

Nº 111
265



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

DISEÑO DE UNA PRACTICA DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS FARMACEUTICAS; DESTILACION

T E S I S

Que para Obtener el Título de:

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A

PEDRO SANCHEZ LOPEZ



México, D. F., 1992

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado según el tema:

Presidente Prof: ANGEL MARCOS GONZALEZ HERRERA.
V o c a l " : RAFAEL ZENDEJAS GUIZAR.
Secretario " : GENOVEVO SILVA PICHARDO.
1er. Suplente " : HECTOR GERARDO MENDEZ FREGOSO.
2do. Suplente " : LUHRS LUIS TORRES SEPTIEN.



SECRETARÍA DE EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

Sitio donde se desarrollo el tema: Ciudad Universitaria, D.F. Facultad de Química.

Asesor del tema : Q.F.B. RAFAEL ZENDEJAS GUIZAR.
Supervisor técnico : I.Q. L. LUIS TORRES SEPTIEN.
Sustentante : PEDRO SANCHEZ LOPEZ.

I N D I C E

	Pag.
INTRODUCCIÓN	1
CAPITULO I. GENERALIDADES	3
CAPITULO II. FUNDAMENTO	10
CAPITULO III. TEORÍA DE LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR	17
CAPITULO IV. DESARROLLO MATEMÁTICO	21
CAPITULO V. EXPERIMENTACION	28
V.1 Selección de la materia prima	29
V.2 Descripción del equipo	37
V.3 Parte practica	42
CAPITULO VI. CÁLCULOS	
VI.1 De algunas propiedades de la esencia .	51
VI.2 De la parte practica	63
CAPITULO VII. RESULTADOS	73
VII.1 Practica	86
CONCLUSIONES	104
BIBLIOGRAFÍA	111

La destilación, cuyo remoto origen parece estar en el tratamiento de bebidas alcohólicas en Francia, se ha extendido a muchas industrias constituyéndose en un factor esencial para el funcionamiento de algunas. La Industria Farmacéutica no ha sido la excepción y entre las operaciones unitarias que en ella se emplean como parte del proceso para la elaboración de fármacos, o productos afines encontramos la destilación.

Por medio de este proceso podemos separar los componentes de una mezcla. Pese a que la destilación requiere de un elevado consumo de energía es ampliamente utilizada a nivel industrial, porque se logran separaciones satisfactorias y tiene la ventaja de que no es necesario introducir una nueva sustancia en la mezcla con el fin de generar una segunda fase, porque esta se logra por evaporación o condensación a partir de la solución original. Además se cuenta con amplia información que nos permite aplicar métodos establecidos para el cálculo del equipo. Evidentemente el grado de separación dependerá tanto del equipo como de la mezcla misma.

CAPITULO I

GENERALIDADES

GENERALIDADES

El desarrollo práctico de la destilación puede hacerse mediante cualquiera de dos métodos principales: la rectificación y la destilación simple.

DESTILACIÓN POR RECTIFICACIÓN

El primero de ellos y el más empleado para la separación de mezclas líquidas es la rectificación la cual se lleva a cabo comúnmente en columnas de platos. Dichas columnas son cámaras cilíndricas instaladas en forma vertical, cuyo interior está dividido por platos colocados en forma horizontal y separados por intervalos regulares.

Cada plato (denominado también como piso) actúa como un destilador simple de equilibrio, de tal manera que el vapor y el líquido de cada plato fluyen a contracorriente, el vapor fluye al plato inmediato superior y el líquido al inmediato inferior.

Por lo tanto a cada plato entran dos corrientes, una líquida y una vapor que se mezclan y alcanzan el equilibrio para posteriormente abandonar el plato.

La alimentación de la mezcla se realiza en un determinado punto de la columna, generalmente a donde se encuentra a su temperatura de ebullición, lograndose con esto que se generen vapores que fluyan hacia la zona de rectificación y posteriormente al condensador en donde una parte se recircula a la columna (reflujo) y el resto se recoge como producto. La fracción de la alimentación que no se evapora fluye hacia abajo donde se encuentra la sección de agotamiento y en la que se continúa separando el componente volátil. El líquido remanente de la sección de agotamiento pasa al rehervidor, donde se produce el vapor que ascenderá, y se separa el residuo.

El sistema recibe calor en el rehervidor y lo cede en el condensador. la columna esta aislada térmicamente del exterior.

DESTILACIÓN SIMPLE

El segundo método es la destilación simple, que consiste básicamente en la generación de vapor mediante la ebullición de la mezcla líquida que se va a separar. el vapor es retirado y condensado a medida que se produce.

El resultado es un condensado rico en los componentes más volátiles y consecuentemente un residuo más concentrado de

componentes menos volátiles que la mezcla original.

Para efectuar la destilación simple se cuenta con dos opciones: destilación de equilibrio y destilación diferencial.

Destilación de equilibrio o cerrada

En este proceso la mezcla líquida se vaporiza parcialmente a una temperatura constante, que se encuentra entre las temperaturas al principio y al final de la ebullición permitiéndose que se establezca el equilibrio entre el vapor formado y el líquido en ebullición. es entonces cuando se efectúa la separación de las dos fases. separación que se puede realizar a régimen continuo o por lotes.

Esta destilación es empleada frecuentemente en la industria petrolera, y se le conoce también como vaporación súbita (flash).

Destilación diferencial o abierta

En este tipo de destilación la mezcla es introducida en un recipiente de calentamiento y llevada a su temperatura de ebullición. los vapores producidos son retirados continuamente y tan pronto como se generan, enviándolos a un condensador para obtener el destilado. Durante el desarrollo de la destilación los vapores se van empobreciendo de los

componentes más volátiles y como consecuencia se eleva la temperatura de condensación, en tanto que la temperatura de ebullición de la mezcla líquida aumenta gradualmente debido a una mayor concentración de los componentes menos volátiles. Siendo muy usual en laboratorios, para separar mezclas cuyos componentes tienen apreciables diferencias en sus volatilidades y no requieren reflujo.

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

Un tercer método también muy importante lo constituye la destilación por arrastre con vapor, que se aplica a la separación de compuestos inmiscibles con el agua.

En este proceso de destilación se introduce una corriente de vapor de agua por la parte inferior del calderín haciéndolo burbujear en el seno del líquido para lograr la vaporización de los componentes volátiles de la mezcla. La inyección del vapor cumple con una doble función: proporcionar el calor necesario para llevar la mezcla hasta la ebullición y contribuir con su presión parcial a la presión total y reducir así la temperatura de ebullición del sistema. Esta disminución en el punto de ebullición que se genera durante la destilación por arrastre con vapor es la característica que la hace adecuada para la separación de los componentes de una mezcla cuando estos están expuestos al peligro de sufrir alteraciones

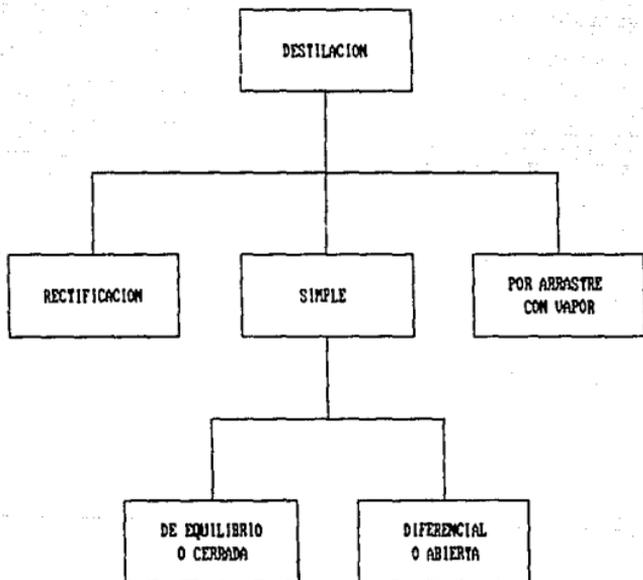
si se trabaja a temperaturas elevadas, o bien, cuando la temperatura que se debe alcanzar para lograr la separación es tan alta que no se logra con la simple inyección de vapor y la utilización de fuego directo no es recomendable.

Un ejemplo de esto es la purificación de compuestos orgánicos a temperaturas inferiores a la de su ebullición en condiciones normales, para que no sufran alteraciones.

En la destilación con arrastre podrían utilizarse también gases en lugar de vapor de agua, o simplemente a otros vapores y calefacción indirecta, pero esto nos conduce al problema de la separación del gas y del producto en el destilado sin aportar alguna ventaja.

El vapor es más económico y disponible, sin contar con que se separa fácilmente, generalmente por decantación, debido a que se forman en el destilado capas inmiscibles de agua y producto.

ORGANIGRAMA DE LA DESTILACION



CAPITULO II

FUNDAMENTO

FUNDAMENTO

El fundamento científico que hace posible la separación de los componentes de una mezcla por medio de la destilación, es la transferencia de masa desde una fase homogénea a otra. La fuerza impulsora que da origen a la transferencia es una diferencia o gradiente de concentración.

La transferencia de masa neta se realiza hasta que las dos fases llegan al equilibrio, después del cual dicha transferencia desaparece. Por lo tanto es de suma importancia el conocimiento del equilibrio entre las fases involucradas.

En la destilación se tienen como auxiliares para el estudio del equilibrio líquido-vapor distintos diagramas entre los que tenemos: diagramas de presión de vapor, de equilibrio y de ebullición.

Gráfica de Cox

La gráfica de Cox se elabora graficando el logaritmo de la presión de vapor de un compuesto en función de cierta escala especial no lineal de temperatura, construida a partir de los datos de presión de vapor del agua (denominada como sustancia de referencia).

Las presiones de vapor de otras sustancias graficadas en este diagrama producen lineas rectas dentro de intervalos de temperatura bastante amplios por lo que se facilita la extrapolación o la interpolación de datos de presión de vapor.

Debido a que en este diagrama pueden obtenerse lineas rectas, solamente se requieren dos conjuntos de datos de presión de vapor para disponer de la información necesaria sobre la presión de vapor de la sustancia, dentro de un intervalo considerable de temperaturas.

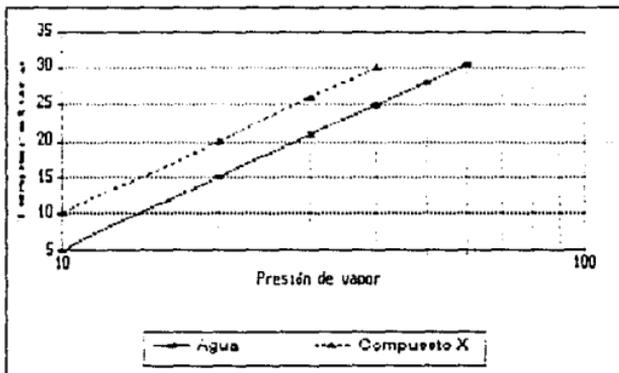


FIG. 1. DIAGRAMA DE COX.

En el diagrama la escala de presión de vapor es logarítmica y por su construcción la escala de temperatura es especial. La línea inferior corresponde a la presión de vapor del agua y la superior a la substancia de la que deseamos obtener información.

Diagrama de presión de vapor

Cuando no se cuenta con datos de presión de vapor, esta puede ser calculada por correlaciones, un ejemplo es la Ecuación de Antoine:

$$\text{Log } P^{\circ} = A - \frac{B}{C + T}$$

Ecuación de Antoine.

donde A, B y C son constantes que dependen de la substancia de que se trate, t es la temperatura en °C.

Diagrama de ebullición

Este tipo de diagramas son mas útiles en destilación que el anterior pues al utilizar las relaciones de equilibrio entre las fracciones molares del vapor y del líquido de un mismo componente a presión constante es más conveniente.

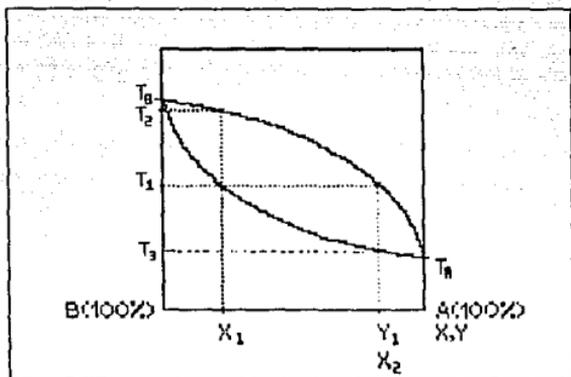


FIG. 2. DIAGRAMA DE EBULLICIÓN

La figura 2 es un diagrama de ebullición para una mezcla binaria, en el se grafican temperaturas contra composiciones molares del componente más volátil (A).

El componente A hierve a la temperatura T_A , análogamente T_B es la temperatura de ebullición del componente B. en estos dos puntos las curvas coinciden. La curva superior es la curva de rocío encima de la cual sólo existen mezclas de vapor, y la inferior es la de punto de burbuja, debajo de ella existen solamente mezclas de líquido. La parte encerrada por ambas curvas representa las mezclas líquido vapor.

Una mezcla líquida de composición X_1 comienza a ebullicir a la temperatura T_1 y los vapores resultantes tienen la

composición de Y, de forma similar unos vapores de composición Y₁ que condensen darán un líquido con composición X₁.

Si la mezcla con composición X₁ hierve a T₁, y los vapores producidos se mantienen en equilibrio con el líquido la ebullición finalizará a la temperatura T₁. Al enfriar una mezcla vaporizada de composición Y₁ condensará a T₁, y el final de la condensación de equilibrio tendrá lugar a la temperatura T₂ con composición X₂.

Los diagramas de punto de ebullición son determinados por experimentación, pero también se pueden calcular a partir de la Ley de Raoult. Si la mezcla sigue esta ley y se dispone de los datos de presión de vapor de las dos sustancias puras, aplicando las ecuaciones.

$$P = P_A^* X_A + P_B^* (1 - X_A)$$

$$Y_A = (P_A^*/P) X_A$$

Se puede construir el diagrama.

DIAGRAMA DE EQUILIBRIO

Este diagrama es construido a presión constante y en ellos se representa una curva en la que cada punto tiene como ordenadas las composiciones de equilibrio del líquido y el vapor de un mismo componente en el intervalo de coexistencia de las dos fases.

La curva que se muestra en la siguiente figura presenta una mezcla binaria típica sin azeotropos. En general, las composiciones molares Y y X son las correspondientes al componente más volátil, la razón por la cual la curva queda siempre por arriba de la diagonal.

Esta curva de equilibrio se puede determinar por experimentación o construir a partir del diagrama de ebullición. Es utilizado para determinar las composiciones del líquido y el vapor en el equilibrio. Por ejemplo, el punto C representa los puntos X_1 y Y_1 , del diagrama de ebullición.

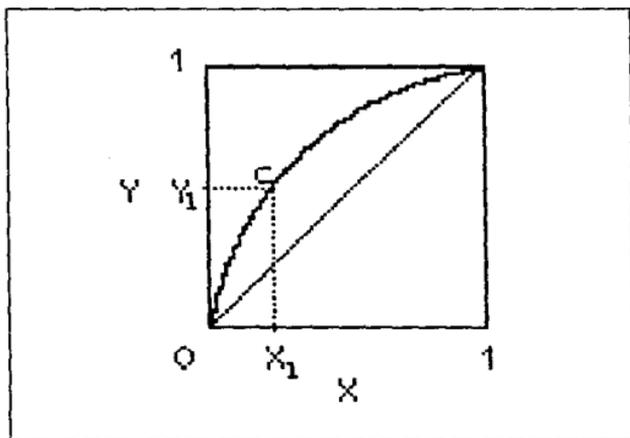


FIG. 3. DIAGRAMA DE EQUILIBRIO

CAPITULO III

TEORÍA DE LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR

TEORÍA DE LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

El proceso de arrastre durante la destilación puede realizarse bajo dos distintas condiciones de operación.

En el primer caso durante la destilación, una fracción del vapor de entrada va cediendo su calor latente propiciando así su condensación para ir formando una capa inmiscible con el material a destilar. Este calor proveniente de la condensación cubre todas las necesidades de energía requeridas para calentar la carga contenida en el calderín hasta la ebullición tomando en cuenta las pérdidas de calor. Finalmente los vapores no condensados pasan a través del seno del líquido saturándose del componente volátil en su camino hacia el condensador.

La segunda opción consiste en proporcionar el calor necesario al equipo para evitar la condensación del vapor y que se forme una segunda fase líquida dentro del calderín, de esta manera todo el vapor de entrada arrastra los componentes volátiles a su paso por la carga líquida y posteriormente sale para obtenerse como producto. Generalmente el calor se suministra con un serpentín o una chaqueta.

Estas dos alternativas que se presentan dependen de que haya o no formación de agua dentro del calderín durante el

proceso, y nos conducen a dos situaciones cuya diferencia es más evidente si aplicamos la Regla de las Fases que relaciona las condiciones que se deben especificar a fin de describir totalmente un sistema en equilibrio.

Cuando existe la formación de agua por condensación se tienen tres fases, dos líquidas (agua y mezcla original) y una de vapor, considerando que de la mezcla a destilar el componente no volátil está en cantidades despreciables, el número de componentes es dos (agua y volátil).

Aplicando la Regla de las Fases:

$$F = C - P + 2$$

donde:

F = Son los grados de libertad.

C = número de componentes.

P = Número de fases presentes.

substituyendo:

$$F = 2 - 3 + 2$$

$$F = 1$$

El resultado es un solo grado de libertad, por lo que la presión y la temperatura no pueden variarse independientemente, es decir, al fijar la presión de operación queda fijada por el equilibrio la temperatura.

En ausencia de condensación, las fases se reducen a dos y los componentes permanecen siendo dos, aplicando la Regla de las Fases nuevamente, tenemos:

$$F = 2 - 2 + 2$$

$$F = 2$$

en este caso tanto la presión como la temperatura del proceso podrán variarse independientemente, siempre que la temperatura sea superior a la de arrastre en presencia de agua a la misma presión.

CAPITULO IV

DESARROLLO MATEMÁTICO

Como se mencionó anteriormente, este método de destilación es aplicado a mezclas inmiscibles con el agua, si establecemos que dicha mezcla esta formada por un componente volátil A, y uno no volátil B, entonces la presión del sistema será la suma de las presiones parciales del vapor y del componente volátil.

$$P_T = \hat{P}_A + \hat{P}_B \quad \dots (1)$$

bajo la suposición de que A y B forman una mezcla ideal aplicamos la Ley de Raoul; $\hat{P}_A = P_A^o X_A$ y substituímos en (1).

$$P_T = P_A^o X_A + P_V^o \quad \dots (2)$$

Donde:

- \hat{P}_A = presión parcial del componente A.
- \hat{P}_V = presión parcial del vapor.
- P_A^o = presión de vapor del componente A.
- P_V^o = presión de vapor del agua.

considerando que la presión parcial de A es inferior a la teórica, debido a la resistencia a la transferencia de masa y de calor se introduce una eficiencia E, definida como:

$$E = \frac{\hat{P}_A}{X_A P_A^o} \quad \dots (3)$$

y X_A como función del número de moles de A y de B es:

$$X_A = \frac{\hat{L}_A}{\hat{L}_A + \hat{L}_B} \quad \dots (4)$$

Substituyendo (4) en (3) obtenemos:

$$E = \frac{\hat{P}_A}{\frac{\hat{L}_A}{\hat{L}_A + \hat{L}_B} \cdot P_A^0} \dots (5)$$

Donde: \hat{L}_A = número de moles del componente A.

\hat{L}_B = número de moles del componente B.

introduciendo el término de la eficiencia en la ecuación (2) tenemos:

$$P_T = E X_A P_A^0 + P_V^0 \dots (6)$$

El valor de E depende del sistema, de la velocidad de destilación y del equipo, y su valor se encuentra entre 0.6 y 0.95.

Las siguientes ecuaciones representan la destilación por arrastre con vapor, debido a que el proceso se efectúa por lotes.

$$\frac{\frac{d\hat{v}}{d\theta}}{\frac{d\hat{L}_A}{d\theta}} = \frac{\hat{v}}{\hat{L}_A} = \frac{\hat{P}_V}{\hat{P}_A} \dots (7)$$

$$\frac{d\hat{v}}{d\hat{L}_A} = \frac{P_T - \hat{P}_A}{\hat{P}_A} = \frac{P_T}{EP_A^0} = \frac{\hat{L}_A}{\hat{L}_A + \hat{L}_B} - 1 \dots (8)$$

$$d\hat{v} = - \frac{P_T}{EP_A^\circ} \frac{\hat{L}_A}{\hat{L}_A + \hat{L}_B} d\hat{L}_A + d\hat{L}_A$$

$$d\hat{v} = - \frac{P_T (\hat{L}_A + \hat{L}_B)}{EP_A^\circ \hat{L}_A} d\hat{L}_A + d\hat{L}_A$$

$$d\hat{v} = - \frac{P_T \hat{L}_A + P_T \hat{L}_B}{EP_A^\circ \hat{L}_A} d\hat{L}_A + d\hat{L}_A$$

$$d\hat{v} = \left[- \frac{P_T \hat{L}_A}{EP_A^\circ \hat{L}_A} - \frac{P_T \hat{L}_B}{EP_A^\circ \hat{L}_A} \right] d\hat{L}_A + d\hat{L}_A$$

$$d\hat{v} = \left[- \frac{P_T}{EP_A^\circ} + 1 \right] d\hat{L}_A - \left[\frac{P_T \hat{L}_B}{EP_A^\circ \hat{L}_A} \right] d\hat{L}_A \quad \dots (9)$$

Integrando entre las condiciones iniciales y finales.

$$\hat{v} = \left[\frac{P_T}{EP_A^\circ} - 1 \right] \left(\hat{L}_{A_1} - \hat{L}_{A_2} \right) + \frac{P_T \hat{L}_B}{EP_A^\circ} \ln \frac{\hat{L}_{A_1}}{\hat{L}_{A_2}} \quad \dots (10)$$

La expresión anterior nos da la cantidad de vapor necesario para arrastrar la cantidad de componente volátil $\left(\hat{L}_{A_1} - \hat{L}_{A_2} \right)$.

La destilación que realizaremos tiene por objetivo:

purificar una esencia de sus impurezas sólidas, por lo tanto el desarrollo matemático para el caso que nos ocupa es el siguiente:

Considerando que la carga a destilar es una substancia con impurezas sólidas lo que implica que $X_A = 1$, entonces:

$$\hat{P}_A = P_A^o \quad \dots (11)$$

substituyendo en (1) tendremos:

$$P_T = P_A^o + P_V^o \quad \dots (12)$$

$$\frac{d\hat{v}}{d\hat{\theta}} = \frac{\hat{v}}{\hat{L}_A} = \frac{\hat{P}_V}{\hat{P}_A} \quad \dots (13)$$

$$-\frac{d\hat{v}}{d\hat{L}_A} = \frac{P_T - \hat{P}_A}{\hat{P}_A} = \frac{P_T - P_A^o}{P_A^o} \quad \dots (14)$$

$$-\frac{d\hat{v}}{d\hat{L}_A} = \frac{P_T}{P_A^o} - 1$$

$$\hat{d}\hat{v} = -\frac{P_T}{P_A^o} d\hat{L}_A + d\hat{L}_A \quad \dots (15)$$

$$\int \hat{d}\hat{v} = -\frac{P_T}{P_A^o} \int d\hat{L}_A + \int d\hat{L}_A$$

$$\hat{V} = - \frac{P_T}{P_A^0} \left[L_{A_2} - L_{A_1} \right] + \left[L_{A_2} - L_{A_1} \right] \quad \dots (16)$$

La ecuación (16) nos proporciona la cantidad de vapor de arrastre en función de la carga líquida a purificar.

La diferencia entre la ecuación (10) y (16), es que la primera se aplica a mezclas de dos componentes, y la segunda a un líquido con impurezas.

Una forma alternativa de conocer la cantidad de vapor requerido para efectuar el proceso de arrastre, consiste en relacionar los pesos de las dos sustancias presentes en el vapor con sus pesos moleculares y presiones de la siguiente manera.

La presión total de vapor es la suma de las presiones de vapor así los líquidos puros.

$$P_T = P_A^0 + P_V^0 \quad \dots (12)$$

Las fracciones molares de Y_A y Y_V en el vapor son:

$$Y_A = \frac{\hat{P}_A}{P_T} \quad ; \quad Y_V = \frac{\hat{P}_V}{P_T}$$

y puesto que

$$Y_A = \frac{N_A}{N_A + N_V} \quad \text{y} \quad Y_V = \frac{N_V}{N_V + N_A}$$

en donde N_A y N_V representan el número de moles de los componentes respectivos en el vapor, entonces:

$$\frac{P_A^{\circ}}{P_V^{\circ}} = \frac{Y_A P_T}{Y_V P_T} = \frac{Y_A}{Y_V} = \frac{\frac{N_A}{N_A + N_V}}{\frac{N_V}{N_V + N_A}} = \frac{N_A}{N_V} \quad \dots (17)$$

A temperatura constante, P_A° y P_V° son constantes, de modo que N_A/N_V es constante y la concentración de vapor por encima de la mezcla binaria es siempre constante. Por definición.

$$N_A = \frac{W_A}{M_A} \quad \text{y} \quad N_V = \frac{W_V}{M_V}$$

en donde W y M se refieren al peso y al peso molecular del componente volátil y del vapor, respectivamente.

$$\frac{P_A^{\circ}}{P_V^{\circ}} = \frac{W_A M_V}{W_V M_A} \quad \dots (18)$$

reordenando términos

$$\frac{W_A}{W_V} = \frac{P_A^{\circ} M_A}{P_V^{\circ} M_V} \quad \dots (19)$$

La ecuación (17) es equivalente a la número (16), obteniéndose los mismos resultados utilizando ambas expresiones. La ecuación (19) se podría usar para determinar el peso molecular aproximado de cualquiera de los componentes participantes en la destilación.

CAPITULO V

EXPERIMENTACION

V.1 SELECCIÓN DE MATERIA PRIMA

En la selección de materia prima se consideraron los siguientes aspectos:

- a) Que a partir de ella y por medio de la destilación por arrastre con vapor se obtenga un aceite esencial con aplicación en la Industria Farmaceutica.
- b) Seguridad
- c) Costo
- d) Disponibilidad

Con base en lo anterior, se eligió al té limón como materia prima debido a que el aceite esencial que contiene es apreciado en el área de Farmacia y su extracción se puede realizar a través de la destilación por arrastre con vapor, su manejo y procesamiento es seguro, así como la esencia que de él se obtiene, su costo es accesible, de fácil adquisición y se le puede encontrar en cualquier época del año.

GENERALIDADES SOBRE EL TÉ LIMÓN

El té limón es una planta que pertenece a la familia de las gramíneas, de hojas largas dispuestas en racimo en el tallo, alcanza una altura de 2 m y es propagada por la división de esquejes (ordinariamente no produce semillas más que en un clima adecuado y sólo si no se le ha cortado en varios años).

La producción de aceite de té limón se inició empleando dos variedades de dicha planta, las cuales producen los tipos de aceite East Indian y West Indian.

Estas dos variedades fueron clasificadas por Stapf (botánico que las identificó después de un largo estudio), de la siguiente manera:

PLANTA	VARIEDAD	TIPO DE ACEITE
Té limón	<i>Cymbopogon Flexuosus</i>	East Indian
Té limón	<i>Cymbopogon Citratus</i>	West Indian

La clasificación anterior puso fin a una larga controversia acerca de la taxonomía del té limón, ya que anteriormente ambas especies eran identificadas con diferentes nombres, como:

Andropogon nardus var. *flexuosus* Hack o *A. flexuosus* Nees ex Steud y *Andropogon nardus* var. *ceriferus* Hack o *A. citratus* D.C. respectivamente.

El aceite East Indian es extraído del té limón que crece principalmente en el suroeste de la India cerca de la costa de Malabar, y en otros lugares como Ceylán, Camboya y Singapur. En tanto, que la planta productora del tipo West Indian crecía en las islas del oeste de la India, siendo introducida posteriormente en América, actualmente existen plantaciones de esta variedad en Guatemala, Haití, Brasil, Madagascar, Puerto Rico y México.

La clasificación botánica del té limón que se comercializa en el área metropolitana es:

Clase: Pinácea
Familia: Gramínea
Genero: Cymbopogon
Especie: Ceriferus
Tipo: West Indian

El té limón es conocido también con nombres vulgares. entre los que encontramos: yerba limón, cañita de limón, limonera, matojo de limón y caña santa. Internacionalmente es identificado con el nombre de "lemongrass".

CLIMA, SUELO Y ALTITUD

El té limón requiere un clima tropical templado, pleno de sol y con lluvias intermitentes pero no excesivas. No debe crecer en suelos muy compactos que forman charcos o que retengan mucha agua. El calor y la luz del sol conducen al desarrollo del aceite en la planta. En regiones de lluvia muy abundante la planta puede ser cosechada con mayor frecuencia a lo largo del año que en una región seca, pero la cantidad de cítral será menor. En algunas regiones montañosas en donde el viento monzón descarga el contenido de agua de las nubes el té contiene una gran cantidad de agua y el rendimiento de aceite es menor que el de té crecido en regiones bajas, las cuales tienen menor contacto con el agua.

COSECHA

Es de gran importancia la época seleccionada para la cosecha del té limón debido a su influencia sobre la calidad y rendimiento del aceite.

El contenido de aceite es pequeño durante el primer año cuando la planta aún es joven, a medida que crece el té limón se incrementa el rendimiento hasta llegar a un máximo en el tercer y cuarto año, tiempo en el cual la planta está en su mejor momento para ser cosechada, después de esta edad el rendimiento disminuye progresivamente.

En general, el contenido de aceite es bajo en los meses de lluvia (de junio a agosto), que en los meses de sequía.

USOS COMO HOJA

El té limón ha sido tradicionalmente utilizado en la preparación de una agradable infusión con sabor y aroma muy semejantes al limón. A gran escala es empleado en la extracción de su aceite esencial, considerado uno de los más importantes.

ACEITE TIPO WEST INDIAN

El aceite esencial de té limón (*Cymbopogon citratus*) es una sustancia que presenta un color que varía del amarillo al café rojizo, con un penetrante olor parecido al limón, la

composición química de la esencia es la siguiente:

Terpenos Mirreno (12-20%)
Dipenteno (trazas solamente)

Alcoholes

(1-1.5%) Metilheptanol
Linalol
alfa-Terpineol
Geraniol
Nerol
Citronelol
Isopulegol
Farnesol

Estos alcoholes se presentan en el aceite libre o esterificado con:

Acido isovalerico
Acido caprilico
Acido capríco
Acido citronélico
Acido geránico
Acido nérico

Aldehidos Citral a y b (65-86% por el método del bisulfito) y otros aldehidos (menores que 0.1%).
Furfural

Isovaleraldehido

Decilaldehido

Citronelal

Un aldehido $C_{11}H_{18}O$: semicarbazona p.f. 191-192*

Un aldehido o cetona: semicarbazona p.f. 229-231*

Farnesol

Cetonas Diacetil

Acetona

Metilheptanona (0.2-0.3%)

Trazas de:

Una cetona o aldehido: semicarbazona
p.f. 229-231* (ver arriba)
alfa.beta-Dihidropseudoionona

Sesquiterpenos Mostly biciclico (ca. 1%)

Diterpenos ... alfa-camforeno

(2-3%) Un Camforeno biciclico

Las cualidades del aceite se determinan por su contenido de aldehidos (referidos al citral, principal constituyente). Los concentrados comerciales son elaborados con base en un contenido minimo de 96% de citral.

Las propiedades fisicoquímicas que caracterizan al aceite de te limon son presentadas a continuación:

Contenido de aldehidos (cital)	
determinado por el metodo del bisulfito	65 - 86 %
Indice de refracción a 20°C	1.4820 - 1.4877
Rotación óptica	- 3° - + 1°
Solubilidad en alcohol	+ 30%
Gravedad especifica 20°C/20° C	0.8720 - 0.8790

Las cantidades del aceite se ven afectadas por diversos factores como la temperatura, la luz, el oxígeno atmosférico y la humedad entre otros. Por ejemplo, el aceite expuesto a la luz y el aire sufre cambios físicos y químicos como:

- a) Disminución en el contenido de citral.
- b) Disminución de la solubilidad.
- c) Aumento de la gravedad específica.
- d) Cambio de color.

debido a que se presenta degradación oxidativa causada por el oxígeno atmosférico, oscurecimiento del color y polimerización por efecto de la luz.

También existe la posibilidad de reacción entre algún ácido o grupo funcional con trazas de metales como cobre, hierro y estaño, produciendo olores y sabores indeseables.

TOXICIDAD

Estudios realizados han demostrado que en el humano el consumo de aceite esencial de te limón no presenta efectos nocivos para la salud considerándose no tóxico. no obstante, el citral administrado oral o subcutáneamente a monos o conejos produce lesiones del epitelio vascular, dichas lesiones pueden prevenirse por la administracion de vitamina A.

USOS COMO ACEITE ESENCIAL

Por su fuerte y agradable olor a limon el aceite sirve en la aromatización de jabones y detergentes, mientras que en la industria de la confiteria y de refrescos es empleado como saborizante.

Grandes cantidades de la esencia son utilizadas para el aislamiento del citral, que es el material de partida para la preparación de iononas, (grupo importante de aromáticos sintéticos que poseen un fuerte y duradero aroma a violetas. El citral es usado en la elaboración de cosmeticos. En farmacia se utiliza contra el catarro, para bajar la presión arterial, fiebres, etc.

V. 2 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

Clave	Servicio	Características
EA671	Calderin	<p>Marca: Brighton Copper Workd, Inc.</p> <p>Altura: 84 cm.</p> <p>Diámetro superior: 32 cm.</p> <p>Diámetro inferior: 20 cm.</p> <p>Material de construcción: Cobre.</p> <p>Tiene capacidad para 38 litros. la parte media inferior esta enchaquetada para lograr el calentamiento indirecto de la carga, por el fondo del calderin se puede introducir vapor vivo en diferentes puntos para lograr una mayor agitación. La carga en este equipo es en forma intermitente.</p>
EA672	Condensador	<p>Marca: Brighton Copper Workd, Inc.</p> <p>Longitud: Desde la línea de tangencia 90 cm.</p> <p>Material de construcción: Cobre.</p> <p>Posee a la salida una mirilla de vidrio para observar las primeras gotas de destilado.</p>

DA671 Destilador Marca: Brighton Copper Worked. Inc.
 Longitud: Desde la linea de tangencia
 160 cm.
 Diámetro superior: 15.3 cm.
 Material de construcción: Cobre.
 Esta unido por la parte superior al
 condensador. en la parte media tiene
 insertado un embudo por donde es
 introducido el disolvente; por lo que
 se refiere a la parte inferior de un
 sistema de precalentamiento que
 evapora el disolvente; en la parte
 más baja se recupera el extracto y
 el disolvente contaminado es
 recirculado al destilador.

INSTRUMENTACION

Clave	Servicio	Características
IP672	Manómetro de carátula. tipo Bourdón.	Escala: 0-1 Kg/cm ² . Diámetro: 19 cm. Marca: Metron.
IP673	Manómetro de carátula. tipo bourdón.	Escala: 0-1 Kg/cm ² . Diámetro: 19 cm. marca: Metron.

IT671 Termometro Escala: 0-150 C
 bimetalico. Diametro: 7.5 cm.
 Marca: Metrica.

RF671 Válvula Diametro: 1/2"
 reguladora
 de presion.

IN Indicador de
 nivel.

LÍNEAS DE SERVICIO

Linea de vapor.

Linea de destilado.

Linea de agua de enfriamiento.

EQUIPO AUXILIAR

Probeta de 1000 ml. (dos)

Embudo de separación.

Cronómetro.

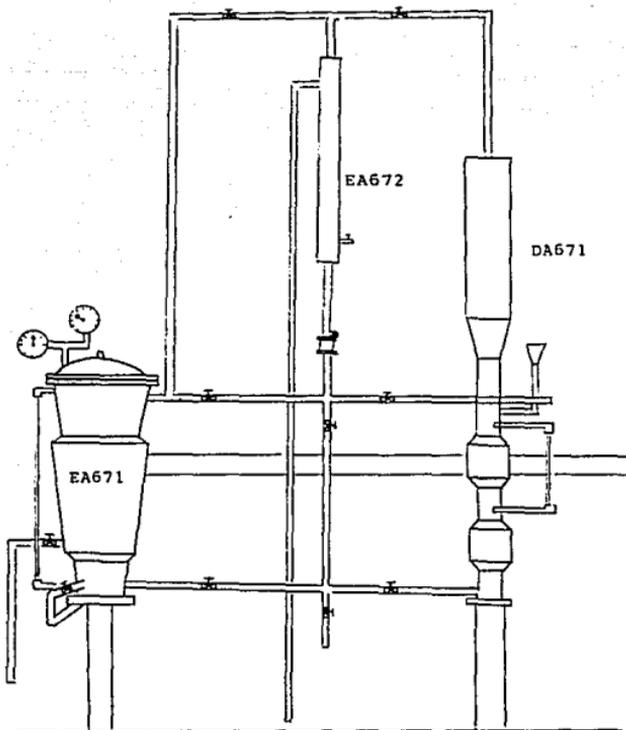
Pipeta de 10 ml.

Guantes de asbesto.

Termómetro de mercurio.

Recipiente colector de producto.

ESQUEMA DEL EQUIPO



MATERIAL ADICIONAL

Con el fin de aprovechar al máximo el área de transferencia de masa así como la capacidad del calderín, se construyeron tres canastillas de tela de alambre de las siguientes medidas:

Canastilla	Diámetro Interior (m)	Diámetro Exterior (m)	Altura (m)
1	0.200	0.225	0.20
2	0.225	0.250	0.20
3	0.250	0.280	0.20

Adicionalmente también se laboró una taca circular del mismo material con un diámetro de 0.28 m. y se consiguió un garrafón para recibir el destilado. de esta forma se complementó el equipo, buscando tener un mejor aprovechamiento.

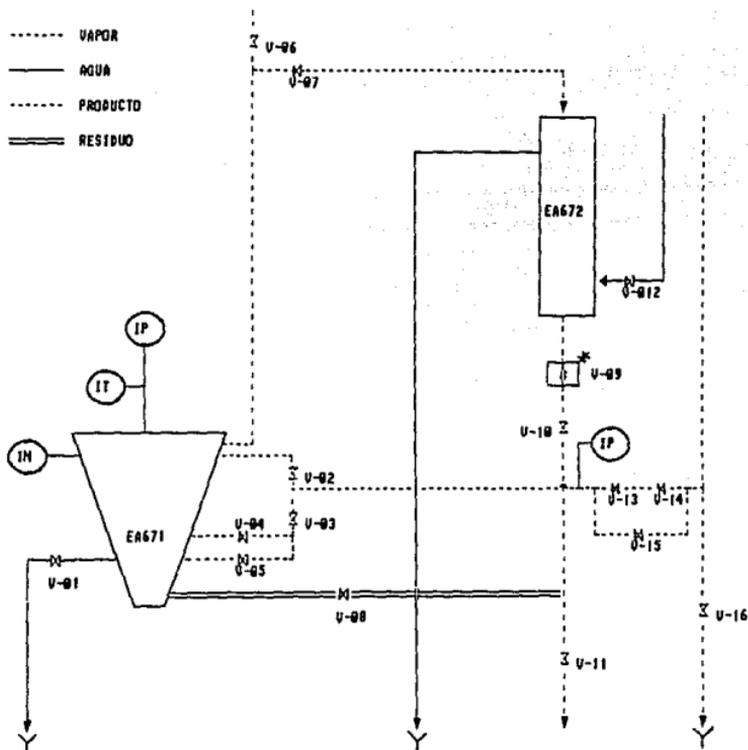
V.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

OPERACIÓN DEL EQUIPO

Una vez lavado el te limon es cortado en secciones de 20 cm e introducido en cada una de las canastillas de forma que en posición vertical y uniformemente distribuido, despues se colocan las tres canastillas dentro del calderin y encima de la última se pone la tapa circular de tela de alambre, se alinean las tuberias de vapor y de agua de enfriamiento abriendo unicamente las válvulas V-03, V-04, V-05, V-07 y V-09. En seguida se purga de condensados la tubería de vapor (abrir la válvula V-16 hasta que salga solamente vapor).

Para iniciar la destilacion por arrastre con vapor se abre completamente la válvula V-13 y se regula la presión del vapor de entrada con la válvula V-14. continuamos con la operación del equipo abriendo la válvula V-12 de suministro de agua de enfriamiento al condensador. Transcurrido el tiempo necesario los vapores de agua arrastran el aceite esencial hacia el condensador, despues del cual se pueden observar por la mirilla las primeras gotas de destilado, en este momento se abren la válvulas V-10 y V-11 de la línea de descarga para recibir en un colector el destilado.

DIAGRAMA DE FLUJO DE LA DESTILACION POR ARRASTRE



Se considera que la destilación ha terminado cuando ya no es perceptible la presencia de aceite en el destilado que se observa por la mirilla, procedemos entonces a cerrar las válvulas V- 14, V-13 y V-12, con esto damos por terminada la operación del equipo y solo nos resta hacer las mediciones pertinentes para completar los datos experimentales.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Antes de iniciar formalmente el desarrollo experimental se realizaron tres destilaciones con el fin de observar el funcionamiento del equipo, se encontró que el manómetro ya no operaba, el empaque del calderín estaba muy desgastado y el termómetro registraba lecturas incorrectas. Para dar solución a estos inconvenientes se instalaron un termómetro y un manómetro en buenas condiciones de uso, además se dotó al calderín con un nuevo empaque.

Se pudo apreciar también que la válvula que da paso a los vapores hacia el condensador estaba parcialmente abierta ocasionando un mal funcionamiento del equipo durante la destilación.

A continuación se presentan los datos obtenidos:

Corrida	Te limón inic.	Aceite Dest	Tiempo	Presion	Temp.	Agua dest	Agua drenada
	Kg	ml	min	Kg/cm ²	C	l	l
A	4.5	6	90	0.1	92.8	0.650	4.05
B	5	6.1	100	0.1	92.8	0.825	4.1
C	5	6.5	30	0.28	92.8	5.2	2.1

Donde:

Te limón inicial es la cantidad de té que se destiló.

Aceite destilado es la cantidad de aceite que se obtuvo como producto.

Presión es el valor de la presión del vapor inyectado en el calderín.

Temperatura es el valor al cual se registro la ebullición.

Agua destilada cantidad de vapor que se obtuvo como producto junto con el aceite.

Agua drenada es la cantidad de vapor que condensó dentro del equipo durante la destilación.

Con el equipo trabajando en óptimas condiciones comenzó la parte experimental.

Primero se destilaron 5 Kg de té limón (hoja y tallo) a dos diferentes presiones de vapor de entrada, y utilizando las canastillas.

En los siguientes experimentos se empleo exclusivamente las hojas de télimon.

El experimento número tres consistió en destilar el telimon cargando el equipo al azar, es decir, sin ocupar las canastillas, y el tamaño de las hojas fue el mismo que cuando se utilizaron las canastillas.

Los posteriores experimentos se realizaron siguiendo de nueva cuenta la técnica de operación descrita con anterioridad y en ellos se fue variando la cantidad de telimon a destilar y la presión del vapor de entrada al calderín.

OBSERVACIONES EXPERIMENTALES

Durante la experimentación se observaron diversos acontecimientos que marcaron en su momento la pauta para lograr un mejor desarrollo experimental.

Inicialmente en los experimentos se destilaba la hoja y el tallo de té limón, pero el destilar el tallo implicaba tener que desgajarlo para que la extracción fuese más rápida de lo contrario sería muy difícil que el vapor pudiese arrastrar el poco aceite contenido en él. Esta situación originaba que aumentará el tiempo necesario para cargar el calderín, adicionalmente las partes del tallo una vez desgajado adquirían la forma de cilindros huecos, trayendo como consecuencia el desperdicio de espacio dentro del calderín.

En el experimento realizado, cargando el calderín al azar, pudimos apreciar que las hojas de te limón quedaban en diversas posiciones y encimadas unas con otras propiciando pequeños huecos. después de transcurrida la destilación, se presentaban porciones que no habían tenido contacto con el vapor debido al traslape de las hojas.

Con respecto a los aceites observamos que el proveniente de la hojas exclusivamente era similar en color y consistencia, al obtenido utilizando hojas y tallo, pero su olor a limón era más suave y agradable comparado con el otro que presentaba un fuerte olor a limón que hería al olfato si se aspiraba profundamente. También encontramos que el aceite extraído solamente de las hojas tenía un sabor que recuerda al limón dejando una agradable sensación, en cambio en el otro el sabor a limón era picante y producía ardor en la lengua.

TABLA 1**DATOS EXPERIMENTALES**

CORRIDA	TE LIMON INICIAL [Kg]	ACEITE DESTILADO [ml]	TIEMPO [min]	PRESION DE OPERACION [Kg/cm ²]	TEMPERATURA DE DESTILACION [°C]	VOLUMEN DE AGUA DESTILADA [L]	VOLUMEN DE AGUA DRENADA [L]	VOLUMEN DE AGUA ABSORBIDA [L]
1 *	5	8	75	0.1	92	7.2	2.65	0.650
2 *	5	3.5	35	0.2	92	8	1.3	0.620
3 *	2.5	7	35	0.1	92	3.7	0.96	0.385
4	2.5	3.5	40	0.1	92	3.9	1.42	0.435
5	2.5	7	20	0.2	92	4.45	1.1	0.410
6	3	11	50	0.1	92	4.5	1.375	0.510
7	3	3.5	20	0.2	92	4.53	1.050	0.472
8	4	19	55	0.1	92	5.45	1.35	0.750
9	4	16.8	30	0.2	92	7.1	0.8	0.670
10	5	23	60	0.1	92	4.4	2.21	0.9
11	5	18.5	30	0.2	92	6.8	1.325	0.78

- * CORRIDAS EN LAS QUE SE UTILIZO HOJA Y TALLO, EN LOS RESTANTES SOLO SE OCUPO LA HOJA.
- * UNICA CORRIDA CARGANDO EL EQUIPO AL AZAR, EN TODOS LOS DEMAS SE UTILIZARON LAS CANASTILLAS.

en la tabla anterior:

Té limon inicial	Es la cantidad de té que se cargo en el calderin para realizar la destilación.
Aceite destilado	Representa la cantidad de aceite obtenida como producto.
Presion de arrastre	Es la presión con la que el vapor fue inyectado en el calderin durante las corridas.
Temperatura es de destilación	Temperatura a la cual destiló el aceite. decir, la temperatura de ebullición.
Volumen de agua destilada	Es la cantidad que se obtuvo como producto junto con el aceite al final de la destilacion (es la cantidad de vapor de arrastre).
Volumen de agua drenada	La cantidad de vapor que condenso dentro del calderin a la temperatura de ebullición durante la corrida.
Volumen de agua absorbida	Las hojas durante la destilación absorben una pequeña cantidad de agua que se condensa dentro del calderin, dicha cantidad fue cuantificada midiendo el aumento de peso del té despues de la destilación.

CAPITULO VI

CALCULOS

VI.I CALCULO DE ALGUNAS PROPIEDADES DE LA ESENCIA

PESO MOLECULAR (\overline{PM})

Considerando la información obtenida a cerca de los compuestos que integran al aceite esencial, incluyendo los porcentajes en peso dentro del mismo, se realizó el cálculo del peso molecular (\overline{PM}), tomando en cuenta sólo a aquellos que aparecen en cantidades apreciables.

Estableciendo una base de 100 g para el cálculo:

	Peso Molecular (g)	% en Peso	Moles ($\times 10^{-3}$)	Fracción mol
Cítral	152.23	76	499	0.748
Mirceno	136.23	20	147	0.220
Camforeno	272.46	2.5	9.17	0.0137
Metil Heptanol	128.21	1.25	9.74	0.0146
Metil Heptanona	126.19	0.25	1.98	0.003

el peso molecular del aceite es:

$$\overline{PM} = (PM \cdot X)_{\text{CÍTRAL}} + (PM \cdot X)_{\text{MIRCENO}} + (PM \cdot X)_{\text{CAMFORENO}} + (PM \cdot X)_{\text{M. HEPTANOL}} + (PM \cdot X)_{\text{M. HEPTANONA}}$$

substituyendo valores tenemos:

$$\overline{PM} = (152.23)(0.748) + (136.23)(0.22) + (272.26)(0.0137) + (128.21)(0.0146) + (126.19)(0.003)$$

$$\overline{PM} = 149.82 \text{ g}$$

PRESION DE VAPOR DE LA ESENCIA (P°)

Para calcular la presión de vapor de la esencia a diferentes temperaturas se consideró unicamente al citral y al mirceno, debido a que la contribución a la presión de vapor del aceite por parte de los demás compuestos es muy pequeña.

Los datos de vapor encontrados para estos compuestos son:

Presión de vapor en mmHg					
	1	5	10	20	4
Temperatura en $^{\circ}$ C					
Citral	61.7	90	103.9	119.4	136
Mirceno	14.5	40	53.2	67	82.6

Presión de vapor en mmHg					
	60	100	200	400	700
Temperatura en $^{\circ}$ C					
Citral	146.3	160	181.8	205	228
Mirceno	92.6	106	126	148.3	171.5

como se puede observar los datos de presión de vapor no están reportados a temperaturas iguales y por lo tanto a partir de ellos no podemos elaborar la gráfica de T vs $\text{Log } P^{\circ}$ correspondiente al aceite. Para dar solución a este problema se recurrió a la gráfica de Cox la cual fue mencionada con anterioridad.

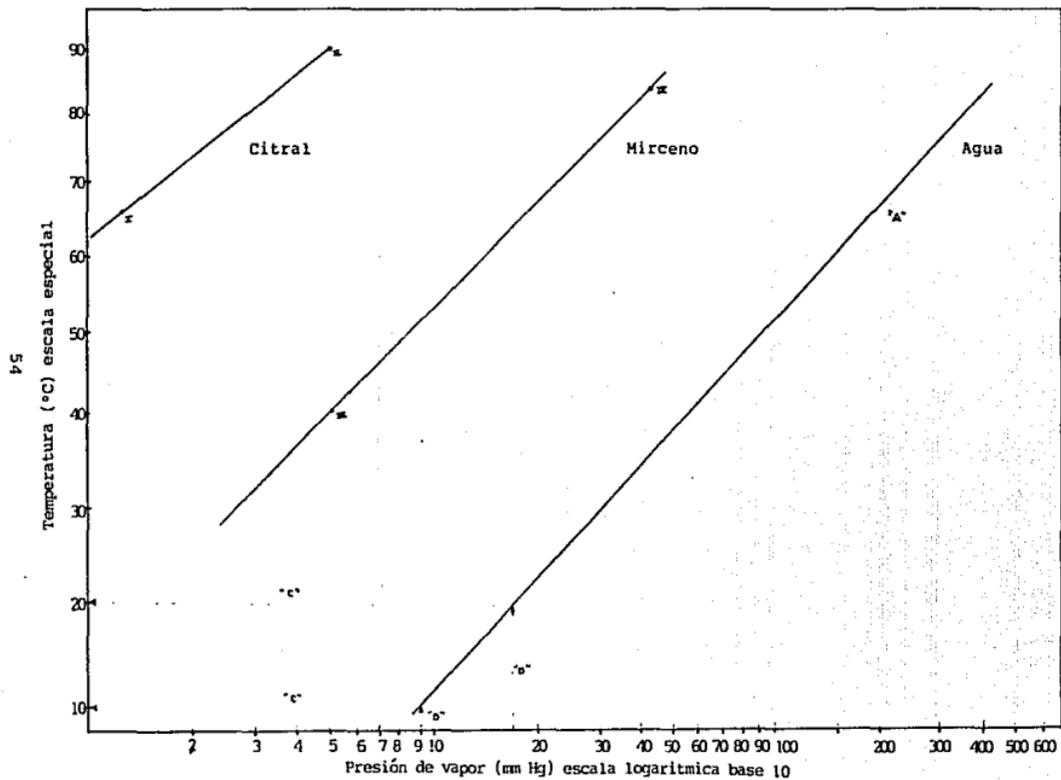
Para elaborar esta gráfica primero se establece en el eje de las abscisas una escala logarítmica, a continuación se traza una recta con pendiente positiva (recta "A" en la gráfica 1), dicha pendiente es arbitraria. La escala de temperatura se establece en el eje de las ordenadas de la siguiente forma. A una temperatura se obtiene un valor de presión de vapor para el agua (substancia de referencia), este valor se sitúa en la escala logarítmica y se hace interceptar con la recta de la pendiente positiva mediante una línea vertical "B", este punto se traslada al eje de las ordenadas mediante una línea horizontal "C", este procedimiento se repite tantas veces como sea necesario para establecer la escala de temperatura, como se observa es especial, por que, depende de la pendiente que se le da a la recta, una vez hecho lo anterior, lo siguiente es graficar los datos del citral y del mirceno para obtener una línea recta para cada uno, y poder así leer la presión de vapor a cualquier temperatura dentro de la escala.

Los datos graficados son:

	mmHg	°C	mmHg	°C
Citral	[X _i = 1 , Y _i = 61.7]		[X _{ii} = 5 , Y _{ii} = 90]	
Mirceno	[X _{iii} = 5 , Y _{iii} = 40]		[X _{iv} = 40 , Y _{iv} = 82.6]	

En la gráfica 1 podremos leer a partir de datos de temperatura los datos de presión de vapor para el mirceno y el citral.

Gráfica 1. Gráfica de Cox para el Citral y el Mirceno



De la gráfica 1

Temperatura (°C)	Presión de vapor P° (mmHg)	
	Cítral	Mirceno
10	--	--
20	--	1.5
30	--	3
40	--	5
50	--	8.4
62	1	15
70	1.8	23
80	3	38
90	5	56

La presión de vapor a una temperatura T para el aceite viene dada por la siguiente expresión.

$$P_{\text{ESENCIA}}^{\circ} = (P^{\circ}X)_{\text{CÍTRAL}} + (P^{\circ}X)_{\text{MIRCENO}}$$

substituyendo valores de presión de vapor a una misma temperatura y multiplicando por las correspondientes fracciones del cítral y del mirceno obtenemos la presión de vapor del aceite a diferentes temperaturas, estos datos se presentan a continuación.

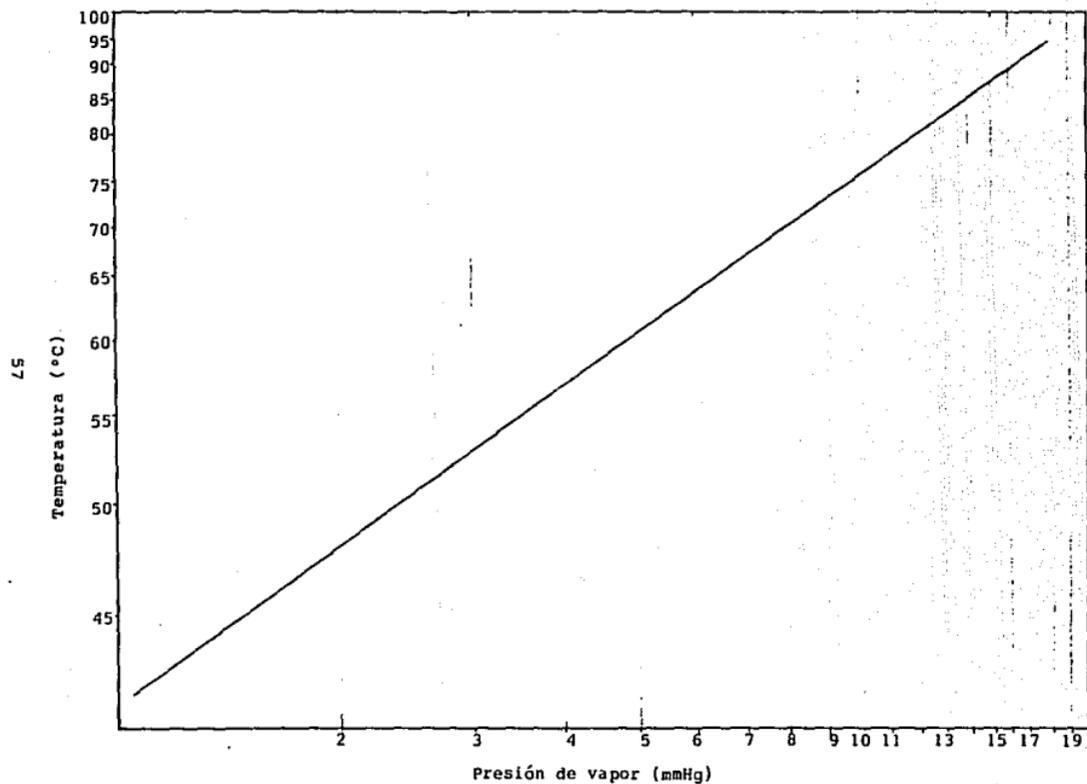
Temperatura (°C)	Presión de vapor (mmHg) esencia de télimon
62	4.048
70	6.4
80	10.6
90	16.06

Con los datos contenidos en la tabla anterior podemos construir la gráfica de Cox para la esencia.

La gráfica se presenta a continuación y en ella podemos leer directamente la presión de vapor del aceite a cualquier valor de temperatura que este contemplado dentro de la escala (por interpolación).

La gráfica de Cox será utilizada posteriormente para calcular la temperatura de ebullición del sistema agua-esencia de télimon.

Gráfica 2.
GRAFICA DE COX PARA EL ACEITE ESENCIAL DE TE LIMON



-CH-	5	-CH=	5.3
-C-	1.76	-CH ₂ -	6.2
OLEFINA		OXIGENO	
=CH ₂	5.2	-O-	8.4
=C-H	5.1	>C=O	12.66
=C-	3.8	-C=O	12.66
ALQUINOS		H	
-C≡H	5.9	O	
-C≡	5.9	-C-OH	19.1

d) Sumar las contribuciones para obtener el Cp del compuesto

CITRAL		MIRCENO	
Grupo	Valor	Grupo	Valor
CH ₂ =	5.2	CH ₂ -	8.8
CH ₃ -	8.8	CH ₃ -	8.8
>C=	3.8	>CH-	3.4
-CH ₂ -	7.26	=C-H	5.1
-CH ₂ -	7.26 + 2.5	-CH ₂ -	7.26 + 4.5
-CH ₂ -	7.26 + 4.5	-CH ₂ -	7.26 + 4.5
>C=	3.8	>C=	3.8
CH ₃ -	8.8	-CH=	5.1
CH ₂ =	5.1	CH ₂ =	5.2
CH ₂ =	5.1	CH ₂ =	5.2
O=	12.66		
	-----		-----
	82 Cal/mol°C		69. Cal/mol°C

Conversión de unidades a J/mol°C

$$82 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}^\circ\text{C}} = 4.186 \frac{\text{J}}{\text{Cal}} = 343.2 \frac{\text{J}}{\text{mol}^\circ\text{C}}$$

$$69 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}^\circ\text{C}} = 4.186 \frac{\text{J}}{\text{Cal}} = 288.8 \frac{\text{J}}{\text{mol}^\circ\text{C}}$$

El Cp del aceite es:

$$\bar{C}_p = (\text{Cp X})_{\text{CITRAL}} + (\text{Cp X})_{\text{MIRCEÑO}}$$

Substituyendo valores

$$\bar{C}_p = 343.2 \frac{\text{J}}{\text{mol}^\circ\text{C}} = 0.748 + 288.8 \frac{\text{J}}{\text{mol}^\circ\text{C}} = 0.22$$

$$\bar{C}_p = 320.2 \frac{\text{J}}{\text{mol}^\circ\text{C}}$$

Experimentalmente se determinó que el Cp del aceite extraído de las hojas de télimon es 474 J/mol C, valor que será empleado en los cálculos posteriores.

CALOR LATENTE DE VAPORIZACION ($\Delta\bar{H}$)

El calor latente de vaporización fue calculado empleando la gráfica de Othmer, en ella podemos determinar el calor molar de vaporización de un líquido a cualquier temperatura (no sólo a su temperatura de ebullición), comparando el calor latente de vaporización del líquido problema con la de un líquido conocido tal como el agua.

La gráfica de elabora graficando el logaritmo de la presión de vapor de la esencia contra el logaritmo de la presión de vapor de el agua.

Datos:

Temperatura °C	Esencia		Agua	
	P°	Log P°	P°	Log P°
70	6.55	0.816	233.7	2.368
90	15.7	1.196	525.7	2.72
103	27.7	1.442	871.5	2.94

De la gráfica:

$$\begin{array}{rcccl} \text{Log } P^{\circ} & = & m & \text{Log } P^{\circ} & + C \\ \text{ACEITE} & & & \text{H}_2\text{O} & \\ Y & = & m & x & + C \end{array}$$

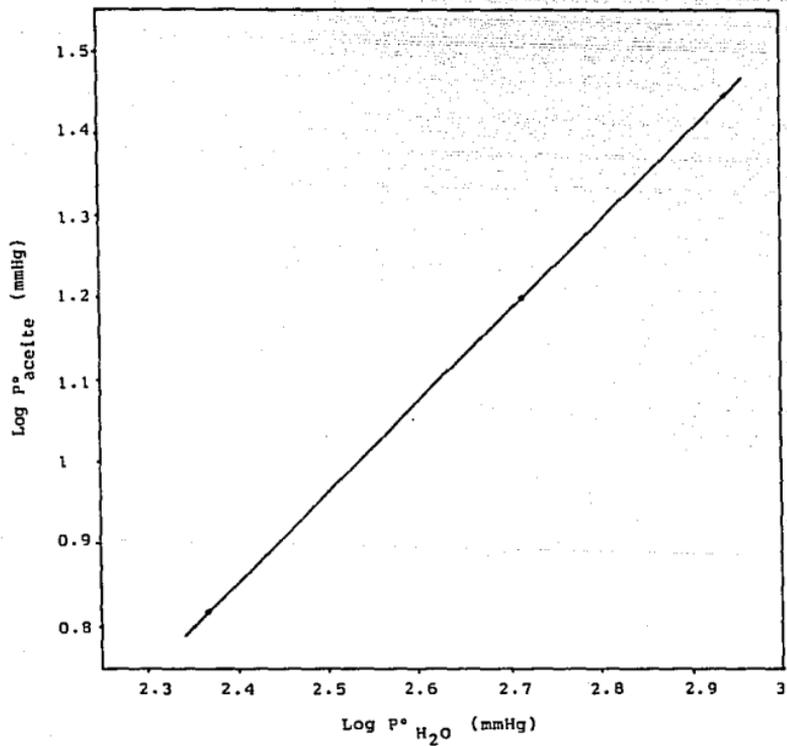
$$m = \frac{\Delta H \text{ vaporización del aceite}}{\Delta H \text{ vaporización del agua}} = 1.093$$

a 92 C $\Delta \bar{H}$ vaporización del agua = 40984.36 J/mol = 40.98 KJ/mol.

Despejando:

$$\begin{aligned} \Delta \bar{H} \text{ vaporización de; aceite} &= 40984.36 \text{ J/mol} \cdot 1.093 \\ &= 44796.85 \text{ J/mol} \\ &= 44.796 \text{ KJ/mol} \end{aligned}$$

Gráfica 3. Gráfica de Othmer



VI.2 CALCULOS DE LA PARTE PRACTICA

TEMPERATURA DE EBULLICION

Sistema: agua - aceite esencial de té limón.

El cálculo se hará empleando dos métodos:

I. Método Iterativo.

- Suponer una temperatura de ebullición (T_s)
- A la temperatura supuesta (T_s), obtener las presiones del vapor de agua (tablas), y de la esencia (gráfica de Cox).
- Substituir los valores en la ecuación:

$$P_{H_2O}^{\circ} + P_{ACEITE} = P_T = 586 \text{ mmHg}$$

- Si se cumple la igualdad entonces la temperatura (T_s) es la temperatura de ebullición teórica, en caso contrario repetir el proceso.

ITERACIONES

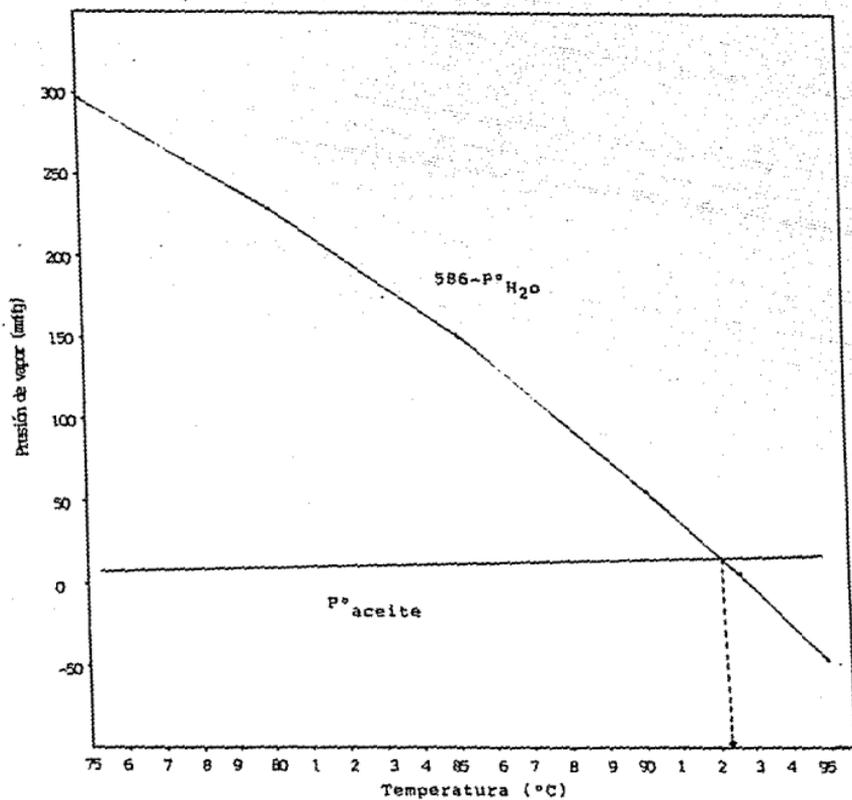
Corrida	T_s °C	$P_{H_2O}^{\circ}$	$P_{AC.}^{\circ}$	$P_{MEZ.}^{\circ}$		P_{ATM}
			mmHg			
1	75	289	9.7	298.7	≠	586
2	85	355	14	369	≠	586
3	90	526	16	542	≠	586
4	91	548.3	16.4	564	≠	586
5	92.1	568.7	16.8	585.5	≈	586

∴ temperatura de ebullición teórica 92.1 °C

II. Método Gráfico.

- a) Elaborar una gráfica de presión de vapor vs temperatura.
- b) Graficar la presión de vapor de la esencia a diferentes temperaturas.
- c) Graficar 586 mmHg - $P_{H_2O}^{\circ}$ a diferentes temperaturas.
- d) Localizar la intercepción de ambas curvas, y leer la temperatura de ebullición.

Gráfica 4. Temperatura de ebullición (método gráfico)



Eficiencia de la destilación (η)

La eficiencia es:

$$\eta = \frac{\text{Vapor de arrastre teórico}}{\text{Vapor de arrastre experimental}} \cdot 100$$

Tomando como base los datos de la octava corrida, se realizó el cálculo de la eficiencia de arrastre.

Datos experimentales

Temperatura de ebullición:	92 °C
Aceite destilado:	19 ml
Agua destilada:	5.45 L

Datos teóricos

Densidad del aceite (ρ):	0.8755 g/ml
Peso molecular del aceite (\overline{PM}):	149.82 g
Presión de vapor del aceite (a 92.4 °C)	16.8 mmHg
Presión de vapor del agua (a 92.4 °C)	570 mmHg
Presión atmosférica (P_r)	586 mmHg

$$\begin{aligned} \text{Moles de aceite} &= 19\text{ml} \cdot 0.8755\text{g/ml} \cdot 1\text{mol}/149.82\text{g} \\ &= 0.111 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Moles de agua} &= 5.45\text{ml} \cdot 1000\text{g/ml} \cdot 1\text{mol}/18\text{g} \\ &= 302.7 \text{ mol} \end{aligned}$$

El vapor de arrastre teórico lo obtenemos empleando la ecuación (16).

$$\hat{V}_{\text{arrastre}} = - \frac{P_r}{P_{\text{ACEITE}}^{\circ}} \left[\hat{L}_{A_2} - \hat{L}_{A_1} \right] + \left[\hat{L}_{A_2} - \hat{L}_{A_1} \right] \dots (16)$$

substituyendo valores

$$\hat{V}_{\text{arrastre}} = - \left[\frac{586 \text{ mmHg}}{16.8 \text{ mmHg}} \right] (0 - 0.111) \text{ mol} + (0 - 0.111) \text{ mol}$$

$$\hat{V}_{\text{arrastre}} = 3.76 \text{ mol}$$

\hat{L}_{A_2} se considera cero porque no podemos cuantificar la cantidad de aceite que entra al proceso y menos aún la cantidad remanente después de la destilación, sin embargo, como se mencionó en la técnica de operación, la destilación termina cuando ya no se observa en el destilado la presencia de aceite, es decir, suponemos que todo el aceite que entra al proceso se obtiene como producto.

El vapor de arrastre experimental es la cantidad de agua obtenida como destilado.

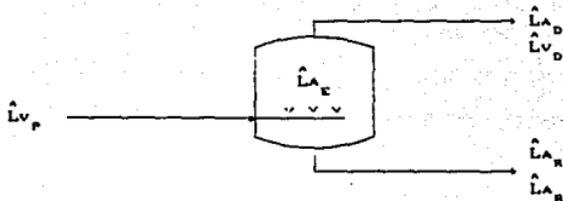
$$\text{arrastre} = 302.7 \text{ mol}$$

y substituyendo en la ecuación de la eficiencia

$$\eta = \frac{3.76 \text{ mol}}{302.7 \text{ mol}} \cdot 100 = 1.24\%$$

PERDIDA DE CALOR Q_r

Las pérdidas de calor son evaluadas a través del balance de materia y energía.



La siguiente ecuación corresponde al balance de materia y energía en n este sistema.

$$\hat{L}_V \hat{H}_V + \hat{L}_A \hat{H}_A = \hat{L}_V \hat{H}_V + \hat{L}_A \hat{H}_A + \hat{L}_R \hat{H}_R + \hat{L}_R \hat{H}_R + Q_P \dots ()$$

- Entalpia del vapor entrante al proceso +
- + Entalpia del aceite entrante al proceso =
- = Entalpia del vapor de arrastre +
- + Entalpia del aceite destilado +
- + Entalpia del vapor remanente +
- + Entalpia del aceite remanente +
- + Pérdidas de calor

donde : \hat{H}_V = Entalpia del vapor entrante a la presión absoluta P_{ABS}

\hat{H}_A = Entalpia del aceite entrante = $C_p^{ACEITE} (T_1 - T_0)$

\hat{H}_V = Entalpia del vapor de arrastre a la temperatura de ebullición.

\hat{H}_A = Entalpia del aceite destilado a la temperatura de ebullición = $C_p^{ACEITE} (T_e - T_1) + \lambda_{T_e}$

\hat{H}_R = Entalpia del agua que se condensa a la temperatura de ebullición $C_p^{AGUA} (T_e - T_0)$.

\hat{H}_R = Entalpia del aceite remanente a la temperatura de ebullición $C_p^{ACEITE} (T_e - T_0)$.

Q_P = Pérdidas de calor.

λ_{T_e} = Calor latente de vaporización del aceite a la temperatura de ebullición.

temperatura de ebullición.

To = Temperatura de referencia.

Ti = Temperatura ambiente.

Te = Temperatura de ebullición.

Ejemplo de cálculo: retomando los datos de la octava corrida .

Datos

Temperatura de ebullición: 92 °C
Aceite destilado (\hat{L}_D): 0.111 mol = \hat{L}_E
Agua destilada (\hat{L}_D): 302.7 mol
Agua drenada (\hat{L}_R): { 75 mol
Agua absorbida (\hat{L}_R): { 41.6 mol
Vapor entrante (\hat{L}_E): 419.3 mol
 \hat{C}_p del aceite: 474 J/mol°C
Presión de operación: 0.1 Kg/cm²
Temperatura ambiente(Ti) 20 °C
Temperatura de referencia 0 °C
Calor de vaporización (λ_{T_0}) 44796.85 J/mol

$$\hat{H}_{VP}: P_{ABS} = P_{ATM} + P_{MAN}$$

$$P_{ABS} = 0.797 + 0.1 = 0.897 \text{ Kg/cm}^2$$

$$0.897 \text{ Kg/cm}^2 * \frac{1 \text{ ATM}}{1.033 \text{ Kg/cm}^2} = \frac{101.3 \text{ Kpa}}{1 \text{ ATM}} = 87.91 \text{ Kpa}$$

de tablas $\hat{H}_{VP} = 48048 \text{ J/mol}$ a 87.91 Kpa (0.1Kg/cm²)

$\hat{H}_{VP} = 48123 \text{ J/mol}$ a 97.74 Kpa (0.2Kg/cm²)

$$\hat{H}_{AE}: 474 \text{ J/mol}^\circ\text{C} (20 - 0)^\circ\text{C} = 9480 \text{ J/mol}$$

$$H_{AE} = 9480 \text{ J/mol}$$

$$\hat{H}_{VD}: \text{de tablas a } 92^\circ\text{C}$$

$$H_{VD} = 47898.4 \text{ J/mol}$$

$$\hat{H}_{AD}: 474 \text{ J/mol}^\circ\text{C} (92 - 20)^\circ\text{C} + 44796.85 \text{ J/mol} = 79114.5 \text{ J/mol}$$

$$H_{AD} = 79114.5 \text{ J/mol}$$

$$\hat{H}_{VR}: 75.3 \text{ J/mol}^\circ\text{C} (92 - 0)^\circ\text{C} = 6962 \text{ J/mol}$$

$$H_{VR} = 6962 \text{ J/mol}$$

$$\hat{H}_{AR}: 474 \text{ J/mol}^\circ\text{C} (92 - 0)^\circ\text{C} = 43797.6 \text{ J/mol}$$

$$H_{AR} = 43797.6 \text{ J/mol}$$

substituyendo valores

$$\hat{L}_{VPHVP} = (419.3 \text{ mol})(48048 \text{ J/mol}) = 20153.4 \text{ KJ}$$

$$\hat{L}_{AEH_{AE}} = (0.111 \text{ mol})(9480 \text{ J/mol}) = 1 \text{ KJ}$$

$$\hat{L}_{VDH_{VD}} = (302.7 \text{ mol})(47898 \text{ J/mol}) = 14502.4 \text{ KJ}$$

$$\hat{L}_{ADH_{AD}} = (0.111 \text{ mol})(79114.5 \text{ J/mol}) = 8.8 \text{ KJ}$$

$$\hat{L}_{VRH_{VR}} = (116.6 \text{ mol})(6962 \text{ J/mol}) = 812.7 \text{ KJ}$$

$$\hat{L}_{ARH_{AR}} = (0 \text{ mol})(43797 \text{ J/mol}) = 0.0 \text{ KJ}$$

y estableciendo la igualdad

$$20153.4 \text{ KJ} + 1 \text{ KJ} = 14502.4 \text{ KJ} + 8.8 \text{ KJ} + 812.7 \text{ KJ} + Q_p$$

por lo tanto $Q_p = 4831 \text{ KJ}$

De esta manera fueron calculados los valores de cada término de la ecuación del balance de materia y energía para cada experimento, así como las pérdidas de calor correspondientes. En la siguiente página se muestra una tabla que contiene todos estos valores de cada uno de los experimentos realizados excepto las pérdidas de calor cuyos valores serán mostrados en los resultados.

TABLA 2

**VALORES DE CADA UNO DE LOS TERMINOS
DEL BALANCE DE MATERIA Y ENERGIA**

CORRI DA	\hat{L}_{UJ} mol	\hat{L}_{AE} mol	\hat{L}_{UD} mol	\hat{L}_{AT} mol	\hat{L}_{UR} mol	\hat{L}_{AR} mol	$\hat{L}_{UJH_{UJ}}$ KJ	$\hat{L}_{AHH_{AE}}$	$\hat{L}_{UJH_{UD}}$	$\hat{L}_{ADH_{AD}}$	$\hat{L}_{ADH_{AD}}$
1	593	4,7 E-2	400	4,7 E-2	193	0	23029	0,44	19159	3,7	1276,3
2	551	4,9 E-2	444,4	4,9 E-2	106,6	0	26521	0,44	21200	3,9	742,6
3	280,2	4 E-2	205,5	4 E-2	74,7	0	13466,7	0,38	9045,7	3,2	520,2
4	319,6	4,9 E-2	216,6	4,9 E-2	103	0	15362	0,47	10370	3,9	717,5
5	331	4 E-2	247,2	4 E-2	83,9	0	15934	0,39	11941	3,24	534
6	388	6,4 E-2	250	6,4 E-2	130	0	18645,3	0,6	11974,5	5	961,1
7	335,5	5,5 E-2	251	5,5 E-2	84,5	0	16100,0	0,53	12054	4,4	500,6
8	419,3	11,1 E-2	302,7	11,1 E-2	116,6	0	20153,4	1	145024	9,0	812,2
9	476	9,0 E-2	394,4	9,0 E-2	31,6	0	22311	0,33	18893	7,0	568,6
10	417	13,4 E-2	244,4	13,4 E-2	172,7	0	20046,7	1,27	11700,4	10,6	1202
11	494,0	10 E-2	377,8	10 E-2	117	0	23007,5	1	10094,0	0,5	014,2

CAPITULO VII

RESULTADOS

Los resultados obtenidos por medio de los datos experimentales durante la parte práctica se presenta en la tabla 3.

Para la identificación del aceite esencial se solicitó por medio de un memorándum la colaboración del Departamento de Control Analítico (ubicado en el edificio B de la Facultad).

Se entregaron tres muestras de aceite para su análisis. Los resultados se muestran después de la tabla 3, y en ellos observar la cantidad de Citral que se determinó contenían las muestras, además se anexan los espectrogramas los cuales comparados con el espectrograma patrón del aceite de té limón podemos confirmar que se trata efectivamente de la esencia de té limón.

TABLA 3**RESULTADOS**

CORRIDA	TK LIMON INICIAL [Kg]	ACEITE DESTILADO L_{AB} [mol]	TIEMPO [min]	PRESION DE OPERACION [Kpa]	TEMPERATURA DE DESTILACION [°C]	VAPOR DE PROCESO $[L_{0,7}]$ mol	EFICIENCIA %	PERDIDAS DE CALOR Q_p [KJ]
1	5	0.047	75	97.91	92	583	0.4	7589
2	5	0.049	35	97.74	92	551	0.38	4487
3	2.5	0.04	35	97.91	92	288.2	0.67	3098
4	2.5	0.049	48	97.91	92	319.6	0.77	4263
5	2.5	0.04	28	97.74	92	331	0.56	3586
6	3	0.064	58	97.91	92	388	0.97	5785
7	3	0.055	28	97.74	92	335.5	0.74	3533
8	4	0.111	55	97.91	92	419.3	1.24	4831
9	4	0.098	38	97.74	92	476	0.84	3443
10	5	0.134	60	97.91	92	417	1.86	7126
11	5	0.1	38	97.74	92	494.8	0.97	4891



FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM
DEPARTAMENTO DE CONTROL ANALÍTICO

Licencia Sanitaria N° 0000249-F

MUESTRA <u>Aceite esencial de Te limón</u> <u>(Muestra Hoja y tallo)</u>	LOTE <u>5/A</u>
PROCEDENCIA <u>Departamento de Farmacia</u> <u>Facultad de Química</u>	ENVIADO POR <u>P.F.B. Rafael Zúñiga</u>
FECHA DE RECEPCIÓN <u>11-abril-91</u>	ANÁLISIS N° <u>HP-70-D-91</u>
	FECHA INFORME <u>30-mayo-91</u>

DETERMINACIÓN Y MÉTODO	RESULTADOS	LÍMITES
<u>Determinaciones Solicitadas</u>		
<u>1.- Identificación de Citral</u>		
<u>1.1. Espectroscopía I.R.</u>	<u>Se anexa espectrograma</u>	
<u>2.- Valoración de Citral</u>		
<u>Cantidad encontrada:</u>	<u>10.8%</u>	<u>Mínimo 96.0%</u>

OBSERVACIONES a) Se recibió en el Depto de Control Analítico una muestra de compuesto
doméstico, 15 ml, contenida en 2 frascos de vidrio. Presentaba 2 fases (acuosa y oleosa)
las se separaron y el análisis se efectuó con la fase oleosa.
b) Como bibliografía se utilizó: Food Chemical Codex 3ª Ed. (1981) págs 364, 365, 422
500 y 597. Del anexo copia del espectrograma de I.R del aceite esencial de Te limón
que aparece en el F.C.C.
Asno QFB IM Lusa García Pardo
ANALISTA G. Haya.

SPECTRASET MODE
Pye Unicam SP3-100

SIGNAL FROM
FIELD IN SOURCE
AUTO SMOOTH

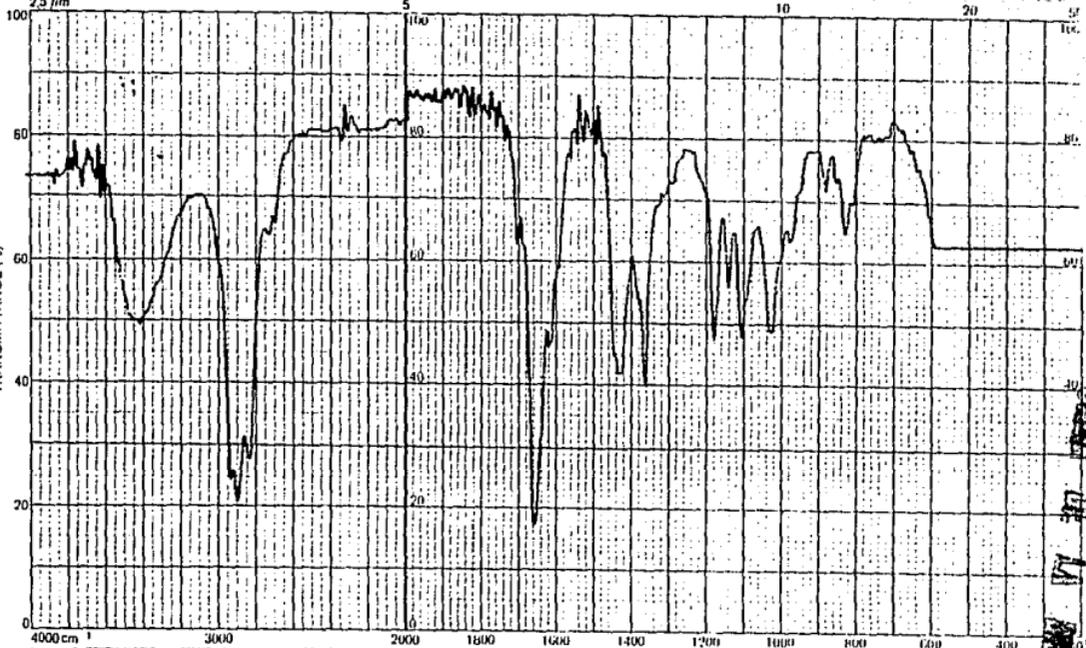
SCAN TIME / MINS
10 SPORSE

RESOLUTION

EXPANSION

ANS

TOP
BOTTOM



67

SAMPLE Acetic Acid
Destilación III

TECHNIQUE Dispersion on NaCl
CONTACT

PATENTING
CONCENTRATION
DATE

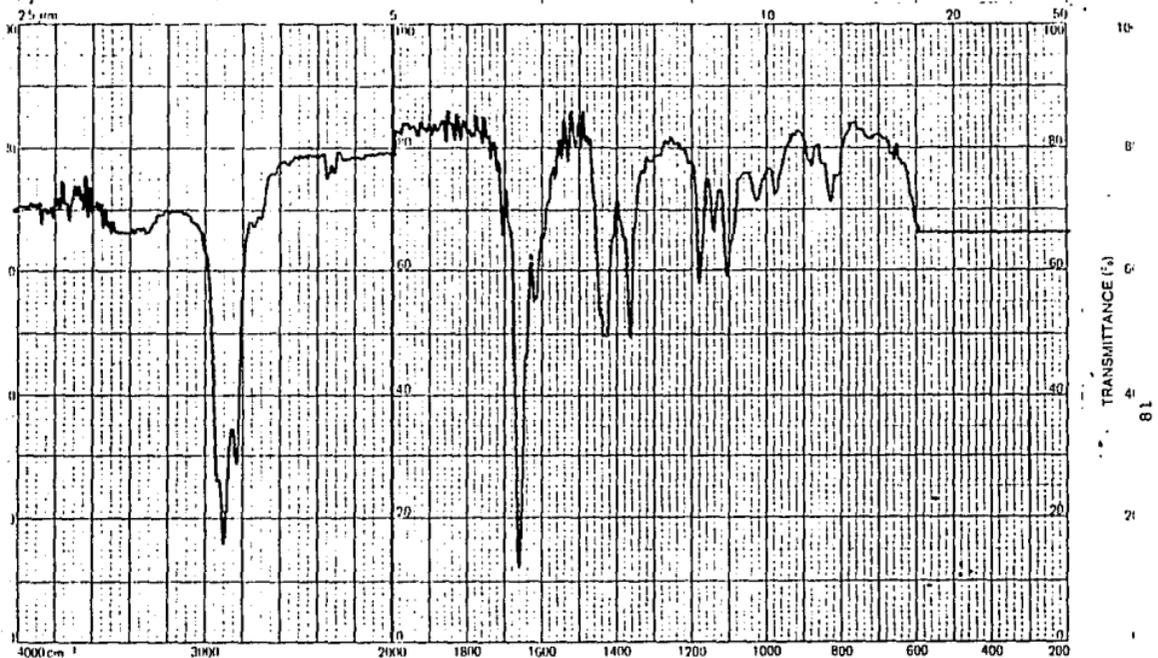
OPERATOR G. Hays
DATE 30-4-91
FILE NO. 4041

PERFORMED BY
CALIBRATION ENGINEER

ESTD 1954
SANDHURST
HANTS
RG7 2AA
UK
TEL 01235 838911

Pye Unicam SP3 100

MODEL SP3 100
INFRARED SPECTROSCOPY
DISPERSION
EXPERIMENTAL
AIRS
SYSTEM



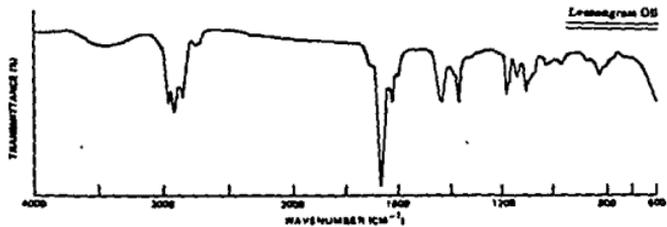
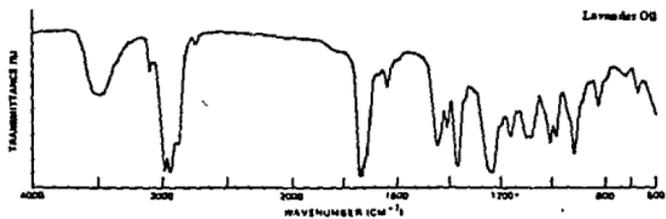
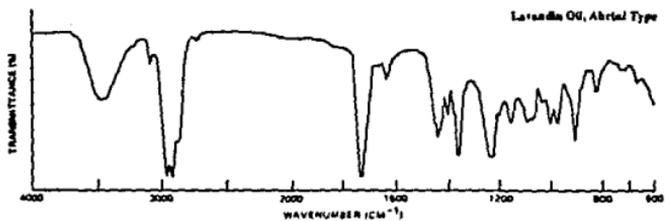
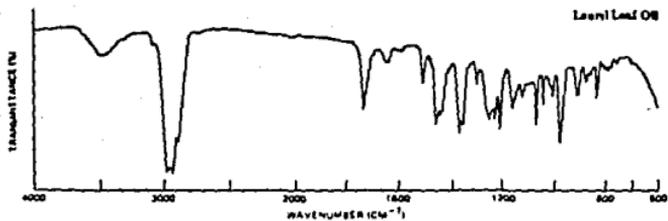
SAMPLE *Acete. T.C. 2. Lamin*
Destilación I

TECHNIQUE
Dispersión en Nujol
HAS CORRECT

PATHLENGTH
CONCENTRATION
DATA HANDLING

OPERATOR *G. Haya*
DATE *30-V-91*
REF. NO. *4/91*

PYE UNICAM LTD.
CAMBRIDGE ENGLAND
PART NO. 4013 164 17488



Después de una serie de correcciones realizadas a un primer borrador se propuso un manual de la práctica "Destilación por arrastre con vapor". Una evaluación objetiva sobre el contenido del manual de la práctica es la aplicación del mismo a un grupo de estudiantes que formen parte de aquellos a quienes va dirigida. Tomando en cuenta lo anterior se procedió a impartir la clase de teoría y a dirigir durante la práctica a dos grupos de estudiantes (uno de Operaciones Unitarias Alimentarias y otro de Operaciones Unitarias Farmacéuticas), a quienes se les informó de que la calificación que obtuviesen en el reporte de la práctica les sería tomado en cuenta para su calificación final. de esta forma el interés en la destilación por parte del estudiante sería el mismo que el desarrollado en otros temas que integran su curso de operaciones unitarias. Iniciamos con el grupo de Operaciones Unitarias Alimentarias (Un día antes de la práctica se les dio la teoría). Los resultados que se obtuvieron fueron los siguientes.

En la solución del cuestionario se estableció la siguiente escala:

9 - 10	Muy Bien
8 - 8.9	Bien
6 - 7.9	Regular

se encontró que el 10% de los estudiantes contestó muy bien, el 50% respondió bien, y el 40% restante lo hizo de forma regular.

Después de una serie de correcciones realizadas a un primer borrador se propuso un manual de la práctica "Destilación por arrastre con vapor". Una evaluación objetiva sobre el contenido del manual de la práctica es la aplicación del mismo a un grupo de estudiantes que formen parte de aquellos a quienes va dirigida. Tomando en cuenta lo anterior se procedió a impartir la clase de teoría y a dirigir durante la práctica a dos grupos de estudiantes (uno de Operaciones Unitarias Alimentarias y otro de Operaciones Unitarias Farmacéuticas), a quienes se les informó de que la calificación que obtuviesen en el reporte de la práctica les sería tomado en cuenta para su calificación final, de esta forma el interés en la destilación por parte del estudiante sería el mismo que el desarrollado en otros temas que integran su curso de operaciones unitarias. Iniciamos con el grupo de Operaciones Unitarias Alimentarias (Un día antes de la práctica se les dio la teoría). Los resultados que se obtuvieron fueron los siguientes.

En la solución del cuestionario se estableció la siguiente escala:

9 - 10	Muy Bien
8 - 8.9	Bien
6 - 7.9	Regular

se encontró que el 10% de los estudiantes contestó muy bien, el 50% respondió bien, y el 40% restante lo hizo de forma regular.

Con respecto al reporte de la práctica el 13% contestó muy bien, 65% bien, 17% regular, y 5% mal.

Ante los resultados obtenidos se preguntó a los alumnos: ¿Cuales eran los problemas que habian tenido para resolver el cuestionario y posteriormente para realizar los cálculos que se pide contenga el reporte de la práctica?. Las respuestas fueron diversas pero en general coinciden en señalar que la explicación del tema en la clase de teoría debería ser más amplia y detallada, poniendo énfasis en el fundamento y otros puntos importantes. Con respecto al instructivo expresaron que su contenido es claro sobre el proceso de destilación, pero, se debería modificar la hoja de datos experimentales porque no es suficientemente clara y ampliar la gráfica de Cox que contiene el manual debido a que la escala en la parte que realmente nos interesa es pequeña, finalmente se estableció que los cálculos que se piden hacer no son difíciles pero implican buscar datos que son poco empleados por ellos, por ejemplo, obtener la entalpia del vapor a diferentes presiones.

En la siguiente ocasión se trabajó con alumnos de Operaciones Unitarias Farmacéuticas, poniéndose cuidado en dar solución a los problemas que se detectaron en el grupo anterior, los resultados fueron:

Cuestionario de la practica

Porcentaje	Contestaron
30%	Muy Bien
54%	Bien
16%	Regular

Reporte de la práctica

Porcentaje	Realización de cálculos
58%	Muy Bien
42%	Bien

Comparando a los dos grupos con base en sus calificaciones como medida de sus conocimientos sobre la destilación por arrastre con vapor, observamos que los alumnos de Operaciones Unitarias Farmacéuticas obtuvieron mejores resultados, es decir, recibieron los conocimientos de una mejor forma a través de la clase de teoría, complementándose con el instructivo y la posterior realización de la práctica.

Con los experiencias practicas citadas como antecedente, a continuación se presenta el instructivo que se propone para la realización de la práctica de destilación por arrastre con vapor en el área de Operaciones Unitarias Farmaceuticas.

PRACTICA

PRACTICA

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

OBJETIVOS:

El alumno observará el proceso de la destilación por arrastre con vapor, operará el equipo de destilación y obtendrá los datos experimentales que se requieren.

El alumno calculará experimentalmente la eficiencia y las pérdidas de calor de la destilación.

FUNDAMENTO:

La destilación que se realizará tiene el propósito de purificar el aceite esencial de té limón de sus impurezas sólidas, que se considera, son las hojas. Dicha separación por medio de la destilación tiene como fundamento la transferencia de masa, que se da, desde el seno de aceite contenido en las celdas odoríferas de las hojas a los vapores de agua que sirven como medio de arrastre, la fuerza impulsora que origina la transferencia es una diferencia o gradiente de concentración.

La temperatura de ebullición de los sistemas inmiscibles es menor que la de cualquiera de los componentes puros que la integran, esta característica es aprovechada en la industria

para la purificación de líquidos orgánicos y en la separación de una mezcla cuando estos están expuestos al peligro de sufrir alteraciones si se trabaja a temperaturas elevadas, o bien cuando la temperatura que se debe alcanzar no se puede obtener calentando con vapor y la utilización de fuego directo no es recomendable.

EL PROCESO DE LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

El proceso comienza con la introducción de la carga dentro del calderín, después se cierra herméticamente y se le inyecta vapor por la parte de abajo. La función del vapor de arrastre es pasar por entre las hojas y enriquecerse con el aceite contenido en ellas, los vapores enriquecidos que abandonan el calderín son conducidos al condensador, para posteriormente obtener la fase líquida inmiscible correspondiente, faltando solamente la separación del producto.

CONDICIONES DE OPERACIÓN

El arrastre durante la destilación puede realizarse bajo distintas condiciones de operación.

En el primer caso durante la destilación una fracción del vapor de entrada va cediendo su calor latente propiciando así su condensación para ir formando una capa inmiscible con el material a destilar.

Este calor proveniente de la condensación cubre todas las necesidades de energía requerida para calentar la carga contenida en el calderín hasta la ebullición tomando en cuenta las pérdidas de calor, finalmente los vapores no condensados sirven como medio de arrastre del componente volátil en su camino hacia el condensador.

La segunda opción consiste en proporcionar el calor necesario al equipo para evitar la condensación de vapor y que se forme la fase líquida dentro del calderín, de esta manera todo el vapor de entrada arrastra los componentes volátiles. Generalmente el calor se suministra con un serpentín o una chaqueta.

TRATAMIENTO MATEMATICO

Este método de destilación es aplicado a mezclas inmiscibles con el agua, si establecemos que dicha mezcla esta formada por un componente volátil A, y uno no volátil B, entonces la presión del sistema será la suma de las presiones parciales del vapor y del componente volátil.

$$P_T = \hat{P}_A + \hat{P}_V \quad \dots (1)$$

bajo la suposición de que A y B forman una mezcla ideal aplicamos la Ley de Raoul: $\hat{P}_A = P_A^\circ X_A$ y sustituimos en (1).

$$P_T = P_A^\circ X_A + P_V^\circ \quad \dots (2)$$

donde:

\hat{P}_A = presión parcial del componente A.

\hat{P}_V = presión parcial del vapor.

P_A° = presión de vapor del componente A.

P_V° = presión de vapor del agua.

considerando que la presión parcial de A es inferior a la teórica, debido a la resistencia a la transferencia de masa y de calor se introduce una eficiencia E, definida como:

$$E = \frac{\hat{P}_A}{X_A P_A^\circ} \quad \dots (3)$$

introduciendo el término de la eficiencia en la ecuación (2) tenemos:

$$P_T = E X_A P_A^\circ + P_V^\circ \quad \dots (4)$$

El valor de E depende del sistema, de la velocidad de destilación, del equipo, etc, y se encuentra entre 0.6 y 0.95.

La destilación por arrastre con vapor se efectúa por lotes y el proceso es representado por la siguiente ecuación.

$$\frac{\hat{d}v}{\hat{d}\theta} = \frac{\hat{v}}{L_A} = \frac{\hat{P}_v}{P_A} \quad \dots (5)$$

Para una mezcla

$$-\frac{\hat{d}\hat{v}}{\hat{d}L_A} = \frac{P_T - \hat{P}_A}{\hat{P}_A} = \frac{P_T}{EP_A^0} = \frac{\hat{L}_A}{\hat{L}_A + \hat{L}_B} - 1 \quad \dots (6)$$

separando variables y simplificando

$$\hat{d}\hat{v} = \left[-\frac{P_T}{EP_A^0} + 1 \right] \hat{d}L_A - \left[\frac{P_T \hat{L}_B}{EP_A^0 \hat{L}_A} \right] \hat{d}L_A \quad \dots (7)$$

integrando entre las condiciones iniciales y finales

$$\hat{v} = \left[\frac{P_T}{EP_A^0} - 1 \right] \left[\hat{L}_{A_1} - \hat{L}_{A_2} \right] - \frac{P_T \hat{L}_B}{EP_A^0} \ln \frac{\hat{L}_{A_1}}{\hat{L}_{A_2}} \quad \dots (8)$$

La expresión anterior nos da la cantidad de vapor necesario para arrastrar la cantidad de componente volátil $\left[\hat{L}_{A_1} - \hat{L}_{A_2} \right]$.

Como se mencionó antes, la práctica consiste en la separación de las impurezas sólidas que contiene la esencia de té limón, el desarrollo matemático para este caso se presenta a continuación.

Considerando que las impurezas sólidas no contribuyen a la presión total retomamos la ecuación (1), donde ahora P_A representa al aceite esencial.

$$P_T = \hat{P}_A + \hat{P}_V \quad \dots (1)$$

la fracción mol del aceite se considera 1 ($X_A = 1$), entonces:

$$\hat{P}_A = P_A^o \quad \dots (9)$$

substituyendo en (1) tendremos:

$$P_T = P_A^o + P_V^o \quad \dots (10)$$

las ecuaciones que representan el proceso son:

$$\frac{d\hat{v}}{d\theta} = \frac{\hat{v}}{\hat{L}_A} = \frac{\hat{P}_V}{\hat{P}_A} \quad \dots (11)$$

$$- \frac{d\hat{v}}{dL_A} = \frac{P_T}{P_A^o} - 1$$

$$\hat{d}v = - \frac{P_T}{P_A^o} dL_A + dL_A \quad \dots (12)$$

$$\int d\hat{v} = - \frac{P_r}{P_A^0} \int d\hat{L}_A + \int d\hat{L}_A$$

$$\hat{v} = - \frac{P_r}{P^0} \left[\hat{L}_{A_2} - \hat{L}_{A_1} \right] + \left[\hat{L}_{A_2} - \hat{L}_{A_1} \right] \quad \dots (13)$$

donde: \hat{v} es el flujo molar del vapor de agua
 \hat{L}_A es el flujo molar del aceite esencial.

La ecuación (13) nos proporciona la cantidad de vapor de arrastre en función de la carga líquida a purificar. La eficiencia de la destilación se calcula mediante la siguiente ecuación.

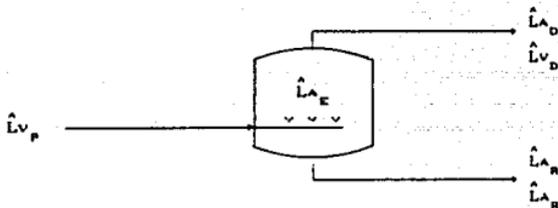
$$\eta = \frac{\text{Vapor de arrastre teórico}}{\text{Vapor de arrastre experimental}} \cdot 100 \quad \dots (14)$$

Una forma alternativa de conocer la cantidad de vapor requerido para efectuar el proceso de arrastre, consiste en relacionar los pesos y las presiones de vapor de las dos sustancias presentes en el vapor con sus pesos moleculares y presiones de vapor de la siguiente manera:

$$\frac{W_A}{W_V} = \frac{P_A^0 M_A}{P_V^0 M_V} \quad \dots (15)$$

en donde W y M se refieren al peso y al peso molecular del componente volátil y del vapor.

BALANCE DE MATERIA Y ENERGIA



La ecuación del balance de materia y energía es:

$$\hat{L}_V \hat{H}_{VP} + \hat{L}_A \hat{H}_{AE} = \hat{L}_V \hat{H}_{VD} + \hat{L}_A \hat{H}_{AD} + \hat{L}_V \hat{H}_{VR} + \hat{L}_A \hat{H}_{AR} + Q_P \dots (16)$$

es decir:

Entalpia del vapor entrante al proceso +
 + Entalpia del aceite entrante al proceso =
 = Entalpia del vapor de arrastre +
 + Entalpia del aceite destilado +
 + Entalpia del vapor remanente +
 + Entalpia del aceite remanente +
 + Pérdidas de calor

donde :

\hat{H}_{VP} = Entalpia del vapor entrante a la presión
 absoluta P_{Abs}

\hat{H}_{AR} = Entalpia del aceite entrante = $C_p_{ACEITE} (T_1 - T_0)$

\hat{H}_{VD} = Entalpia del vapor de arrastre a la
 temperatura de ebullición.

\hat{H}_{AD} = Entalpía del aceite destilado a la temperatura de ebullición = $C_{P_{ACEITE}}(T_e - T_i) + \lambda_{Te}$

\hat{H}_{VA} = Entalpía del agua que se condensa a la temperatura de ebullición $C_{P_{AGUA}}(T_e - T_o)$.

\hat{H}_{RA} = Entalpía del aceite remanente a la temperatura de ebullición $C_{P_{ACEITE}}(T_e - T_o)$.

Q_p = Pérdidas de calor.

λ_{Te} = Calor latente de vaporización del aceite a la temperatura de ebullición.

T_o = Temperatura de referencia (0°C).

T_i = Temperatura ambiente (20°C).

T_e = Temperatura de ebullición.

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

El equipo utilizado para esta destilación es de cobre, marca Brighthon Copper World y consta de:

PARTES PRINCIPALES

- | | | |
|---|-------------|---------|
| 1 | Calderín | (EA671) |
| 2 | Condensador | (EA671) |
| 3 | Destilador | |

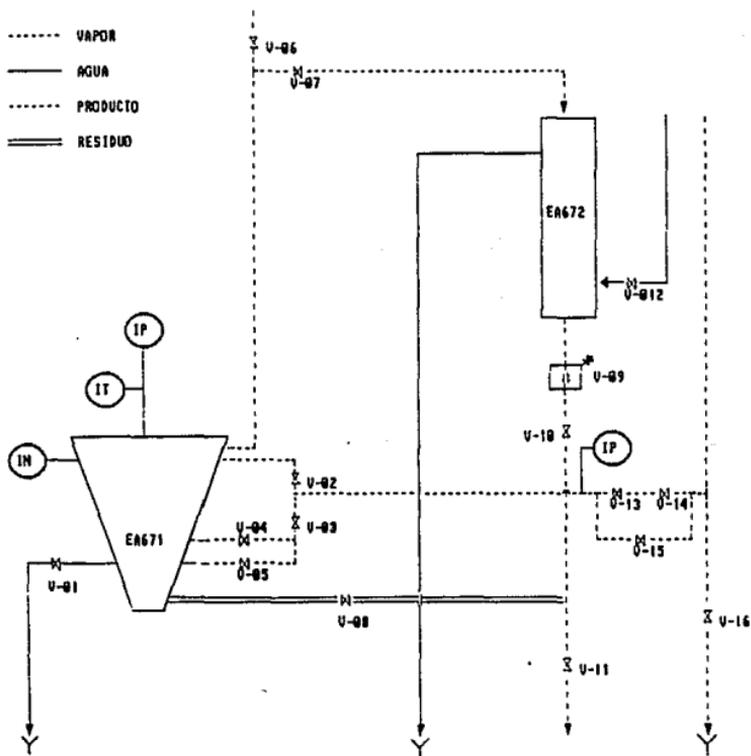
LÍNEAS DE SERVICIO

- | | |
|---|----------------------|
| 1 | Línea de vapor |
| 2 | Línea de destilación |
| 3 | Línea de agua |

INSTRUMENTACION

- | | | |
|---|------------------------|------|
| 1 | Manómetro | (IP) |
| 2 | Termómetros | (IT) |
| 3 | Medidor de nivel | (IN) |
| 4 | Mirilla de destilados. | (M) |

DIAGRAMA DE FLUJO DE LA DESTILACION POR ARRASTRE



TÉCNICA DE OPERACIÓN

- 1.- El té limón previamente lavado debe cortarse (de modo que su altura sea aproximadamente 20 cm), para ser introducido en las canastillas, cuidando que quede en posición vertical y distribuido uniformemente en cada una.
- 2.- Se introducen las tres canastillas en el calderín y se cierra herméticamente.
- 3.- Alinear la entrada de vapor al calderín así como su salida hasta donde recibirá el destilado, alinear también al agua de enfriamiento.
- 4.- Purgar de condensados la línea de vapor.
- 5.- Alimentar agua de enfriamiento al condensador.
- 6.- Alimentar vapor al calderín, ajustando la presión de entrada a 0.1 Kg/cm² (mantener este valor durante toda la operación). En la segunda destilación la presión de entrada será el doble.
- 7.- El destilado es recibido en un recipiente provisto de cuello.
- 8.- Cuando por la mirilla ya no se observen gotitas de aceite en el destilado la operación habrá terminado, proceder a cerrar la alimentación de vapor y de agua de enfriamiento.
- 9.- Medir el volumen de aceite esencial y de agua que componen el destilado.
- 10.- Drenar el calderín midiendo la cantidad de agua.
- 11.- Sacar las canastillas del equipo y pesar el té limón.

CONTENIDO DEL INFORME DE LA PRACTICA

El informe de la práctica deberá contener lo siguiente:

- A) Hoja con los datos experimentales obtenidos.
- B) Cálculos efectuados para obtener:
 - 1) Temperatura de ebullición teórica.
 - 2) Eficiencia del arrastre.
 - 3) Pérdidas de calor.
- C) Presentación de los resultados.
- D) Análisis de los datos experimentales y de los resultados.
- E) Conclusiones.
- F) Sugerencias.
- G) Bibliografía.

CUESTIONARIO

- 1.- ¿Cuál es el fundamento científico de la destilación?.
- 2.- ¿Que es la presión de vapor v de que depende?.
- 3.- ¿En una mezcla inmiscible la presión parcial de los componentes depende de su fracción mol? ¿porqué?.
- 4.- ¿Como se relaciona la presión parcial y la presión de vapor de un componente en una mezcla ideal?.
- 5.- ¿Por qué razón la temperatura de destilación es inferior a la de ebullición de la sustancia utilizada como medio de arrastre?.
- 6.- Cuáles son las funciones del vapor durante la destilación?.
- 7.- ¿Cuáles son las dos principales variables que se manejan en la destilación por arrastre con vapor?.
- 8.- En la destilación con vacío también se reduce la temperatura de ebullición de un líquido, ¿porqué?.
- 9.- Mencione algunas ventajas que presenta la destilación por arrastre con vapor con respecto a la destilación con vacío.
- 10.- ¿Existen algunos sustitutos del vapor de agua para realizar la destilación por arrastre con vapor?.
- 11.- ¿Cuáles son las principales razones por las que se utiliza la destilación por arrastre con vapor?.
- 12.- Mencione algunas aplicaciones de los aceites esenciales en la industria farmacéutica.

- 13.- Explique como calcularia teóricamente la temperatura de ebullición de una mezcla formada por componentes inmiscibles.
- 14.- Describa la técnica de operación.

BIBLIOGRAFÍA

Ocon y Tojo.

Problemas de Ingeniería Química I

Ed. Aguilar. 1968.

Helman José

Farmacotécnica Teórica y Práctica

Ed. CECSA.. 1980. Tomo III.

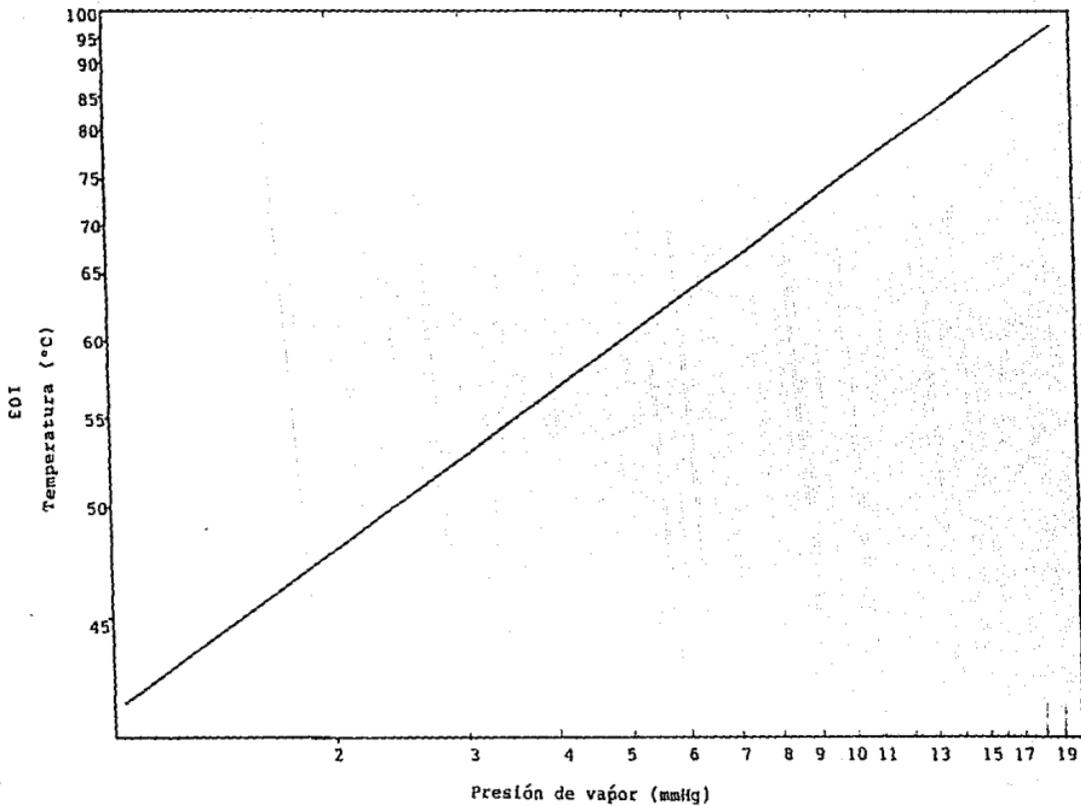
David M. Himmelblau.

Principios y Cálculos Básicos de la Ingeniería Química.

Ed. Compañía Editorial Continental, 1978.

GRAFICA DE COX PARA EL ACEITE ESENCIAL DE TE LIMON

Datos sobre el aceite esencial: $PM = 144 \text{ g}$. $C_p = 474 \text{ J/mol}^\circ\text{C}$. $\lambda = 44797 \text{ J/mol}$. $\rho = 0.89 \text{ g/ml}$.



CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Para la extracción del aceite esencial se debe emplear solamente las hojas, ya que el tallo se encuentra en cantidades muy pequeñas, es lenta su extracción y contribuye al aceite con sustancias que le dan un sabor y un aroma no deseados.

Los experimentos realizados utilizando las canastillas muestran un mayor rendimiento de aceite debido a que la colocación de las hojas en posición vertical dentro de las canastillas permite la libre circulación en forma ascendente del vapor, reduciendo de esta forma la condensación dentro del equipo y al mismo tiempo aprovecha toda el área de transferencia disponible en las dos caras de la hoja para lograr un mejor arrastre, sumando a esto la capacidad del equipo, es aprovechado al máximo.

El bajo rendimiento del aceite registrado en la destilación cargando el equipo al azar es producto de que las hojas quedan encimadas unas con otras desperdiciando así la superficie de transferencia de masa, lo que trae como consecuencia que quede aceite sin extraer, también este acomodo de las hojas repercute en la disminución de la capacidad del equipo debido a los huecos que se forman entre las hojas.

La presión de operación durante la destilación influye en:

- a) El tiempo de proceso.
- b) La cantidad de vapor de proceso.
- c) El volumen de esencia extraída.
- d) La pérdida de calor.

La destilación se debe realizar con una presión de operación "óptima". es decir, con un flujo que permita que el vapor tenga suficiente tiempo de contacto para que pueda arrastrar la mayor cantidad posible de esencia, pero que este tiempo no sea muy prolongado para evitar lo más posible la condensación de vapor y de producto, y reducir la pérdida de calor.

Elevar el valor de la presión de operación o incrementar la cantidad de vapor inyectado al calderín por unidad de tiempo, nos conduce a disminuir el tiempo necesario para realizar la destilación debido a la cantidad de vapor de arrastre también aumenta. Una rápida circulación del vapor al principio de la práctica arrastrará una buena cantidad de aceite esencial, pero a medida que avanza el proceso el aceite contenido en las hojas disminuye y el tiempo necesario para que el vapor pueda llegar hasta donde se encuentra el poco aceite que aún está presente y poder así arrastrarlo no es suficiente, esta situación origina que el agotamiento no sea lo mejor posible, por lo tanto, el volumen de esencia extraída será menor.

Lavar las hojas cortarlas del tamaño adecuado e insertarlas de forma correcta en las canastillas requiere tiempo, el cual es mejor aprovechado en la práctica dando una más amplia explicación sobre el tema o aclarando dudas.

SUGERENCIAS

SUGERENCIAS

Instalar en el fondo del calderin un plato distribuidor para lograr que el vapor de entrada ascienda con mayor uniformidad y aumente de esta manera el contacto con las hojas.

Aislar el calderin y la línea de vapor para reducir la condensación dentro del equipo y la pérdida de calor.

Realizar la práctica con grupos no mayores de diez alumnos debido a que la interacción profesor-alumno durante la práctica y la explicación de la misma en estos grupos es aceptable y da mejores resultados en el aprendizaje, que cuando se tiene un grupo mayor de estudiantes en donde desafortunadamente la comunicación con algunos de ellos es deficiente, quedando huecos en los conocimientos adquiridos.

Siempre que se vaya a utilizar el equipo revisar que este limpio y al termino de la práctica dejarlo limpio para evitar contaminar nuestro producto o en su defecto el de los demás.

Designar con anterioridad a la práctica grupos de personas que se encarguen de adquirir el telimon, dejarlo listo para llevar a cabo la destilación y de solicitar en el laboratorio el material que sea necesario durante la práctica.

Después de terminada la práctica la muestra de esencia obtenida (sin humedad alguna) debe ser almacenado en un frasco de color ámbar, para evitar que sufra cambios fisicoquímicos debidos a la humedad y a la luz.

Para la determinación del contenido de citral se recomienda el método de la hidroxilamina (referencia 11, pág. 412), el cual puede ser realizado previa solicitud en el Departamento de Control Analítico (Edificio B de la Facultad).

Finalmente se sugiere utilizar el aceite esencial en la elaboración de gomitas, gelatinas o una bebida carbonatada (referencia 1, pág. 65), y de esta forma poner en práctica algunas de las aplicaciones de un producto obtenido a través de uno de los procedimientos que forma parte de las Operaciones Unitarias, la Destilación.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Badui Dergal.
Químicos de los Alimentos
Primera edición 1981
Ed. ALHAMBRA
pags. 308-310
- 2.- Godínez Ruiz Laura S.
Tesis: Desarrollo tecnológico para la Obtención de aceite
esencial a partir de té limón
México D.F. 1988, UNAM? Facultad de Química
- 3.- Guenther Ernest.
The essential oils
Ed. D. Van Nostrand Company INC.
vol, IV , pags. 21-65
- 4.- Helman José.
Farmacotecnia teórica y práctica
Tercera reimpresión, 1982
Ed. CECSA
vol. III, pags. 719
- 5.- L. McCabe Warren.
Operaciones básicas en la ingeniería química
Ed. Reverte.
vol. II, cap. 19

- 6.- M. Himmelblau David.
Principios y cálculos básicos en la Ingeniería Química
Segunda reimpresión, febrero, 1988
Ed. Continental
pags. 216-226 y 311-317

- 7.- Ocon & Tojo
Problemas de Ingeniería Química
Tercera edición
Ed. Aguilar
vol.II, cap. V

- 8.- H. Perry Robert.
Perry's Chemical engineers handbook
Sixth edition

- 9.- Sawistowski H. & Smith W.
Métodos de cálculo en los procesos de transferencia de materia
Ed. ALHAMBRA
pags. 174-186

- 10.- Valiente Barderas Antonio.
Problemas de balances de materia
Primera reimpresión, 1986
Ed. ALHAMBRA
Cap. VII

- 11.- Food Chemical Codex
Tercera edición, 1981
págs. 364,365,422,500,597.