

UNIVERSIDAD NACIONAL JOSÉ FAUSTINO SÁNCHEZ CARRIÓN



**FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA Y METALÚRGICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA QUIMICA**

**TESIS PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE INGENIERO
QUIMICO**

**ANALISIS COMPARATIVO DE LA HIDRODESTILACIÓN CON EL
ARRASTRE DE VAPOR PARA LA EXTRACCIÓN DE ACEITES
ESENCIALES DE LA CASCARA DE NARANJA**

**PRESENTADO POR:
EDWAR WILMAR OBREGON MARIANO**

**ASESOR:
Ing. EDELMIRA TORRES CORCINO
CIP 117063**

**HUACHO – PERÚ
2018**

AGRADECIMIENTO

Agradecerle a mi amada esposa, por su apoyo y ánimo que me brinda día con día para alcanzar nuevas metas, tanto profesionales como personales. Tu ayuda ha sido fundamental, has estado conmigo incluso en los momentos más turbulentos. Este proyecto no fue fácil, pero estuviste motivándome y ayudándome hasta donde tus alcances lo permitían. Te lo agradezco muchísimo amor.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a una mujer que simplemente me hace llenar de orgullo, madre te amo y no va haber manera de devolverte todo lo que has hecho por mí. Esta tesis es un logro más que llevo a cabo, y sin lugar a dudas ha sido en gran parte gracias a ti; no sé en donde me encontraría de no ser por tu ayuda, tu compañía, y tu amor. Te doy mis sinceras gracias, amada madre.

Edwar Wilmar Obregon Mariano

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTO	1
DEDICATORIA	2
ÍNDICE GENERAL	3
INDICE DE FIGURAS	5
INDICE DE TABLAS	6
RESUMEN	7
ABSTRACT	8
INTRODUCCION	9
CAPÍTULO I	
GENERALIDADES	12
1.1. Planteamiento y Formulación del Problema	12
1.1.1. Formulación del problema	12
1.1.2. Problema general	13
1.1.3. Problemas específicos	13
1.2. Objetivos de la investigación	13
1.2.1. Objetivo general	13
1.2.2. Objetivos específicos	13
1.3. Importancia y Justificación de la Investigación	14
CAPÍTULO II	
MARCO TEÓRICO	15
2.1. Antecedentes	15
2.2. Fundamentos	16
2.3. Naranja	22
2.4. Aceites Esenciales	23
2.4.1. Propiedades físicas y organolépticas de los aceites esenciales	24
2.4.2. Composición de los aceites esenciales	24
2.4.3. Extracción de aceites Esenciales	27
CAPÍTULO III	
METODOLOGÍA	36
3.1. Tipo de Investigación	36
3.2. Técnicas de Recolección de Información	37

3.2.1	Fuentes de Información Primaria	37
3.2.2	Información Secundaria	37
3.3	Población y Muestra	38
3.3.1	Población	38
3.3.2	Muestra	38
3.4	Variables	38
3.5	Experimentación	40
3.6	Obtención del Aceite Esencial de la Cáscara de Naranja Mediante los Métodos de Destilación por Arrastre con Vapor e Hidrodestilación	40
3.6.1	Selección del Equipo	42
3.6.2	Preparación de la materia prima	42
3.6.3	Extracción del aceite esencial mediante destilación por arrastre de vapor	43
3.6.4.	Extracción del aceite esencial mediante hidrodestilación	51
3.6.5	Rendimiento de la extracción de aceite esencial	53
CAPÍTULO IV		
RESULTADOS Y ANÁLISIS		
4.1.	Destilación por Arrastre con Vapor de Agua	54
4.2.	Hidrodestilación	61
4.3.	Comparación de los Métodos de Extracción	66
CAPÍTULO V		
CONCLUSION Y RECOMENDACIONES		
5.1	Conclusiones	68
5.2.	Recomendaciones	69
CAPÍTULO VI		
BIBLIOGRAFIA		
ANEXOS		

INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Apreciación visual del aceite esencia del aceite de cáscara de naranja....	27
Figura 2.2. Métodos de extracción de aceites esenciales de productos aromáticos: a) Métodos directos. b) Destilación. c) Extracción con solventes. d)Técnicas de vanguardia.....	35
Figura 3. 1. Actividades de la metodología.....	37
Figura 3.2. Cáscara de naranja.....	41
Figura 3.3.Diagrama de bloques preliminar del proceso.....	41
Figura 3. 4. Fuente de calentamiento para hidrodestilación.....	51
Figura 3. 5. Cámara de extracción para hidrodestilación.....	51
Figura 3. 6. Recolector de aceite esencial para hidrodestilación.....	52
Figura 4. 1. Rendimiento de Aceite esencial en función del tamaño de partícula...	55
Figura 4. 2. Rendimiento de aceite esencial en función del tiempo.....	56
Figura 4. 3. Incidencia del tamaño de partícula y tiempo de extracción en el rendimiento de extracción de aceite esencial.....	59
Figura 4. 4. Rendimiento de AE en función del tamaño de partícula.....	62
Figura 4. 5. Rendimiento de AE en función del tiempo de extracción.....	63
Figura 4. 6.Rendimiento de AE y las Interacciones de tiempo de extracción y tamaño de partícula.....	65

INDICE DE TABLAS

Tabla 3.1. Variables, definición y unidades.....	38
Tabla 3.2. Variables dependientes involucradas en el proceso.....	39
Tabla 3.3.Variables intervinientes involucradas en el proceso de destilación por arrastre con vapor.	39
Tabla 3.4. Variables intervinientes involucradas en el proceso de hidrodestilación ..	39
Tabla 4.1. Resultados de la extracción del aceite esencial de cascara de naranja mediante destilación por arrastre con vapor de agua.....	54
Tabla 4.2. influencia del tamaño de partícula en el rendimiento de A.E.....	55
Tabla 4.3 Influencia del tiempo de extracción en el rendimiento de AE.....	56
Tabla 4.4 Incidencia de tiempo de extracción y tamaño de partícula en el rendimiento de AE.....	58
Tabla 4.5. Optimización del proceso de destilación por arrastre con vapor.....	60
Tabla 4.6. Resultados de la extracción del aceite esencial de cáscara de naranja mediante hidrodestilación.....	61
Tabla 4.7. Influencia del tamaño de partícula en el rendimiento de AE	62
Tabla 4.8. Incidencia del tiempo de extracción en el rendimiento de AE	63
Tabla 4.9. Influencia de la interacción del tiempo de extracción y el tamaño de partícula en el rendimiento de AE.	64
Tabla 4.10. Optimización del proceso para hidrodestilación	66

RESUMEN

Experimentalmente, a nivel de laboratorio, se realizó la extracción de los aceites esenciales de la cáscara de naranja Huando mediante los métodos de arrastre de vapor (DAV) y de hidrodestilación (HD), para evaluar sus respectivos rendimientos en función del tamaño de partícula y del tiempo de extracción. Los métodos fueron comparados a través de sus resultados y del comportamiento de los parámetros, tamaño de partícula y tiempo de extracción correspondientes. Se concluyó que es el tiempo de extracción la variable de mayor incidencia en el método de hidrodestilación, mientras que para el método de destilación por arrastre de vapor la variable más significativa es el tamaño de partícula. La extracción de aceites esenciales por arrastre de vapor presenta mayor rendimiento que el de hidrodestilación en una magnitud de superioridad de hasta seis veces por lo tanto es el más recomendable para la extracción de los aceites esenciales de cáscaras de naranja.

Palabras claves: Aceite esencial, Destilación, Hidrodestilación, vapor, Cáscara, Condensador.

ABSTRACT

The extraction of the essential oils of the orange peel was carried out by means of the steam entrainment (DAV) and hydro distillation (HD) methods from Huacho and Huaral, with the purpose of evaluating their respective yields according to the particle size and of the extraction time. The methods were compared through their results and the corresponding behavior of the parameters, particle size and extraction time. The extraction time is the variable with the highest incidence in the hydrodistillation method, while for the steam distillation method the most significant variable is the particle size. The extraction of essential oils by steam drag is more efficient than the hydrodistillation in a magnitude of superiority of up to six times therefore it is the most recommended for the extraction of the essential oils of orange peels.

Keywords: Essential oil, Distillation, Hydro-distillation, steam, Shell, Condenser.

INTRODUCCION

La naranja es el fruto del naranjo dulce, árbol que pertenece al género Citrus de la familia de las Rutáceas. Cultivado desde la antigüedad como árbol ornamental y para obtener fragancias de sus frutos. Los frutos de la naranja, se caracterizan que su pulpa está formada por numerosas vesículas llenas de jugo. Es originaria del sureste de China y norte de Birmania, se conoce en la zona mediterránea hace aproximadamente tres mil años. Se extendió por toda Europa y alcanza gran popularidad durante la segunda mitad del siglo XV (Juárez,Jr.; AJ., Castro; JF., Jaúregui; Lizano JV, Carhuapoma M, Choquesillo FF, et al., 2010)

Muy importante es este fruto, porque no solo se aprovechan la pulpa, sino también la cáscara para obtener aceites esenciales (AE) que se utilizan como aromatizantes en diferentes industrias. Su aceite esencial es uno de los ingredientes básicos en las industrias de la perfumería, los alimentos, la agronómica y la farmacéutica.

La extracción de los AE se puede realizar por métodos convencionales como la destilación con arrastre de vapor, hidrodestilación (HD); en la actualidad adquiere gran importancia la extracción con fluidos supercríticos utilizando dióxido de carbono (CO₂) como solvente, y extracción por hidrodestilación asistida por radiación microondas (MWHD), esta última presenta ventajas con respecto a las técnicas tradicionales puesto que es un proceso rápido, eficiente y relativamente económico (Chemat F., Lucchesi ME, Smadja J, Favretto L, Colnaghi G, Visinoni F., 2006).

Se definen los aceites esenciales AE, como mezclas complejas de compuestos químicos principalmente de: hidrocarburos, terpenos, alcoholes, ésteres, aldehídos aromáticos y fenoles. Forman parte de las flores, frutos, hojas, raíces, semillas y corteza de los vegetales.

El propósito de este trabajo fue obtener AE mediante destilación por arrastre de vapor (DAV) y por hidrodestilación (HD) de la cáscara de naranja de Huando y realizar un análisis comparativo de ambos métodos.

La destilación es un proceso físico de separación que usa el calentamiento de materiales líquidos hasta el punto donde uno o varios de sus componentes por diferencias de volatilidades pasan a la fase de vapor que al condensarlo se obtiene una fase líquida más rica en volátiles que la original, propiciando la separación de volátiles. Al utilizar vapor saturado o sobrecalentado, producido externamente fuera del equipo principal, (caldera, autoclave de presión o un recipiente adecuado) y se aplica sobre la materia prima y el vapor se lleva al AE el proceso se denomina destilación por arrastre de vapor (DAV). En general, la DAV, es útil para la separación de compuestos que verifican las siguientes condiciones: Tiene alta volatilidad, son inmiscibles en agua, presentan presión de vapor baja y punto de ebullición alto. Este proceso utiliza vapor saturado para separar el aceite del material sólido que es arrastrado hacia un condensador y luego por inmiscibilidad y diferencia de densidades, se separa el aceite del agua. Las propiedades de los AE son importantes también para la hidrodestilación que consiste en la extracción del aceite de su estructura interna del material, por lo que se generan los mecanismos de exsudación (desprendimiento del aceite a través del tejido interno del material), la difusión del aceite de la superficie externa del material en el agua, luego se genera la condensación y finalmente la decantación del aceite que por la inmiscibilidad con el agua por diferencia de densidad se separa de la fase acuosa.

El presente estudio, para alcanzar el propósito antes mencionado, puesto que son procesos de transferencia de masa, son dependientes de la superficie y por ser no estacionarios dependen del tiempo, en este contexto, se consideraron los parámetros de mayor incidencia (tamaño de partícula y tiempo de extracción) en la variable respuesta que es el rendimiento de separación de los AE, manteniendo la temperatura en rangos aproximadamente constantes ya que la operación se realiza a presión atmosférica.

Las pruebas experimentales se llevaron a cabo para tamaños de partícula entre 1 cm y 3,4 cm y para los tiempos de extracción en el rango de 30 min y 60 min para el proceso DAV y para tamaños de partícula entre 1cm y 3,4 cm y para los tiempos de extracción en el rango de tiempo entre 30 min y 60 min. en la HD. De este modo se obtuvieron rendimientos mayores para la destilación por arrastre de vapor que para la hidrodestilación.

Las conclusiones obtenidas, indican que el método de destilación por arrastre de vapor es de mayor rendimiento que el de hidrodestilación hasta por seis veces superior y que las variables tiempo de extracción y tamaño de partícula influyen diferentemente en cada método, así el tiempo de extracción es la variable de mayor incidencia en el método de hidrodestilación, mientras que para el método de destilación por arrastre de vapor la variable más significativa resultó ser el tamaño de partícula.

CAPÍTULO I

GENERALIDADES

1.1 Planteamiento y Formulación del Problema

1.1.1 Formulación del problema

Para extraer aceites esenciales, existen varios métodos, entre ellos se citan, la extracción por solventes, la maceración o el prensado. Estos métodos son lentos y generalmente propician la formación de productos no deseados, como ceras, pigmentos, extractos y ácidos grasos, entre otros, lo que dificulta la separación del aceite. Así mismo, existen nuevas técnicas que mejoran los rendimientos del aceite como: la extracción por microondas sin uso de disolventes (MWA-SD) y la extracción con fluidos supercríticos (SFE), pero son demasiado costosas. Frente a las limitaciones, brevemente mencionadas, se buscan alternativas, más práctica y efectivas, entre ellos, están los denominados de destilación por arrastre con vapor o por hidrodestilación, ya sea con el uso de vapor externo o mediante la ebullición en agua, respectivamente. De allí la importancia de comparar los dos métodos, para finalmente sugerir el más recomendable.

Para lo mencionado, se precisaron los parámetros del proceso, los cuales serán evaluados a través de la data experimental respectiva para cada proceso. El problema para el estudio se plantea de la siguiente forma:

1.1.2 Problema general

¿Cuál de los dos métodos, la destilación por arrastre de vapor o la hidrodestilación es más recomendable para la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja de Huando?

1.1.3 Problemas específicos

- a. ¿Cuáles son las dos variables principales en el rendimiento de cada uno de los métodos de destilación por arrastre de vapor y por hidrodestilación?
- b. ¿Cuál de los métodos, destilación por arrastre de vapor o por hidrodestilación presenta mejores rendimientos de extracción de los aceites esenciales de la naranja de Huando?

1.2 Objetivos de la investigación

1.2.1 Objetivo general

Obtener experimentalmente los rendimientos de la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja de Huando, mediante hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor y realizar la comparación.

1.2.2 Objetivos específicos

- Obtener el rendimiento del aceite esencial de la cáscara de naranja de Huando por medio de un proceso convencional a escala de laboratorio por los métodos de destilación por arrastre de vapor y por hidrodestilación.
- Determinar la influencia de las variables, tamaño de partícula y tiempo de extracción, en los rendimientos de aceites esenciales de la cáscara de naranja de Huando, mediante hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor.

- Optimizar el rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja de Huando mediante hidrodestilación y destilación por arrastre de vapor.

1.3 Importancia y Justificación de la Investigación

El estudio se es importante para el campo de la alimentación y la salud, puesto que son los resultados alguno de los métodos en referencia será el más conveniente, tanto desde el punto de vista de costo como también desde el punto de vista que la misma comunidad podría darle aplicabilidad a la cáscara de naranja Huando, que es la más conocida en Huaral.

El estudio se justifica desde el punto de vista teórico, porque existe abundante información científica y técnica relativa al tema.

Desde el punto de vista de recursos humanos, el autor dedicará el tiempo necesario para su realización.

Desde el punto de vista de recursos económicos, los costos son responsabilidad total del autor.

Desde el punto de vista académico y profesional, es importante, porque permite comprender y desarrollar principios químicos analíticos, técnicas estadísticas, mecánicas y de procesamiento en general.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

En el Lejano Oriente, empezó la historia de los aceites esenciales. Las bases tecnológicas del proceso fueron concebidas y empleadas primariamente en Egipto, Persia y la India. Sin embargo, fue en Occidente donde surgieron los primeros alcances de su completo desarrollo.

Los datos experimentales de los métodos empleados, en los tiempos antiguos, son escasos y vagos. Aparentemente, solo el aceite esencial de trementina fue obtenido por los métodos conocidos actualmente, aunque se desconoce exactamente cuál fue.

Hasta la Edad Media, el arte de la hidrodestilación fue usado para la preparación de aguas florales. Cuando se obtenían los aceites esenciales en la superficie del agua floral, era desechado comúnmente, por considerarlo un sub-producto indeseado.

La primera descripción auténtica de la hidrodestilación de aceites esenciales reales ha sido realizada por Arnold de Villanova (1235 – 1311). Quien introdujo “el arte de este proceso” en la terapia europea. Bombastus Paracelsus (1493 – 1541) estableció el concepto de la Quinta Essentia, es decir, la fracción extraíble más sublime y posible técnicamente de obtener de una planta y constituye la droga requerida para el uso farmacológico. La definición actual de aceite “esencial” recae en el concepto desarrollado por Paracelsus, (Günther, 1948.).

Existen evidencias de que la producción y el uso de los aceites esenciales no llegaron a ser generales hasta la mitad del siglo XVI. El físico Brunschwig (1450 – 1534) menciona sólo 4 aceites esenciales conocidos durante esa época: el de trementina, el del enebro, el del romero y el del espliego (Günther, 1948.)

Con la llegada de la máquina de vapor y el uso de calderas de vapor para las industrias manufactureras (s. XIX), la hidrodestilación se convirtió en un proceso industrial a gran escala. Surgieron dos tipos de generadores: los de calor vivo, donde la caldera forma parte del mismo recipiente donde se procesa el material vegetal y trabaja a la temperatura de ebullición atmosférica. Y, las calderas de vapor, las cuales no forman parte del equipo y trabajan en un amplio rango de flujos y temperaturas para el vapor saturado. Se puede afirmar que la hidrodestilación industrial nació en el s. XIX y durante el s. XX, se buscó mejorar los diseños mecánicos de los alambiques, minimizar el alto consumo energético requerido y controlar adecuadamente el proceso.

2.2 Fundamentos

Desde hace muchas décadas, se asume que el proceso está regido por la vaporización del aceite esencial “libre” o disponible en la superficie de las hojas o flores, cuando una corriente de vapor saturado atraviesa un lecho conformado por este material vegetal. Un abundante conocimiento empírico sustenta esta posición (Günther, 1948.). Al ser la vaporización, el fenómeno que controla el proceso, se asume un equilibrio termodinámico, entre el aceite esencial y el agua, controlante del rendimiento. Por ello, la denominación de “hidrodestilación” ha sido acuñada para reflejar este hecho.

Sin embargo, el rendimiento del proceso no sigue un comportamiento como el calculado por la destilación, porque la velocidad de obtención del aceite disminuye, más rápidamente, conforme el tiempo transcurre. La hipótesis de la existencia de un segundo fenómeno controlante, de tipo difusional (“hidro-difusión”), limitante del rendimiento, fue sugerido inicialmente por von Rechenberg (Günther, 1948.) . Basado en el concepto de ósmosis, estaría aplicado al aceite esencial “retenido” en los tricomas glandulares superficiales, presentes en las hojas y flores. Lamentablemente, el enunciado matemático del mismo, no fue llevado a cabo, debido a la llegada tardía de la teoría de los fenómenos de transporte, capaz de plasmar matemáticamente este segundo fenómeno. Además, los estudios botánicos de micro-histología en este fenómeno, han sido aplicados recién en los últimos años; lo cual, ha generado un vacío en la explicación física y una carencia de modelados fenomenológicos capaces de simular, controlar y escalar el proceso, para diferentes niveles de producción. Por ello, la hidrodestilación es una operación de separación empírica, particular para cada materia vegetal, y dependiente de diversos parámetros físicos no integrados entre sí.

Tomando en cuenta el conocimiento empírico acumulado de la operación, el trabajo pionero de von Rechenberg y los estudios botánicos, se deduce que existen, por lo menos, tres fenómenos controlantes del proceso: El primero, una vaporización instantánea del aceite esencial, en la interfase de la película formada en la superficie del material vegetal y el vapor circundante. El segundo, la difusión del aceite vaporizado al seno de la corriente del vapor circundante, debido a la convección que ejerce el vapor en el lecho, y su inmediato transporte al exterior del equipo. Y el tercero, una exudación (o excreción) del aceite esencial desde el interior de los

tricomas glandulares, a través de su cutícula, a la película superficial del material vegetal.

En los últimos años, varios trabajos de investigación han sido publicados, proponiendo nuevos enunciados matemáticos basados en el balance microscópico del transporte del aceite en el vapor, que explicarían los fenómenos mencionados anteriormente.

(Cerpa, M.; Palomino, C., 2007) aplicaron su modelado al caso de las hojas de la muña (*Minthostachys Setosa* L.). Se consideró que: la exudación es una difusión intrapartícula del aceite esencial en el vapor penetrante de la matriz herbácea. La vaporización del aceite liberado se asumió como un fenómeno cinético, representado por una velocidad de primer orden con respecto a la concentración en el equilibrio del aceite vaporizado en el vapor de agua. Se relacionó la vaporización con la difusión intrapartícula, a través de un factor de efectividad de extracción, análogo al módulo de Thiele, usado para la reacción heterogénea en un sólido poroso. Se despreció la difusión externa por convección y sólo los procesos internos controlaban el proceso. Este modelado posee algunas limitaciones en su fundamento: el aceite esencial se encuentra mayoritariamente en los tricomas glandulares superficiales y no en el interior de las hojas, como fue asumido; la vaporización instantánea depende del equilibrio de las fases formadas y no es un término arbitrario o empírico. Además, la aplicación de un factor de efectividad es inconsistente físicamente, debido a que el soluto es liberado desde la superficie de la matriz hacia el seno del vapor y el módulo de Thiele es aplicado cuando el soluto penetra en el sólido.

(Benyoussef, E.-H.; Hasni, S.; Belabbes, R.; Bessiere, J.-M., 2002), para el caso de los frutos del cilantro (*Coriandrum sativum* L.), aplicaron su modelo. Se consideró que la exudación es una desorción irreversible del aceite esencial en el agua penetrante en la matriz herbácea, con una velocidad de primer orden con respecto al aceite retenido. La vaporización del aceite liberado se asumió como instantánea, debido al equilibrio de fases formado, pero la relación era explícita y en función de un término constante y empírico. La difusión intrapartícula del aceite en el agua penetrante fue asumida como la controlante, espreciándose la difusión externa por convección. Este modelado posee algunas limitaciones en su enunciado: sólo es aplicable a frutos (geometría esferoide), donde el aceite esencial está en el interior de la matriz herbácea; la difusión intrapartícula del aceite en el vapor penetrante se aplica sólo cuando la materia prima está molida, como fue el caso, pero a nivel industrial, los frutos no suelen ser molidos y no hay evidencias de que el agua penetre en la matriz herbácea; el término empírico para relacionar el equilibrio entre el aceite en la superficie de la matriz y el del vapor es definido como un coeficiente de reparto, independiente de las volatilidades y de la solubilidad del aceite en el vapor, y sin ninguna relación termodinámica que lo respalde; lo cual es inconsistente, porque el aceite esencial se vaporiza en determinada proporción, de acuerdo a principios termodinámicos conocidos.

Este modelado posee algunas limitaciones en su enunciado: sólo es aplicable a frutos (geometría esferoide), donde el aceite esencial está en el interior de la matriz herbácea; el término empírico para relacionar el equilibrio entre el aceite en la superficie de la matriz y el del vapor es definido como un parámetro de proporcionalidad, independiente de las volatilidades y de la solubilidad del aceite

en el vapor, asumiéndose una similitud con la constante de Henry. Sin embargo, este parámetro es calculado por la minimización de la función objetivo y sin el uso de las propiedades físicas de los compuestos químicos involucrados, ni de relaciones termodinámicas conocidas. La disminución de aceite esencial en la matriz herbácea se calcula mediante un balance global de materia y en función de la velocidad de transferencia debido a la difusión por convección.

Sovová and Aleksovski (2006) aplicaron su modelado al caso de las hojas del tomillo rojo (*thymus serpyllum* L.). Se consideró que: no existe exudación; el aceite está disponible en la superficie de la matriz y se evapora instantáneamente conforme la temperatura aumenta. Existe una resistencia a esta vaporización, debido a la difusión por convección del aceite desde la superficie al seno del agua circundante. El equilibrio entre el aceite superficial y el vaporizado se estableció mediante una constante de partición, independiente de la composición de las fases, de la temperatura y de la difusión externa. Este modelado posee algunas limitaciones en su enunciado: es aplicable sólo cuando la matriz herbácea está molida, es decir, cuando deliberadamente, se permite que todo el aceite esencial se encuentre libre en la superficie y disponible; la materia prima está sumergida en agua, que se va calentando hasta alcanzar su punto de ebullición, lo cual es válido para un determinado tipo de hidrodestilación, pero no para la usada común e industrialmente; la constante de partición carece de una relación matemática vinculada con la termodinámica, es obtenida por la minimización de los errores para correlacionar el modelado a los datos experimentales, obviándose su relación con respecto a las propiedades físicas (presión de vapor) del aceite esencial o a la composición en la interfase formada.

De la anterior compilación de modelados publicados, se deduce que: la difusión intrapartícula, llámese de aquella que ocurre dentro de la matriz herbácea, controla el proceso, con la excepción del trabajo de Sovová and Aleksovski (2006). El equilibrio entre el aceite esencial superficial de la matriz y el vaporizado en la corriente es expresado como un coeficiente de partición, independiente de la termodinámica de fases y obtenido por la minimización de la función objetivo del modelado con respecto a los datos experimentales. La exudación es un fenómeno intrapartícula y puede ser expresada como una desorción irreversible de primer orden. Estas hipótesis contradicen 3 evidencias reales: la variación del flujo del vapor usado afecta directamente la velocidad de obtención del aceite esencial; el equilibrio entre el aceite líquido superficial y el vaporizado debe obedecer los principios generales de la termodinámica de fases y no debería ser relacionado empíricamente; la exudación no es un fenómeno interno, sino externo (superficial), que afectará de diferente manera al proceso, cuando la materia prima está intacta o triturada. A nivel industrial, la materia prima está intacta o parcialmente reducida, se trabaja con diferentes caudales de vapor para determinar la óptima técnica y económicamente.

Por lo tanto, existe la necesidad, de formular nuevos modelados fenomenológicos, capaces de representar matemáticamente los tres fenómenos enunciados previamente, que sean consistentes físicamente con los hallazgos realizados por la micro-histología (Gersbach, 2002; Sharma et al., 2003), la termodinámica de fases, los fenómenos de transporte; y que no alteren los conocimientos históricos acumulados de este proceso.

En la presente memoria, se desarrollará un nuevo modelado basado en algunas hipótesis de los trabajos mencionados, en evidencias físicas (biológicas) y en principios teóricos generales de la ingeniería química.

2.3 Naranja

La naranja es un fruto cítrico de nombre científico *Citrus sinensis*, que consta de varios carpelos o gajos fáciles de separar, cada uno de los cuales contiene una pulpa de color variable entre el anaranjado y el rojo, jugosa y succulenta; además posee varias semillas y numerosas células jugosas, cubiertas por un exocarpo coriáceo o cáscara de color anaranjado cuyo interior es blanco, que contiene numerosas glándulas llenas de aceites esenciales. Se consume como fruta fresca, en jugo y enlatados; igualmente se utiliza para elaborar mermelada y para la obtención de aceites esenciales de la cáscara. (Ortuño, 2006)

Estudios realizados del aceite esencial de la cáscara de naranja posee actividad antimicrobiana, propiedad que un mayor aprovechamiento del abundante desecho que significa la cáscara de la naranja.

Dentro de las naranjas, es la naranja de Huando muy especial, pues es producto de injerto, no tiene semillas, son conocidas internacionalmente por su gran calidad en sabor (palatable) agridulce, combinado con su gran aroma único y presencia física (tamaño y color anaranjado fuerte) con un excelente márquetin, hicieron que este gran producto agrícola sea conocido por todo el pueblo peruano de norte a sur, tanto la sierra, selva y costa de nuestro gran territorio lo degustaran; lo cual lo hizo salir al extranjero en donde también tuvo gran aceptación alcanzando premios internacionales para el orgullo de nuestro gran Perú. En la actualidad nuestra NARANJA HUANDO, ha perdido presencia en los mercados locales,

debido a muchos factores uno de los principales como en todo el Perú no hay un buen manejo agrícola debido a que los costos de producción son altos, y ha obligado al agricultor a eliminar gran parte de las plantaciones de naranjas y cultivando variedades otros frutales.

2.4 Aceites Esenciales

Los aceites esenciales (también llamados aceites volátiles o etéreos) son mezclas complejas de sustancias, de olor aromático intenso, generalmente líquidos volátiles arrastrables por el vapor del agua, contenidos en los vegetales. Poseen una alta volatilidad a temperatura ambiente, la cual no se observa en otros agentes antimicrobianos; esta característica, junto con sus propiedades antivirales, antimicóticas, antioxidantes, antiparasíticas e insecticidas, han incrementado su interés por ellos (Ortuño, 2006).

La actividad antimicrobiana de los aceites esenciales se debe a la presencia de sustancias bioactivas como flavonoides, terpenos, coumarinas y carotenos.

De los millones de plantas existentes en nuestro planeta, se conocen alrededor de 4000 aceites esenciales distintos. Las plantas aromáticas son las que concentran una mayor cantidad de esencias y, por tanto, constituyen la materia prima para su obtención, bien sea empleando toda la planta, sólo sus hojas, flores, frutos o raíces, dependiendo de la planta concreta de que se trate.

En una misma especie, la composición tanto cuali como cuantitativa de la esencia puede variar según la parte considerada, las condiciones del medio en que se hayan desarrollado, la época del año, su dotación genética particular, etc.

2.4.1 Propiedades físicas y organolépticas de los aceites esenciales

Generalmente, los aceites esenciales son líquidos a temperatura ambiente. Su volatilidad o capacidad de evaporación al contacto con el aire, a dicha temperatura, la diferencia de los aceites fijos. Dentro de los compuestos aromáticos, el peso molecular se restringe a máximo 250g/mol para que las sustancias puedan volatilizarse.

Son fácilmente alterables o sensibles a la oxidación, aunque no se enrancian como los lípidos. Poseen tendencia a polimerizarse, dando lugar a la formación de productos resinosos, especialmente aquellos que contienen alcoholes terpénicos insaturados, variando su olor, color y viscosidad. Son aceites grasos, fácilmente solubles en solventes orgánicos, como éter de petróleo, cloroformo, benzol o alcohol absoluto; y casi insolubles en agua, a la que comunican su olor.

La densidad de los aceites esenciales varía de 0.84 a 1.18 g/cm³; siendo, la gran mayoría, menos densa que el agua. Poseen un índice de refracción elevado, con un promedio de 1.5 y generalmente presentan actividad óptica (Perez, 2006).

2.4.2 Composición de los aceites esenciales (Aceites esenciales de cítricos, 2017)

Los aceites esenciales son principios activos que causan efectos beneficiosos en nuestro organismo (especialmente en los sentidos y en el sistema nervioso). Además, tienen diversas cualidades como, por ejemplo, ser calmantes, relajantes, antisépticos, antidepresivos, etc, dependiendo del aceite que empleemos en cada masaje.

Diversos documentos que datan de hace unos 2.700 años, hablaban ya de las propiedades curativas de los aceites esenciales en el lejano oriente. El aceite

esencial de naranja era utilizado en China para tratar problemas de salud como la anorexia, los resfriados o para levantar el ánimo.

Los aceites esenciales cítricos están en las flores, las raíces, las hojas o en los frutos. El aceite se obtiene a través de la destilación y, en el caso de los cítricos, son prensados en frío. Estos últimos son de los aceites más usados en cosmética para crear perfumes, cremas, jabones, etc, y tienen propiedades refrescantes, relajantes y astringentes. Además, los aceites de naranja, limón o pomelo son un potente antimicrobiano.

Así un experimento: tomar la cascara de un limón o de una naranja y le das la vuelta (por la parte blanca), ahora rascadla. A continuación, mirad la parte de piel con color y podrás ver cómo los agujeritos de la cascara están rellenos de aceite en la piel. Al ser tan concentrado, para un masaje de cuerpo entero sólo es necesario emplear 3 o 4 gotas (mezclado con el aceite base), que son suficientes para que te transfieran todas sus propiedades.

Aceite esencial de limón (*Citrus limonium*)

- Se obtiene a partir de la corteza del limón.
- Tiene un aroma fuerte, aunque refrescante y tonificante.
- Rico en vitaminas.
- Es antiséptico, cicatrizante y anti seborreico.
- Aplicado en masaje, activa las defensas del organismo, estimula la microcirculación y mejora la nutrición de los tejidos.

Aceite de azahar (flor de *Citrus aurantium*)

- Se obtiene a partir de la flor del naranjo.

- Tiene un aroma intenso.
- Es relajante, antiespasmódico, desintoxicante.
- Ayuda a conciliar el sueño y alivia la tensión premenstrual.
- Además, en el masaje, está indicado para la mala circulación.

Aceite de mandarina (*Citrus reticulata*)

- Se obtiene a partir de la piel de la mandarina.
- Tiene un aroma dulzón.
- Refresca, reanima y euforiza.
- Es anti fúngico, calmante, sedante y regenerador celular.
- Muy eficaz para combatir el insomnio y la melancolía.
- Mejora la circulación

Aceite de naranja (*Citrus aurantium*)

- Se extrae de la cascara de la naranja y contiene vitamina A, B y C.
- Tiene una fragancia rica y cítrica que proporciona un estado de tranquilidad.
- Alivia la tensión en la espalda.
- Estimulante del drenaje linfático.
- Aporta paz y felicidad a la mente.
- Revitalizante y estimulante de la alegría de las personas mayores con depresión.

Aceite de pomelo (*Citrus paradisi*)

- Se obtiene de la cascara del pomelo.
- Tiene un aroma fresco y cítrico.
- Equilibrante del sistema nervioso.
- Levanta el ánimo.

- Es estimulante para el drenaje linfático.



Figura 2.1. Apreciación visual del aceite esencia del aceite de cáscara de naranja.

2.4.3 Extracción de aceites Esenciales

Procesos de obtención.

Los aceites esenciales, se pueden extraer por diferentes métodos, los cuales, se clasifican de acuerdo al disolvente utilizado:

- Extracción con agua: Prensado, destilación con vapor de agua.
- Extracción con solventes volátiles: Extracción Soxhlet, lixiviación

a. Extracción Soxhlet.

Se basa en el reparto selectivo del soluto entre dos fases no miscibles, que pueden ser acuosa y una orgánica.

Se desarrolla empleando solventes con bajo punto de ebullición, para evitar la degradación de la muestra. Es altamente recomendable para obtener extractos de plantas.

Es una técnica muy utilizada y es una combinación de extracción y destilación que permite la recuperación del disolvente. Se emplea en el aislamiento de los aceites, de sus fuentes naturales por medio de la extracción con disolventes orgánicos, es un proceso muy eficaz en la extracción sólido – líquido, donde la sustancia a extraer se encuentra en estado sólido y el extractor es un líquido. Una de las desventajas es que el costo es mayor debido a los altos volúmenes de solvente y que el producto final es una mezcla de aceite esencial con solventes.

b. Percolación.

También llamado lixiviación. Consiste en colocar las cascaras en un embudo y hacer pasar un disolvente que lave la materia orgánica. Requiere altos volúmenes de solvente, que se adicionan constantemente.

c. Método de prensado.

Se realiza a temperatura ambiente y con el material vegetal húmedo, con agua o etanol. Las cascaras de limón, son exprimidas mecánicamente para liberar el aceite, el cual es recolectado, filtrado y centrifugado.

d. Destilación con vapor saturado o destilación con agua y vapor.

La característica de esta destilación, está dada por que la materia orgánica no se encuentra en contacto directa con el agua, es el vapor de agua el que se inyecta a través de la masa vegetal dispuesta sobre las placas perforadas. Es importante mencionar que para que se pueda favorecer el paso del vapor, el material debe tener el tamaño más uniformemente posible. La temperatura a la que debe trabajarse, cuando la presión sea igual a 1 atm, debe ser cercana a los 100 °C, para garantizar un buen rendimiento de extracción; En caso contrario, de trabajar con temperaturas menores, se producen condensaciones sobre él y la humedad origina cierta dificultad en la operación durante el paso y la

distribución del vapor sobre la muestra. Dicha técnica es la más usada en la industria debido a su sencillez, bajos costos y altos rendimientos.

e. Fundamentos de la destilación por arrastre con vapor de agua.

La destilación por arrastre de vapor es utilizada para obtener la separación de sustancias ligeramente volátiles e insolubles en agua, de otras sustancias no volátiles mezclados con ellas.

Las sustancias arrastrables con vapor son inmiscibles en agua, tienen presión de vapor baja y punto de ebullición alto. Cuando se tienen mezclas de líquidos que no son miscibles entre sí, se tiene un tipo de destilación que sigue la ley de Dalton sobre las presiones parciales. De acuerdo a esta ley, la relación de las presiones de vapor de los líquidos es directamente proporcional a las concentraciones molares de ambas sustancias en la fase gaseosa. De esta manera si uno de los componentes tiene una presión de vapor de 380 mmHg a cierta temperatura, su relación molar es la siguiente:

$$\frac{P_A}{P_B} = \left(\frac{M_A}{M_B} \right) vap$$

P_A = Presión de vapor de A puro.

P_B = Presión de vapor de B puro.

M_A = moles de A

M_B = moles de B.

Como resultado de este comportamiento, un componente de punto de ebullición elevado, con una presión de vapor relativamente pequeña, puede obtenerse por destilación con un líquido inmiscible. Es decir que cuando uno de los componentes es agua, al trabajar a presión atmosférica, se puede separar un componente de mayor punto de ebullición que el del agua a una temperatura menor a 100 °C. Una ventaja importante de este método es que los compuestos de punto de ebullición alto, que se descomponen cerca de dichos puntos de ebullición, pueden destilarse con vapor de agua a una temperatura lo suficientemente baja para evitar la descomposición. Otra ventaja radica en su eficacia y bajo costo, ya que solo se requiere agua y vapor, se usa con frecuencia para aislar y purificar aceites esenciales que se encuentran en hojas, cascaras del citrico.

Extracción por arrastre de vapor.

Es una técnica usada para separar sustancias orgánicas insolubles en agua y ligeramente volátiles, de otras no volátiles que se encuentran en la cascara. El arrastre en corriente de vapor hace posible la purificación de muchas sustancias de puntos de ebullición elevado mediante una destilación a baja temperatura. Mediante la introducción de vapor directo en dicha carga, se produce la evaporación de los componentes volátiles a una temperatura menor que la correspondiente a sus puntos de ebullición.

La técnica es útil, cuando la sustancia en cuestión a presión atmosférica hierve por encima de los 100°C y se descomponen en su punto de ebullición o por debajo de este, logrando separar en diferentes cantidades las muestras de las mezclas con grandes cantidades de sólidos. En una mezcla binaria de líquidos completamente inmiscibles, cada componente ejerce su propia tensión de vapor, de manera que la

presión total del sistema es la suma de las presiones parciales de ambos componentes.

La composición del vapor, expresada en relación molar de los componentes x, y (N_x/N_y), está relacionada con las presiones parciales P_x , P_y , y las cantidades relativas en peso de los líquidos que se recogen por destilación W_x , W_y .

Hidrodestilación.

Se denomina hidrodestilación a la destilación de las flores u otras partes de la planta por medio de vapor de agua. En donde dicho vapor se encarga de arrastrar el aceite esencial presente en la parte sometida al proceso. Los aceites esenciales poseen un punto de ebullición superior al del agua, pero en la mezcla de aceite esencial más agua presenta un punto de ebullición inferior y por esto puede ser destilada. Al pasar por el condensador los vapores se enfrían, se condensan y se transforman en un líquido formado por dos fases inmiscibles:

Fase orgánica: Es la parte que contiene el aceite esencial.

Fase acuosa: La cual contiene cierta cantidad de esencia como es el caso del agua de rosas debido a que los aceites esenciales contienen una fracción de componentes solubles en el agua.

La separación de estas fases es posible gracias a la diferencia de densidades y a la inmiscibilidad debido a que la fase orgánica es la fase menos densa y flota sobre la fase acuosa, pero pueden existir excepciones (Ortuño, 2006).

Otros métodos

Además de la destilación por arrastre con vapor, existen otros métodos para la obtención de aceites esenciales, como el prensado en frío, extracción con grasa en caliente y extracción con disolventes, ya sea derivados del petróleo, fluidos supercríticos o disolventes no derivados del petróleo (Ortuño, 2006).

La extracción con grasa en caliente (enfleurage) y el prensado en frío son métodos antiguos que ya no se emplean.

A pesar de la gran cantidad de aceite esencial que se obtiene en el caso del prensado en frío, este método es muy laborioso, requiere mucha mano de obra y está ampliamente superado técnicamente (Ortuño, 2006). El material vegetal es sometido a presión, bien sea en prensas tipo batch o en forma continua. Para los cítricos antiguamente se empleó el método manual de la esponja, que consiste en exprimir manualmente las cáscaras con una esponja hasta que se empapa de aceite y se exprime para liberar el aceite esencial.

La extracción con solventes consiste en un proceso muy suave que se utiliza cuando se sabe que el contenido en esencia es bajo, o cuando sus constituyentes son muy delicados. Los disolventes utilizados normalmente son: éter etílico, éter de petróleo, hexano y benceno; los cuales deben eliminarse posteriormente, a presión reducida, para obtener un residuo de consistencia semisólida que requiere ser purificado por un tratamiento con alcohol absoluto (Ortuño, 2006).

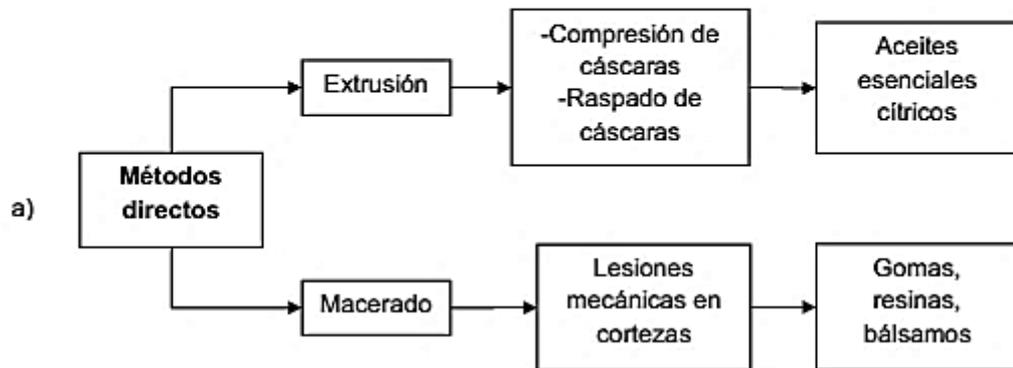
Este método de extracción se lleva a cabo a condiciones de temperatura y presión ambientales y requiere que las muestras sean previamente molidas, picadas o maceradas, a modo de incrementar el área de contacto entre ellas y el solvente a

utilizar. Durante el proceso también son extraídos algunos otros componentes como gomas, ceras, grasas, colorantes, proteínas y carbohidratos, por lo que el material residual suele ser de consistencia semisólida (Sánchez, 2006).

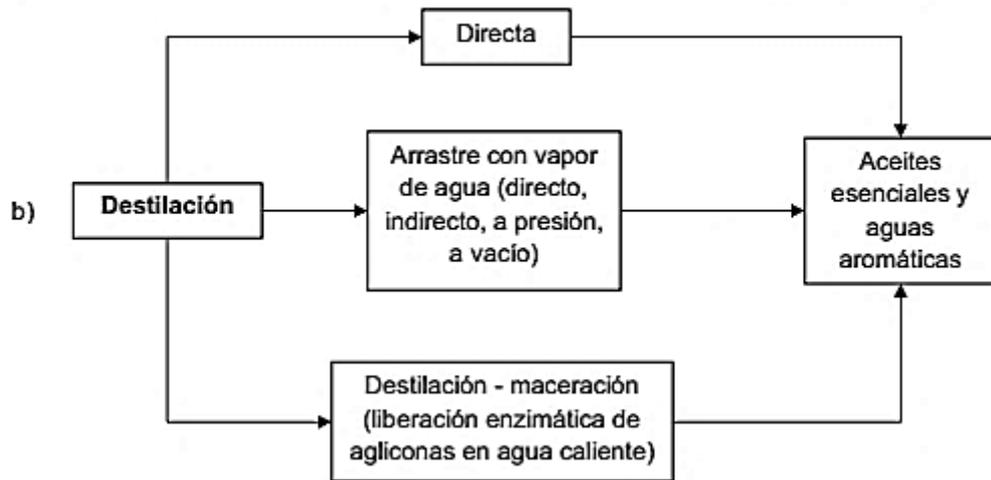
La extracción con fluidos en condiciones supercríticas es el desarrollo más reciente. Se fundamenta en el punto en el que un gas o vapor ya no puede ser licuado por cambios de presión y/o temperatura y tiene la ventaja de no alterar la composición del aceite esencial ni dejar ningún resto de disolventes, pero como contrapartida, presenta los inconvenientes derivados del alto costo del equipo necesario, así como de un costo de operación también elevado, debido al empleo de altas presiones y equipos con cierres herméticos para trabajo con gases. Además, suele extraer compuestos ajenos al aroma como pigmentos o ceras, que se incorporan al aceite esencial. La sustancia más empleada suele ser el CO₂, puesto que representa baja viscosidad, baja tensión superficial y un alto coeficiente de difusión que permite incrementar el contacto con la superficie del material, por lo que puede penetrar pequeños poros o rendijas, asegurando así una extracción más eficiente en un menor tiempo (Ortuño, 2006) y (SÁNCHEZ, 2006).

La extracción con disolventes no derivados del petróleo es una alternativa que casi no se utiliza. Pretende heredar las ventajas de la extracción con disolventes convencional, evitando en cambio el contacto del material vegetal con disolventes derivados del petróleo (Ortuño, 2006).

Método	Procedimiento	Productos obtenidos
--------	---------------	---------------------



Método	Procedimiento	Productos obtenidos
--------	---------------	---------------------



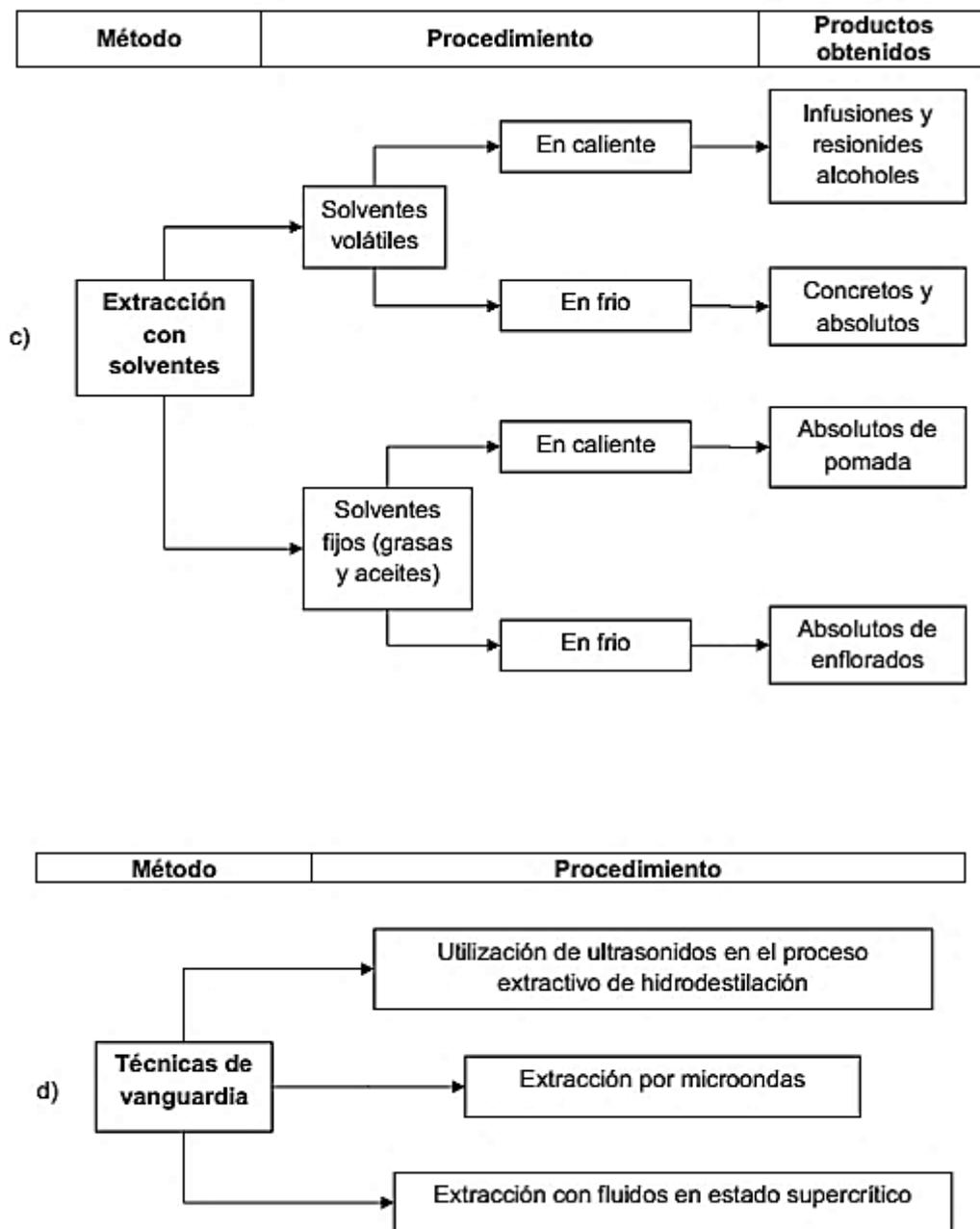


Figura 2.2. Métodos de extracción de aceites esenciales de productos aromáticos. a) Métodos directos. b) Destilación. c) Extracción con solventes. d) Técnicas de vanguardia

Fuente: Albarracín G; Gallo S. (2003).

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

Experimentalmente se obtuvieron los rendimientos de la extracción de aceites esenciales a partir de la cáscara de naranja utilizando los procesos de destilación por arrastre de vapor y por hidrodestilación. Para este propósito, se realizaron diferentes evaluaciones con las cuales se obtuvieron los parámetros principales de cada proceso de tal manera que se realice la comparación respectiva.

3.1 Tipo de Investigación

Es una investigación experimental cualitativa, se determinaron los parámetros óptimos que permitieron comparar los métodos de hidrodestilación y destilación por arrastre con vapor, de tal forma que se evaluó el rendimiento de la extracción de aceites a partir de cada método, utilizando como materia prima las cáscaras de naranja huando.

Las variables sometidas a análisis son, tamaño de partícula del lecho empacado y tiempo de extracción, debido a la significativa influencia que presentaron en la variación del rendimiento del aceite esencial obtenido.

En la figura que sigue, se aprecian las fases de las etapas que se cumplieron mediante las actividades propuestas en la Figura 3.1, lo cual permitió el desarrollo de los objetivos planteados.

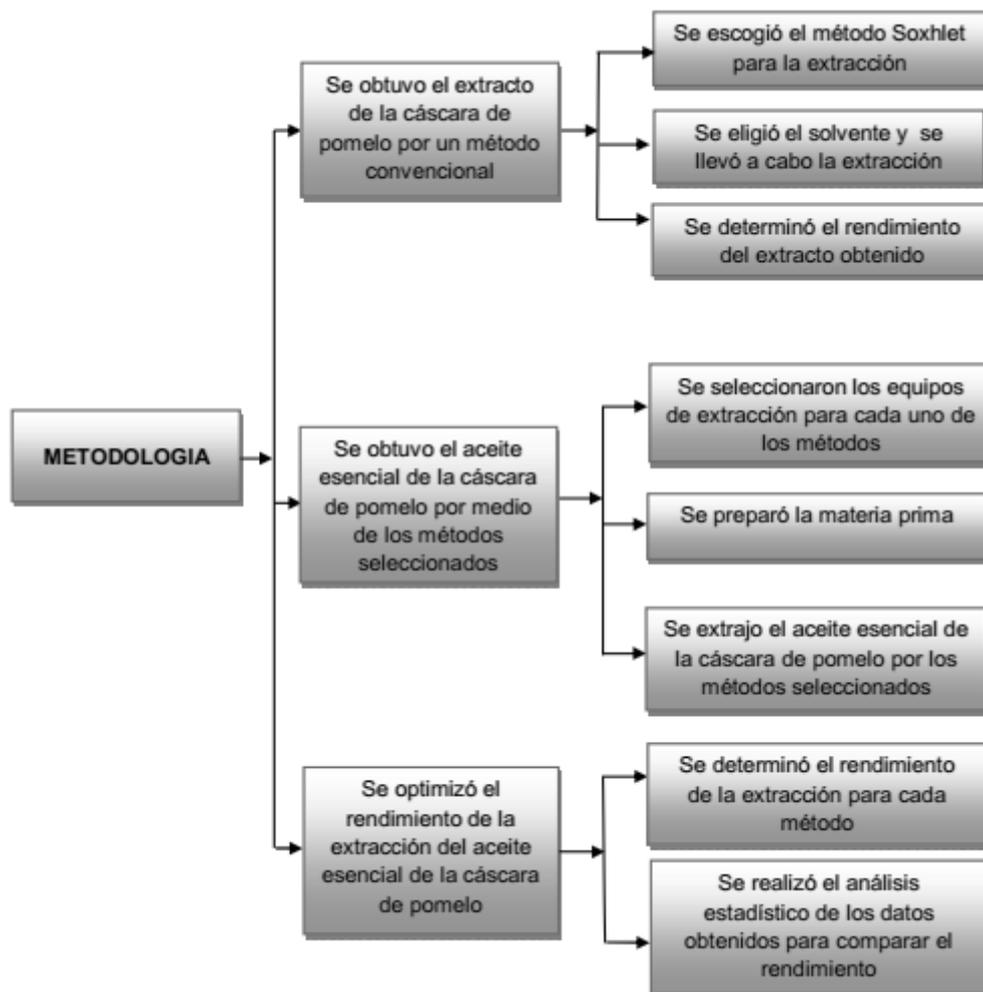


Figura 3.1. Actividades de la metodología

3.2 Técnicas de Recolección de Información

3.2.1 Fuentes de Información Primaria

Ejecutando las extracciones en los equipos para los métodos de hidrodestilación y destilación por arrastre de vapor, con la materia prima debidamente acondicionada, para cada método se obtuvieron los datos de forma experimental.

3.2.2 Información Secundaria

La información suministrada para la extracción del aceite esencial de naranja Huando, se hizo a través de artículos obtenidos de internet.

3.3 Población y Muestra

3.3.1 Población

En este estudio se seleccionó como población, la naranja madura procedente de Huando provincia de Huaral.

3.3.2 Muestra

El equipo a emplear tiene una capacidad máxima de 2000 g y la capacidad mínima de trabajo es de 200 g; en este rango se trabajó con una muestra de 500 g de cáscara de naranja Huando.

3.4 Variables

Siendo un proceso no estacionario, la extracción es un proceso de transferencia de masa de la cáscara hacia el respectivo solvente y por principio, estos procesos dependen de la extensión de la muestra y del tiempo de operación; en este contexto, las variables que inciden en el rendimiento de los procesos de extracción, se tomaron el tiempo de extracción y el tamaño de partícula de la materia prima. Los datos experimentales obtenidos, conducen a la relación de estas variables con el rendimiento, lo que permite comparar los rendimientos de cada método en análisis.

De esta forma las variables del proceso para cada método se definen así:

Tabla 3.1. Variables, definición y unidades

Variables independientes	Definición	Unidades
Tiempo del proceso de extracción	El tiempo necesario para obtener el aceite esencial de la cáscara de naranja	Minutos (min)
Tamaño de partícula	El tamaño al cual se reduce las cáscaras para someterla a la extracción por cada método	Centímetros (cm)

Tabla 3.2. Variables dependientes involucradas en el proceso.

Variables dependientes	Definición	Unidades
Rendimiento de la operación	Gramos de aceite obtenido por cada gramo de cáscara de naranja	Porcentaje (%)

Tabla 3.3. Variables intervinientes involucradas en el proceso de destilación por arrastre con vapor.

Variables intervinientes	Definición	Valor	Unidades
Presión	Presión de operación de la cámara	1	Atmósferas atm)
Temperatura	Temperatura de operación de la cámara extractora	110	Grados Celsius (°C)
Cantidad de agua en el calderín	Agua desionizada y esterilizada necesaria para el proceso	3	Litros (L)
Cantidad de materia prima	Gramos de cascara de naranja picada necesarios para una carga del extractor	500	Gramos (g)

Tabla 3.4. Variables intervinientes involucradas en el proceso de hidrodestilación

Variables Intervinientes	Definición	Valor	Unidades
Presión	Presión de operación de la cámara extractora.	1	Atmosferas (atm)
Temperatura	Temperatura de operación extractora	110	Grados Celsius (°C)
Cantidad de agua en la cámara extractora	Agua necesaria para el proceso desionizada y esterilizada.	3	Litros (l)
Cantidad de materia prima	Gramos de pomelo picado necesarios para cargar el extractor.	500	Gramos (gr)

3.5 Experimentación

La investigación busca conocer frente a la variación de las variables independientes, el comportamiento de la variable rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja Huando, a partir de las interacciones y variaciones del tamaño de partícula y tiempo de extracción, que son variables limitantes y determinantes para cada uno de los procesos que se realizaron, lo cual se ha demostrado en estudios anteriores.

En éste trabajo se planteó un estudio comparativo, entre dos métodos convencionales: destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación. Para ello se realizaron dos diseños experimentales, en los cuales se variaron el tamaño de partícula y el tiempo de extracción, para cada método; con lo cual se encontraron los puntos óptimos para cada variable. Se eligió como variable de respuesta para los dos procedimientos, el porcentaje de rendimiento de la extracción. Para esto se realizaron 10 corridas experimentales con combinaciones al azar, en algunas corridas se mantienen constante alguna de las variables independientes y se varía la otra, tal como se presenta en la tabla 1 y se mide el rendimiento de aceite esencial.

3.6 Obtención del Aceite Esencial de la Cáscara de Naranja Huando, Mediante los Métodos de Destilación por Arrastre con Vapor e Hidrodestilación

En la figura 3.3 se representa el procedimiento general, de la extracción de aceites esenciales, mediante los métodos seleccionados para la realización del presente estudio, en el cual se contempla las etapas que se deben seguir para llevar a cabo la obtención del aceite esencial libre de humedad y otros contaminantes.



Figura 3.2. Cáscara de naranja

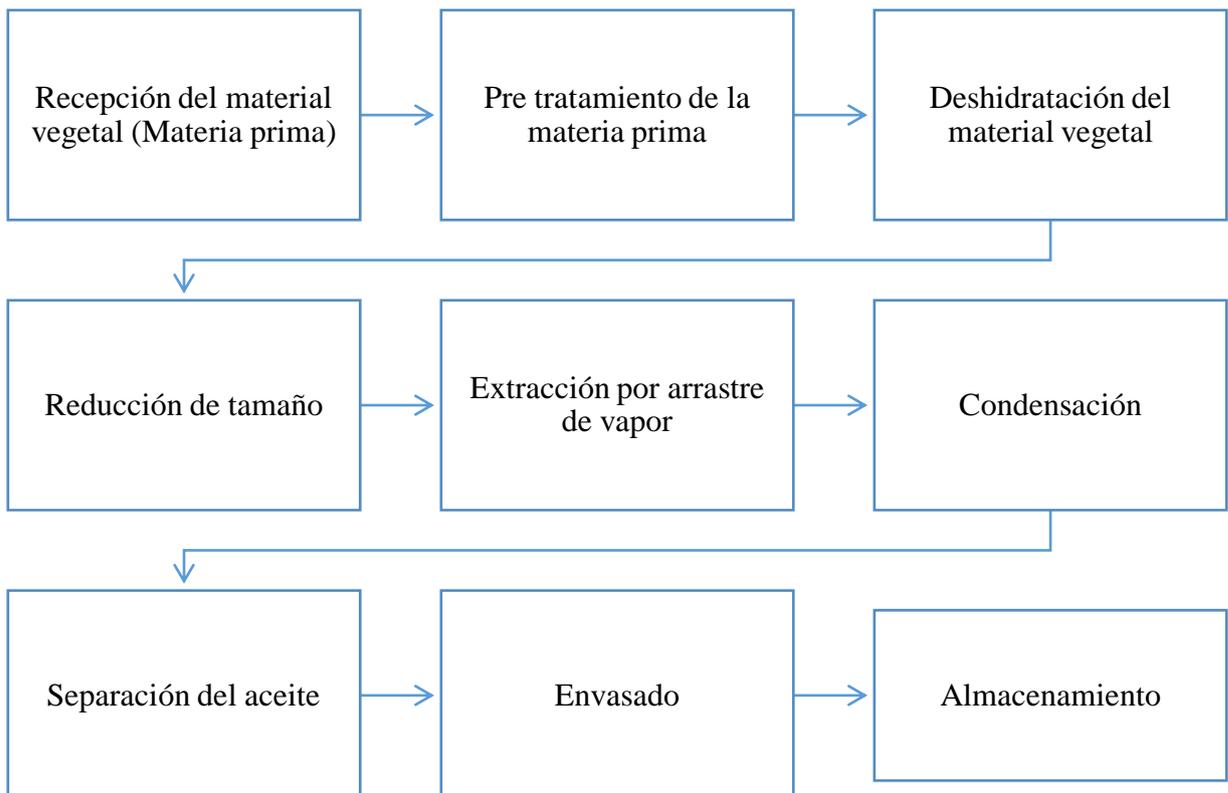


Figura 3.3. .Diagrama de bloques preliminar del proceso.

3.6.1 Selección del Equipo

Las extracciones se realizaron por los métodos de destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación. (Seader, J.D. and Henley, E.J., 2006).

3.6.2 Preparación de la materia prima

- Selección, el material vegetal, teniendo en cuenta el aspecto de la corteza, es decir naranjas que se observaron libres del ataque de microorganismos, con un estado de maduración adecuado y buen aspecto externo, puesto que la calidad del aceite esencial está ligada con la calidad de la cáscara. Por lo que se adquirió la variedad y cantidad necesaria.
- Lavado, se realiza con agua y jabón de cada lote de naranjas seleccionadas, en recipientes previamente desinfectados, luego se les retiro el exceso de humedad de la superficie con un paño limpio y seco.
- Despulpado, las naranjas a un proceso de despulpado de forma manual teniendo en cuenta no hacer demasiada presión sobre las cortezas del material, evitando el deterioro de las mismas. Al tener las cáscaras libres; las pulpas se refrigeraron conservándolas para su uso en otros procesos y las cortezas se almacenaron para dar inicio al proceso de raspado.
- Las cáscaras están compuestas por dos partes; el exocarpio y el mesocarpio, este último se retiró en su totalidad logrando despejar las cavidades oleosas de la corteza de la naranja, donde está contenido el aceite, evitando romperlas. De esta forma se retiró el exceso de mesocarpio raspándolo con navajas y cuchillos, obteniendo así láminas delgadas de exocarpio.
- El proceso de cortado se debe realizar dependiendo de la distribución de los tamaños correspondientes al diseño experimental planteado. Estos cortes se realizaron para completar muestras de 1000 gramos para cada tamaño, cantidad

necesaria para la realización de cada experimento para cada uno de los métodos, el proceso se realizó hasta completar 10000 gramos de materia prima para la realización de los experimentos.

- Cada 500 gramos de material se empaco en bolsas y se etiquetaron con la cantidad y el tamaño. Finalmente se llevaron a enfriamiento, para poder conservarlos (Investopedia US, 2012).

3.6.3 Extracción del aceite esencial mediante destilación por arrastre de vapor

En general, la destilación por arrastre de vapor (DAV), es el proceso para obtener el aceite esencial de un recurso aromático, mediante el uso del vapor saturado a presión atmosférica. El generador de vapor no forma parte del recipiente donde se almacena la materia prima, es externo y suministra un flujo constante de vapor.

Su presión es superior a la atmosférica, pero el vapor efluente que transporta al aceite esencial está a la presión atmosférica. La materia prima forma un lecho compacto y se desprecia el reflujo interno de agua debido a la condensación del vapor circundante.

En la DAV, la materia prima vegetal es cargada en una cámara de destilación, de manera que forme un lecho fijo compactado. Su estado puede ser molido, cortado, entero o la combinación de éstos. El vapor de agua es inyectado mediante un distribuidor interno, próximo a su base y con la presión suficiente para vencer la resistencia hidráulica del lecho. La generación del vapor puede ser local (hervidor), remota (caldera) o interna (base del recipiente).

Conforme el vapor entra en contacto con el lecho, la materia prima se calienta y va liberando el aceite esencial contenido y éste, a su vez, debido a su alta volatilidad se

va evaporando. Al ser soluble en el vapor circundante, es “arrastrado”, corriente arriba hacia el tope del hidroddestilador. La mezcla, vapor saturado y aceite esencial, fluye hacia un *condensador*. En el *condensador*, la mezcla es condensada y enfriada, hasta la temperatura ambiental. A la salida del *condensador*, se obtiene una emulsión líquida inestable. La cual, es separada en un decantador dinámico o *florentino*.

Este equipo está lleno de agua fría al inicio de la operación y el aceite esencial se va acumulando, debido a su casi inmiscibilidad en el agua y a la diferencia de densidad y viscosidad con el agua. Posee un ramal lateral, por el cual, el agua es desplazada para favorecer la acumulación del aceite. El vapor condensado acompañante del aceite esencial y que también se obtiene en el *florentino*, es llamado “*agua floral*”. Posee una pequeña concentración de los compuestos químicos solubles del aceite esencial, lo cual le otorga un ligero aroma, semejante al aceite obtenido. Si un hervidor es usado para suministrar el vapor saturado, el agua floral puede ser reciclada continuamente. De otro modo, es almacenada como un sub-producto. El proceso termina, cuando el volumen del aceite esencial acumulado en el *florentino* no varíe con el tiempo. A continuación, el aceite es retirado del *florentino* y almacenado en un recipiente y en lugar apropiado. La cámara de destilación es evacuado y llenado con la siguiente carga de materia prima vegetal, para iniciar una nueva operación.

Dependiendo de la forma del recipiente, se utiliza una rejilla para separar la carga de material del distribuidor, o se usa una cesta donde se deposita la carga y es retirada más rápidamente, al terminar el proceso.

La cámara de extracción es cargada por lotes y trabaja en modo semi-continuo. El condensador, comúnmente funciona en modo continuo, con el flujo del agua de refrigeración a contracorriente. Un generador de vapor de agua, es alimentado con agua fresca y además de agua floral, cuando hay reciclo.

Los usos de los aceites esenciales obtenidos por hidrodestilación son muy amplios, aunque básicamente están orientados a la perfumería; la cosmética; la industria farmacéutica, como aditivo e insumo para sintetizar compuestos; la alimentaria, como aditivo y como insumo para la fabricación de productos de higiene personal y de limpieza doméstica. La industria farmacéutica requiere de aceites esenciales “desterpenados”, o sea, libres de terpenos, porque se busca sólo los principios activos farmacológicos de la planta, comúnmente los terpenos y sesquiterpenos oxigenados, para complementar un medicamento. En los últimos años, la aromaterapia ha tenido un gran crecimiento y aceptación en el mercado mundial. La comercialización de los aceites esenciales puros, como ingredientes de los productos aromaterápicos, ha creado una mayor demanda y ha motivado la búsqueda de nuevos aromas, más exóticos y con propiedades pseudo-farmacológicas. (Rojas, 2001), (Caballero, Y.; Rodriguez,M., 2014), (Contreras, E.; Ruiz, J., 2012). Un problema común en la producción de los aceites esenciales radica en la diversidad de los rendimientos obtenidos para una misma planta aromática. Lo cual se debe al nivel de producción, al tipo de hidrodestilador usado, a las condiciones de cultivo, a las condiciones térmicas del vapor usado, al contenido de agua en la planta y a otros factores adicionales. Este hecho genera que sea complicado elegir apropiadamente una planta para su industrialización, basándose exclusivamente en pocas pruebas. Y en mantener un rendimiento óptimo

y una calidad permanente de los aceites obtenidos. Por ello, se suele recomendar un conjunto de pruebas, a escala banco o piloto, para conocer el rendimiento real de una planta aromática. Las condiciones de operación deben ser las más similares a las de la escala industrial, para evitar distorsiones en el rendimiento esperado y disminuir la incertidumbre. La necesidad de establecer una metodología para disponer de un conjunto de pruebas experimentales confiables y reproducibles es prioritaria y determinará la real eficiencia y eficacia de la hidrodestilación para obtener un aceite esencial de una potencial planta aromática a industrializar. (Rojas, 2001), (Caballero, Y.; Rodriguez,M., 2014), (Contreras, E.; Ruiz, J., 2012).

El proceso se realiza en modo semi-continuo. La carga de la materia prima se hace por lotes. El flujo del vapor de agua, seco o saturado, es continuo; la decantación también es continua.

La operación presenta los siguientes períodos:

Llenado: Desde que se inicia la formación del vapor hasta que se obtiene la primera gota de aceite esencial en el florentino. A escala laboratorio y banco, es preferible medir cuando se obtiene la primera gota de agua floral que rebosa del florentino, puesto que el flujo de vapor es mínimo e irregular en esos momentos. Depende de la porosidad del lecho y del caudal de vapor usado. No suele estimarse, sólo medirse y correlacionarse con otros parámetros.

Obtención: Desde que termina ingresa el vapor hasta que el volumen del aceite esencial recogido en el florentino, no varía con el tiempo. Esta fase, en función del tiempo presenta dos comportamientos:

No estacionario: Desde que termina el llenado hasta que se alcanza el equilibrio térmico e hidrodinámico. Depende de la hidrodinámica del vapor en el lecho, del transporte de calor, de las condiciones térmicas del vapor y de fenómenos físicos competitivos (exudación y difusión). No suele estimarse, sólo medirse, pero es determinante en el proceso, porque equivale al 50-70% del tiempo de obtención y durante el cual, se logra obtiene entre el 60–75% del aceite total.

Estacionario: Desde que se alcanza el equilibrio térmico e hidrodinámico hasta que el volumen del aceite esencial recogido no varía.

Depende de los fenómenos difusionales que retrasan la obtención del resto de aceite esencial “libre” y dispersado en el lecho, o del aun contenido en la materia prima. Los DAV piloto e industriales no están aislados térmicamente. A nivel de laboratorio, los hidrodestiladores suelen estar aislados parcialmente. A nivel banco, es opcional y depende del objetivo: ahorrar en el consumo de vapor, investigar los fenómenos de transferencia de masa o de calor o la combinación de ellos, conocer el rendimiento máximo de aceite de una planta aromática, etc.

Debido a las dimensiones de los equipos, es más fácil técnicamente fijar la relación carga/volumen de lecho, al nivel de laboratorio, que industrialmente. Esta relación suele variar mucho entre las distintas escalas y diversos factores influyen. Lo ideal es trabajar con una relación alta, debido a que se logra un flujo pistón del vapor a través del lecho y se evita la retromezcla del aceite y la canalización del vapor por vías preferenciales; aumentando así, la velocidad de obtención. Sin embargo, este escenario es difícil de reproducir a escala piloto o industrial. Por lo cual, se prefiere reducir parcialmente el tamaño de la materia prima vegetal, para disminuir la porosidad y formar un lecho más compacto.

La reducción del tamaño de partícula suele ser de dos tipos: máxima a nivel laboratorio y baja, a nivel industrial. A nivel banco y piloto, suele trabajarse con materia prima sin reducción o con una reducción específica. La reducción de tamaño no es beneficiosa para la calidad del aceite obtenido porque la fricción mecánica puede degradarlo térmicamente, antes de ser destilado.

- Descripción del equipo de extracción de aceites esenciales.

La extracción se realizó en un montaje a escala de laboratorio constituido por un generador de vapor, la cámara de extracción, el condensador y el separador de aceite.

Es más frecuente la extracción de los aceites esenciales mediante la destilación por arrastre de vapor. Es una operación que consiste en una vaporización a temperaturas inferiores a las de ebullición de cada uno de los componentes volátiles de la mezcla por efecto de una corriente directa de vapor agua, el cual ejerce la doble función de calentar la mezcla hasta su punto de ebullición y disminuir la temperatura de ebullición por adicionar la tensión de vapor, del vapor que se inyecta a la de los componentes volátiles de los aceites esenciales. Los vapores que salen se enfrían en un condensador donde se convierten a la fase líquida, entonces al estado líquido, surgen las dos fases de los dos productos inmiscibles, agua y aceite esencial y finalmente se separan mediante decantación en un separador o vaso florentino.

En la destilación por arrastre de vapor, el vapor húmedo o seco se produce por separado en una caldera y se inyecta por la parte inferior del recipiente que contiene el material vegetal. La ventaja de este tipo de destilación “seca” es que es

relativamente rápida, consume menos energía y causa menos transformaciones químicas a los componentes lábiles o reactivos de los aceites esenciales.

Generador de vapor: Es el recipiente en el cual se genera el vapor, puede contruirse o adquirirse en el mercado, es un hervidor de acero inoxidable con una capacidad de hasta 6L, su estructura se muestra en lagura que sigue, cuenta con una válvula para llenado de agua y un limimetro para lograr verificar el nivel del contenedor, posee dos salidas; una para el vapor que se alimenta a la cámara de extracción y la otra es una válvula de seguridad para liberar vapor en caso de sobrepresión. El flujo de vapor en la cámara se controla a través de tres niveles de calentamiento regulados por medio de un botón de encendido en alto, medio o bajo. El vapor de arrastre alcanza una temperatura entre un rango de 100 a 110°C operando a 1 atmósfera.

La cámara de extracción: es un alambique elaborado en acero inoxidable con una capacidad máxima de 3 Kg de muestra, dispone de una entrada para el vapor proveniente del generador ubicada en a la parte inferior y dos salidas laterales; una para conectar el condensador y la otra es una válvula de seguridad para operar en forma segura. Cuenta con una malla interna removible para facilitar la distribución del vapor a través del material.

El condensador: es un doble tubo liso y recto en acero inoxidable de 89 cm de longitud, incluyendo las entradas y las salidas el cual trabaja a contracorriente. Presenta dos entradas una para acoplarlo a la salida de la cámara de extracción y la otra para la entrada de agua de enfriamiento así mismo posee dos salidas una para conectar el recolector de aceite y la otra para el agua de enfriamiento

El recolector de aceite consta de un tubo de 70 cm, sumergido en otro tubo de mayor diámetro en vidrio, lleno de agua destilada que se conectó al condensador. El cual permite la separación de aceite.

Procedimiento Utilizado para la Extracción del Aceite Esencial por el Método Dav.

Se energizó el generador de vapor, luego se encendió en el nivel bajo media hora antes de empezar el experimento con lo cual se logró mantener el equilibrio de la temperatura para cada operación.

- Los 500 gramos del material picado se depositaron en la cámara de extracción
- Posteriormente se selló el equipo, evitando el escape de la mezcla de vapor con aceite esencial arrastrado.
- Se conectó el condensador a la salida de la cámara de extracción.
- Luego se conectó el recolector de aceite al condensador.
- Se procedió a subir el nivel del generador al nivel medio y luego se contabilizó el tiempo, una vez se observaron las gotas de condensado de forma continua.
- El condensado se recolectó en la parte superior del tubo interno, de tal forma que se logró apreciar la capa de aceite separada del agua.
- Al finalizar el tiempo para cada experimento se apagó el generador de vapor y se esperó que finalizara el goteo del condensador, logrando finalmente obtener el aceite contenido en el tubo, a través de una micropipeta, el aceite se secó con sulfato de sodio anhidro, se filtró, se almacenó en un vial de color ámbar (previamente pesado) y fue llevado a 4°C para su mayor conservación (Salgado, 2014).

3.6.4. Extracción del aceite esencial mediante hidrodestilación

- Descripción del equipo de extracción de aceites.

El montaje usado para la extracción del aceite esencial fue realizado, utilizando: Estufa HACEB 120V: posee dos resistencias con tres niveles de calentamiento, bajo medio y alto.

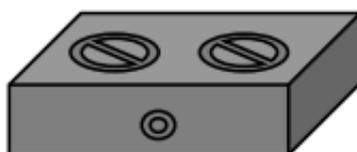


Figura 3.4. Fuente de calentamiento para hidrodestilación

La cámara de extracción: es un recipiente a presión de acero inoxidable con capacidad de 3 kg, con dos salidas; una para el condensador y la otra para la válvula de seguridad.

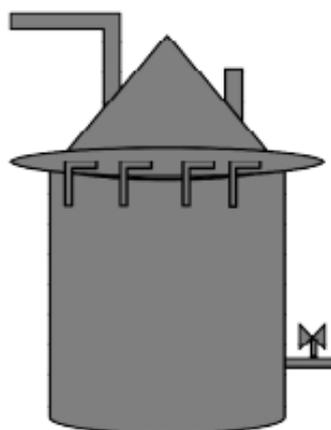


Figura 3.5. Cámara de extracción para hidrodestilación

El condensador: es un doble tubo recto y liso en acero inoxidable, con dos entradas una para el vapor que contiene el aceite esencial y la correspondiente al

agua de enfriamiento y dos salidas, una para el agua de enfriamiento que se dirige al desagüe y la otra al recipiente recolector de aceite esencial.

El recolector de aceite: consta de un tubo de 70 cm, sumergido en otro tubo de mayor diámetro en vidrio.



Figura 3.6. Recolector de aceite esencial para hidrodestilación

Procedimiento Utilizado para la Extracción del Aceite Esencial por Método de Hidrodestilación

- Los 500 gramos de cáscara de naranja fueron cargados directamente en la cámara de extracción.
- Se midieron 3 litros de agua destilada y se adicionaron en la cámara de extracción, de tal forma que quedó totalmente sumergida la materia prima. Con esta cantidad se garantizó compensar las pérdidas producidas por el vapor que se condensa evitando el deterioro del material vegetal.
- Se procedió a sellar la cámara de extracción colocándole el empaque para evitar escapes de vapor con aceite esencial arrastrado.
- Se verificaron las conexiones de entrada y salida del condensador y se ensambló a la cámara de extracción.
- Finalmente se conectó el recolector de aceite.

- Se encendió la estufa en el nivel alto, el equipo se calentó hasta que alcanzó una temperatura entre los 100 a 110°C, se verificó que la entrada del condensador estuviese caliente y se aumentó el flujo de agua. Garantizando la condensación evitando pérdidas de agua.
- Cuando se obtuvieron las primeras gotas de condensado se contabilizó el tiempo. Al finalizar el tiempo para cada experimento se apagó el generador de vapor y se esperó que finalizara el goteo del condensador, logrando finalmente obtener el aceite contenido en el tubo, a través de una micropipeta, el aceite se secó con sulfato de sodio anhidro, se filtró, se almacenó en un vial de color ámbar (previamente pesado) y fue llevado a 4°C para su mayor conservación.

3.6.5 Rendimiento de la extracción de aceite esencial

El rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja se obtuvo por medio de la ecuación:

$$\%R = \frac{P_p}{P_m} * 100 \quad (1)$$

%R= Porcentaje de rendimiento de la extracción

Pp = Peso de producto (g)

Pm = Peso de materia prima (g)

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y ANÁLISIS

Análisis de los resultados del rendimiento en la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja mediante destilación por arrastre con vapor e hidrodestilación.

4.1. Destilación por Arrastre con Vapor de Agua

La matriz del diseño experimental con los resultados para la variable de respuesta evaluada para el método de destilación por arrastre con vapor se presenta en la tabla 4.1.

**Tabla 4.1. Resultados de la extracción del aceite esencial de cascara de naranja
Huando aplicando destilación por arrastre con vapor de agua.**

Número de Experimento	Tamaño de partícula (cm)	Tiempo de extracción (min)	Rendimiento (%)
1	2,9	30	0,076
2	3,0	60	0,1065
3	3,5	45	0,0575
4	0,5	45	0,1150
5	1,0	60	0,1820
6	2,0	45	0,075
7	2,0	23,5	0,059
8	1,0	45	0,1150
9	2,0	33	0,065
10	2,0	39	0,088

Caso1: Experimentación manteniendo tiempo constante y variando el tamaño de partícula: Este caso se aplica para evaluar el nivel de incidencia solo del tamaño de partícula en el rendimiento de la extracción de aceite esencial. Los resultados obtenidos se extraen de la tabla anterior:

Tabla 4.2. influencia del tamaño de partícula en el rendimiento de A.E.

Tiempo: 45 minutos	
Tamaño de partícula (cm)	Rendimiento (%)
1	0,1150
2	0,075
3,5	0,0575

El comportamiento gráfico de la variación del rendimiento de aceite esencial con el tamaño de partícula se aprecia en la figura 4.1, que sigue:

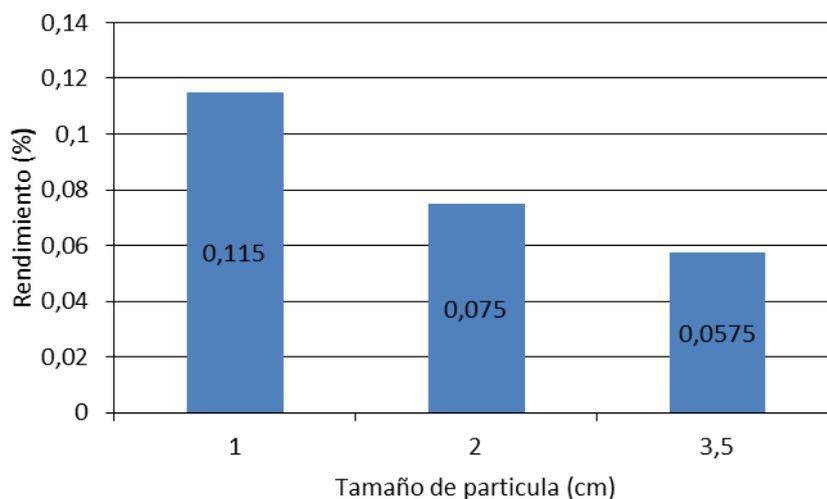


Figura 4.1. Rendimiento de Aceite esencial en función del tamaño de partícula.

La fenomenología, es concordante con lo que se percibe en la figura 4.1, a medida que el tamaño de partícula de cáscara de naranja crece en tamaño, el rendimiento de aceite esencial disminuye; sin embargo, cuando disminuye el tamaño de

partícula, el rendimiento de aceite esencial crece. Esto es concordante con el mecanismo de transferencia de masa, cuando la superficie de contacto crece, la transferencia de masa crece; es decir cuando el tamaño de partícula es menor hay más área de contacto entre el vapor de agua y las partículas de cáscara de naranja, por lo tanto, el aceite que se transfiere de la cáscara al vapor de agua se incrementa.

Caso2: Experimentación manteniendo tamaño de partícula constante y variando el tiempo de extracción de aceite: Este caso se aplica para evaluar el nivel de incidencia solo del tiempo de extracción en el rendimiento de la extracción de aceite esencial. Los resultados obtenidos se extraen de la tabla 4.3:

Tabla 4.3 Influencia del tiempo de extracción en el rendimiento de AE.

Tamaño de partícula de cáscara de naranja: 2cm	
Tiempo (min)	Rendimiento (%)
23,5	0,059
33	0,065
39	0,088

El comportamiento gráfico de la variación del rendimiento de aceite esencial con el tiempo de extracción de aceite se aprecia en la figura que sigue:

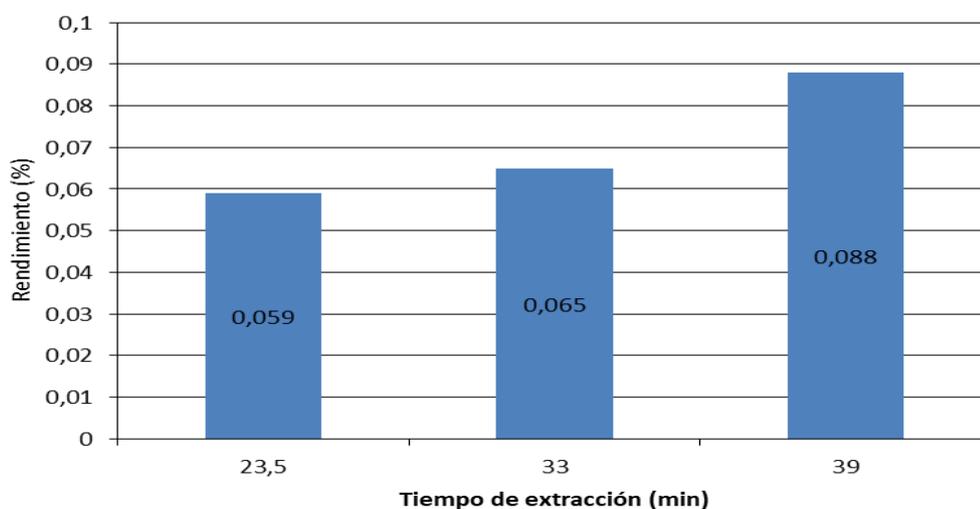


Figura 4.2. Rendimiento de aceite esencial en función del tiempo.

Se aprecia que, para un tamaño fijo de partícula, a medida que el tiempo de extracción de aceite crece, el rendimiento de aceite esencial crece, la tendencia no es clara, para ello, se necesitarían más corridas. Esto es concordante con el mecanismo de transferencia de masa, cuando un sistema no está en equilibrio, éste se desplaza a la zona de menor concentración de la sustancia que se difunde, en este caso, en la cáscara de naranja la concentración de aceite es mayor que lejos de la superficie de la cáscara, a medida que transcurre el tiempo el aceite se desplaza de la cáscara a la fase aceite-agua, aumentando así el rendimiento de la extracción.

El tamaño es la variable que presenta menor pendiente; esto indica que un pequeño cambio en el valor representa un gran aumento o disminución en la obtención del aceite esencial de la cáscara de naranja. El efecto del tiempo también presenta una pendiente significativa, pero menos pronunciada que la pendiente del tamaño, por lo tanto, es de menor importancia.

Se observa que para cortos periodos de tiempo el comportamiento del rendimiento presenta una tendencia lineal, al igual que se evidencia en la relación tamaño rendimiento. Se aprecia que para variaciones pequeñas de tamaño el rendimiento igual adquiere un comportamiento lineal.

Los efectos principales están determinados por los fenómenos de transferencia de masa que rigen los procesos de extracción del aceite esencial, ya que al reducir el tamaño de partícula favorece la exposición de las tricomas del material vegetal de presentándose los fenómenos de forma inmediata sin necesidad de romper las barreras que impiden que estos se den. En esta operación se presentan los procesos de vaporización instantánea del aceite esencial, la exudación y el proceso de difusión desde el seno del aceite hasta el vapor.

Caso 3: Considerando la variación de ambas variables, análisis de los resultados considerando los factores, tamaño de partícula y tiempo de extracción interactuando en el proceso simultáneamente.

Para tener una visión objetiva, se realiza una adecuación del rendimiento cuyo porcentaje es muy pequeño numéricamente y que con las otras magnitudes en el gráfico no se apreciaría. La ecuación consiste en multiplicarlo por 100, de tal manera que el tamaño relativo sea visible en la presentación gráfica, por cierto, el análisis que resulta es también relativo a la magnitud de rendimiento. Esto hace que la tabla 5, en su última columna se presente en este análisis de la siguiente manera:

Tabla 4.4 Incidencia de tiempo de extracción y tamaño de partícula en el rendimiento de AE.

Número de Experimento	Tamaño de partícula (cm)	Tiempo de extracción (min)	Rendimiento 100*(%)
1	2,9	30	7,6
2	3,0	60	10,65
3	3,5	45	5,75
4	0,5	45	11,50
5	1,0	60	18,20
6	2,0	45	7,5
7	2,0	23,5	5,9
8	1,0	45	11,50
9	2,0	33	6,5
10	2,0	39	8,8

El comportamiento del rendimiento en función de las otras dos variables (tamaño de partícula, tiempo), se aprecia en la figura que sigue:

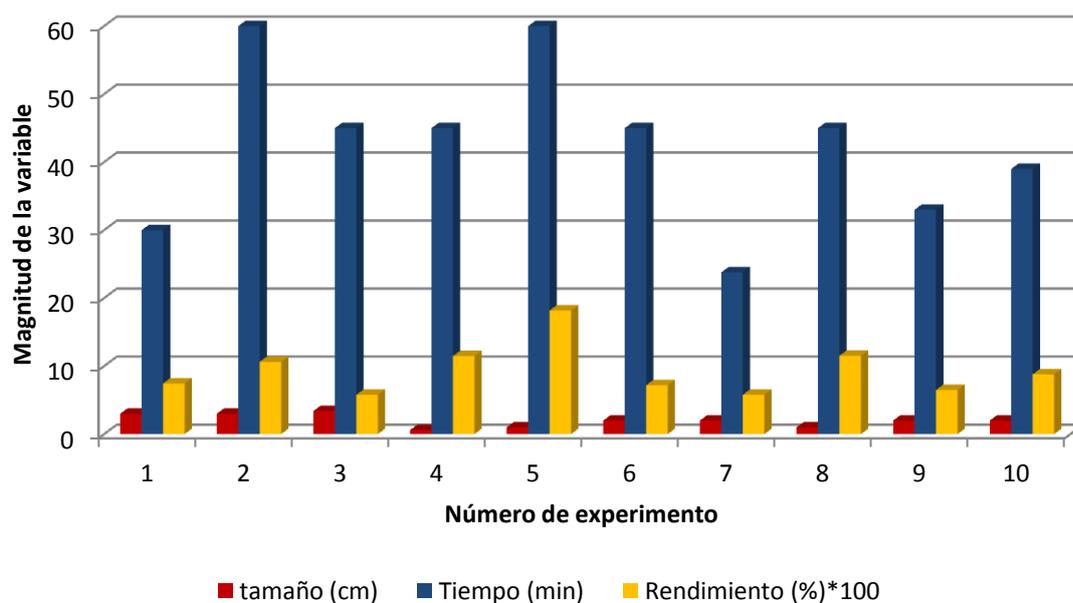


Figura 4.3. Incidencia del tamaño de partícula y tiempo de extracción en el rendimiento de extracción de aceite esencial

El transporte del aceite a la parte superficial del material vegetal, es el fenómeno que se conoce como exudación, luego se presenta una evaporación del aceite en la interfase de la película, formada en la superficie del material vegetal y el vapor circundante, lo cual se conoce como vaporización instantánea, de igual forma el aceite vaporizado se transfiere del seno de la corriente de vapor al exterior del equipo, fenómeno que se lleva a cabo debido a la convección que ejerce el vapor sobre el lecho (Cerpa, M.; Palomino, C., 2007).

En la figura 4.3, la reducción del tamaño del material vegetal favorece que el vapor de agua arrastre el aceite esencial ya que las células que lo contienen están expuestas debido a los cortes. En este método de obtención de aceites esenciales se presentan tres fenómenos de difusión que rigen la transferencia de masa: la exudación (o excreción) del aceite esencial desde el interior de los tricomas glandulares, a través de su cutícula, a la película superficial del material vegetal.

La vaporización instantánea del aceite esencial en la interfase de la película, formada en la superficie del material vegetal y el vapor circundante.

La difusión del aceite vaporizado al seno de la corriente del vapor circundante, debido a la convección que ejerce el vapor en el lecho, para transportarlo al exterior del equipo (Cerpa, M.; Palomino, C., 2007).

Estos efectos se ven influenciados de forma positiva al reducir el tamaño de partícula y aumentar el tiempo de extracción. Debido a que al aumentar el tiempo de extracción incrementa la exposición de las cavidades oleosas a la corriente de vapor, de tal forma que para tamaños pequeños las células contenedoras del aceite, quedan al descubierto logrando aumentar la superficie de contacto y el vapor de arrastre penetra a la matriz herbácea, de esta forma por efectos de la temperatura del vapor, las células de las cáscaras se inflan hasta romperse favoreciendo la liberación del aceite.

Además de esto al efectuar la operación para tiempos mayores el vapor podrá romper mayor cantidad de células y los fenómenos difusivos ocurrirán repetidamente, favoreciendo el desgaste de las cavidades del material logrando mejores rendimientos.

Tabla 4.5. Optimización del proceso de destilación por arrastre con vapor

Factor	Bajo	Alto	Optimo
Tamaño (cm)	3,5	1,0	1,0
Tiempo (min)	45	60,0	60,0
Rendimiento	-	-	18,20 %

Los valores óptimos para la variable de respuesta se hallan dentro del rango determinado previamente para el diseño de experimentos, sin embargo, todos están ubicados en los extremos de cada variable de entrada (Tamaño y Tiempo).

4.2. Hidrodestilación

La matriz del diseño experimental con los resultados para la variable de respuesta evaluada para el método de hidrodestilación se presenta en la Tabla 10.

Tabla 4.6. Resultados de la extracción del aceite esencial de cáscara de naranja mediante hidrodestilación

Número de experimento	Tamaño de partícula (cm)	Tiempo extracción (min)	Rendimiento (%)
1	3	30	0,0107
2	3	60	0,021
3	3,5	45	0,0001
4	2	41	0,0122
5	1	60	0,0122
6	2	40	0,012
7	2	23,8	0,004
8	2	45	0,033
9	2	44	0,0203
10	2,5	45	0,0123

Tabla 4.7. Influencia del tamaño de partícula en el rendimiento de AE

Tiempo: 45 minutos	
Tamaño de partícula (cm)	Rendimiento (%)
2	0,033
2,5	0,0123
3,5	0,0001

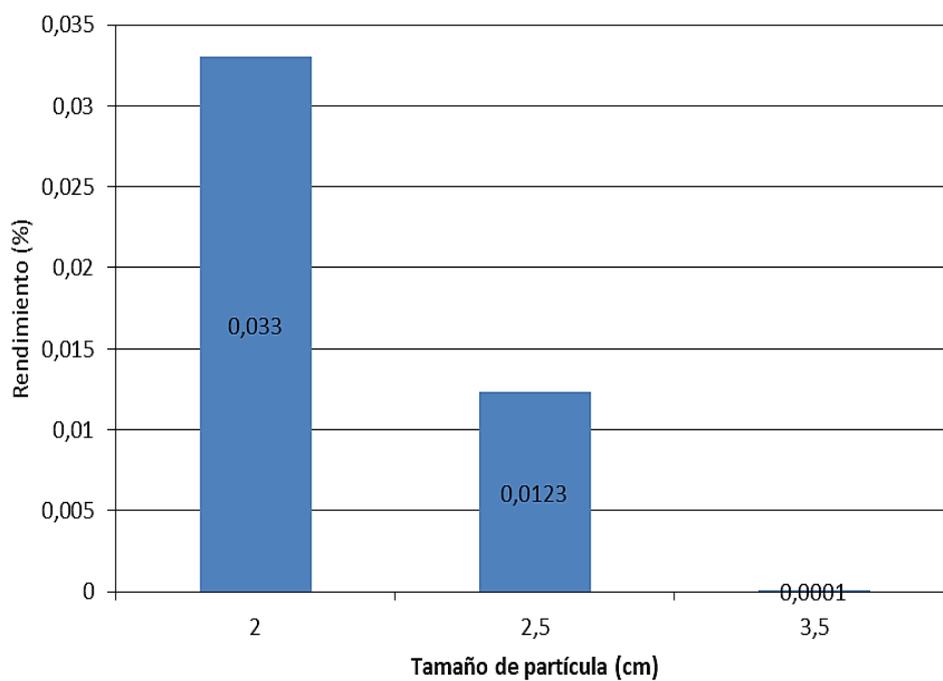
**Figura 4.4. Rendimiento de AE en función del tamaño de partícula**

Tabla 4.8. Incidencia del tiempo de extracción en el rendimiento de AE

Tamaño de partícula: 2 cm	
Tiempo (min)	Rendimiento (%)
23,8	0,004
40	0,012
44	0,0203
45	0,033

Grafica de comportamiento:

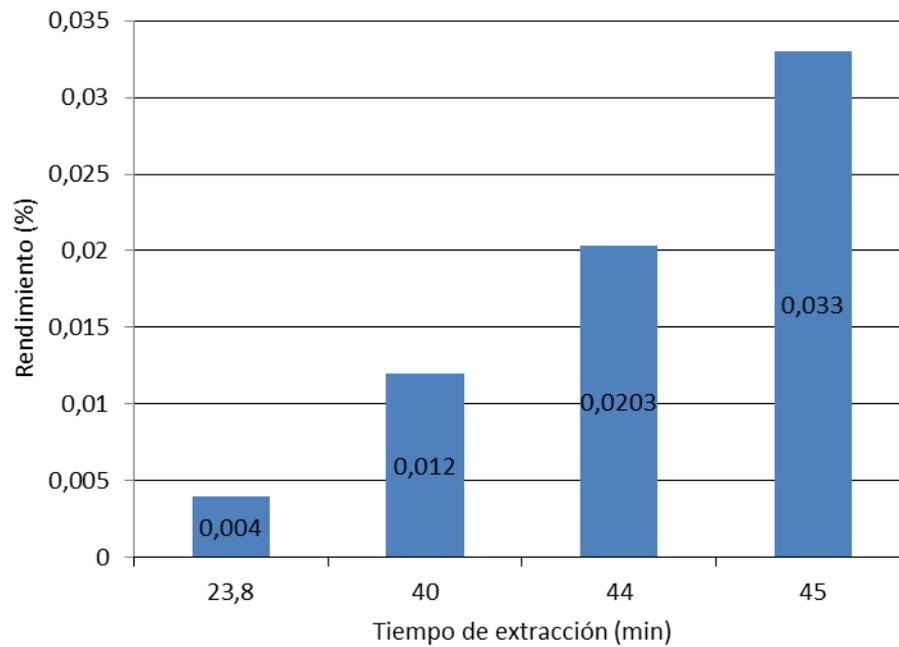


Figura 4.5. Rendimiento de AE en función del tiempo de extracción.

Tabla 4.9. Influencia de la interacción del tiempo de extracción y el tamaño de partícula en el rendimiento de AE.

Número de experimento	Tamaño de partícula (cm)	Tiempo extracción (min)	Rendimiento (%)
1	3	30	0,0107
2	3	60	0,021
3	3,5	45	0,0001
4	2	41	0,0122
5	1	60	0,0122
6	2	40	0,012
7	2	23,8	0,004
8	2	45	0,033
9	2	44	0,0203
10	2,5	45	0,0123

En la figura 4.6 se observa la influencia de los diferentes tamaños de partículas, así que para tamaños medianos las cavidades oleosas de las cáscaras, quedan al descubierto logrando aumentar la superficie de contacto con el vapor de agua ascendente, obteniendo un mejor rendimiento, pero no tan alto como el logrado mediante destilación por arrastre con vapor. Además, el tiempo presenta mejores valores en rangos intermedios. Esto se presenta porque la temperatura y el movimiento del agua aceleran las fuerzas de difusión.

De la superficie de respuesta para el proceso de hidrodestilación se observa que el comportamiento de la operación de transferencia de masa se presenta gracias al proceso de ebullición, en el cual el material está sumergido en el agua y es sometido a una fuente de calentamiento directa, esto provoca que el material por

efecto del calor ceda el aceite esencial desde la matriz herbácea al exterior. El mecanismo de transferencia de masa que se lleva a cabo en el proceso de hidrodestilación es la difusión del aceite a partir de las membranas o hidrodifusión, la hidrólisis de ciertos componentes y la descomposición por calor de los mismos ocurren (Universidad Politecnica, 2012).

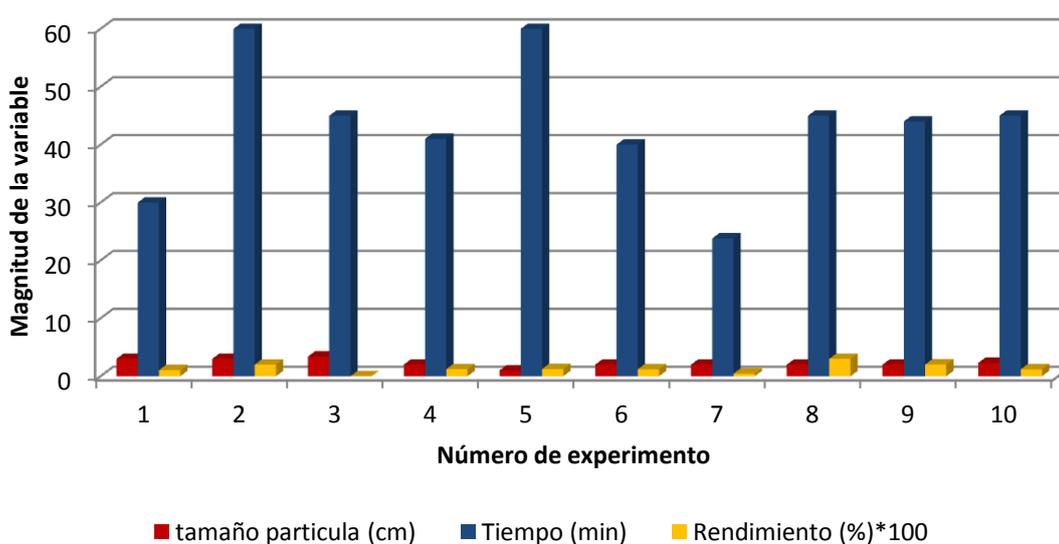


Figura 4.6. Rendimiento de AE y las Interacciones de tiempo de extracción y tamaño de partícula.

La relación de los tres factores observada en la superficie de respuesta explica que el aceite esencial se puede extraer con tamaños medios en el cual las células no necesariamente deben presentar cortes tan pequeños para la liberación del aceite al seno del vapor y que el tiempo de extracción no debe ser demasiado prolongado para las condiciones de operación con las que se trabajó el experimento. Pues las reservas de aceite en las células no son significativas para el este proceso de tal forma que no se apreciara cambios en el rendimiento del aceite esencial.

Tabla 4.10. Optimización del proceso para hidrodestilación

Factor	Bajo	Alto	Optimo
Tamaño (cm)	1	3,5	3
Tiempo (min)	23,8	60	45
Rendimiento (%)	-	-	0,033

Comparando los rendimientos del método de destilación por arrastre de vapor y de hidrodestilación del aceite esencial de cáscara de naranja, se observa que estos valores difieren, siendo de mayor rendimiento el de arrastre de vapor.

4.3. Análisis comparativo de los Métodos de Extracción experimentados

Al comparar los resultados obtenidos de la extracción de aceite, se observa que estos no presentan similitudes en el comportamiento, ya que en el proceso de hidrodestilación, se observa que los valores óptimos se ubican en los rangos medios de las variables de entrada (tamaño y tiempo), mientras que el proceso por destilación por arrastre con vapor muestra los valores óptimos a valores bajos de tamaño y altos valores de tiempo.

Esto se explica debido a la diferencia de los fenómenos de transferencia de masa que se presentan en las dos operaciones. Es decir, en el proceso de destilación por arrastre de vapor se presenta una mejor extracción de aceite esencial, por la correcta distribución del vapor en el lecho del material empacado debido a la malla porosa sobre la cual está depositado el material, lo cual facilita que se lleve a cabo la evaporación instantánea, la exudación y la difusión del aceite hacia el vapor de arrastre. Mientras que en la hidrodestilación el material es sumergido en el agua de

forma directa en la cámara de extracción lo cual limita, la distribución correcta del vapor de arrastre, debido a que se genera dentro de la misma cámara y no entra en contacto con todo el material por las aglomeraciones que se presentan entre las mismas partículas y el fondo del equipo (Albarracín G; Gallo S. , 2003).

Además, en este último proceso el aceite para ser liberado debe vencer la fuerza de tensión superficial del agua que no ebulle y no cambia de fase.

De igual modo las partículas se agrupan en una masa que impide el paso del vapor por la matriz herbácea debido a la acumulación del material vegetal al interior del recipiente de extracción (Albarracín G; Gallo S. , 2003).

De igual forma al comparar el presente estudio con la literatura existente, se encontró que el rendimiento de la extracción del aceite esencial de la cáscara de pomelo (*C. maxima*) con otros autores es representativo.

Esto debido a que los fenómenos de transferencia de masa se presentan con mayor eficiencia para este proceso, al igual que en la hidrodestilación los componentes más polares sólo se solubilizarían de forma parcial y no por completo con lo cual no se logra obtener la cantidad del aceite que se obtiene con el otro método. Además, se presenta la hidrólisis de muchos componentes debido a la reacción con el agua que no cambia de fase.

CAPÍTULO V

CONCLUSION Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

- Ambos métodos de extracción del aceite esencial de cáscara de naranja Huando, destilación por arrastre de vapor y de hidrodestilación, permiten extraer el aceite; sin embargo, ambos son de bajo rendimiento, siendo aproximadamente 6 veces de mayor rendimiento el de destilación por arrastre de vapor que el de hidrodestilación. Así, para la destilación por arrastre de vapor, se registró un porcentaje de 0,182 % de rendimiento lo cual se obtuvo para la muestra de 1,0 cm con un tiempo de 60 minutos de extracción, y mediante el método de hidrodestilación presentó un rendimiento de 0,033% , es decir que para la extracción de aceites esenciales de la cáscara de naranja, presenta mayor rendimiento el método de destilación por arrastre de vapor que el de hidrodestilación.
- El método de destilación por arrastre de vapor arroja mayores rendimientos con tamaños de partícula inferiores a 1,5 cm y tiempos mayores de 35 min. Mientras que para hidrodestilación los rendimientos son mayores para partículas de tamaños menores que 2,2 cm y para tiempos mayores de 45 minutos.
- El tiempo de extracción y tamaño de partícula, tienen incidencias distintas para la extracción por arrastre de vapor y por hidrodestilación de los aceites esenciales de la cáscara de naranja; así, el tiempo de extracción es la variable de mayor incidencia en el método de hidrodestilación, mientras que para el método

de destilación por arrastre de vapor la variable más significativa resultó ser el tamaño de partícula.

- El método más recomendable para extracciones del aceite esencial de la cáscara de naranja, es el método de destilación por arrastre con vapor debido a que presenta mejores rendimientos.

5.2. Recomendaciones

- Es recomendable realizar un estudio de costos de cada proceso de extracción como una variable adicional para definir el mejor proceso y para orientar su implementación comercial.

CAPÍTULO VI

BIBLIOGRAFIA

- Albarracín G; Gallo S. . (2003). *Comparación de dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando piper aduncum procedente de la zona cafetera*. Bogota. Colombia: UNC.
- Benyoussef, E.-H.; Hasni, S.; Belabbes, R.; Bessiere, J.-M. (2002). Modélisation du transferí de matiére Iors de l' extraction de l'huile essentielle des fruits de coriander. *Chem. Eng. J* 2002. , 85, 1-5.
- Caballero, Y.; Rodriguez,M. (2014). *OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES A PARTIR DE CÁSCARA DE CASCARA DE MANGO, MEDIANTE ARRASTRE DE VAPOR*. CARTAGENA D.T Y C. Colombia: Universidad San Buenaventura. Ing Quimica.
- Cerpa, M.; Palomino, C. (2007). *Hidrodestilacion de aceites esenciales*. Valladolid, España: UV.
- Chemat F., Lucchesi ME, Smadja J, Favretto L, Colnaghi G, Visinoni F. (2006). Microwave accelerated steam distillation of essential oil from lavender: A rapid, clean and environmentally friendly approach. *Analytica Chimica Acta.*, 55(1):157-160.
- Contreras, E.; Ruiz, J. (2012). *Estudio de dos métodos de extracción para el aceite esencial presente en la cáscara de pomelo*. Cartagena de Indias D.T y C. Colombia: Universidad Cartagena. Ing. Química.
- Günther, E. (1948.). *The essential Oils .Vol.1.History and origin in Plants Production Analisis*. New York, USA: Krieger Publishing.
- Investopedia US, A. D. (01 de 12 de 2012). Recuperado el 06 de 11 de 2017, de <http://www.investopedia.com/terms/m/multicollinearity.asp#ixzz26ybwboxh>

- Juárez,Jr.; AJ., Castro; JF., Jaúregui; Lizano JV, Carhuapoma M, Choquesillo FF, et al. (2010). Chemical composition, antibacterial activity of essential oil *Citrus sinensis* L. (Sweet orange) and formulation of a pharmaceutical form. *Ciencia e Investigación*, 13(1):9-13.
- Martínez, A. (2003). *Aceites esenciales. Facultad Química Farmacéutica. Universidad Antioquia. Medellín.* Antioquia. Colombia: UNA.
- Ortuño, M. (2006). *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes.* Madrid: Aiyana ediciones.
- Perez, M. (15 de 11 de 2006). Recuperado el 18 de 12 de 2017, de http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lia/velazquez_n_mj/capitulo7.pdf
- Rojas, D. (2001). *Experiencia Piloto de Extracción de Aceites Esenciales a Partir de limoncillo.* Antioquia. Colombia: Phytón Ltda.Mimeo.
- Salgado, D. (2014). *Análisis de la hidroconversión de limoneno proveniente de un desecho cítrico orgánico para su posible utilización como bioaditivo.* México D.F.: POTN.
- SÁNCHEZ, F. J. (2006). *Extracción de Aceites Esenciales: Experiencia Colombiana.* Palmira. Colombia: UNC.
- Seader, J.D. and Henley, E.J. (2006). *Separation Process Principles.* Madrid. España: John Wiley & Sons.
- Stashenko, E. (1995). *Plantas aromáticas y aceites esenciales. Universidad Industrial Santander.* Santander. España: USEQ.
- Universidad Politécnica, d. M. (12 de 06 de 2012). Recuperado el 06 de 11 de 2017, de <http://ocw.upm.es/ingenieriaagroforestal/uso-industrial-de-plantas-aromaticas-y-medicinales/contenidos/material-declase/tema12.pdf>

ANEXOS



Anexo A1: Foto de equipo de destilación por arrastre de vapor



A2: Hidrodestilador con reflujo. El agua de refrigeración del refrigerante reingresa a la cámara de agua.

DR. CARLOS MIGUEL CHUQUILÍN TERÁN
PRESIDENTE

DR. JOSÉ VICENTE NUNJA GARCÍA
SECRETARIO

ING. VICTOR RAUL COCA RAMIREZ
VOCAL

ING. EDELMIRA TORRES CORCINO
ASESOR