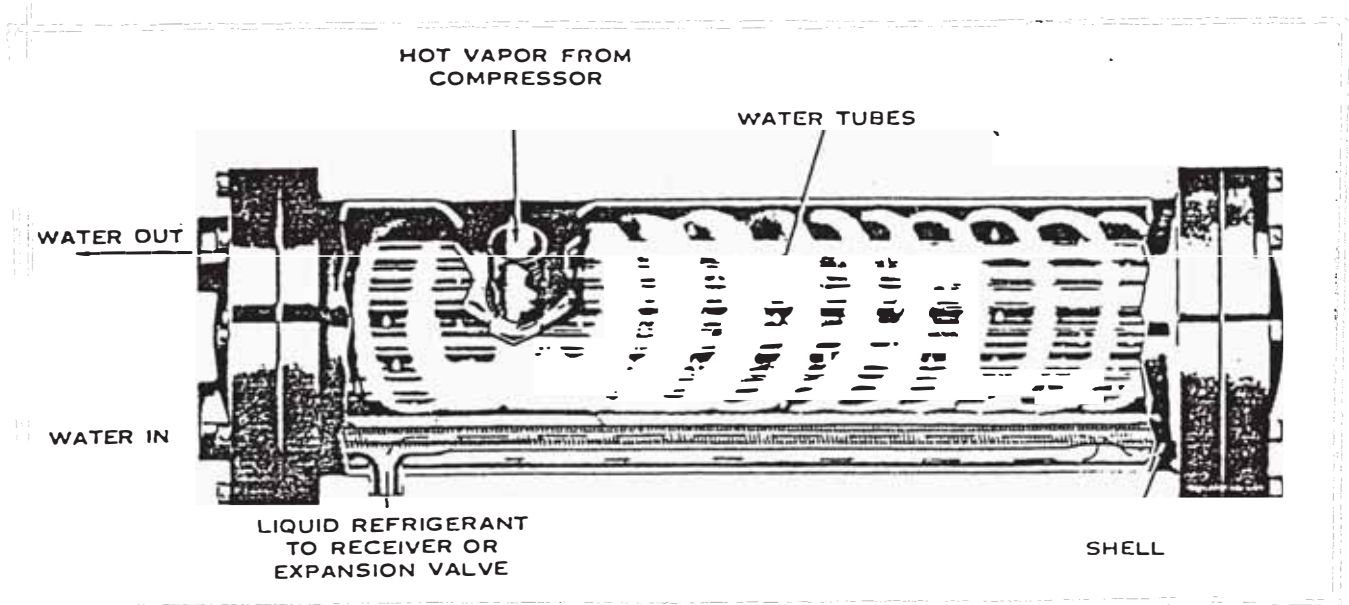
CAPITULO VII

SELECCION DE COMPONENTES

En el sistema de refrigeración del lado de baja en el circuito que se encarga de enfriar cámara y productos tenemos:

Moto compresor de baja, con una potencia de: 5HP

Intercambiador de baja (condensador) según esquema.



La cantidad de agua requerida para extraer el calor cedido por el refrigerante depende del incremento de temperatura

que se permita al agua.

El desarrollo de la discusión parte solamente con el problema de determinar la cantidad de agua requerida cuando el incremento permisible de temperatura del agua es conocido.

El método para determinar el peso de agua es:

Calor cedido por el refrigerante = Calor absorbido por el agua

$$Q = M_{\text{agua}} C_{e_{\text{agua}}} \Delta T$$

$$Q = m \times q \quad \text{donde } q = h_2 - h_3 = h_2 - h_4 = h_2 - h_f$$

$$q = 130 \text{ Btu/lb} - 36.158 \text{ Btu/lb} = 93.842 \text{ Btu/lb.}$$

$$Q = 93.842 \text{ Btu/lb} \times \frac{3119.67 \text{ gr}}{1/60 \text{ hr}} \times \frac{1 \text{ lb}}{435.6 \text{ gr}}$$

$$Q = 38,724.4 \text{ Btu/hr.}$$

Q = Calor transferido del refrigerante condensándose en el agua en Btu/hr.

m = peso del agua requerida en lb/hr.

ΔT = Diferencia de temperatura entre el agua de ingreso y salida del condensador.

El cambio en la temperatura del agua recomendado es de :

$$10^\circ\text{C} = 18^\circ\text{F}$$

Por decir, Temperatura de ingreso = 21 C

Temperatura de Salida = 31 C

Así tenemos:

$$38,724.4 \text{ Btu/hr} = m \text{ Lbs/hr} \times 18 \text{ Btu/lbm}$$

$$m = 2151.36 \text{ lbm/hr.}$$

1 galón de agua = 8.33 lbs agua.

$$V = \frac{2151.36 \text{ lbm} \times 1 \text{ gln.}}{8.33 \text{ lbm} \times 60 \text{ min.}} = 4.3 \text{ gln/min}$$

Componentes lado de baja

CANTIDAD	ELEMENTOS	N. ESQUEMA
1	Filtro secador de refrigerante	6
1	Separador de aceite	3
3	Válvulas tipo sin empaquetadura para tubería de refrigerante	17, 12 y 25
1	Válvula termostática R-22 T=-45C	15
1	Válvula de expansión R-22 T=-45C	16
1	Motocompresor Potencia = 5 HP	1
1	Intercambiador de calor (cond.)	5

Capacidad del lado de baja: 2.167 Tons.

Componentes del intermedio

CANTIDAD	ELEMENTOS	N. ESQUEMA
1	Válvulas tipo sin empaquetadura para tubería de refrigerante.	27
1	Válvula solenoide de enfriamiento	13
1	Válvula termostática a intermedio R-22	14

CANTIDAD	ELEMENTOS	N. ESQUEMA
1	Serpentín intermediario concéntrico de: H= 42.5 cm, Ø ext.= 20", Número - de espiras = 7, Ø tub. externa=2" y Ø tub. interna = 1¼".	11

Componentes lado de alta

CANTIDAD	ELEMENTOS	N. ESQUEMA
1	Motocompresor Potencia =3 HP	2
1	Filtro secador de Refrigerante	29
1	Separador de aceite	4
2	Válvulas del tipo sin empaquetadura para tub. de refrigerante.	28 y 19
1	Válvula termostática a condensador T=-75 a -80C	20
1	Válvula de expansión R-13 T=-80C	21
1	Serpentín evaporador del circuito de Ultrafrío con características: H = 1.00 mt. N. Espiras = 11 Ø tub.= 1¼" acero sin costura. Ø serpentín = 35 cm.	8

Sistema de vacío

CANTIDAD	ELEMENTOS	N. ESQUEMA
1	Bomba de vacío Potencia 3 HP Caudal Q = 1500 lt/min = 90m ³ /hr	10
3	Válvulas de alto vacío	22, 23 y 24

<u>CANTIDAD</u>	<u>EL EMENTOS</u>	<u>N. ESQUEMA</u>
1	Bomba de difusión Q=1000 lt/seg. tipo Langmuir-Gaede Potencia=1Kw	9

Instrumentación

<u>CANTIDAD</u>	<u>ELEMENTO</u>
1	Control de temperatura OMEGA de 10 posiciones para control de temperatura de: 4 estantes 4 frascos pilotos en estantes, 1/cada estante 1 Termocupla control de temperatura de intermedia <u>r</u> io. 1 Termocupla control de temperatura de condensador de Ultrafrío.
20	Resistencias para el calentamiento de los estantes L=810 mm c/u Ø ext.= 15mm potencia de c/u=130 vat. 4 estantes a 5 resistencias por estante.
1	Transformador de 220V con tres salidas de 12, 24 y 36 voltios VDC las cuales trabajarán con las resis <u>t</u> encias para obtener un calentamiento de estantes en forma gradual.
1	Potenciómetro o resistencia variable para el control de carga a suministrar a los estantes para ca <u>l</u> entamiento rápido o gradual según como se desfa <u>s</u> en las temperaturas de los estantes para mantener a los productos en forma pareja.
1	Amperímetro para el control de la carga a suminis-

CANTIDAD	ELEMENTO
	trar.
1	Medidor de vacío en condensador del equipo de Ultrafrío y dentro de la cámara.
1	Vacuómetro para control y medición del vacío, - más conocido como Vacuómetro de Mc - Leod para - la lectura de vacíos muy pequeños dentro de la - cámara.
1	Medidor de vacío Pirani, para medir vacíos regulares para la apertura de válvula cámara condensador aproximado a los 3000 micrones de vacío
8	Focos de Neón para señalización. Operación equipo R-22 (2) Operación equipo R-13 (2) Operación tablero general (1) Operación resistencias (Calefacción) (1) Operación bomba de vacío (1) Operación bomba de difusión (1)

Materiales para preparación

CANTIDAD	<u>Empleado en</u>
2 PL1/16"	ACERO AISI 304 construcción de la cámara (240 x 120) .
1 PL1/16"	ACERO AISI 304 Carcasa del condensador del equipo de Ultrafrío H=120 cm x \emptyset = 50 cm Tapas bombeadas
18PL	Lana de vidrio compacta revestida con foil de Alu

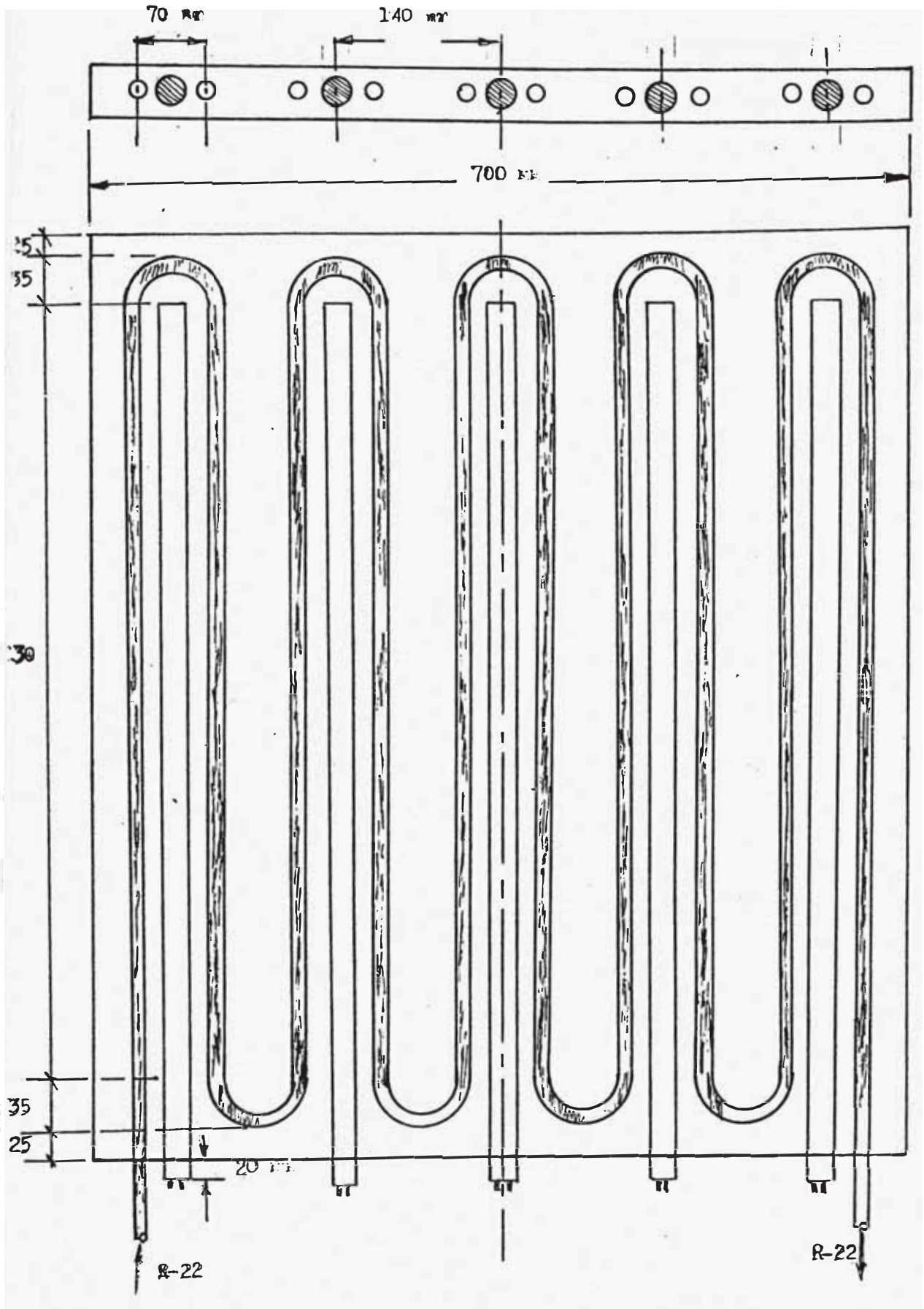
CANTIDAD

Empleado en

minio en PL de 4' x 8' x 1" aislamiento cámara y condensador.

5 Estantes de Aluminio de 700 x 850 x 20mm de espesor fundidas con tubería de cobre incorporada para enfriamiento de estantes con 5 cavidades adicionales para alojamiento de resistencias blindadas para calefacción de los estantes según se muestra.

1 Puerta de vidrio de 710 x 710 x 25.4 mm, que viene a ser la parte delantera del equipo colindante con el ambiente estéril para introducción y retiro de los productos a Liofilizar (carga y descarga del equipo).



Tuberías de los refrigerantes

Cálculo de las longitudes de tubería de cobre para cada estante.

Según el diagrama anterior:

Tramos rectos 10 (730mm) = 7300 mm

Tramos curvos 9 (3.14 x 35mm) = 990 mm.

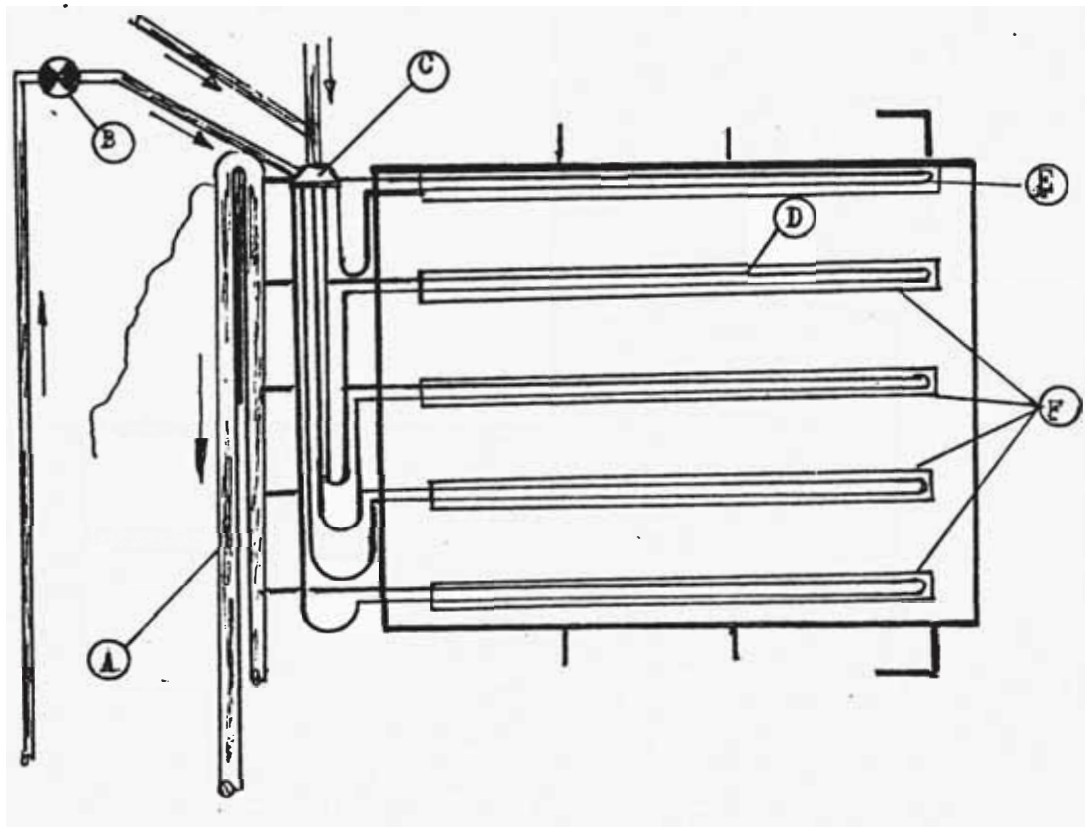
Longitud total/estante = 7300 + 990 = 8290 mm.

como son 5 los estantes a refrigerar:

Longitud total de tubería dentro de los estantes:

$$L_t = 5 \times 8,290 = 41450 \text{ mm.}$$

Disposición de los ductos (tubería) de cobre de acuerdo al esquema adjunto.



Según la disposición mostrada es necesario contar con 4 metros para realizar dicha instalación:

Total: $41.45 + 4 = 45.45$ metros.

Según el esquema anterior:

- A = Ramal de retorno de estantes R-22
- B = Llave de soplado manual a estantes
- C = Difusor de R-22 a estantes
- D = Serpentín de estantes
- E = Serpentín del techo
- F = Estantes.

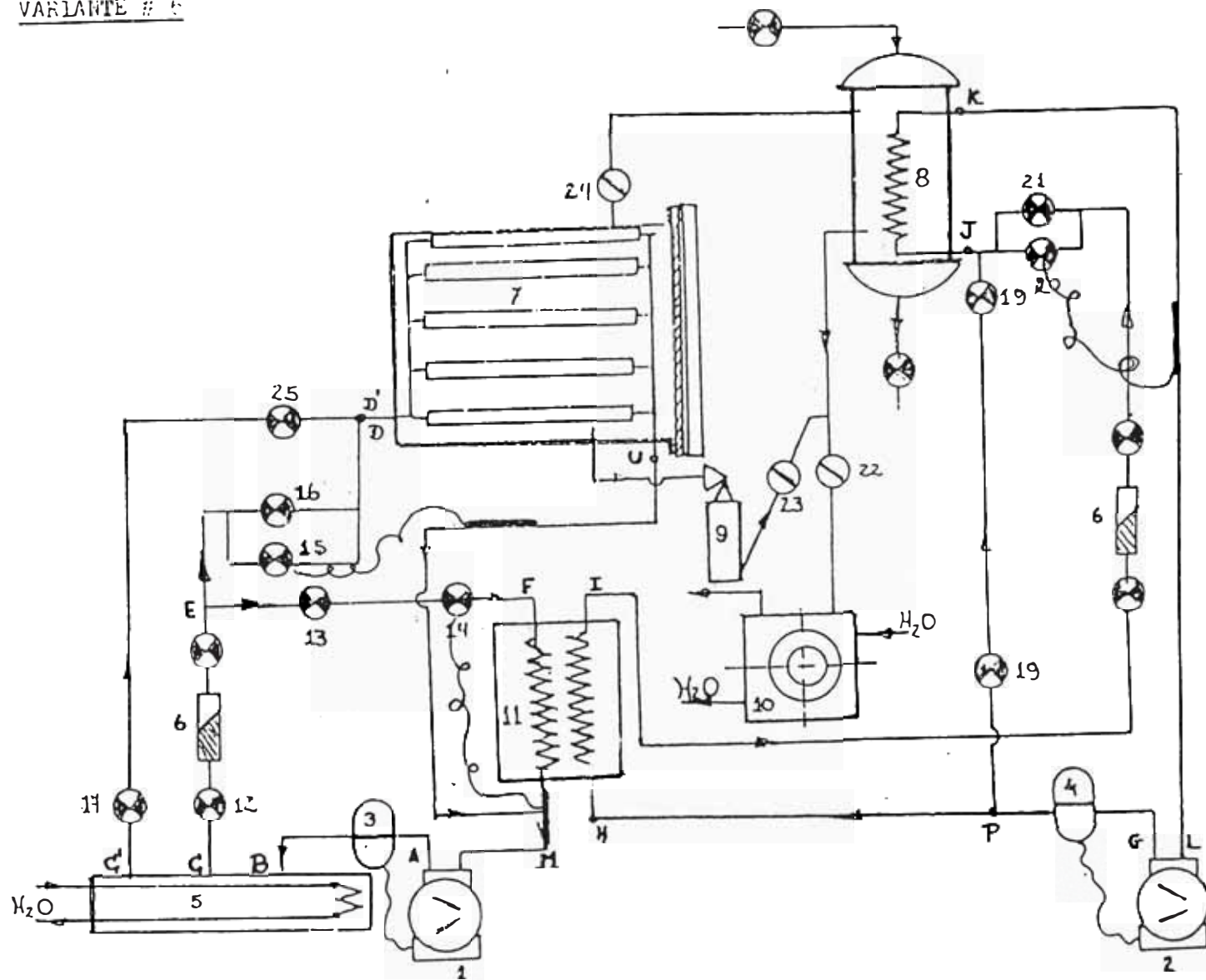
Definición de las tuberías de cobre en el circuito de refrigeración

Las tuberías que conectan los principales componentes de un sistema de refrigeración, son:

1. La conducción de admisión entre el Evaporador y el Compresor que viene a ser la línea de Succión o de Aspiración.
2. La conducción de Líquido entre el Condensador y la válvula de expansión que viene a ser la Línea de Líquido.
3. La conducción de descarga o escape entre el Compresor y el condensador que viene a ser la descarga de gas.

La conexión entre la válvula de expansión y el evaporador es tan corta normalmente que carece de interés considerarla.

VARIANTE # 6



En el orden de importancia, el dimensionado de la conducción de admisión requiere la máxima importancia, a continuación la conducción de descarga y por último la conducción de líquido.

La tubería de admisión debe conducir el vapor refrigerante desde el evaporador al compresor con una caída de presión mínima.

Una caída de presión en la conducción de admisión modifica la curva de funcionamiento originando una reducción de capacidad.

Según el esquema adjunto clasificaremos cada una de las tuberías por tramos tanto para:

Lado de Baja presión

Lado de alta presión.

Tramos	Función (Lado de baja) R-22	Long. Estimada
AB	Descarga de gas	1.5 m
CD	Línea de líquido	5m + 4 Vál.+ 3 Tees + 2Codos
C'D'	Descarga de gas (+)	5m + 1 Vál.+ 1 Tee
EF	Línea de líquido	2m + 3 Vál.
DU (D'M)	Línea de succión	4.5m + 10 Codos 90
UM	Línea de succión	5m + 1 Tee

(+) Conexión a intermedario.

<u>Tramos</u>	<u>Función (Lado de alta)</u>	<u>R-13</u>	<u>Long. Estimada</u>
GH	Descarga de gas		3m
IJ	Línea de líquido		5m + 2 Vál.+ 2Tees + 3Codos
KL	Línea de Succión		5m
PJ	Descarga de gas		5m

Los gráficos que se muestran para tubería de cobre nos darán el diámetro de la tubería a utilizar y a su vez el diámetro de los accesorios.

Hay que tener en cuenta que para calcular la sección óptima de la tubería debe tenerse en cuenta el coste de la misma y las pérdidas de carga compatibles con una velocidad suficiente del fluido que asegure el retorno del aceite.

Considerando sólo el factor coste, se calcularían secciones de tubería que provocarían pérdidas de carga excesivas y una disminución inadmisibles de las potencias frigoríficas totales y específicas de la instalación.

Por otra parte; en la sección de tubería correspondiente a la fase líquida, una pérdida de carga excesiva puede originar una vaporización parcial (flash) del refrigerante, motivando un funcionamiento defectuoso de la válvula de expansión.

Se muestra el efecto de una excesiva pérdida de carga en las tuberías de aspiración y descarga sobre la capacidad del compresor y la potencia absorbida.

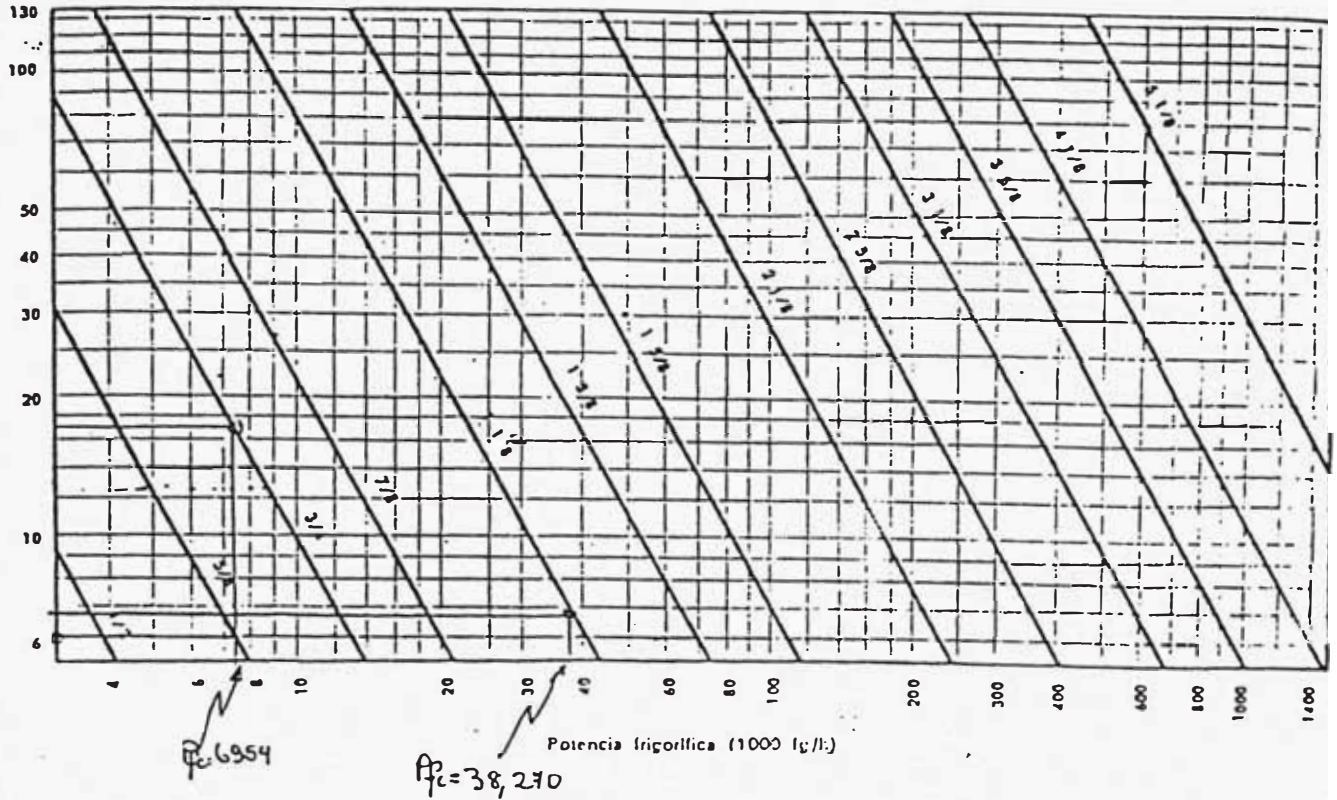
Temperatura del evaporador: 5C

Pérdida de carga en las tuberías de aspiración y de descarga	Potencia frigorífica	
	% total	% específico Frig/CV
Sin pérdida	100	100
Pérdida de carga en la aspiración 1C	95.7	96.6
Pérdida de carga en la descarga 1C	98.4	96.6
Pérdida de carga en la aspiración 2C	92.2	93.8
Pérdida de carga en la descarga 2C	92.8	93.8

REFRIG. 22

40°/105°

GRÁFICO 16. CONDUCTO DE ASPIRACIÓN - TUBO DE COBRE
Pérdida de carga correspondiente a 1 °C



REFRIG. 22

40°/105°

GRÁFICO 17. CONDUCTO DE DESCARGA - TUBO DE COBRE
Pérdida de carga correspondiente a 1 °C

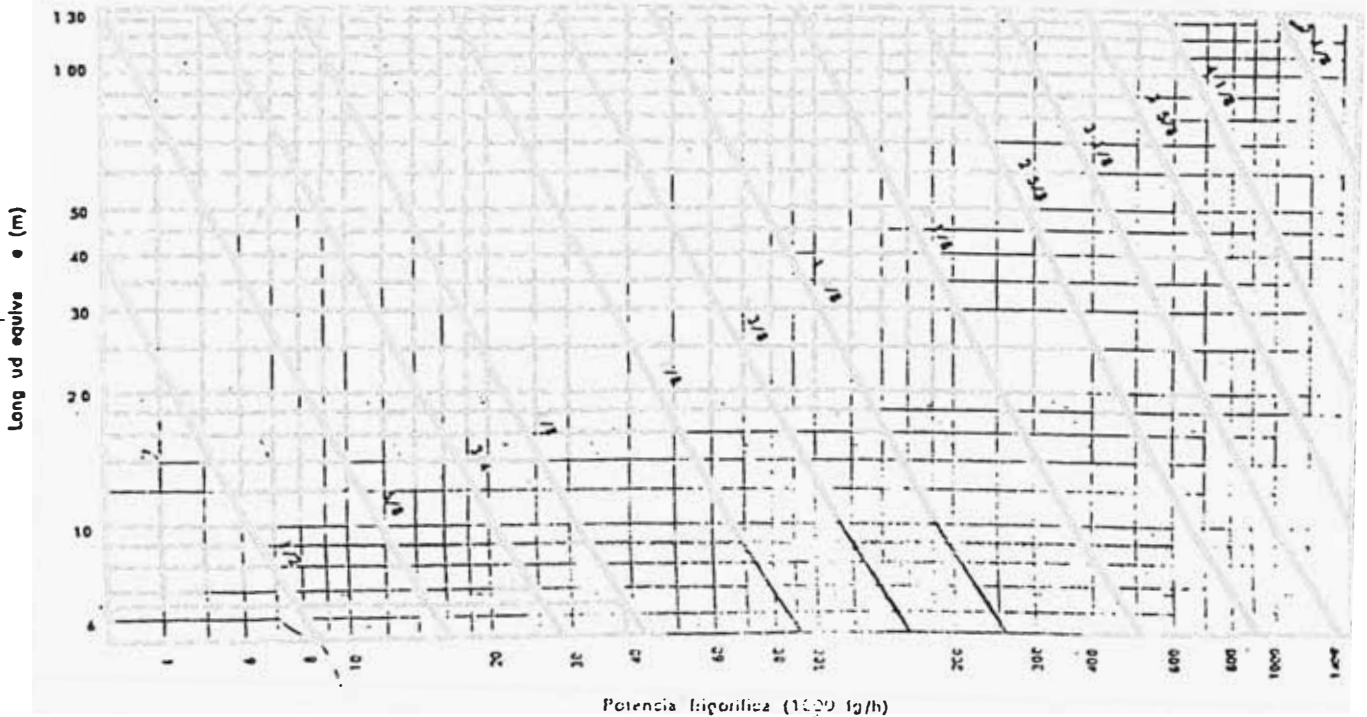
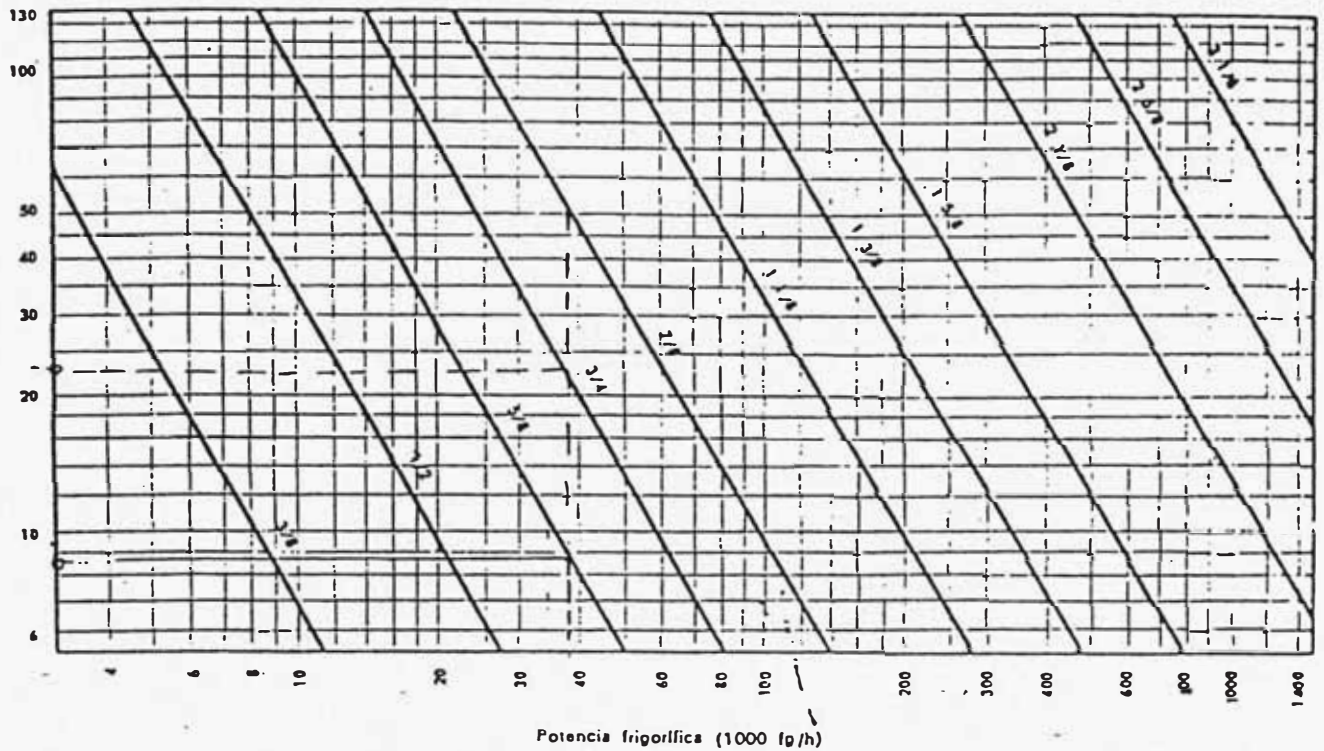


GRÁFICO 18. CONDUCTO DE LÍQUIDO – TUBO DE COBRE
Pérdida de carga correspondiente a 0,5 °C

REFRIG. 22
40°/105°



Margen de utilización - Temperatura de evaporación - 40° a 10 °C
Temperatura de condensación 25° a 50 °C

Las pérdidas de carga están expresadas en caída de temperatura a fin de tener en cuenta el uso extendido de este método. La caída de presión correspondiente, expresada en kg/cm², se puede leer en las tablas de vapor saturado del refrigerante considerado.
Entrar en las curvas con la potencia frigorífica corregida, igual al producto de la potencia frigorífica real por el coeficiente elegido en la tabla de abajo, en función de las condiciones de funcionamiento consideradas (A - Aspiración - R - Descarga).

Temperatura de condensación °C	Temperatura de saturación en la aspiración °C																					
	- 40		- 35		- 30		- 25		- 20		- 15		- 10		- 5		0		+ 5		+ 10	
	A	R	A	R	A	R	A	R	A	R	A	R	A	R	A	R	A	R	A	R	A	R
25	4,58	1,45	3,71	1,40	3,03	1,38	2,48	1,365	2,04	1,345	1,69	1,335	1,40	1,315	1,19	1,30	1,02	1,28	0,89	1,27	0,81	1,255
30	4,79	1,33	3,88	1,305	3,16	1,28	2,60	1,26	2,15	1,24	1,77	1,225	1,47	1,21	1,24	1,195	1,06	1,18	0,93	1,17	0,84	1,155
35	5,04	1,23	4,06	1,205	3,32	1,185	2,73	1,165	2,25	1,15	1,85	1,130	1,54	1,115	1,29	1,10	1,10	1,09	0,96	1,075	0,87	1,065
40	5,31	1,135	4,23	1,155	3,46	1,095	2,86	1,075	2,35	1,06	1,94	1,045	1,61	1,03	1,35	1,015	1,15	1,0	1,01	0,99	0,91	1,085
45	5,69	1,055	4,45	1,030	3,64	1,015	3,01	0,995	2,46	0,98	2,07	0,965	1,68	0,80	1,41	0,935	1,21	0,92	1,05	0,91	0,94	0,90

Notas

1 Para pérdidas de carga diferentes de 1 °C (conductos de aspiración y de descarga) o de 0,5 °C (conductos de líquido), entrar en los gráficos correspondientes con la longitud equivalente corregida, igual al producto de la longitud equivalente real por el coeficiente elegido en la tabla de abajo.

Pérdida de carga °C	Conducto de líquido	0,12	0,25	0,37	0,5	0,63	0,76	1,0	1,25	1,50
	Conducto de descarga	0,25	0,60	0,75	1,0	1,25	1,50	2,0	2,50	3,0
	Conducto de aspiración	0,25	0,60	0,75	1,0	1,25	1,50	2,0	2,50	3,0
Coeficientes		4,0	2,0	1,3	1,0	0,8	0,7	0,6	0,4	0,3

Las dimensiones consignadas en los gráficos se refieren al diámetro exterior del tubo.

TABLA 10. PÉRDIDAS DE CARGA EN LAS VÁLVULAS EXPRESADAS EN LONGITUD EQUIVALENTE DE TUBO (m) *
Uniones con extremos roscados, soldados, embridados o cónicos

DIÁMETRO EXTERIOR		ESFÉRICAS **	60°-Y		45°-Y		VÁLVULAS DE COMPUERTA *****	VÁLVULAS DE RETENCIÓN	
ACERO	COBRE		ANGULARES **		OSCILANTE ---	DE CIERRE VERTICAL (obturador de retención)			
17,2	1/2	5,1	2,4	1,8	1,8	0,18	1,5	RECTAS COMO GRIPOS DE VÁLVULA ESFÉRICA ****	
21,3	5/8	5,4	2,7	2,1	2,1	0,21	1,8		
26,9	7/8	6,6	3,3	2,7	2,7	0,27	2,4		
33,7	1 1/8	8,7	4,6	3,6	3,6	0,30	3,6		
42,4	1 3/8	11,4	6,1	4,6	4,6	0,46	4,2		
48,3	1 5/8	12,6	7,3	5,4	5,4	0,54	4,8		
60,3	2 1/8	16,5	9,1	7,3	7,3	0,70	6,1		
73	2 5/8	20,7	10,7	8,7	8,7	0,85	7,6		
88,9	3 1/8	25,2	13,1	10,7	10,7	0,98	9,1		
101,6	3 5/8	30,5	15,2	12,5	12,5	1,2	10,7		
114,3	4 1/8	36,8	17,7	14,6	14,6	1,4	12,2	ANGULARES COMO GRIPOS DE VÁLVULA ANGULARES	
141,3	5 1/8	42,6	21,6	17,7	17,7	1,8	15,3		
168,3	6 1/8	52,0	26,8	21,4	21,4	2,1	18,3		
219,1	8 1/8	67,1	35,1	26,0	26,0	2,7	24,4		
273	-	85,4	44,2	32,0	32,0	3,6	30,5		
323,9	-	97,5	50,4	40,0	40,0	3,9	36,6		
355,6	-	109,9	56,5	47,4	47,4	4,6	41,2		
406,4	-	125,0	64,0	55,0	55,0	5,1	45,8		
457,2	-	140,1	73,1	61,1	61,1	5,7	50,4		
508	-	158,5	84,0	71,6	71,6	6,6	61,0		
609,6	-	186	97,5	81,0	81,0	7,5	73,2		

- * Valores correspondientes a la posición de apertura total
- ** Estos valores no se aplican a las válvulas de aguja
- *** Estos valores se aplican también a las válvulas de retención rectas con obturador esférico
- **** Para válvulas de retención inclinadas, cuyo diámetro de orificio es igual al del tubo, tomar los valores correspondientes a las válvulas con su inclinación 60°
- ***** Las válvulas de macho presentan la misma pérdida de carga, en la posición de apertura total, que las de paso directo

TABLA 12. PÉRDIDAS DE CARGA EN LOS CAMBIOS DE SECCIÓN EXPRESADOS EN LONGITUD EQUIVALENTE DE TUBO (m)

DIÁMETRO EXTERIOR		Ensamblamiento brusco d/D *			Construcción brusca d/D *			Aristas vivas *		Orificio entrante *	
Acero	Cobre	1/4	1/2	3/4	1/4	1/2	3/4	Entrada	Salida	Entrada	Salida
17,2	1/2	0,42	0,24	0,09	0,21	0,15	0,09	0,46	0,24	0,45	0,34
21,3	5/8	0,54	0,33	0,12	0,27	0,21	0,12	0,54	0,30	0,54	0,46
26,9	7/8	0,79	0,46	0,15	0,36	0,30	0,15	0,85	0,42	0,85	0,67
33,7	1 1/8	0,98	0,61	0,21	0,49	0,36	0,21	1,1	0,54	1,1	0,82
42,4	1 3/8	1,4	0,91	0,30	0,70	0,54	0,30	1,6	0,79	1,6	1,3
48,3	1 5/8	1,8	1,1	0,36	0,88	0,66	0,36	2,0	1,0	2,0	1,5
60,3	2 1/8	2,4	1,5	0,49	1,2	0,91	0,49	2,7	1,3	2,7	2,0
73	2 5/8	3,0	1,9	0,61	1,5	1,2	0,61	3,6	1,7	3,6	2,6
88,9	3 1/8	4,0	2,4	0,79	2,0	1,5	0,79	4,3	2,2	4,2	3,3
101,6	3 5/8	4,6	2,8	0,91	2,3	1,8	0,91	5,2	2,6	5,2	3,9
114,3	4 1/8	5,2	3,3	1,2	2,7	2,1	1,2	6,1	3,0	6,1	4,9
141,3	5 1/8	7,3	4,6	1,5	3,6	2,7	1,5	8,2	4,2	8,2	6,1
168,3	6 1/8	8,8	6,7	1,8	4,6	3,3	1,8	10,1	5,8	10,1	7,6
219,1	8 1/8	-	7,6	2,6	-	4,6	2,6	14,3	7,3	14,3	10,7
273	-	-	9,8	3,3	-	6,1	3,3	18,3	8,8	18,3	14,0
323,9	-	-	12,5	3,9	-	7,6	3,9	22,2	11,3	22,2	17,4
355,6	-	-	-	4,9	-	-	4,9	26,2	13,7	26,2	20,0
406,4	-	-	-	5,5	-	-	5,5	29,3	15,3	29,2	23,4
457,2	-	-	-	6,1	-	-	6,1	35,0	17,7	35,0	27,4
508	-	-	-	-	-	-	-	43,4	21,4	43,2	32,0
609,6	-	-	-	-	-	-	-	49,8	25,3	49,6	39,6

BLA 11. PÉRDIDAS DE CARGA DE LOS CODOS Y -T- EXPRESADOS EN LONGITUD EQUIVALENTE DE TUBO (m)
Uniones con extremos roscados, soldados, embridados o cónicos

DIÁMETRO EXTERIOR		CODOS						Cambio de dirección	T PASO DIRECTO		
		Radio pequeño 90° *	Radio grande 90° **	Macho Hembra 90° *	Radio pequeño 45° *	Macho Hembra 45° *	Radio pequeño 180° *		Sin reducción	Reducción 1/4	Reducción 1/2
Acero	Cobre										
17,2	1/2	0,42	0,27	0,70	0,21	0,33	0,70	0,82	0,27	0,36	0,42
21,3	5/8	0,48	0,30	0,76	0,24	0,40	0,76	0,91	0,30	0,43	0,48
26,9	7/8	0,61	0,42	0,98	0,27	0,49	0,98	1,2	0,42	0,58	0,61
33,7	1 1/8	0,79	0,51	1,2	0,39	0,64	1,2	1,5	0,51	0,70	0,79
42,4	1 3/8	1,0	0,70	1,7	0,51	0,91	1,7	2,1	0,70	0,95	1,0
48,3	1 5/8	1,2	0,80	1,9	0,64	1,0	1,9	2,4	0,80	1,1	1,2
60,3	2 1/8	1,5	1,0	2,5	0,79	1,4	2,5	3,0	1,0	1,4	1,5
73	2 5/8	1,6	1,2	3,0	0,98	1,6	3,0	3,6	1,2	1,7	1,8
88,9	3 1/8	2,3	1,5	3,6	1,2	2,0	3,6	4,6	1,5	2,1	2,3
101,6	3 5/8	2,7	1,8	4,6	1,4	2,2	4,6	5,4	1,8	2,4	2,7
114,3	4 1/8	3,0	2,0	5,1	1,6	2,6	5,1	6,4	2,0	2,7	3,0
141,3	5 1/8	4,0	2,5	6,4	2,0	3,3	6,4	7,6	2,5	3,6	4,0
168,3	6 1/8	4,9	3,0	7,6	2,4	4,0	7,6	9,1	3,0	4,2	4,8
219,1	8 1/8	6,1	4,0	-	3,0	-	10,4	10,7	4,0	5,4	6,1
273	-	7,7	4,9	-	4,0	-	12,8	15,2	4,9	7,0	7,6
323,9	-	9,1	5,8	-	4,9	-	15,3	18,3	5,8	7,9	9,1
355,6	-	10,4	7,0	-	5,4	-	16,8	20,7	7,0	9,1	10,4
406,4	-	11,6	7,9	-	6,1	-	18,9	23,8	7,9	10,7	11,6
457,2	-	12,8	8,8	-	7,0	-	21,4	26,0	8,8	12,2	12,8
508	-	15,3	10,4	-	7,9	-	24,7	30,5	10,4	13,4	15,3
609,6	-	18,3	12,2	-	9,1	-	28,8	35,0	12,2	15,2	18,3

DIÁMETRO EXTERIOR		CODOS ANGULARES			
		90°	60°	45°	30°
Acero	Cobre				
17,2	1/2	0,82	0,33	0,18	0,09
21,3	5/8	0,91	0,40	0,21	0,12
26,9	7/8	1,2	0,49	0,27	0,15
33,7	1 1/8	1,5	0,64	0,30	0,21
42,4	1 3/8	2,1	0,91	0,46	0,27
48,3	1 5/8	2,4	1,0	0,54	0,33
60,3	2 1/8	3,0	1,4	0,70	0,39
73	2 5/8	3,6	1,6	0,85	0,51
88,9	3 1/8	4,6	2,0	0,98	0,61
101,6	3 5/8	5,4	2,2	1,2	0,73
114,3	4 1/8	6,4	2,6	1,4	0,82
141,3	5 1/8	7,6	3,3	1,8	0,98
168,3	6 1/8	9,1	4,0	2,1	1,2
219,1	8 1/8	10,7	5,2	2,7	1,5
273	-	15,2	6,4	3,6	2,2
323,9	-	18,3	7,6	3,9	2,4
355,6	-	20,7	8,9	4,6	2,7
406,4	-	23,8	9,5	5,1	3,0
457,2	-	26,0	11,3	5,7	3,3
508	-	30,5	12,5	6,6	3,9
609,6	-	35,0	14,9	7,5	4,8

* R/D sensiblemente igual a 1. --
** R/D sensiblemente igual a 1.5.

Empleo de los gráficos para el dimensionado de la tubería

Se recomienda el siguiente procedimiento para dimensionar la tubería de refrigerante:

- 1) Determinar la longitud de tubería considerada
- 2) Aumentarla en un 50% para obtener una primera aproximación de la longitud total equivalente.
- 3) Si la pérdida de carga considerada es diferente de la indicada en el gráfico correspondiente, corríjase la longitud equivalente multiplicándola por el coeficiente que corresponda y que aparece en la tabla situada debajo del gráfico.
- 4) Aplicar a la potencia frigorífica el coeficiente que corresponda a las temperaturas de condensación y evaporación consideradas.
- 5) Mediante los gráficos considerados se determina el diámetro de la tubería y a partir de él, el tamaño de los accesorios.
- 6) Hallar la longitud equivalente en metros de los accesorios y válvulas y sumarla a la longitud del tubo recto para obtener la longitud equivalente total.
- 7) Corregir si es necesario según el paso 3 y 4
- 8) Comprobar si el diámetro hallado en el paso 5 es conveniente.
- 9) Siendo la pérdida de carga directamente proporcional a la longitud, se deduce de ella la pérdida de carga real por simple regla de tres.

Circuito de baja

Línea de aspiración o succión

Tramo : DU

1) Longitud considerada: 45.45 m

Longitud por estante: $45.45/5 = 9.09$ m.

2) Longitud total equivalente = $9.09 \times 1.5 = 13.635$ m.

Temperatura de Evaporación = -45 C

Temperatura de condensación = 32.2 C

Potencia frigorífica = 6553 frig/hr = 109,219.64 cal/min.

m/estante = $3120.75/5 = 624$ g/min

Pot.fri/est. = $6553/5 = 1310.6$ frig/hr.

3) Pérdida de carga considerada: 1.5 C

Conducto de aspiración coeficiente = 0.7

Según el paso 3.

Longitud equivalente total corregida: $13.635 \times 0.7 = 9.5445$ m.

4) Coeficiente de corrección para la potencia frigorífica -
por extrapolación.

C	-45C	-40	-35
30	5.7	4.79	3.88
32.2	5.84		
35	6.02	5.04	4.06

Factor de corrección: $F_c = 5.84$

Potencia frigorífica corregida = Pot.Frig.Real x F_c =
= $1310.6 \times 5.84 = P_{fc} = 7,654$.

5) Del gráfico Número 16 para 7654 frig/hr la pérdida de carga de 1 C se obtiene con un tubo de cobre de 5/8" y 6 me-

tros de longitud equivalente.

6) Longitud total equivalente para $\emptyset = 5/8"$

$$9\text{m/est.} + 2\text{codos } 5/8" = 9 + 2 (0.48) = 9.6 \text{ mt.}$$

La pérdida real de carga es entonces de:

$$1C \times 9.96/6 = 1.66 \dots\dots (OK)$$

El tramo de succión o aspiración $DU = 5/8" = 15.875 \text{ mm}$ es totalmente compatible con el espesor de cada estante que es de 20 mm c/u , pudiéndose realizar de esta manera el serpen - tín interno a cada estante para el enfriamiento respectivo.

Tramo UM (línea de succión)

1) $L = 5\text{m}$ (1Tee)

2) Longitud total equivalente $5 \times 1.5 = 7.5 \text{ m}$

$$m = 3120.7 \text{ gr/min}$$

3) Pérdida de carga considerada = 1C

4) Coeficiente de corrección = 5.84

$$Pfc = 6553 \times 5.84 = 38,269.52 \text{ frig/hr}$$

Del gráfico 16 para dicha Pfc y Pérdida de carga de 1C ob - tenemos un tubo de $1 \frac{1}{8}"$ y 6.8 m de longitud equivalente.

5) Longitud total equivalente $\emptyset = 1 \frac{1}{8}"$

$$5\text{m} + 1 \text{ Tee}(1 \frac{1}{8} ") = 5 + 2.4 = 7.4 \text{ m.}$$

Pérdida de carga real:

$$1C \times 7.5/6.8 = 1.1C$$

el tramo UM = $1 \frac{1}{8}"$

Tramo AB (conducto de descarga)

- 1) $L = 1.5$ m
- 2) $L_{te} = 1.5 \times 1.5 = 2.25$ m
- 3) Pérdida de carga considerada = $1C$
- 4) Coeficiente de corrección = 5.84
 $P_{fc} = 38,269.52$
- 5) Del gráfico 17 $\emptyset = 7/8"$ $L_e = 6.5$ m

Pérdida de carga real:

$$1C \times 1.5/6.5 = 0.23 C$$

Tramo AB = $7/8"$

El tramo C'D' se utiliza cuando se quiere obtener un des -
carchamiento rápido de la cámara de liofilización aperturando
la válvula 17 y 25 de descarga de gas y soplado manual a es -
tante para acelerar el proceso de calentamiento.

Tramo C'D' = $7/8"$

Tramo CD (Línea de líquido)

- 1) $L = 5$ m
- 2) $L_{te} = 5 \times 1.5 = 7.5$ m
- 3) Pérdida de carga = $0.5C$
- 4) Coeficiente de corrección = 5.84
 $Pot. \text{ Frig. } 38,269.52 \text{ frig/hr}$
- 5) Del gráfico 18 $L_e = 8.5$ m $\emptyset = 5/8"$
- 6) Longitud total equivalente

$$5 \text{ m} + 4 \text{ vál.} + 3 \text{ Tees} + 2 \text{ Codos}$$

$$5 + 4(5.4) + 3(1.2) + 2(0.3) = 30 \text{ mts.}$$

existiendo una diferencia demasiado grande entre la longitud real equivalente y la longitud equivalente obtenida del gráfico, variamos el cálculo considerando una pérdida de carga de 0.63.

$$P_c = 0.63$$

Coeficiente de corrección para la línea de líquido = 0.8

Según paso 3.

$$L_{te} \text{ corregida} = 30 \times 0.8 = 24 \text{ m.}$$

del gráfico 18 considerando un diámetro de 3/4" y $L_e = 23 \text{ m}$ - obtenemos una pérdida de carga real de:

$$P_{cr} = 0.5 \times 24/23 = 0.52 \text{ C}$$

Tramo CD = $\emptyset = 3/4"$

en consecuencia el tramo EF = $3/4" \emptyset$

Resumiendo tenemos:

TRAMOS	\emptyset Tubería
AB	7/8"
CD	3/4"
C'D'	7/8"
EF	3/4"
DU (D'M)	5/8"
UM	1 1/8"

Circuito de alta

En vista de no tener tablas disponibles para el cálculo del diámetro de las tuberías para el refrigerante 13, se realizará este cálculo empleando las fórmulas y diagramas con -

vencionales.

Tenemos así:

Tramos	Lado de alta R-13	Longitud estimada
GH	Descarga de gas	3m
IJ	Línea de líquido	5m + 2Vál.+ 2Tees+3Codos
KL	Línea de succión	5m
PJ	Descarga de gas	5m

Para flujo turbulento

El factor de fricción para un número de Reynolds mayor que 4000 se calcula de acuerdo con la ecuación de COLEBROOK.

$$1/\sqrt{f} = -2 \log_{10} \left(\frac{e/D}{3.7} + \frac{2.51}{R\sqrt{f}} \right)$$

Sabemos que: $h_f = f L/D (V^2/2g)$ D'ARCY-WEISBACH

Combinando ecuaciones llegamos a:

$$R\sqrt{f} = f D/u (2g h_f D/L)^{1/2} \dots\dots (3)$$

Tramo GH (descarga de gas)

Suponiendo un diámetro de $\varnothing = \frac{1}{2}'' = 1.27 \text{ cm.}$

Según el diagrama Ph y las tablas correspondientes en las págs. 154- 155.

Para una temperatura de $T = -23.3^\circ\text{C}$ las condiciones son:

Ce 0.14 Kcal/Kg C

K = 0.009 Kcal/mhC

$$Pr = 0.71$$

$$u = Pr \cdot K/Ce = 1.27 \times 10^{-4} \text{ gr/cm-seg.}$$

$$f = 0.06544 \text{ gr/cm}^3$$

$$m = 7820.48 \text{ gr/min}$$

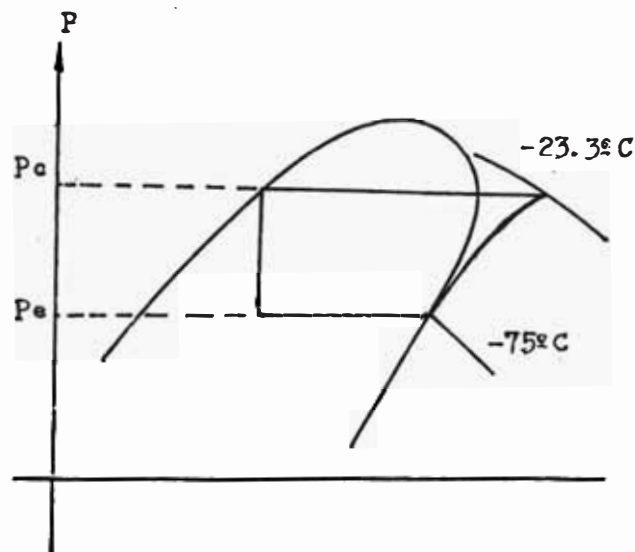
$$Q = m/f = 1991.8 \text{ cm}^3/\text{seg}$$

Considerando una caída de presión = 0.35 Kg/cm^2

$$h_f = \Delta P/f = 0.35 \times 1000/0.06544 = 5348.4 \text{ cm}$$

Reemplazando en la fórmula 3

$$R \sqrt{f} = 137,926$$



Tipo de tubo o de tubería	ε pies (0.3048 m) × 10 ⁴		Variación máxima probable de f, a partir del diseño, en %
	Interválo	Diseño	
Hierro fundido asfaltado	400	400	-5 a +5
Bronce y cobre	5	5	-5 a +5
Concreto u hormigón	1,000	10,000	-35 a 50
Hierro fundido	850	850	-10 a +15
Hierro galvanizado	500	500	0 a +10
Hierro forjado	150	150	-5 a 10
Acero	150	150	-5 a 10
Acero remachado	3,000	30,000	-25 a 75
Ducla de madera	600	3,000	-35 a 20

Recopilado de datos que se encuentran en *Pipe Friction Manual*, Hydraulic Institute, 3a. ed., 1961.

$$e/D = 5 \times 10^{-6} \times 30.48/1.27 = 120 \times 10^{-6}$$

Reemplazando en la fórmula de Colebrook tenemos:

$$1/\sqrt{f} = 8.59117$$

$$R = 1'184946.2$$

Del número de Reynolds obtenemos la velocidad V

$$v = 1810.736 \text{ cm/seg.}$$

Lo cual arroja un caudal de:

$$Q = AV = (\pi D^2/4) (V) = 2293.78 \text{ cm}^3/\text{seg.}$$

$$\text{de la relación : } D_1 = D (Q/Q_1)^{2/5} = \frac{1}{2}'' (1991.8/2293.78)^{2/5} = 0.47255''$$

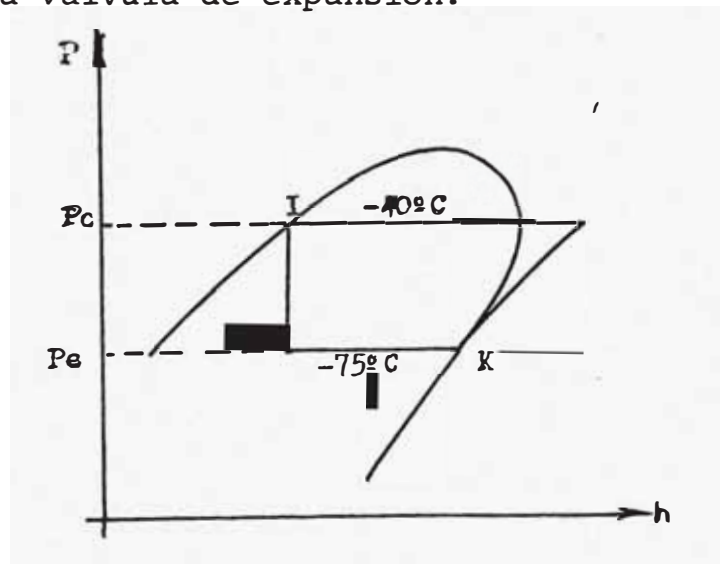
en consecuencia el tramo GH = 1/2" \emptyset

El tramo PJ podemos también seleccionarlo de 1/2" \emptyset puesto que este servirá solamente para descarchar rápidamente el condensador del equipo.

Tramo PJ = 1/2" \emptyset

Tramo IJ (Línea de líquido)

En el esquema se trabajará con las condiciones del punto I antes de la válvula de expansión.



$$L = (5 + 2V + 2T + 3C) = 5 + 2(5.1) + 2(0.9) + 3(0.27) = 1781 \text{ cm}$$

$$T = 40 \text{ C}$$

$$V_1 = 0.741 \text{ lt/Kg}$$

$$\rho = 84.1 \text{ lb/ft}^3$$

$$C_e = 0.24 \text{ Kcal/KgC}$$

$$K = 0.07 \text{ Kcal/h m C}$$

$$Pr = 3$$

$$U = Pr \cdot K / C_e = 3 \times 0.07 / 0.24 = 2.431 \times 10^{-3} \text{ gr/cm seg.}$$

Considerando una caída de presión de:

$$\Delta p = 0.125 \text{ Kg/cm}^2 = 125 \text{ gr/cm}^2$$

tendremos una altura de presión:

$$= h_f = \Delta P / \rho = 125 / 1.3484 = 92.7 \text{ cm}$$

Reemplazando en la fórmula 3

$$R \sqrt{f} = 8025.562 \text{ considerando un diámetro de } \frac{1}{2} \text{'' } \emptyset$$

$$e/D = 5 \times 10^{-6} \times 30.48 / 1.27 = 120 \times 10^{-6}$$

Reemplazando en la fórmula de Colebrook tenemos:

$$1/ f = 7$$

$$R = 56,255.74$$

Del número de Reynolds obtenemos la Velocidad V

$$V = Ru / D = 79.827 \text{ cm.seg.}$$

Lo cual arroja un caudal de

$$Q = AV = \pi(D^2/4)(V) = 101.123 \text{ cm}^3/\text{seg.}$$

$$\text{Como } m = 7820.48 \text{ gr/min}$$

$$V = Ru/ \cdot D = 3690 \text{ cm/seg.}$$

En consecuencia tenemos:

$$Q = AV = 14,315 \text{ cm}^3/\text{seg.}$$

Tramo KL = 7/8"Ø

Tramo	Lado de alta R-13	Ø Tubería
GH	Descarga de gas	1/2"
IJ	Línea de líquido	1/2"
KL	Línea de succión	7/8"
PJ	Descarga de gas	1/2"

CAPITULO VIII

ANALISIS ECONOMICO (PRESUPUESTO BASE)

Análisis del coste de los componentes y equipo mecánico eléctrico

Tratándose de un equipo piloto para realizar pruebas de laboratorio y/o industriales en el campo de la Liofilización no vamos a presentar un estudio económico sino en su defecto presentamos un presupuesto base para la adquisición de todos los componentes y tener una idea bastante clara del costo de los materiales, equipos, instrumentación y demás implementos para la implementación total de un equipo Liofilizador para una capacidad de 20 Kilogramos.

Lado de Baja

<u>TRAMO</u>	<u>COMPONENTES</u>	<u>IN</u>	<u>OUT</u>	<u>CANT.</u>	<u>US\$ COSTO</u>
AB	Tubería de cobre	7/8"	7/8"	1.5m	12.00
	Separador de aceite	7/8"	7/8"	1	205.00
CD	Válvula de pasa de gas				
	NBV1003FX	3/4"	3/4"	1	65.00
	Visor de líquido	3/4"	3/4"	1	25.00
	Filtro secador (4T)	3/4"	3/4"	1	25.00

TRAMO	COMPONENTES	IN	OUT	CANT	US\$ COSTO
	Válvula de expansión Termostática ATX34013				
	BHCY (3.4 T)	3/8"	1/2"	1	55.00
	Reducción cobre	3/4"	3/8"	1	1.00
	Reducción cobre	3/4"	1/2"	1	1.00
	Tubería de cobre	3/4"	3/4"	5m	22.00
	Válvula de expansión a Presión constante				
	SPR-1905B o D	5/8"	5/8"	1	43.00
	Reducción cobre	3/4"	5/8"	2	4.50
	Tees de cobre	3/4"	3/4"	3	10.00
	Codos de cobre	3/4"	3/4"	2	3.50
	Válvula solenoide para enfriamiento cámara -				
	REV 1506BXF 2 vías NC	3/4"	3/4"	1	95.00
C'D'	Válvula pase de gas				
	NBV 1003FX	7/8"	7/8"	1	68.00
	Tubería de cobre	7/8"	7/8"	5m	40.00
	Tee de cobre	7/8"	7/8"	1	3.50
EF	Tubería de cobre	3/4"	3/4"	2m	9.00
	Válvula de expansión Termostática ATX34013BHCY				
	(3.4 T)	3/8"	1/2"	1	55.00
	Reducción cobre	3/4"	3/8"	1	1.00
	Reducción de cobre	3/4"	1/2"	1	1.00
	Válvula solenoide REV				
	1506BXF 2 Vías NC	3/4"	3/4"	1	95.00

TRAMO	COMPONENTES	IN	OUT	CANT.	US\$ COSTO
EF	Válvula de pase de gas				
	NBV 1003FX	3/4"	3/4"	1	65.00
DU(D'U)	Tubería de cobre	5/8"	5/8"	46m	170.00
UM	Tubería de cobre	1 1/8"	1 1/8"	5m	42.00
	Tee de cobre	1 1/4"	1 1/4"	1	3.50

CAMARA DE LIOFILIZACION

Estantes de aluminio				5	1750.00
(pág. 197)					
Puerta de vidrio + Bisagras esp.					
(pág. 197) acero inox.				1	170.00
Resistencias (pág. 195).				20	530.00

EQUIPO DE REFRIGERACIÓN (BAJA)

Motor compresor semihermético					
R-12 potencia 5HP 220 con accesorios incorporados y resistencia de carter (copeland 220/3/60)				1	2760.00
Intercambiador de calor (Condensador) (Pág. 191)				1	350.00

Lado de Alta

GH	Tubería de cobre	1/2"	1/2"	3m	7.50
	Tee de cobre	1/2"	1/2"	1	2.10
	Separador de aceite	1/2"	1/2"	1	195.00
PJ	Tubería de cobre	1/2"	1/2"	5m	12.50

TRAMO	COMPONENTES	IN	OUT	CANT.	US\$ COSTO
	Tee de cobre	1/2"	1/2"	1	2.10
	Válvula pase de gas				
	NBV 1004BX	1/2"	1/2"	1	38.00
IJ	Tubería de cobre	1/2"	1/2"	5m	12.50
	filtro secador	1/2"	1/2"	1	18.00
	Tee de cobre	1/2"	1/2"	2	4.20
	Codos de cobre	1/2"	1/2"	3	3.90
	Válvula de expansión				
	termostática ATX34035				
	BCCY (5.8 T) R-13	3/8"	1/2"	1	110.00
	Reducción de cobre	1/2"	3/8"	1	0.75
	Válvula de expansión				
	a presión constante				
	SPR-1905B	5/8"	5/8"	1	43.00
	Reducción de cobre	5/8"	1/2"	2	1.80
KL	Tubería de cobre	7/8"	7/8"	5m	40.00

EQUIPO DE REFRIGERACION (ALTA)

Moto compresor semihermético
R-13 potencia 3HP con accesorios incorporados y resistencia de carter (copeland - 220/3/60).

1 2400.00

EQUIPO DE REFRIGERACION (ALTA)

serpentín evaporador del circuito Ultrafrío (págs. 162 a

TRAMO	COMPONENTES	IN	OUT	CANT.	US\$ COSTO
171 Y 194)				1	350.00
	Reducción de cobre	1/4"	7/8"	2	2.00
	Serpentín intermediario concéntrico (Págs.152 a 161 Y 194)			1	800.00

Grupo de Vacío

Bomba de vacío de 3HP de potencia Caudal = 1500 lt/min = 90m ³ /hr				1	6000.00
Bomba de difusión del tipo Langmuir-Gaede Caudal=1000 lt/seg. potencia de 1KW de aceite (glicerina)				1	4500.00
Registrados de vacío cámara-condensador (Pirani)				1	1000.00
Registrador Mc-Leod o Vacuómetro para medición de vacío en cámara				1	1500.00
Medidor de vacío Pirani, para medición de vacíos regulares, apertura cámara-condensador				1	1500.00
Control de temperatura Omega con 10 termocuplas Mod 2166A rango de T-200C a 778C				1	1100.00
Regulador de voltaje (Potenciometro o resistencia variable				1	700.00
Transformador de 3 salidas 220V a 12, 24 y 36 v (Potencia 3KW)				-	

TRAMO	COMPONENTES	IN	OUT	CANT.	US\$ COSTO
	(pág. 195)			1	250.00
	Focos de señalización tipo miñon 220V.			8	12.00
	Cable para termocuplas iron constantes J SS 304 0.040"Ø (80 - pies) (para obtener 10 termocuplas) (Grupo omega D-15)			10	170.00
	Terminales para termocuplas de cerámica Tipo KN 1pt 100 4.8 mmØ x 30 longitud rango -220 a 600 C			10	260.00

Sistema Eléctrico

	CONTACTORES 4A-3C (4 contactor - abiertos, 3 cerrados) 2 de 16 amp, 2 de 12 amp. 1 de 9 amp.			5	120.00
	- Borneras de paso amp. mín. 20 amp.			40	15.00
	- Interruptores de codillo 20 amp. (planos 001 y 002)			6	26.00
	- Llave bipolar con punto medio neutro de codillo de 15 amp. (enfría placas y cambio intermediario)			1	6.50
	- Tablero trifásico con barras de cobre y 8 terminales o borneras en c/u de ¼" (según plano 002)				70.00
	- Térmico 220V 7/10 amp. lado de alta, consumo 8.5 amp. mod LR1D09314				

TRAMO	<u>COMPONENTES</u>	IN	OUT	<u>CANT.</u>	US\$ COSTO
	montaje directo bajo contactor			1	20.00
-	Térmico 220 V 13/18 amp. lado de baja, consumo 14 amp. mod - LR1D12316 montaje directo bajo contactor			1	21.00
-	Térmico bomba mecánica de vacío 220 V 7/10 amp. consumo 8.5 amp. mod. LR1D09314 montaje directo bajo contactor.			1	20.00
-	Térmico difusora, consumo 3.75 amp. 220 V 2.5/4 amp. LR1D09308			1	20.00
-	Térmico calefacción Imáx obtenible 15.5 amp. térmico 220 V 13/18 amp. mod. LR1D12316.			1	21.00
-	Cordón portátil 12AWG NLT				
	3 x 12			15m	12.00
	2 x 12			50m	26.00

SISTEMA ESTRUCTURAL Y ACABADO

-	Plancha de acero inoxidable cal 304 e= 1/16"			3PL	540.00
-	Lana de vidrio recubierta con foil de aluminio 1" x 4' x 8'			18PL	525.00
-	Plancha de fierro galvanizada- 1/16" 4' x 8'			8PL	310.00
-	Perfil angular 1½" x 1½" x ¼"			4	85.00

TRAMO	COMPONENTE	IN	OUT	CANT.	US\$ COSTO
	- Soldadura punto azul 3/16"			1Kg.	10.00
	- Soldadura de plata para re frigeración.			½ Kg.	95.00
	- Soldadura acero inoxidable 1/16" cámara de Liofilización			1 Kg.	42.00
	- Autorroscantes por ½"			100	5.00

GRUPO DE VACIO

Válvulas para alto vacío (2 de 8"m de 2½")				3	1450.00
Tubería de acero sin costura Ø 2½"				6.40m.	55.00
Bridas de empalme 2½" Ø int.				2	9.00
COSTO TOTAL DE COMPONENTES Y EQUIPO MECANICO ELECTRICO					US\$: 31,218.85

Variante (')

Si consideramos la cámara de Liofilización dentro de la cual se encuentran los estantes, estos se pueden fabricar con una sólo resistencia blindada que tenga la potencia de 650 vatios, con esto se evitaría el problema de tener que cambiarlas en forma unitaria al deteriorarse cualesquiera de las 20 unidades resistivas.

Esta sólo resistencia formaría una sola unidad con el estante y lógicamente los resultados y tiempo de vida se multiplicaría con respecto a las anteriores, considerando este

sistema tendríamos:

CAMARA DE LIOFILIZACION	CANT.	<u>COSTO</u> US\$
Estantes de Aluminio con resistencia única incorpo rada de 650 vatios (pág. 197).	5	3280.00
COSTO TOTAL DEL EQUIPO (')		US\$ 32,218.85

Estos costos están exentos de los impuestos de Ley que -
estén vigentes para la efectivización del proyecto.

Mano de obra directa

Personal Calificado	NºPersonas	SOLES Costo/Hr	Nº Días(8h/d)	US\$
Técnico en refrigera.	1	25,000	10	215.00
Ayudante refrigeración	1	15,000	10	129.00
Técnico Soldador	1	25,000	10	215.00
Técnico electricista	1	20,000	15	258.00
Técnico mecánico	1	20,000	10	172.00
Ayudantes mecánicos	2	15,000	10	258.00
COSTO TOTAL DE MOD.				US\$ 1,247.00

Los costos presentados son costos de mano de obra direc-
ta de personal completamente calificado en los campos requere
dos, considerándose dentro de los mismos el gasto de ma-
quinaria y equipos necesarios para la implementación de un
LIOFILIZADOR de 20 Kilos de capacidad.

CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES

- La Liofilización se aplica principalmente para conservar productos -
sensitivos a la temperatura y cuyas propiedades deseables y principa
les se perderían si estos productos fuesen conservados de otra forma.
- La característica principal de la Liofilización consiste en retirar
agua (toda) de un producto congelado sin que este se descongele.
- Con la Liofilización se pasa de la fase sólida a la fase gaseosa sin
pasar por el estado intermedio líquido (sublimación)
- La Liofilización se puede dividir en dos partes:

La congelación del producto propiamente, y
La sublimación del agua; o sea la evaporación del agua que se en -
cuentra en el producto en forma de hielo.
- La congelación es de importancia muy especial ya que de esta etapa -
se crean las condiciones que culminarán con un secado exitoso, más
importante aún, se determina la calidad del producto.
- El método de congelamiento se escoge según el producto mismo.
- Con muchos productos se logra una buena calidad sólo por medio de -

una congelación rápida, para otros es necesario encontrar una congelación lenta.

CONGELACION

- Cuando comienza la congelación se forman unos pequeños cristales que actúan como verdaderos núcleos de cristalización.- Estos cristales y a medida que transcurre el tiempo o el proceso de congelación, van aumentando de tamaño de tal forma que llegan a estar como si fueran piedras de gran tamaño arrojadas sin orden a un recipiente.

A congelación lenta : Cristales gruesos

A congelación rápida: Cristales pequeños

- Cuando más pequeños sean los cristales se formarán entre ellos más canalículos, lo que favorecerá extraordinariamente el proceso de la Liofilización.

- Por otra parte las congelaciones lentas pueden dar lugar a una precipitación de proteínas y partes integrantes de ciertas sustancias.

- Obtendremos generalmente mejores resultados cuando la congelación se lleva a cabo de una manera rápida.

- La determinación del punto Eutéctico del producto que se va a Liofilizar es hecho de gran importancia, ya que por decirlo así es el eslabón de seguridad para que se efectúe correctamente la criodesecación.

- De no haberse alcanzado dicho punto: si la operación continúa aparecerá el fenómeno conocido por "PUFFING" que es la fusión parcial del producto por no haber alcanzado la temperatura de solidificación completa.

- Congelar por debajo de ese Eutético para asegurarnos que exista una congelación perfecta y cristalización completa.
- Aquellos productos que por complejidad en vez de punto eutéctico tengan una zona de eutexia deben congelar por debajo de esta, seguida - de una desecación que empiece por lo menos en el mínimo de esta zona..
- Que el sistema de refrigeración nos permita alcanzar temperaturas - inferiores al punto o zona eutéctica.
- Que el producto ofrezca el mínimo de volumen con el máximo de superficie para que la congelación sea más rápida.
- Que el contacto del producto con el sistema de congelación sea lo - más perfecto posible.
- Existen varios métodos de congelación de los cuales sólo dos se apli can generalmente en la industria farmacéutica:

A) Congelación por contacto con una superficie fría, como es el caso cuando se Liofiliza un producto en frasquitos (viales) ampollas o bandejas.- Este método se llama método estático y aquí es importante ajustar la rapidez de la congelación al producto correspondiente, esta rapidez de congelación debe ser ajustable para en - friamiento de 1 a 4 grados centígrados por minuto.

Para casi todos los productos es suficiente lograr una temperatura final de aproximadamente -50°C que se alcanza aproximadamente en 80 minutos.

B) Congelación por rotación, llamada congelación dinámica en un baño de frío. Este método se usa cuando se desea congelar grandes can tidades de líquido en frascos (infusiones y transfusiones), no se puede usar el método estático por producirse intercapas dema-

siado densas del producto congelado.

Con la congelación dinámica (Spin Freezing, Shell Freezing), el recipiente con el producto se pone en rotación en su propio eje de tal forma que la fuerza centrífuga distribuye el producto líquido sobre las paredes interiores del envase donde es congelado, las paredes exteriores del envase son rodeadas con un refrigerante para lograr una rapidez uniforme de congelación en el producto.

SECADO

- La sublimación es un proceso físico durante el cual se pasa del estado sólido directamente al estado gaseoso sin pasar por la fase líquida.
- El hielo, al comenzar el proceso, se sublima de la superficie del producto.- A medida que el proceso va progresando, el nivel de sublimación va retrocediendo dentro del producto y el vapor tiene entonces que pasar por capas ya secas para salir del producto.
- El secado mismo se influye en gran parte por la velocidad de transporte del vapor de agua y por el suministro del calor necesario para la sublimación.
- La alimentación de calor al producto se efectúa principalmente por convección y por conducción (contacto) pero muy poco por radiación.
- A presiones menores de 10^{-2} m-bar el transporte de calor por convección cesa casi completamente a causa de la reducción de partículas gaseosas y el recorrido tan largo entre ellas que entonces resulta.
- El producto se va secando por el lado por el cual recibe el calor, al ir progresando el secado, la zona de hielo se va retirando hacia el centro del producto. El calor se necesita no en la superficie del

producto, sino el nivel de sublimación sea el punto en que el hielo pasa del estado sólido al estado gaseoso.

- Por lo tanto es necesario que el calor se suministre de afuera hacia adentro o sea en dirección contraria a la que viaja el vapor (de adentro hacia afuera).

Para evitar daños al producto hay que evitar sobrepasar la temperatura máxima admisible por el mismo.

Un punto muy importante para poder comprender la liofilización es la relación que existe entre la temperatura del hielo y la presión parcial del vapor de agua.

- Si en un recipiente cerrado se coloca hielo y el recipiente es evacuado, hay una relación entre la temperatura del hielo y el vapor de agua, de forma que al saberse la presión del vapor de agua es posible determinar la temperatura del hielo.
- La temperatura y la presión del vapor no pueden considerarse nunca independientemente una de la otra, esto se ve claramente en el caso de la velocidad del proceso de liofilización: mientras más alta la temperatura en la zona del hielo, más alta será la presión con la cual el vapor abandona el producto y más pequeño será el volumen que el vapor de agua ocupará.
- Al diseñar las partes de una instalación de Liofilización se considerarán dos procesos importantes:
 - A) LA SUBLIMACION
 - B) ELIMINACION DEL VAPOR DE AGUA
- Los dispositivos necesarios para la sublimación generalmente incluyen una cámara de secado, que generalmente es un recipiente de vacío

que deberá llenar todos los requerimientos que se hacen a este tipo de recipientes.

- El segundo proceso concierne a la eliminación del vapor de agua para poder comprender este problema en mejor forma, hay que imaginarse los volúmenes a ser bombeados.
- A una presión ambiente de 01 m bar, un kilo de hielo ocupa un volumen de vapor igual a $10,000 \text{ m}^3$ y al bajar la presión aún más a 0.01 m bar, este volumen aumenta a aproximadamente $100,000 \text{ m}^3$.
- Es obvio que el bombeo directo con bombas de vacío mecánicas de tales cantidades de vapor sería poco económico.
- El proceso más lógico es la condensación del vapor de agua sobre superficies enfriadas a temperaturas más bajas aún que las de la zona de hielo del producto.
- Es entonces donde el condensador del circuito de ultrafrío comienza a cumplir su función de congelar este vapor de agua a una temperatura inferior a la del hielo del producto.
- Los gases no condensables se eliminan entonces con bombas de vacío adecuadas.
- Estas bombas de vacío tendrán que eliminar los gases presentes dentro del producto que se van liberando a medida que progresa el proceso y también bombear continuamente el gas que entra dentro de la cámara por pequeñas fugas inevitables.
- Referente a la velocidad de transporte de vapor de agua, en aparatos técnicos no es siempre posible efectuar operaciones físicas completamente libres de estorbos negativos, por ejemplo, durante el proceso de sublimación, el transporte de vapor de agua se hace más difícil -

por la presencia de gases tal como el aire. Al efectuarse un secado por sublimación bajo presión atmosférica normal, la presión parcial del vapor de agua baja con relación a la presión atmosférica.

- Al reducir la presión del gas a presiones menores de 10^{-1} m bar, se pueden lograr velocidades óptimas para el transporte del vapor de agua de aproximadamente 100 m/seg.
- De este paso anterior resulta que es posible realizar el proceso de Liofilización a presiones parciales del aire menores a 10^{-1} m bar.
- Referente al transporte del calor de sublimación y control de la presión de secado.- Hemos dicho que el calor necesario para la sublimación se suministra por radiación, por convección y por contacto, sin embargo hay que considerar que al ir bajando la presión se va reduciendo el número de partículas de gas dentro de la cámara, de tal forma que la calefacción por convección es mínima a una presión de 10 m bar y desaparece prácticamente a una presión de 10^{-2} m bar. Con este método, conocido bajo el nombre de "Control de la presión de secado", se han podido reducir los tiempos necesarios para el secado del 30 al 50%.
- Dentro del campo de la Biología la Liofilización permite la conservación de sustancias biológicas como: Sueros, Vacunas, Antibióticos, bacterias, virus etc. Las condiciones vitales para este fin son naturalmente, la ejecución apropiada del proceso, el ajuste y mantenimiento de las condiciones en relación a las propiedades específicas del producto como son su actividad enzimática, capacidad de supervivencia, solubilidad, etc.
- El cambio de la condición física, sea de líquido a sólido, trae como consecuencia un cambio en el sistema biológico que puede ser reversi

ble o no, lo que depende principalmente de la manera en la cual se -
llegó a la temperatura de solidificación. Este es pues un factor de de
cisivo. También es de mucha importancia que la temperatura baje mu
cho más allá del punto de solidificación y que esta temperatura se
mantenga constante durante la liofilización, durante la congelación-
o durante cualquier almacenamiento intermedio.

- Al congelarse células, virus y bacterias se ha visto que el daño -
causado por los cristales de hielo que se van formando puede ser tan
grande que sólo un pequeño porcentaje permanece con vida.

Si se logra efectuar el congelamiento de tal manera que el agua que-
de como vidrio, las influencias negativas sobre el material biológico-
co serán pequeñas y apenas ocurrirá un cambio en el sistema biológico-
co.

De la selección del equipo de refrigeración y componentes

- Se seleccionó un sistema en cascada trabajando con los refrigerantes
22 y refrigerante 13 por ser éstos los más compatibles para un siste-
ma en cascada.
- Esto no implica seleccionar un equipo de Liofilización que pueda tra-
bajar solamente con un sólo refrigerante que permita alcanzar las tem-
peraturas adecuadas dentro del condensador en el equipo de ultrafrío,
tal es el caso del refrigerante 502 que es una mezcla Azeótropa des -
crito en la pág. 79.
- Para el cálculo de las cargas de calor la única carga que no se consi
dera es la de radiación solar, porque este tipo de unidades se trata-
en lo posible de trabajar en ambientes especiales cuyos contornos -
sean los de un ambiente completamente refrigerado y con condiciones -

de temperatura y humedad exigentes (ambientes estériles)

- La selección de las unidades se toma en base al tiempo en el cual no sotros queremos extraer toda la carga térmica de la cámara de Liofilización.
- El tiempo que se ha considerado en el promedio de los obtenidos de las diferentes fuentes de información extranjeras.

De los estantes refrigerados y calefaccionados.

- En la disposición de las resistencias en cada estante se ha considerado colocar 5 unidades resistivas en los mismos, siendo c/u de 130-watios logrando un total de 650 watios por estante, la variante que se puede realizar es la de instalar una sola resistencia de capacidad 650 watios que se instale al momento de realizar la fundación de la plancha de aluminio con las tuberías de cobre incorporada, es decir la resistencia formaría un sólo bloque con los estantes de aluminio, esta alternativa se considera en el presupuesto base.

BIBLIOGRAFIA

- Del Pozo, A. y Gastón de Iriarte, E.
Enciclopedia farmacéutica Tomo II
- Baumeister y Marks
Manual del Ingeniero Mecánico.
- Dr. Ing. Hans D. Baehr
Tratado moderno de termodinámica
- Dr. Ing. José Lasheras Esteban y Prof. José Sánchez Márín Pizarro.
Tecnología de los materiales industriales.
- Freith, Frank
Principios de Transferencia de Calor
- Manual de Aire Acondicionado: CARRIER
- Manual de TRANE del Aire Acondicionado
- Mc Adams W. H.
Heat Transmission Mc Graw Hill Book Company Inc.
- Moring Paires, Virgil
Termodinámica
- R. Planck
Empleo del frío en la industria de la refrigeración
- Stoecker, J.
Refrigeración y acondicionamiento de aire
- Stoever
Transferencia de Calor-cálculo de coeficientes peliculares
- Van Wylen, Gordon J., y Richard E. Sonntag

FOLLETOS, CATALOGOS Y BOLETINES

- La Liofilización en la Industria Farmacéutica
Mariano Illera, premio del Instituto de Biología y Sueroterapia IBYS
1967
- American Journal of Hospital Pharmacy 670 (1968)
Traducción por Farmacólogo: Antonio Angel Giacomini de Laboratorios
Roux-Ocefa. Buenos Aires - Argentina.
- Novedades de la Técnica del Vacío
Ing. Josep Buril
Edición Kovo Export Revista Checoslovaca 1971 Edición 17 N° 1 Praha
7 Trida Dukelských hrdinů 47
Revista Farmacéutica
- Síntesis de la Conferencia pronunciada por el titular de la firma -
Fabricación Instrumental Científico SRL.
Sr. A. Landan en el Estado Mayor del Ejército Argentino 1972
- Aplicación y ejecución de la Liofilización en los campos de la farma
cia y de la Biología.
LEYBOLD-HERABUS GMBH & CO KG.
República Federal de Alemania. Edición 1976
5 Koln 51 Postfach 510760
- Tecnología de Avanzada en alto vacío y ultrafrío.
Fabricación Instrumental Científico Argentina SRL.
Dr. Juan F. Aranguren 76/68 (1405) Buenos Aires Argentina
- La Técnica del frío
Calveiro y Libertatore - Aurora Z. Calverio. Buenos Aires-Argentina
Año XIX N° 198 Publicación del mes de Agosto.
- Pennwalt Inter Americana S.A. México D.F. México Apartado 1761
Equipos de Liofilización y Bombas de Vacío STOKES.
- Bombas de difusión Edwards, Segunda Generación de Vacío
Estados Unidos de Norteamérica
Edwards High Vacuum Inc.
3279 Grand Island Boulevard
Grand Islad, New York 14072
- Aparatos y Plantas para Liofilización
Ing. Brizio Basi E.C.
Milano V. LE. Monza 198/200
- Equipos y componentes para Liofilización
Cristoforo Terruzzi (Construcciones Mecánicas TERRUZZI)
20126 Milano - Vía Ernesto Breda 176 Italia
- Novedades de la Técnica del vacío
Ing. Josep Buril
- Imperial Chemical Industries Limited

Refrigerantes Arcton

Representantes en Lima Perú: COLDIMPORT

Pascual Sacco Oliveros 339 Santa Beatriz

- Controles y automatización

Saginomiya Catálogo D

Selección de válvulas de refrigeración: COLDIMPORT.