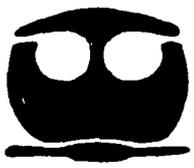




UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

DISEÑO DE UNA PRÁCTICA PARA LA OBTENCIÓN DE ACEITES ESENCIALES A PARTIR DE LA DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO
PRESENTA:
RICARDO ORNELAS ARELLANO



MEXICO, D.F.

EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUÍMICA

2002

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 esta 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.

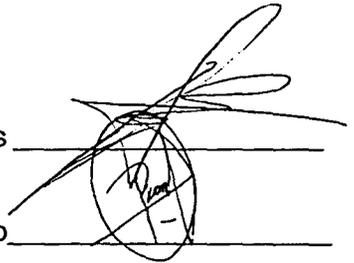
JURADO ASIGNADO:

Presidente	Prof. ANTONIO VALIENTE BARDERAS
Vocal	Prof. JESÚS TORRES MERINO
Secretario	Prof. ROBERTO GALICIA GARCIA
1er Suplente	Prof. YOLANDA LOZADA GOMEZ
2do Suplente	Prof. ANA ISABEL CARRANCO PÉREZ

Sitio donde se desarrollo el tema: Laboratorio de Ingeniería de la Facultad de Química U.N.A.M.

ASESOR Prof. ANTONIO VALIENTE BARDERAS _____

SUSTENTANTE RICARDO ORNELAS ARELLANO _____

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Ricardo Ornelas Arellano', is written over a horizontal line. The signature is highly stylized and overlaps with another horizontal line above it.

GRACIAS

A Dios en primer lugar, por darme la oportunidad de vivir esta etapa en mi trayectoria como estudiante.

A mi madre, la señora Concepción Arellano, gracias mamá, y recibe toda mi admiración y cariño, sin tu apoyo esto no hubiera sido posible. A mi Padre, el psicólogo Julio Ornelas Donato, Gracias Papá, tengan presente ambos que aunque no sea muy expresivo, les quiero mucho y valoro su apoyo incondicional.

Quiero agradecer también a mis hermanos, Erika y Julio (disculpen los malos ratos que les he hecho pasar con mi carácter). Agradezco también al Doctor Antonio Valiente, Por la paciencia, atinada dirección y asesoría del presente trabajo. Al ingeniero José Antonio Ortiz, por sus consejos brindados a lo largo de mi estancia en esta facultad. Al ingeniero Arturo López Torres, Ingeniero, Dios sabe por que lo ubicó entre mis profesores, en esos momentos tan especiales en mi vida, y le doy gracias por ello.

A mis mejores amigos; Raúl Ávila Gómez, Víctor Alfonso García Vargas y Alejandro Bustamante García. Ojalá en Alejandro y Víctor, no decaiga el ánimo y pronto se decidan a llevar a cabo este paso.

A todos mis compañeros con los que tuve el privilegio de compartir un salón de clase en esta gran facultad.

A la UNAM. Por el privilegio que me dio de ser orgullosamente universitario.



INDICE

	Pag.
GENERALIDADES SOBRE ACEITES ESENCIALES _____	1
GENERALIDADES SOBRE DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR _____	13
SISTEMAS SELECCIONADOS _____	26
EXPERIMENTACIÓN PRELIMINAR _____	38
DESCRIPCIÓN A DETALLE DE LOS EQUIPOS EN LOS QUE ES POSIBLE DESARROLLAR LA PRACTICA _____	57
PRACTICAS PROPUESTAS _____	91
CONCLUSIONES FINALES _____	101
BIBLIOGRAFÍA _____	102

GENERALIDADES SOBRE ACEITES ESENCIALES

DEFINICION

Los aceites esenciales son las fracciones líquidas volátiles, generalmente destilables por arrastre con vapor de agua, que contienen las sustancias responsables del aroma de las plantas y que son importantes en la industria cosmética (perfumes y aromatizantes), de alimentos (condimentos y saborizantes) y farmacéutica (saborizantes).

Los aceites esenciales generalmente son mezclas complejas de hasta más de 100 componentes que pueden ser:

-compuestos alifáticos de bajo peso molecular (alcanos, alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres y ácidos),

-monoterpenos,

-sesquiterpenos y

-fenilpropanos.

En su gran mayoría son de olor agradable, aunque existen algunos de olor relativamente desagradable como por ejemplo los del ajo y la cebolla, los cuales contienen compuestos azufrados.

CLASIFICACION

Los aceites esenciales se clasifican con base en diferentes criterios: consistencia, origen y naturaleza química de los componentes mayoritarios.

De acuerdo con su **consistencia** los aceites esenciales se clasifican en esencias fluidas, bálsamos y oleorresinas. Las Esencias fluidas son líquidos volátiles a temperatura ambiente. Los Bálsamos son de consistencia más espesa, son poco volátiles y propensos a sufrir reacciones de polimerización, son ejemplos el bálsamo de copiaba, el bálsamo del Perú, Benjui, bálsamo de Tolú, Estoraque, etc. Las Oleorresinas tienen el aroma de las plantas en forma concentrada y son típicamente líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas (caucho, gutapercha, chicle, balata, oleorresina de paprika, de pimienta negra, de clavel, etc.).

De acuerdo a su **origen** los aceites esenciales se clasifican como naturales, artificiales y sintéticos. Los naturales se obtienen directamente de la planta y no

sufren modificaciones físicas ni químicas posteriores, debido a su rendimiento tan bajo son muy costosos. Los artificiales se obtienen a través de procesos de enriquecimiento de la misma esencia con uno o varios de sus componentes, por ejemplo, la mezcla de esencias de rosa, geranio y jazmín enriquecida con linalool, o la esencia de anís enriquecida con anetol. Los aceites esenciales sintéticos como su nombre lo indica son los producidos por la combinación de sus componentes los cuales son la mayoría de las veces producidos por procesos de síntesis química. Estos son más económicos y por lo tanto son mucho más utilizados como aromatizantes y saborizantes (esencias de vainilla, limón, fresa, etc.).

Desde el punto de vista químico y a pesar de su composición compleja con diferentes tipos de sustancias, los aceites esenciales se pueden clasificar de acuerdo con el tipo de sustancias que son los componentes mayoritarios. Según esto los aceites esenciales ricos en monoterpenos se denominan aceites esenciales monoterpenoides (p.ej. hierbabuena, albahaca, salvia, etc.). Los ricos en sesquiterpenos son los aceites esenciales sesquiterpenoides (p.ej. copaiba, pino, junípero, etc.). Los ricos en fenilpropanos son los aceites esenciales fenilpropanoides (p.ej. clavo, canela, anís, etc.).

Aunque esta clasificación es muy general nos resultará útil para propósitos de estudiar algunos aspectos fitoquímicos de los monoterpenos, los sesquiterpenos y fenilpropanos.

DISTRIBUCION NATURAL

Los aceites esenciales se encuentran ampliamente distribuidos en unas 60 familias de plantas que incluyen las Compuestas, Labiadas, Lauráceas, Mirtáceas, Pináceas, Rosáceas, Rutáceas, Umbelíferas, etc. Se les puede encontrar en diferentes partes de la planta: en las hojas (ajenjo, albahaca, buchú, cidrón, eucalipto, hierbabuena, limoncillo, mejorana, menta, pachulí, quenopodio, romero, salvia, toronjil, etc.), en las raíces (angélica, asaro, azafrán, cáamo, cúrcuma, galanga, jengibre, sándalo, sasafrás, valeriana, vetiver, etc.), en el pericarpio del fruto (limón, mandarina, naranja, etc.), en las semillas (anís, cardamomo, eneldo, hinojo, comino, etc.), en el tallo (canela, caparrapí, etc.), en las flores (arnica, lavanda, manzanilla, piretro, tomillo, clavo de olor, rosa, etc.) y en los frutos (alcaravea, cilantro, laurel, nuez moscada, perejil, pimienta, etc.).

Los monoterpenoides se encuentran principalmente en plantas de los órdenes Ranunculales, Violales y Primulales, mientras que son escasos en Rutales, Cornales, Lamiales y Asterales. Por el contrario, los sesquiterpenoides abundan en Magnoliales, Rutales, Cornales y Asterales.

Aunque en los aceites esenciales tanto los mono-, los sesquiterpenos y los fenilpropanos se les encuentra en forma libre, más recientemente se han

investigado los que están ligados a carbohidratos, ya que se considera que son los precursores inmediatos del aceite como tal.

EXTRACCION Y AISLAMIENTO

Los aceites esenciales se pueden extraer de las muestras vegetales mediante varios métodos como son: expresión, destilación con vapor de agua, extracción con solventes volátiles, *enfleurage* y con fluidos supercríticos.

En la **expresión** el material vegetal es exprimido para liberar el aceite y este es recolectado y filtrado. Este método es utilizado para el caso de las esencia de cítricos.

En la **destilación por arrastre con vapor de agua**, la muestra vegetal generalmente fresca y cortada en trozos pequeños, es encerrada en una cámara inerte y sometida a una corriente de vapor de agua sobrecalentado, la esencia así arrastrada es posteriormente condensada, recolectada y separada de la fracción acuosa. Esta técnica es muy utilizada especialmente para esencias fluidas, especialmente las utilizadas para perfumería. Se utiliza a nivel industrial debido a su alto rendimiento, la pureza del aceite obtenido y porque no requiere tecnología sofisticada.

En el método de **extracción con solventes volátiles**, la muestra seca y molida se pone en contacto con solventes tales como alcohol, cloroformo, etc. Estos solventes solubilizan la esencia pero también solubilizan y extraen otras sustancias tales como grasas y ceras, obteniéndose al final una esencia impura. Se utiliza a escala de laboratorio pues a nivel industrial resulta costoso por el valor comercial de los solventes, porque se obtienen esencias impurificadas con otras sustancias, y además por el riesgo de explosión e incendio característicos de muchos solventes orgánicos volátiles.

En el método de enflorado o **enfleurage**, el material vegetal (generalmente flores) es puesto en contacto con un aceite vegetal. La esencia es solubilizada en el aceite vegetal que actúa como vehículo extractor. Se obtiene inicialmente una mezcla de aceite esencial y aceite vegetal la cual es separada posteriormente por otro medios físico-químicos. Esta técnica es empleada para la obtención de esencias florales (rosa, jazmín, azahar, etc.), pero su bajo rendimiento y la difícil separación del aceite extractor la hacen costosa.

El método de **extracción con fluidos supercríticos**, es de desarrollo más reciente,. El material vegetal cortado en trozos pequeños, licuado o molido, se empaca en una cámara de acero inoxidable y se hace circular a través de la muestra un líquido supercrítico (por ejemplo bióxido de carbono líquido), las esencias son así solubilizadas y arrastradas y el líquido supercrítico que actúa como solvente extractor y se elimina por descompresión progresiva hasta alcanzar la presión y temperatura ambiente, y finalmente se obtiene una esencia pura. Aunque presenta varias ventajas como rendimiento alto, es ecológicamente

compatible, el solvente se elimina fácilmente e inclusive se puede reciclar, y las bajas temperaturas utilizadas para la extracción no cambian químicamente los componentes de la esencia, sin embargo el equipo requerido es relativamente costoso, ya que se requieren bombas de alta presión y sistemas de extracción

MONOTERPENOS Y SESQUITERPENOS

DEFINICION Y CLASIFICACION

Los monoterpenos y sesquiterpenos son terpenos de 10 y 15 átomos de carbonos derivados biosintéticamente de geranilpirofosfato (GPP) y farnesilpirofosfato (FPP) respectivamente. La Figura 1 muestra ejemplos de monoterpenos y sesquiterpenos naturales. De acuerdo con su estructura se les clasifica según el número de ciclos como acíclicos, monocíclicos, bicíclicos, etc.

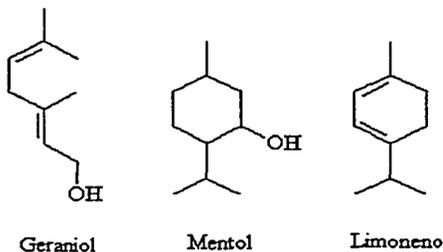


Figura 1. Monoterpenos mas comunes en los aceites esenciales.

Si bien la composición química de los aceites es muy variada, todos ellos poseen varias propiedades físicas en común, por ejemplo: tienen alto índice de refracción, son ópticamente activos, etc.

Prácticamente todos los aceites esenciales consisten en mezclas de productos químicos que a menudo son muy complejas. En su mayoría están constituidos por terpenos, que son hidrocarburos cuya fórmula es $C_{12}H_{16}$. Los terpenos más comunes son el limoneno y el pineno. Estos terpenos se oxidan naturalmente, por lo que muchas veces es necesario separarlos, obteniendo un producto de mayor valor que se conoce como aceite esencial deterpenado. Su composición exacta se puede obtener mediante una cromatografía gaseosa. Es importante conocer ésta para los efectos de poder fijar precio al producto, ya que ésta varía según su composición química. Los mayores consumidores de aceites deterpenados son las industrias de perfumería y cosmetología.

EXTRACCION Y AISLAMIENTO

Como se mencionó anteriormente, la mayoría de monoterpenos y sesquiterpenos se encuentran presentes en los aceites esenciales de diversas plantas. A partir de dichos aceites es posible realizar su aislamiento mediante la utilización de uno o varios métodos cromatográficos tales como la cromatografía en columna, en capa fina y HPLC. Para las cromatografías en columna y en capa fina se utiliza ampliamente la sílica gel como fase estacionaria. Como fase móvil se emplean solventes apolares puros o mezclados tales como: Tolueno-acetato de etilo 93:7, benceno, cloroformo, diclorometano, benceno-acetato de etilo 9:1, benceno-acetato de etilo 95:5, cloroformo-benceno 75:25, cloroformo-etanol-ácido acético 94:5:1, cloroformo-benceno 1:1,.

Sin embargo actualmente se utilizan técnicas de separación más eficientes y rápidas como la cromatografía líquida de alta eficiencia HPLC, y la cromatografía de gases (CG),, así como también combinaciones "ON-LINE" HPLC-CG-EM,. Estos mismos métodos se utilizan para el análisis de las esencias florales.

Esta última técnica gracias al desarrollo reciente de columnas capilares de alta resolución, permite analizar mezclas complejas presentes en aceites esenciales, e identificar los componentes a partir de los tiempos de retención a través de los denominados Índices de Retención de Kovats (Ik). Estos valores son característicos para cada componente y existen bases de datos con los índices de muchos componentes de aceites esenciales.

Los valores Ik se determinan en dos columnas cromatográficas una polar (por ejemplo CARBOWAX 20M) y una apolar (por ejemplo OV-101 también llamada DB-1).

ENSAYOS DE RECONOCIMIENTO

Debido a la diversidad de grupos funcionales que pueden estar presentes en los componentes mono- y sesquiterpénicos de un aceite esencial no existe una prueba específica para su reconocimiento. Sin embargo existen unos pocos procedimientos experimentales que permiten reconocer algunos de ellos por su coloración con diferentes reactivos, su absorción de luz UV de 254 nm y su Rf en cromatografía en capa fina. A manera de ejemplo la Tabla 3 resume las características de varios monoterpenos y su comportamiento al analizarlos por cromatografía en capa fina con varios agentes reveladores. Por ejemplo, el limoneno se reconoce en las placas de CCF porque no absorbe luz UV 254 nm, adiciona bromo, no forma un derivado 2,4-dinitrofenilhidrazona y produce color pardo con el ácido sulfúrico.

Tabla 1 .Detección de monoterpenos en cromatoplasacas de CCF

TERPENO	RESPUESTA CON			
	UV	BROMO	2,4-DNFH	H ₂ SO ₄ conc.
Limoneno	-	+	-	Pardo
-pineno	-	+	-	Pardo
Pulegona	+	+	+	Amarillo
Geraniol	-	+	-	Púrpura
Carvona	+	+	+	Rosado
p-Cimeno	+	-	-	-
-Terpineol	-	+	-	Verde
1,8-Cineol	-	-	-	Verde

Otros reactivos útiles para revelar monoterpenos y sesquiterpenos son anisaldehído-ácido sulfúrico, vainillina-ácido sulfúrico y ácido fosfomolibdico.

CARACTERIZACION ESPECTRAL

Los monoterpenos y sesquiterpenos en un buen número se pueden caracterizar químicamente a partir de los datos de cromatografía de gases y los espectros de masas tal como se anotó anteriormente, pero cuando existen dudas de tal caracterización se recurre a los métodos espectrales como Infrarrojo, Ultravioleta y Resonancia Magnética Nuclear.

Infrarrojo

El espectro infrarrojo permite detectar la presencia de grupos hidroxilo, carbonilo, anillos aromáticos, enlaces dobles C=C cis y trans, etc. Para determinar el espectro basta con colocar una gota del componente en una celda de NaCl. Por ejemplo, en el espectro infrarrojo del 3-p-menten-7-al presente en el aceite de comino. La banda intensa en 1725 cm⁻¹ indica un grupo carbonilo no conjugado. El pico a 2710 cm⁻¹ se asigna a la tensión C-H de un protón aldehídico. El doblete centrado en 1375 cm⁻¹ indica un grupo isopropilo, y la banda de intensidad media en 817 cm⁻¹ indica un enlace doble trisustituido.

Ultravioleta

El espectro UV de los monoterpenos y sesquiterpenos permite el reconocimiento de grupos funcionales y grupos cromóforos. Por ejemplo el limoneno presenta un máximo de absorción en 262 nm (E=6400).

Resonancia Magnética Nuclear

Gracias a los desarrollos de la RMN se cuenta con bases de datos de los espectros, especialmente de RMN-¹³C para los monoterpenos y sesquiterpenos más distribuidos.

La Espectrometría de RMN-¹³C presenta la ventaja adicional de que los desplazamientos químicos de los carbonos de terpenoides (y otras sustancias naturales y sintéticas) pueden calcularse mediante programas de computador disponibles en el comercio como Chemwind® y ACD®. A manera de ejemplo se presentan a continuación los desplazamientos químicos en ppm para el limoneno reportado en la literatura, calculado con el módulo de ¹³C de Chemwind® 3.1 y con ACD/CNMR®.

Adicionalmente, el desarrollo reciente de los métodos bidimensionales homo- y heteronucleares, han permitido la determinación estructural fina de los terpenoides y demás sustancias naturales, eliminando la ambigüedad en la asignación de las señales observadas.

Composición Química de Algunas Esencias:

EUCALIPTO	OREGANO	PIRUL	ALBAHACA	MANZANILLA
1,8-cineól	carvacól	pineno	estragól	azuleno
α -pineno	timól	canfeno	Ciñelo	sexquiterpenos
limoneno	fenoles	cineól	eugenól	furfural
sabineno	pineno	borneol	linatól	Alcohol sexquiterpénico

Inconvenientes de los aceites esenciales:

- Sabor bueno pero incompleto y mal distribuido.
- Se oxidan fácilmente
- No contienen antioxidante natural.
- Se alteran fácilmente.
- Muy concentrados, por lo tanto difíciles de dosificar.
- No se dispersan fácilmente, sobretodo en los productos secos.

Ventajas:

- Higiénicos, exentos de bacterias, etc.
- Sabor suficientemente fuerte.
- Calidad del sabor conforme con la materia prima.
- No colorea el producto.
- Exento de enzimas y taninos.
- Estable si está bien almacenado.

Esencias Concretas

Son concentrados odoríferos obtenidos por extracción con un disolvente *no acuoso* volátil, con la eliminación posterior del disolvente por evaporación a temperatura moderada y en un vacío parcial.

Estos productos se obtienen con equipos extractores, que no son los mismos que se usan para destilar las esencias. Los extractos son de gran interés comercial ya que de esta forma se incorporan los vegetales a los medicamentos. Los más conocidos son los extractos de carqueja, de boldo y de alcachofa.

Oleorresinas de Especies

Se obtienen de especies deshidratadas por extracción con un solvente volátil no acuoso, a lo que sigue la eliminación del disolvente mediante evaporación a temperatura moderada y en un vacío parcial. Son habitualmente líquidos viscosos o sustancias semisólidas.

Tienen gran importancia en países tropicales donde la producción de especias es mayor. Las más usadas son: de pimienta negra, canela, paprika, jengibre, cúrcuma, nuez moscada, clavel, etc.

ASPECTOS COMERCIALES

Se conocen alrededor de 3000 tipos de aceites esenciales, pero sólo 300 tienen importancia comercial.

Los aceites esenciales pueden categorizarse en herbáceos (romero) y no herbáceos (Citrus y Semillas de Especies). Los primeros representan un menor volumen pero en general alto precio y el segundo grupo tiene relevancia por sus volúmenes.

Por otra parte, los aceites esenciales pueden comercializarse con o sin terpenos según la solicitud del cliente, variando notablemente los precios.

La demanda de composiciones aromáticas ha crecido en el sector agroindustrial a razón de un 10% anual desde 1960, sus principales destinos son las industrias de bebidas, las lácteas, las de golosinas, de cosméticos y sabores. Las tres primeras representan el 75% de la demanda (*Fuente: INEGI*).

A mediados de la década del '70, la industria química puso de moda una gran variedad de compuestos aromáticos artificiales relegando a las esencias naturales. Pero en los años '90 una gran parte del mercado volvió a los aceites que se extraen de vegetales pero con exigencias de calidad y pureza.

Mercado Nacional

En el mundo el aceite esencial de limón ocupa el segundo lugar luego de la naranja dulce. La principal consumidora de este aceite es la industria de bebidas sin alcohol que lo utiliza como soporífero.

Mercado Internacional

El valor de la comercialización de los aceites esenciales para la Unión Europea en 1989 fue de 374,1 millones de ECU (1 ECU equivale a US\$ 1,14), para un volumen de 34608 tn. El 33% fue importado desde países en desarrollo por un total de 81,1 millones de ECU. Entre los principales países de este grupo se encuentran : Argentina (aceite de limón), Brasil (aceite de naranja), China (aceite de eucalipto, citronela, geranio y pimienta), Egipto (aceite de jazmín), Haití (aceite de vetiver), e Indonesia (aceite de vetiver y citronela).

Los aceites más exportados fueron:

(EE.UU., 1997)

Especie Monto en millones de dólares

Menta mitcham 53, Menta arvensis 21, Naranja 10 ,Limón 10

Tabla 2. Cotizaciones de Aceites Esenciales en México

Especie	Promedio kg./dólar (1997-1998)	Rendimientos
Manzanilla	1000	0,8 -1,5 (seco)
Menta arvensis	20	1 - 3 (seco) 0,3 - 0,5 (fresco)
Menta mitcham	40	1 - 2,5 (seco) 0,2 - 0,5 (fresco)
Orégano	73	1 - 2,5 (seco) 0,2 (fresco)
Romero	32	1 - 2,5 (seco)

Fuente: base de datos del INEGI

Las diferencias de precios están vinculadas a la calidad y cantidad del producto y época en que se ofrece como así también si el mercado es interno o de exportación

Tabla 3 Exportaciones de Aceites Esenciales (1997)

Aceite	Kilos	US\$
Bergamota	1 640	151 300
Naranja	61 091	147 651
Limón	1 476 845	25 311 027
Lima Dulce	100	6 360
Demás aceites excepto Citrus	61 706	824 440
Geranio	900	20 004
Lavanda	115	1 654
Menta piperita	4 151	85 454
Demás mentas	33 601	410 833
Cedro, Clavo, Palo rosa, Canela, Tomillo	43	852
Cálamo, Cananga, Cardamomo, Jengibre, Valeriana, Acacia, Gardenia, Lirio, Neroli, Tuberosa, Rosa y Violeta	45	1 781
OTROS	61 157	560 933
TOTAL	1 701 394	27 522 289

LISTA DE PRECIOS DE ACEITES ESENCIALES DEL BAÑO	
Aceite esencial	Frasco ambar de 10 ml
Cedro	\$39.00
Cipres	\$99.00
Citronela	\$52.00
Eucalipto	\$60.00
Geranio	\$50.00
Lavanda	\$47.00
Limón persa	\$39.00
Mandarina	\$39.00
Menta	\$39.00
Palmarosa	\$49.00
Palo de rosa	\$39.00
Romero	\$39.00
Sándalo	\$99.00
Tomillo	\$49.00
Pirul	\$39.00
Ylang-ylang	\$159.00
Naranja	\$39.00

Tabla 4. Cotización internacional de aceites esenciales

II

GENERALIDADES SOBRE DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

Introducción

La operación unitaria de destilación es una de las más empleadas en la industria química, petroquímica, alimentaria, farmacéutica y perfumera, para la separación de los componentes que forman mezclas líquidas miscibles. La destilación es una operación unitaria de transferencia de masa, tal como la absorción o la cristalización.

De acuerdo con el diccionario (Valiente, 1990) la destilación es la operación cuyo fin es la separación de dos o más líquidos miscibles mediante la ebullición. Los vapores obtenidos se recuperan como producto deseable y se condensan. Los vapores condensados son más ricos en el líquido o líquidos más volátiles, mientras que los fondos, o líquidos remanentes, son más ricos en las sustancias menos volátiles. Esta operación recibe también los nombres de *alambicación*, *refinación*, *agotamiento*, *fraccionamiento* y *rectificación*.

Hasta donde se sabe, el proceso de la destilación fue inventado por los alquimistas egipcios, quienes emplearon gran cantidad de aparatos diseñados para vaporizar sustancias volátiles y tratar los metales con ellas. Parece que, ocasionalmente, se realizaba una especie de destilación de líquidos. Por ejemplo, se calentaba agua de mar en calderos cubiertos y se sacudían las gotas condensadas en las tapaderas, con el fin de usarlas como agua para beber. Asimismo, el aceite de pez se elaboraba por el calentamiento del alquitrán y la subsecuente condensación de su vapor. El mercurio se obtenía al calentar el cinabrio (mineral de sulfuro de mercurio) sobre un plato de hierro, colocado dentro de una olla cubierta con un puchero o "ambix", en el que se condensaba el vapor de mercurio. Posteriormente, ese término se usó para denominar al aparato completo de la destilación, en árabe *al anbiq*, de donde procede nuestro *alambique*.

Los alquimistas griegos, en el siglo primero de nuestra era, inventaron el alambique para destilar sustancias. Un alambique o destilador está compuesto de tres partes: una vasija en la que se calienta el material que se va a destilar, una parte fría para condensar el vapor producido y un recipiente para recogerlo.

La destilación se inventó como un medio para obtener un líquido capaz de atacar o colorear los metales. Ciertamente, no se conoce el uso de alambiques para propósitos no alquímicos hasta alrededor de 700 años después de su primer

empleo en la alquimia, cuando los encontramos en libros de recetas. Debe comprenderse que la falta de instrumentos (termómetros, por ejemplo) y el hecho de que no se conocieran disolventes ni ácidos más fuertes que el vinagre, representaba una limitación del campo de estudio. Los antiguos químicos trabajaban principalmente sobre alambiques primitivos, lo que les impedía recuperar los compuestos de bajo punto de ebullición. De aquí que no se descubrieran productos químicos como el alcohol hasta la época de los árabes, aunque desde muchos siglos atrás se conocían bebidas alcohólicas como el vino y la cerveza (Forbes, 1958).

En el mundo antiguo

Los conocimientos químicos de los árabes eran considerables. Aunque no profundizaron en la química teórica, su química aplicada era positivamente superior a la de los químicos helénicos. Un grupo considerable de químicos se inclinó a las teorías y discusiones abstrusas sobre la alquimia, en tanto que varios de los notables, despreciaban a los *devotos de al-kimiya que conocen frecuentes maneras de engañar a sus víctimas*". Un genio, Abu Mussah-al-Sofi o Geber, quien vivió alrededor de 760 dC describió métodos mejorados de evaporación, filtración, sublimación, fusión, destilación y cristalización. Otros como IbnSina, mejor conocido como Avicena, clasificaron minerales y productos químicos y describieron muy detalladamente su elaboración. Gracias a los esfuerzos de éstos se estableció la diferencia entre sosa y potasa. Dejó de ser un misterio la purificación de vitriolo, alumbre, nitro y sal de amoniaco. La mayoría de estos avances se debió a las mejoras introducidas en los aparatos y en la calidad de los vidrios y esmaltes. Los árabes fueron, por supuesto, famosos en el arte de la alfarería, especialmente por los esmaltes lustrosos y coloridos aplicados a vasijas de barro. Estos vasos esmaltados, muchos de los cuales eran refractarios, fueron bien diseñados para procesos tecnológicos. Aunque la importación de la alfarería y la porcelana China se remonta al siglo VIII, el secreto de la manufactura de esta última no se conoció en Persia antes del siglo XII. La calidad de esta alfarería contribuyó notablemente a facilitar el a trabajo de los alquimistas árabes, que intentaban la producción en gran escala de determinados productos. Inventaron hornos cilíndricos o cónicos, en los que disponían hileras de y alambiques para producir agua de rosas o "nafta" (gasolina) por medio del calor de los gases de combustión. Un incendio en la ciudadela de El Cairo en 1085, destruyó no menos de 300 toneladas de gasolina almacenada allí. El método del horno de galería que acabamos de describir era la única forma en que podrían producirse tales cantidades.

Los antiguos textos mencionan ciudades como Damasco entre los centros manufactureros y destiladores. Debido a ellos en la química actual tenemos nombres árabes para aparatos y productos químicos: álcali, antimonio y alambique. El procedimiento destilar alcohol y producir ácidos fuertes, como el sulfúrico y el nítrico, afectaron de manera importante a muchas técnicas; la producción de perfumes, por ejemplo, cambió totalmente. Los químicos antiguos

obtenían sus esencias por enfleurage, esto es, mezclando flores y hiervas con grasas o ceras fundidas, que después se separaban por filtración, las esencias responsables del aroma eran así absorbidas por el aceite o la grasa. Pero los árabes empezaron entonces a mezclar las hierbas y las flores con alcohol o agua, y a destilar las mezclas para producir un perfume líquido. Cuando se usaba agua, las esencias formaban una fina capa en la parte superior de la mezcla y podían separarse por decantación. De este modo se producía el agua de rosas. Este es el inicio de la destilación por arrastre con vapor. Los descubrimientos árabes produjeron un gran impacto en la Europa medieval, y sobre todo la alquimia produjo furor en todos los reinos europeos.

Gradualmente se introdujo a Europa la práctica de enfriar el tubo de salida del alambique y a partir del siglo XIV, la salida se convirtió en un serpentín condensador del que deriva el refrigerante moderno.

Con esta mejora se consiguieron recuperar, por condensación los líquidos y sustancias que tienen bajo punto de ebullición. Las primeras descripciones europeas del alcohol datan de los alrededores del año 1100. Se encuentran en manuscritos del gran centro médico que fue Salerno. Cien años después, el alcohol, obtenido por la destilación del vino, era ya una sustancia bien conocida. Durante la Edad Media, el alcohol concentrado solía prepararse en dos etapas; la primera destilación producía un alcohol de 60%, al que se le daba el nombre de *agua ardens*, o aguardiente, una nueva destilación subía la concentración al 96%, el producto final se conocía por el nombre de *agua vitae*, o agua de la vida. En 1320, se producía alcohol en gran escala en Módena, Italia y su conocimiento se extendió a Francia y Alemania.

Monasterios y farmacias empleaban este alcohol para preparar cociones de hierbas, que al principio se vendían como medicinas. La peste negra, que devastó la población de Europa, fue una de las causas de la difusión de la afición al alcohol fuerte. Después de ese holocausto, la costumbre de beber 'brandy', licores y aguardiente o ginebra (de 33 a 45% de alcohol, o más), quedó firmemente arraigada como costumbre social. Hasta entonces los licores que se bebían contenían pequeños porcentajes de alcohol, tales como vinos y cervezas (7 a 15% en volumen).

El monasterio de los benedictinos, dio su nombre a un famoso 'brandy'. La técnica mejorada de la destilación hizo posible otro importante progreso en el campo de la química: desde 1150, los químicos italianos destilaron ácido nítrico de una mezcla de nitró y alumbre. Venecia, y algunas ciudades de Francia y Alemania, fueron los centros productores de este ácido, que era el principal reactivo empleado para la refinación del oro que contenía plata. El ácido sulfúrico se producía en el siglo XIII, ya sea por destilación de alumbre, o quemando azufre sobre agua bajo una campana de cristal. En el siglo xv se destilaba ácido clorhídrico de una mezcla de nitró y sal común. El conocimiento de estos ácidos fuertes se difundió rápidamente, en todas direcciones; se aplicaron a la disolución de sales, en metalurgia y en el trabajo de metales, así como en calidad de agentes

mordientes o de blanqueado.

El conocimiento de los ácidos y los disolventes de bajo punto de ebullición, como el alcohol, resultó de extraordinaria importancia para el progreso de la química, tanto teórica como experimental. Los químicos antiguos se habían limitado generalmente al estudio de sólidos o líquidos. Ahora podían estudiarse los cuerpos en disolución con otros compuestos. La industria química se integró al dominio del gremio de los destiladores, que en el siglo xv comprendía no sólo a los fabricantes de ginebra, sino también a los boticarios ya los fabricantes de ácidos. La destilación de ácidos abrió la puerta a la producción de diversos productos químicos nuevos.

La medicina, en la primera parte de la Edad Media, no contaba en general más que con medicamentos en forma de polvos y jarabes. Estos últimos fueron reemplazados entonces por tinturas, es decir, disoluciones o destilados de la droga o, en específico, en alcohol.

Los perfumes que se habían preparado siempre en la forma clásica, macerando hierbas y aceites o grasas, se empezaron a fabricar a la usanza árabe, es decir, por destilación y disolución con el alcohol. Hasta el siglo XIX los alambiques fueron del tipo de lotes con poco reflujo; eran muy pequeños, de 30 a 80 centímetros de diámetro y 1.5 metros de alto, con todo y accesorios.

La modernidad

Los primeros libros sobre destilación aparecieron en el siglo XVI (Brunschwig, 1500; Andrew, 1521); uno de ellos aparece más tarde, escrito por Libavius (1606). Boyle destiló alcohol de madera y vinagre, y recibió las diferentes fracciones de acuerdo con sus puntos de ebullición, la que constituyó probablemente la primera destilación analítica. Tuvieron que pasar muchos siglos para que, al llegar la Revolución Industrial, se encontraran nuevos usos para la destilación. En esa época los experimentos realizados para obtener coque de buena calidad demostraron que el carbón desprende un gas inflamable al ser calentado. Ese gas no tardó en ser aprovechado para producir gas de alumbrado. Con ello, los subproductos de la industria del gas adquirieron una importancia creciente. Entre ellos estaba el alquitrán, del que se obtenía benceno, el cual, al descubrirse los colorantes sintéticos en 1856, condujo a las plantas destiladoras de alquitrán de hulla.

En 1800 Rumford uso vapor de agua, como agente térmico. En aquel tiempo

los investigadores franceses de vanguardia habían diseñado y ensayado las llamadas columnas de destilación. Éstas progresaron apreciablemente con el invento de la columna de rectificación de Cellier Blumenthal. en 1813. En 1822, Perrier inventó las campanas de burbujeo y desarrolló un alambique continuo, con precalentamiento de la alimentación y uso de reflujo interno. Por otra parte, Adam y Bérard diseñaron independientemente columnas para rectificar el alcohol

extraído del vino. Blumenthal, combinó los principios utilizados por los dos inventores, para fabricar una columna que proporcionaba una corriente de alcohol rectificado a partir de una alimentación continua de vino; logró así el primer proceso de destilación a régimen permanente. Para 1850, las columnas rectificadoras de la industria del alcohol se empieza. ron a utilizar en las industrias del petróleo y del alquitrán de hulla. Entre 1860 y 1880, se descubrieron productos químicos valiosos tales como el benceno, el tolueno y el xileno, mediante la destilación del alquitrán.

A mediados del siglo pasado se descubrió la forma de fabricar vidrio transparente, dúctil y capaz de soportar el calentamiento y enfriamiento continuos. Este vidrio tuvo su aplicación inmediata en la fabricación de aparatos y material de laboratorio. Ello significó una enorme ventaja sobre los equipos de metal y cerámica que se venían utilizando, especialmente por la resistencia química del vidrio, su transparencia y su maleabilidad, lo que permitió la fabricación de nuevos y complicados instrumentos de laboratorio.

En el campo de la destilación, los alambiques se modificaron y aparecieron los matraces, columnas y condensadores, semejantes a los empleados hoy. Desde entonces, la destilación ha sido una de las técnicas de separación más empleadas en los laboratorios y en la investigación química, al tiempo que se la utiliza también como una técnica analítica.

Por otra parte, desde mediados del siglo pasado los equipos más utilizados industrialmente estaban hechos de acero o de otros tipo de metal y recibieron el nombre de columnas de rectificación o columnas de destilación. Se trata de un equipo que consta de un calderín o rehervidor (en el cual se genera vapor) , una columna con platos o con empaques (en la cual se lleva a cabo la rectificación, al ponerse los vapores en contracorriente con el líquido) y un condensador (en el cual se condensan los vapores salientes del domo, se regresa parte de ese líquido como "reflujo" y se extrae parte del mismo como un destilado o producto del domo). En estas columnas, la alimentación se efectúa por lo general cerca del centro de la columna. La parte por arriba de la alimentación recibe el nombre de *sección de rectificación* o *de enriquecimiento* y la parte de abajo *sección de agotamiento*.

La industria de la refinación del petróleo sufrió también modificaciones profundas bajo el impacto de la investigación científica. En 1859 el coronel Drake demostró por primera vez la posibilidad de extraer el petróleo crudo del subsuelo de perforación, para no tener que depender exclusivamente de las afloraciones.

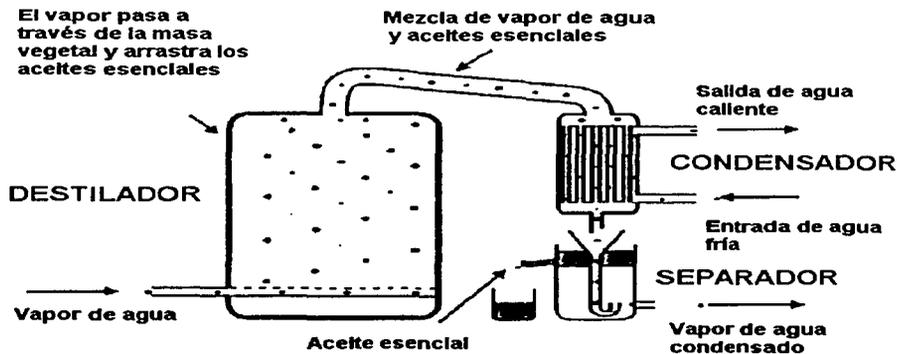
Hasta 1900, cuando la industria automotriz daba apenas los primeros pasos, la industria del petróleo se había restringido a la producción de queroseno.

Los procesos de refinación del petróleo y el correspondiente aparato técnico, eran en su mayoría adaptaciones de otras industrias, como la del alquitrán de hulla y la del alcohol. Gradualmente, las industrias del petróleo pusieron en práctica métodos más científicos en la destilación y refinación del petróleo. Este cambio recibió el impulso de la creciente demanda de productos distintos del queroseno: lubricantes, parafinas, asfalto, aceite combustible y sobre todo gasolina, que entonces se necesitaban en cantidades mayores cada vez para automóviles y aviones.

Trumble, en Estados Unidos, ideó en 1812 la combinación de un destilador de tubos con columnas desolladoras y evaporadores. Esto resultó ser un sistema extraordinariamente flexible para adaptar las unidades destiladoras a la diversidad de crudos existentes. La refinación química, originalmente un proceso por lotes, se hizo entonces automática, hasta convertirse en una operación continua en en recipientes cerrados, lo cual evitó la evaporación de sustancias peligrosas.

Los destiladores o alambiques constan de las siguientes partes: una fuente de calor que genera vapor, un recipiente para alojar la hierba, un colector del aceite esencial separado y un refrigerante para los vapores.

Figura 2. Esquema de destilador por arrastre con vapor convencional



En los laboratorios se utilizan alambiques de 1 y 5 litros, mientras que los equipos industriales pueden llegar a tener una capacidad de hasta 8000 ó 10000 litros en el recipiente para colocar la hierba.

El vapor de agua atraviesa la hierba colocada en el recipiente, extrae y arrastra el aceite esencial que tiene bajo punto de volatilización y lo lleva hasta el refrigerante, donde al enfriarse se condensa y se separa el agua del aceite por densidad y por inmiscibilidad.

Si el aceite es menos denso queda en la superficie y si es mas denso que el agua, va al fondo. De esta manera es fácil separarlo.

Si bien la composición química de los aceites es muy variada, todos ellos poseen varias propiedades físicas en común, por ejemplo: tienen alto índice de refracción, son ópticamente activos, etc.

La destilación por arrastre con vapor de agua es la que efectúa la vaporización de los componentes volátiles de la carga de material a una temperatura rebajada, por la introducción directa de vapor a dicha carga, el vapor de agua utilizado en esta operación se llama "vapor directo". El descenso de la presión parcial de los componentes volátiles de la carga obtenida al utilizar vapor directo puede conseguirse mediante el empleo de algún gas químicamente inerte. Sin embargo el uso de gases o vapores distintos al vapor de agua introduce en muchos casos problemas adicionales en la condensación y recuperación del destilado, al mismo tiempo que en la recuperación del gas.

En la mayoría de las fábricas en las que es necesario emplear destilaciones de esta naturaleza, se dispone de vapor de escape a bajo costo, por estas razones se emplea vapor de agua en la mayoría de los casos. La temperatura de ebullición puede reducirse disminuyendo la presión total sobre el contenido del alambique y un modo de conseguirlo es mediante la destilación al vacío.

Las destilaciones por arrastre de vapor duran entre 3, 4 o más horas, según la hierba que se trate, obteniéndose muy poca cantidad de esencia. Esto se debe a que el contenido en aceites de las plantas es bajo, y por ello hace falta destilar abundante cantidad de hierbas para obtener un volumen que justifique el gasto de destilación. Los rendimientos suelen ser menores al 1%, es decir destilando 100 kg. de hierba fresca, obtendremos menos de 1 kg. de aceite esencial. Esto no sólo obliga a optimizar la destilación, sino a contar con muchas toneladas de hierba a destilar, inclusive con muchas personas que provean de la hierba.

En el laboratorio, se pesa con la balanza de precisión, la hierba colocada a destilar y medimos el volumen de aceite obtenido. Conociendo la densidad de dicho aceite, y utilizando la fórmula siguiente se obtiene la masa de aceite obtenido:

$\text{densidad del aceite} \times \text{volumen de aceite} = \text{masa del aceite obtenido}$

Ejemplo: $0,850 \text{ g/ml} * 0,47 \text{ ml} = 0,4 \text{ g}$ de aceite esencial

Si al destilar 80 gramos se obtiene 0,4 gramos de aceite esencial, al destilar 100 de hierba se obtienen: 0,5 gr. de aceite esencial (0,5 % de aceite esencial).

0,5 % es el porcentaje de rendimiento en laboratorio para esa hierba. En la destilación industrial que por lo general se realiza en el campo, los rendimientos suelen ser levemente inferiores.

Tabla 5. Rendimientos de Aceites Esenciales:

Especie	Rendimiento	Estado de la planta
Poleo	1,5 %	Oreada
orégano	0,2 %	Fresca
romero	0,6 %	fresca
romero	0,88 %	Seca
albahaca	0,6 %	Fresca
albahaca	1,11 %	Seca
cadrón	1 %	Seca
manzanilla	0,4 %	flores secas
eucalipto	1,5%	Hoja-fruto oreado

Un líquido hierve cuando la suma de sus presiones parciales que ejerce es superior a la presión total sobre el mismo.

Si la presión total es fija, el sistema también lo es. Puesto que hay dos fases líquidas, cada una de ellas desarrollará su propia presión de vapor a la temperatura prevaleciente y no puede ser influida por la presencia de la otra. Cuando la suma de las dos presiones de vapor individuales es igual a la presión total, la mezcla "hierve" y aplica la siguiente ecuación:

$$P_A + P_B$$

Donde P_A es la presión de vapor del agua pura y P_B es la presión de vapor de B puro. Entonces, la composición de vapor es:

$$Y_A = \frac{P_A}{P}$$

$$Y_B = \frac{P_B}{P}$$

Mientras esten presentes las dos fases líquidas, la mezcla hervirá a la misma temperatura, produciendo un vapor de composición constante Y_A . La temperatura se determina mediante las curvas de presión de vapor de A y B.

Nótese que la destilación con arrastre con vapor, mientras haya agua líquida presente, el componente B de alto punto de ebullición se vaporizará a temperatura muy inferior a su punto de ebullición normal sin usar vacío. Los vapores de agua (A) y del componente (B) de alto punto de ebullición suelen recolectarse en un condensador y las dos fases líquidas inmiscibles resultantes se separan por los diferentes valores de densidad. Este método tiene la desventaja de que requiere grandes cantidades de calor para evaporar simultáneamente el agua y el compuesto de alto punto de ebullición. La relación de moles de B destilado a moles de A destilado es:

$$\frac{\eta_B}{\eta_A} = \frac{P_B}{P_A}$$

La destilación con arrastre de vapor se emplea algunas veces en la industria alimenticia para eliminar manchas contaminantes, sabores de grasas y aceites comestibles. En muchos casos se utiliza la destilación al vacío en vez de destilación por arrastre de vapor para purificar materiales de alto punto de ebullición. La presión total es bastante baja, por lo que la presión de vapor del sistema iguala a la presión total a temperaturas relativamente bajas.

BALANCE DE MATERIA, ENERGÍA Y CALCULO DE LA EFICIENCIA DE ARRASTRE

Vapor total necesario para la destilación

Si al alambique se le mete una carga de material M_1 , luego se introduce vapor G_v al final se obtiene una cantidad de material M_2 , un producto destilado A , un vapor de arrastre G_A , y un agua residual G_R , el balance quedaría así:

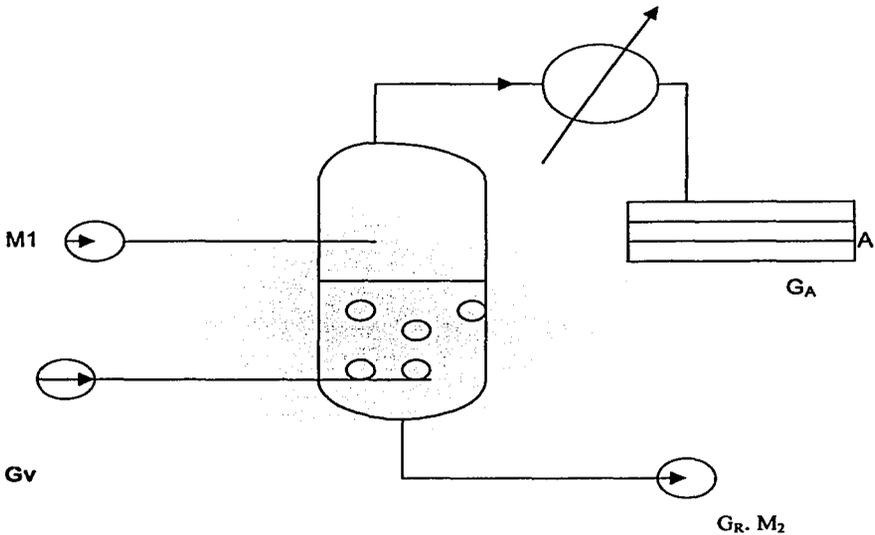


Figura 3 Esquema de destilación por arrastre con vapor

Balace de materia:

$$M_1 + G_v = G_A + A + G_R + M_2$$

El Vapor requerido es igual a

$$G_v = G_A + G_R$$

Balace de energía

$$M_1H_1 + G_VH_V = G_AH_{GA} + AH_A + G_RH_R + M_2H_2 + Q_C + Q_P$$

En donde Q_C es el calor quitado en el condensador y Q_P el calor perdido por convección y radiación.

$$Q_P = h_T A (T_s - T_a)$$

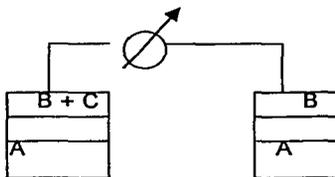
$h_T = (h_R + h_c)$; h_c = coeficiente por convección ; h_R = coeficiente por radiación

$$h_T = 11.32 + 0.07 (T_s - T_a) \quad ; h_T \text{ en kcal / h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

T_s = temperatura superficial del alambique ; T_a = temperatura ambiente $^\circ\text{C}$.

Derivación de la ecuación del vapor de arrastre.

Figura 4 Separación de vapores



La destilación por arrastre de vapor se emplea para separa líquidos inmiscibles

Si el fluido de arrastre A es agua y el B es un aceite puro:

Entonces:

$$P_T = P_A^\circ + P_B^\circ$$

En donde P_T es la presión de trabajo y P_A° y P_B° las presiones de vapor de las sustancias A y B

Si el fluido A es agua y el B es un aceite que contiene impurezas volátiles C,

entonces:

$$P_T = P_A^\circ + P_B = P_A^\circ + P_B^\circ x_B$$

Pero como el paso del vapor a través de las sustancias suele ser muy rápido entonces:

$$P_B = P_B^o x_B E$$

en donde E es la eficiencia de arrastre experimental que va de 0.5 a 1

$$E = \frac{P_B}{P_B^o x_B} = \frac{P_B}{\left(\frac{L_B}{L_B + L_C} \right) P_B^o}$$

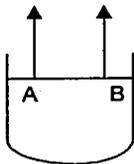


Figura 5 Flujo de vapores

Sea \tilde{G}_A el vapor de agua de arrastre y L_B el aceite a destilar :

entonces siguiendo a Dalton :

$$\frac{d\tilde{G}_A}{dL_B} = \frac{P_A}{P_B} = \frac{P_T - P_B}{P_B} = \frac{P_T - P_B^o x_B E}{P_B}$$

$$\frac{d\tilde{G}_A}{dL_B} = \frac{P_T - E x_B P_B^o}{E x_B P_B^o} = \frac{P_T}{E x_B P_B^o} - 1$$

o también:

$$dG_A = - \frac{P_T}{EP_B^o \bar{L}_B} d\bar{L}_B + d\bar{L}_B$$

$$dG_A = - \frac{P_T(\bar{L}_B + \bar{L}_C)}{EP_B^o \bar{L}_B} d\bar{L}_B + \frac{EP_B^o \bar{L}_B}{EP_B^o \bar{L}_B} d\bar{L}_B$$

$$dG_A = - \frac{P_T \bar{L}_B d\bar{L}_B}{EP_B^o \bar{L}_B} - \frac{P_T \bar{L}_C}{EP_B^o \bar{L}_B} d\bar{L}_B + d\bar{L}_B$$

$$dG_A = - \frac{P_T}{EP_B^o} d\bar{L}_B - \frac{P_T \bar{L}_C}{EP_B^o \bar{L}_B} d\bar{L}_B + d\bar{L}_B$$

$$dG_A = - \left(\frac{P_T}{EP_B^o} - 1 \right) d\bar{L}_B - \frac{P_T \bar{L}_C}{EP_B^o \bar{L}_B} d\bar{L}_B$$

Integrando:

$$\bar{G}_A = \left(\frac{P_T}{EP_B^o} - 1 \right) (\bar{L}_{B1} - \bar{L}_{B2}) + \frac{P_T \bar{L}_C}{EP_B^o} \ln \frac{\bar{L}_{B1}}{\bar{L}_{B2}}$$

El valor de arrastre se encuentra mediante la ecuación:

$$\bar{G}_A = \left(\frac{P_T}{EP_B^o} - 1 \right) (\bar{L}_{B1} - \bar{L}_{B2}) + \frac{P_T \bar{L}_C}{EP_B^o} \ln \frac{\bar{L}_{B1}}{\bar{L}_{B2}}$$

En donde:

\bar{L}_{B1} = moles iniciales de aceite ; \bar{L}_{B2} = moles finales de aceite

$\bar{L}_{B1} - \bar{L}_{B2}$ = moles de aceite destilado ; \bar{L}_C = moles de las otras sustancias volátiles

que acompañan al aceite ; si $\bar{L}_C = 0$ entonces:

$$\bar{G}_A = \left(\frac{P_T}{EP_B^o} - 1 \right) (\bar{L}_{B1} - \bar{L}_{B2})$$

III

SISTEMAS SELECCIONADOS

Una de las utilidades prácticas del aceite de *Eucalyptus globulus* (eucalipto), es atribuida a su acción antiséptica y expectorante en enfermedades del tracto respiratorio, propiedades que son aprovechadas en diversos preparados de uso medicinal.

El efecto germicida de aceite de eucalipto podría extenderse a otro grupo de microorganismos con características morfológicas y fisiológicas diferentes de las bacterias, los hongos, los cuales se encuentran distribuidos en la naturaleza, algunos son de importancia industrial, otras especies parasitan al hombre, animales y vegetales.

La obtención de la esencia o aceite volátil de las hojas frescas de *Eucalyptus globulus*, se realiza por destilación con vapor de agua, es un proceso rápido y sencillo que puede ser aplicado en la extracción de aceites esenciales en estudios posteriores.



Figura 6. Hoja fresca de Eucalipto

GENERALIDADES.

1. Revisión bibliográfica

CLASIFICACION

Tronco : Cormófitas

División : Antófitas

Subdivisión : Angiospermas

Clase : Dicotiledóneas

Subclase : Coripétalas

Orden : Mirtales

Familia : Mirtaceae

Género : Eucalyptus

Especie : Globulus

Nombre Científico : Eucalyptus globulus

Nombre popular : Eucalipto

2 Descripción botánica

El Eucalyptus globulus es originario de Tasmania y del este de Australia. Eucalyptus deriva del griego que significa "bien cubierto", por el opérculo que cubre a las flores y globulus, indica la forma del fruto.

Este árbol crece hasta 30 metros de altura, su madera es dura, consistente, corteza, rugosa, fisurada, follaje abundante y de color verde ferrugíneo que desprende un fuerte olor aromático, parecido al del alcanfor, al estrujar las hojas.

El tamaño y forma de las hojas varían con la edad: cuando tiernas son opuestas y oblongas; cuando maduras son lanceoladas, estrechas, encorvadas, con numerosas glándulas oleíferas, las flores son globosas y las semillas negras redondeadas.

Descripción popular: "es un árbol grande de hojas largas y delgadas que al restregarlas huelen a una pomada, o un ungüento (Vaporub). La cáscara es

rosada y finita parecida al guayabo. Crece en todo terreno, las flores son amarillas, menuditas y las persiguen las abejas para chuparlas".

Propiedades del eucalipto

Los aceites esenciales o esencias son productos volátiles aromáticos muy repartidos en el reino vegetal y formados por mezcla de una o varias sustancias. Son generalmente mezclas de hidrocarburos y compuestos oxigenados derivados de ellos. Son segregados en células oleíferas, conductos o cavidades secretoras o en pelos glandulares del vegetal



Figura 7 Fruto de Eucalipto

Muchos aceites volátiles poseen propiedades antisépticas, las acciones antibacterianas, antimicrobianas y antifúngicas de las esencias, han sido objeto de una serie de investigaciones. Es probable que debido a estas propiedades, se haya dado tanto valor a las especies durante el período babilónico y por eso se decía que valen "su peso en oro". Por lo tanto, debido a sus condiciones preservativas y a su fragancia, las especies se mezclaban con los alimentos, ya que la presencia de aceites esenciales en las especies, evita el excesivo desarrollo de las bacterias.

Una de las especies botánicas que de alguna manera ha manifestado algunas propiedades antibióticas, es el *E. globulus*, especialmente en las hojas.

Del eucalipto utilizado en terapéutica: se usan las hojas, la esencia, el eucalipto al estado puro. Su poder antiséptico es tres veces mayor que el fenol. Las hojas también se pueden emplear como astringentes por el tanino, han sido utilizado las hojas como antifebrifugo.

La especie de eucalipto utilizada con fines medicinales es el *Eucalyptus globulus*. Se emplean las hojas en infusiones o decocciones contra resfriados y afecciones bronquiales, en inhalaciones en casos de ronquera y sinusitis. El aceite esencial extraído de las hojas se emplea en inhalaciones como antiséptico de las vías respiratorias en la sinusitis, afecciones bronquiales, catarrales y pérdida de la voz.

E. globulus secado y pulverizado y suspendido en un líquido adecuado, se usa como fungicida. Es la especie más común en El Salvador, su historia como agente purificador es bien conocida en los países malsanos por las emanaciones pútridas. El jarabe y la tintura de sus hojas, son excelente remedio contra afecciones pulmonares y su aceite esencial es buen antiséptico.

Las hojas son remedio popular contra el paludismo y como expectorantes, de la esencia se extrae el eucaliptol en buen antiséptico y eficaz contra la bronquitis, tuberculosis y afecciones genitourinarias.

La esencia de eucalipto contiene 3-6% de un aceite volátil del cual un 70% es eucaliptol o cineol ($C_{10}H_{16}O$), el resto consiste en d- α - pineno (eucalipteno), canfeno y fenqueno, aldehído valerál-butílico y capronaldehído, alcohol etílico, amilico, isoamilico, isoamílico, ácidos grasos, sesquiterpenal más tarde denominado globulol ($C_{15}H_{24}O_{13}$). Además del aceite volátil contiene numerosas resinas, un principio neutro y amargo y ácido tánico.

La esencia o aceite de eucalipto, se obtiene por destilación con vapor de las hojas frescas de *E. globulus* o de cualquier otra especie de eucalipto. Se recolectan de preferencia las hojas no demasiado jóvenes que contienen menos esencia, cuando se observan a trasluz se aprecian abundantes estructuras traslúcidas que son glándulas de esencia o células esenciales.

La esencia es un líquido incoloro o color amarillo pálido, neutro, transparente y que se enturbia por la acción del aire volviéndose mas espeso, olor fuerte aromático que recuerda al del alcanfor y al de lavanda, sabor a especias, dejando sensación de frescura en la lengua.

El aceite volátil de eucalipto es incoloro o color amarillo, aroma característico alcanforáceo y pungente, picante, sabor refrescante. Se emplea como agente saporífero, es antiséptico, diaforético y expectorante en los casos de bronquitis crónica. Posee propiedades bacteriostáticas.

El aceite de eucalipto es efectivo contra *Bacillus subtilis* y *Staphylococcus aureus* y menos efectivo contra *Escherichia coli*. Se utiliza como insecticida y repelente, también intensifica la acción antibacterial de la tetraciclina .

El aceite de eucalipto tiene gran poder antiséptico, se emplea como contra irritante en pastillas y jarabes para la tos, como un antiséptico en gárgaras, pomadas y linimentos y como ingredientes en inhalaciones usadas para aliviar la bronquitis y

el asma. Los aceites obtenidos de otras especies de eucalipto, que no se emplean en medicina, son útiles en la industria de la perfumería.

El aceite de eucalipto posee un aroma refrescante, penetrante, estimulante y un tanto medicinal.

Alrededor de 25 kg producen 50 gr. de aceite de color amarillo pálido. Australia es la tierra natal de esta planta, ya que más del 75% de los árboles que hay en Australia son eucaliptos. Existen más de 500 variedades de estos en todo el mundo.

Se usa con mucho éxito como repelente de insectos ya que de ellos les disgusta el fuerte olor alcanforado despedido por las hojas de eucalipto. Los veterinarios han administrado eucalipto a los caballos con influenza, a los perros con moquillo y a diversos animales con padecimientos cutáneos de tipo parasitario.

VENTAJAS CLAVE

Debido a que el aceite de eucalipto contiene un 70% de eucaliptol (cineol), la acción antifúngica se debe a este componente, ya que según la bibliografía, es germicida a dilución mayor que el fenol, pero de acción más lenta.

Las propiedades germicidas del aceite de eucalipto, se atribuyen a su contenido de eucaliptol y las de este último, a que es un compuesto oxigenado.

Con el aceite de eucalipto se pueden preparar pomadas, jabones, preparación de enjuagues y soluciones antisépticas bucales para el tratamiento de la candidiasis oral.

Utilizar el método de extracción de aceites esenciales en la investigación de nuevas drogas antimicrobianas y su incorporación en diferentes preparados farmacéuticos.

Aprovechar la flora nativa en nuestro país mediante la utilización de plantas medicinales y dar a conocer el manejo adecuado de los mismos

Antiviral Y expectorante, combate infecciones virales, de bacterias y hongos. Elimina mucosidades, las afloja y descongestiona, ideal para prevenir los ataques de asma. Incrementa el suministro de oxígeno a la sangre, estimula la regeneración de tejido pulmonar. Alergias evita contagios (usado en aromatizador) Bronquitis, catarro, dolor de garganta, amigdalitis, sinusitis, tos convulsiva y dolorosa o seca. Evita la propagación de infecciones como varicela sarampión gripa etc.

Reduce el dolor de cabeza y la migraña, ayuda a calmar dolores musculares, y de articulaciones, así como la hinchazón que acompaña la artritis y el reumatismo .

RECETAS Y USOS POPULARES

- "Poner cinco hojas de eucalipto en un litro de agua, poner a hervir, enfriar y tomar el agua; también es buena esta agua para bañarse con ella"
- Hervir rápidamente siete hojas en dos tazas de agua, tomarlo antes de acostarse"

Usos: catarral, tosífugo, febrífugo. Popularmente es utilizado para tratamiento de catarras, tos y fiebre.

Schinus molle (Pirú)



Figura 8 Hoja de Pirul

Nombres comunes en México. Árbol del Perú, Pirwi, Tsactumi, Tzactumi, Tzantuni (Rep. Mex.); Pirú, Pirul (Valle de México); Xasa, Xaza (l. Otomí); Peloncuáhuil (1. Náhuatl); Yaga-cica, Yaga-lache (1. zapoteca, Oax.).

Sinonimia. *Guatteria grandiflora* Donn. Sm. ; *Schinus angustifolius* Sessé & Moc. ; *Schinus areira* L. ; *Schinus bituminosus* L ; *Schinus huigan* Molina ; *Schinus molle* var. *areira* (L) DC. ; *Schinus molle* var. *argentifolius* Marchand ; *Schinus molle* var. *huigan* (Molina) Marchand ; *Schinus occidentalis* Sessé & Moc

DESCRIPCION

Forma. Árbol perennifolio, de 4 a 8 m (hasta 15 m) de altura, con un diámetro a la altura del pecho de 25 a 35 cm.

Copa f Hojas. Copa redondeada y abierta, proporcionando sombra moderada. Hojas compuestas, alternas, de 15 a 30 cm de largo, colgantes, con savia lechosa; imparipinnadas de 15 a 41 folíolos, generalmente apareados, de 0.85 a 5 cm de

largo, estrechamente lanceolados, color verde amarillento. *Tronco/Ramas.* Tronco nudoso. Ramas flexibles, colgantes y abiertas.

Corteza. Corteza rugosa, fisurada, color marrón oscuro. Madera dura y compacta.

Flor(es).

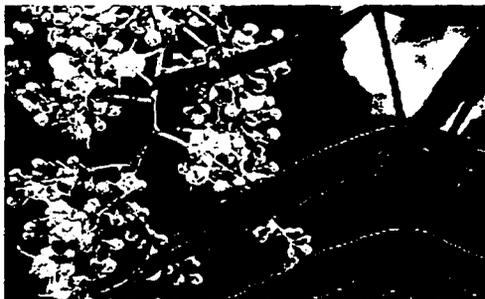


Figura 9 Fruto de Pirul

Panículas axilares en las hojas terminales, de 10 a 15 cm de largo, flores muy pequeñas y numerosas, de color amarillento, miden 6 mm transversalmente.

Fruto(s). Drupas en racimos colgantes, cada fruto de 5 a 9 mm de diámetro, rozados o rojizos, con exocarpo coriáceo, lustroso, seco en la madurez, mesocarpo delgado y resinoso, cada fruto contiene una o dos semillas.

Semi//a(s). Las semillas poseen un embrión bien diferenciado que llena toda la cavidad; la testa y el endospermo son delgados, el mesocarpo forma parte de la unidad de dispersión.

Raíz. Sistema radical extendido y superficial. Sexualidad. Monoica.

Número cromosómico: $2n = 28$.

DISTRIBUCION

Se distribuye en la zona templada seca de la Altiplanicie o Mesa Central, sobre todo en las regiones semi áridas. De Durango a Coahuila, Veracruz y Oaxaca. Altitud: 1,500 a 2,700 m

Estados. CHIS. COAH. D.F. DGO. HGO. M EX. MICH. MOR. OAX. PUE. S.LP.
TLAX. VER. ZAC.

ORIGEN Y EXTENSIÓN

Originario de la región andina de Sudamérica,

principalmente Perú, aunque se extiende de Ecuador a Chile y Bolivia. Vive en los Andes Peruanos a altitudes de hasta 3,650 m. Ampliamente distribuido en México, en Centroamérica y en el sur de California y oeste de Texas, en Estados Unidos.

ESTATUS

Introducida y naturalizada en el Valle de México y en la zona templada seca de la Altiplanicie. *Cultivada. Silvestre.*

HABITAT

Prospera a orilla de caminos, en zonas perturbadas con vegetación secundaria, en pedregales y lomeríos, terrenos agrícolas, pendientes (20 a 40 %). Clima entre sub tropical, cálido-templado, semi árido, templado seco y templado húmedo. No tiene exigencias en cuanto a suelo, pero prefiere suelos arenosos. Tolerancia texturas pesadas, suelos muy compactados y pedregosos. Suelos: toba andesítica, fluvisol eútrico arenoso, roca metamórfica, cambisol eútrico arcilloso, aluvión, arenoso seco.

IMPORTANCIA ECOLÓGICA

Especie Secundaria. Se le encuentra silvestre en zonas perturbadas creciendo en forma espontánea; a lo largo de los caminos, escapada del cultivo.

VEGETACION ZONA ECOLOGICA

Tipos de Vegetación:

Bosque de encino.

Bosque de pino.

Bosque de pino-encino.

Bosque espinoso.

Bosque mesófilo de montaña.

Bosque tropical caducifolio.

Matorral xerófito (matorral crassicaule). Pastizal perturbado con vegetación secundaria. Vegetación halófra.

Vegetación Asociada. *Eucalipto* sp., *Casuarina* sp., *Eysenhardtia polystachya*, *Salix humboldtiana*, *Prosopis juliflora*, *Tecoma stans*, *Pipersp.*, *Acacia* sp., *Caesalpinia* sp.

Zona Ecológica. Árida y semi árida. Templada húmeda. Templada subhúmeda. Tópico subhúmedo.

FENOLOGÍA

Follaje. Perennifolio.

Floración. Florece en primavera y verano. Fructificación. Los frutos aparecen en otoño y persisten en el invierno.

Polinización. *No disponible.*

ASPECTOS FISIOLÓGICOS

Adaptación. Especie de fácil adaptación. Competencia. Buena capacidad competitiva. Captura nutrientes, agua y luz eficientemente.

Crecimiento. Especie de rápido crecimiento cuando es joven, alcanzando 3 m de altura en un año; vive alrededor de 100 años.

Descomposición. Descomposición foliar lenta. Moderadamente lenta en madera y frutos. Establecimiento. Se establece fácilmente, tiene una alta sobrevivencia.

Interferencia. Presenta alelopatía, inhibe el crecimiento y/o desarrollo de las plantas vecinas. Produce felandreno, alcohol terpenoide carbacrol, los cuales se eliminan a través de las hojas y frutos.

Producción de hojas, flores, frutos, madera y/o semillas. Buena productora de abono verde (mantillo). La edad de la fructificación es temprana. Regeneración.

SEMILLA

Almacenamiento / Conservación. En seco la semilla se conserva bien por mucho tiempo, sin necesidad de tratamientos.

Dispersión. Zoócora. Las aves son las principales dispersoras, pájaros conocidos como "chinitos" (*Bombisima cedrorum*). Estos consumen los frutos y expulsan las semillas sin que pierdan su poder germinativo.

EXPERIENCIAS CON LA PLANTA

Plantación Comercial Productiva / Experimental. *No disponible.*

Reforestación. Se ha empleado mucho para plantaciones de sombra y ornamentales en el sur de Europa y sur de California. Esta especie se recomienda principalmente para zonas secas de montaña tropical (Etiopía, México, Chile).
Plantación urbana (Dgo)

CULTIVO

Aspectos del cultivo. Se aconseja practicar poda de formación en árboles jóvenes y poda sanitaria en adultos. Conviene cortar la corteza en primavera para promover su crecimiento. El riego es importante en las primeras etapas. No requiere fertilización. La siembra debe hacerse en sustratos permeables para que las sustancias inhibitorias de la germinación se lixivien.

Las semillas remojadas por varios días, se siembran en almácigos y luego se trasplantan a envases. Se planta a una distancia mínima de 8 m entre cada árbol, en lugares con suficiente espacio, lejos de construcciones e instalaciones subterráneas.

producción de vivero es aproximadamente de 17,000 plantas por kg de semilla Se siembran en hileras a 2 cm de distancia, empleando 120 g de semilla por m². Trasplantar con cepellón. El árbol tolera bien la poda.

PROPAGACION

Reproducción asexual. 1. Brotes o retoños (tocón). 2. Injerto. 3. Rizoma. 4. Estacas o esquejes

Reproducción sexual. 1. Semilla (plántulas). 2. Acodo aéreo. 3. Regeneración natural.

EFFECTO RESTAURADOR / SERVICIO AL AMBIENTE

Efecto(s) restaurador(es). 1. Conservación de suelo / Control de la erosión. Se trata de uno de los pocos árboles que prosperan en pedregales y lomeríos.

2. Mejora la fertilidad del suelo. Las hojas, ramas y frutos se caen abundantemente y al caer constituyen una buena materia orgánica que aumenta la fertilidad del suelo. 3. Recuperación de terrenos degradados.

Servicio(s). 1. Cerca viva en los agrohábitats. 2. Barrera rompevientos. 3.

Ornamental. Se planta a orilla de caminos, en calles, parques y jardines. Es una de las plantas de ornato más comunes de las áreas verdes del Valle de México, aunque sus flores y frutos resinosos ensucian bastante. 4. Sombra / Refugio. Actúa como sombra y refugio para la vida silvestre.

TOLERANCIAS

Demandante de. 1. Luz.

Resistente a. 1. Sequía. Es una planta muy resistente a la sequía. 2. Daño por termitas.

Tolerante a. 1. Inundación periódica o permanente.

2. Semisombra. No tolera el sombreado total. A la sombra crece bien en suelos someros, compactados y suelos alcalinos, así como en suelos de sustrato rocoso. 3. Suelos compactados y pedregosos (texturas pesadas). 4. Suelos pobres. 5. Suelos ácidos. 6. Suelos yesosos. 7. Suelos con metales pesados. 8. Suelos calizos. 9. Suelos alcalinos. 10. Rocío salino.

11. Contaminación ambiental. 12. Exposición constante al viento.

DESVENTAJAS

Daño por insectos (hojas). La escama *Ceroplastes* sp. (Homóptera) y las orugas de la palomilla *Rothschildia orizabae*, ocasionan defoliaciones, aunque su daño no es importante.

USOS

Aromatizante [toda la planta]. Todo el árbol desprende un intenso olor perfumado debido a la presencia de abundantes aceites esenciales y volátiles.

Base para chicle [exudado (resina)]. Su resina blanquecina es usada en América del Sur como goma de mascar, se dice que fortalece las encías y sana las úlceras de la boca.

Colorantes [hoja, tallo, corteza, raíz]. El cocimiento de hojas, ramas, corteza y raíz se emplea para el teñido amarillo pálido de tejidos de lana. Combustible [madera]. Leña y carbón. Comestible (fruta) [fruto]. Con los frutos se prepara una bebida refrescante. En México se elaboran bebidas mezclándolas con atole o fermentando con pulque. Condimento Especies [fruto]. Los frutos secos se

han empleado en algunos países para adulterar la pimienta negra por su sabor semejante. Aunque su uso es cada vez menor ya que afecta la salud. Cosmético Higiene [hoja]. De las hojas se extrae un aceite aromatizante que se usa en

enjuagues bucales y como dentífrico. Las semillas contienen aceites de los cuales se obtiene un fijador que se emplea en la elaboración de perfumes, lociones, talcos y desodorantes.

Curtiente [corteza]. Sirve para teñir pieles.

Forrajero [fruto]. Importante alimento para pájaros. Implementos de trabajo [madera]. Mangos de herramientas, estacas, enseres rurales y fustes de sillas de montar.

Industrializable [exudado (resina), ceniza]. La resina se podría utilizar en la fabricación de barnices. Su ceniza rica en potasa se le usa como blanqueador de ropa; así mismo, en la purificación del azúcar. Insecticida. Tóxica [fruto, hoja (aceite)]. El aceite esencial de las hojas y frutos ha mostrado ser un efectivo repelente de insectos, particularmente contra la mosca casera. El fruto puede contener 4 % de aceite esencial y las hojas 2 %.

Medicinal [hoja, flor, fruto, corteza, exudado (resina)]. Propiedades y acciones: analgésico, antibacterial, antidepresivo, antimicrobial, antifúngico, antiviral, antiespasmódico, astringente, balsámico, citotóxico, diurético, expectorante, hipotensivo,

purgativo, estomáquico, tónico, uterino, estimulante. El pirul es una especie de amplio uso en el centro y norte del país. Se recomienda para padecimientos digestivos (cólicos, bilis, dolor de estómago y estreñimiento) y se

emplea como purgante y diurético. Las hojas (en cocimiento o machacadas) se usan para lavados en casos de enfermedades venéreas (gonorrea), ojos irritados, conjuntivitis y cataratas. La infusión de la corteza disminuye las inflamaciones y favorece la cicatrización de las úlceras.

IV

EXPERIMENTACIÓN PRELIMINAR

Para desarrollar la parte experimental de el presente trabajo, se contemplaron las siguientes opciones con respecto al material que se emplearía en la destilación.

Eucalipto				
Hoja	Tal cual -	molida fresca +	seca (por espacio de 1 semana) ++	seca y molida +++
Fruto	Tal cual -	molido ++		
Pirúl				
Hoja	Tal cual -	molida fresca +	seca (por espacio de 1 semana) ++	seca y molida +++
Fruto	Tal cual+	molido +++		

Tabla 5 Diseño de experimento

Esta prueba nos dio los siguientes resultados:

METODOLOGIA DE CAMPO

1. RECURSOS MATERIALES

Hojas frescas de *Eucalyptus globulus* (Eucalipto) y *Schinus molle* (pirul)

2. METODOLOGIA

La metodología se realizó en dos etapas:

La recolección del material vegetal se realizó en el Campus Universitario y bosque de Chapultépéc, durante los meses de junio a octubre. Se utilizaron hojas y frutos.

METODOLOGIA DE LABORATORIO

Extracción del aceite esencial:

Se utilizaron hojas frescas y secas por espacio de una semana del vegetal, para obtener el aceite esencial.

Extracción por destilación con vapor de agua.

Pesar 100 gramos del material y agregar 500 ml. de agua destilada. Destilar 1 1/2 horas aproximadamente, hasta agotar el material vegetal y agregar mas agua destilada cuando sea necesario. Se utilizaron 200 ml. del solvente de extracción.

Equipo utilizado

El equipo empleado para hacer las pruebas preliminares fue un equipo de vidrio que se muestra a continuación:

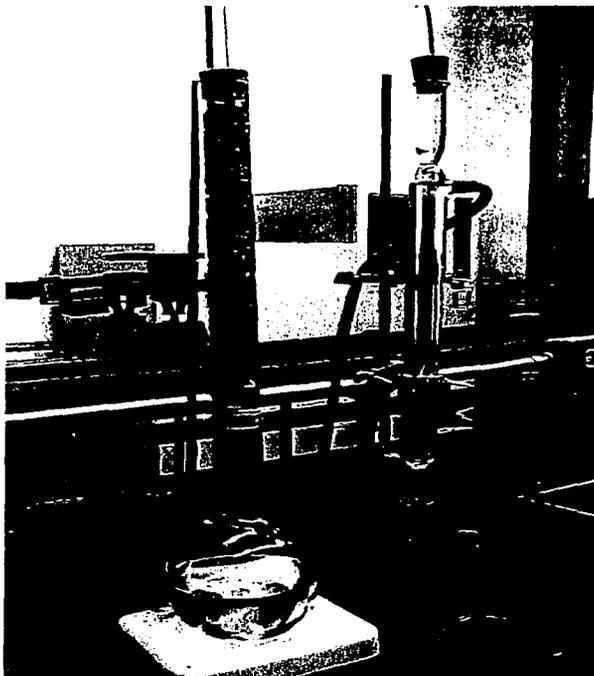


Figura 9. Equipo de pruebas para la obtención de aceites esenciales

- El equipo consta de una parrilla de calentamiento con agitación con un matraz de bola de 1 litro de capacidad, en el cuál se alimentará el solvente de extracción.



Figura 10. Matraz de bola de 1 litro

- Columna de 30 cm. De largo por 4 cm. De diámetro en donde se alimentará el material si se desea, o puede también ser alimentado en el mismo matraz anteriormente descrito.

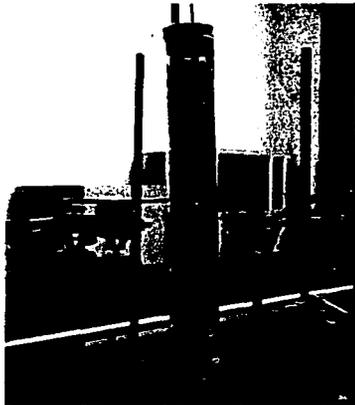


Figura 11. Columna de destilación

- Colector de vapores de 15 cm de longitud y termómetro, que tienen como función llevar el flujo de vapores hacia el condensador, así como el control de la temperatura a lo largo de la destilación.



Figura 12 Colector y termómetro.

- Condensador de vapores, el cuál tiene un arreglo recto, simplemente dos tubos en posición concéntrica, de 50 cm, por el tubo interno pasarán los vapores producto de la destilación, por el tubo externo el material refrigerante, para nuestro caso agua simplemente. Cabe mencionar que para hacer mas perceptible el proceso de recolección de aceite se prefirió este tipo de condensador, ya que en otro tipo de arreglo mas complicado, como es el de serpentín o el de esferas, se favorece el intercambio de calor, pero se observan pérdidas por adherencia del aceite en las paredes del condensador, por esta observación se decidió variar la posición de este implemento, manejando una posición vertical que nos dio un resultado mas satisfactorio comparado con la posición horizontal inclinada que tradicionalmente se emplea.

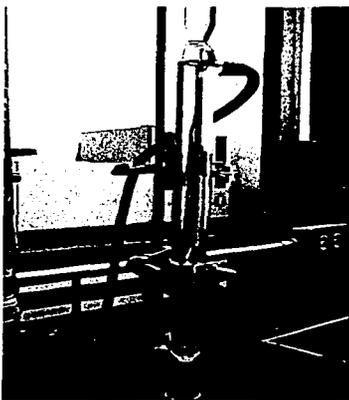


Figura 13 Condensador

- **Colector de aceite**, este implemento consta de un tubo graduado de 5 ml, donde podemos medir, el volumen de aceite destilado, un receptáculo, en forma de copa, donde irá cayendo gota a gota el condensado, un depósito de agua condensada, el cuál tiene una salida a un tubo en forma de bastón, al cual se le acerca una probeta para de esta manera cuantificar la cantidad de agua empleada en el proceso.



Figura 14 Colector de aceites esenciales

Para cada prueba se realizaron tres corridas sin variar la masa alimentada que fue de 100 g. Y el volumen de agua de 500 ml.

Resultados de la experimentación

Los resultados de la experimentación tanto de eucalipto como de pirul se presentan en forma de tablas y gráficos para cada prueba, las pruebas se realizaron por triplicado, para asegurar que sean reproducibles.

Nota: Los volúmenes están expresados en ml

Para Eucalipto

HOJA TAL CUAL						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
10	0.5	10	0.4	10	0.4	0.43
20	0.7	20	0.4	20	0.4	0.5
30	0.7	30	0.5	30	0.6	0.6
40	0.9	40	0.7	40	0.7	0.76
50	0.9	50	0.7	50	0.7	0.76
60	1.1	60	0.8	60	0.9	0.93
70	1.1	70	0.8	70	0.9	0.93
80	1.1	80	0.9	80	1.1	1.03
90	1.1	90	0.9	90	1.1	1.03
100	1.1	100	0.9	100	1.1	1.03

Tabla 6

HOJA FRESCA MOLIDA						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
10	0.3	10	0.4	10	0.3	0.33
20	0.3	20	0.4	20	0.4	0.36
30	0.5	30	0.5	30	0.4	0.46
40	0.6	40	0.6	40	0.5	0.56
50	0.7	50	0.6	50	0.6	0.63
60	0.7	60	0.7	60	0.7	0.7
70	0.9	70	0.9	70	0.8	0.86
80	1	80	1.1	80	1.1	1.06
90	1	90	1.1	90	1.1	1.06
100	1	100	1.1	100	1.1	1.06

Tabla 7

HOJA SECA ENTERA						
corrida 1		Corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
10	0.5	10	0.4	10	0.4	0.43
20	0.5	20	0.6	20	0.6	0.56
30	0.6	30	0.6	30	0.7	0.63
40	0.7	40	0.7	40	0.8	0.73
50	0.8	50	0.7	50	0.9	0.8
60	1	60	0.8	60	1	0.93
70	1	70	1	70	1.2	1.06
80	1	80	1.2	80	1.2	1.13
90	1	90	1.2	90	1.2	1.13
100	1	100	1.2	100	1.2	1.13

Tabla 8

HOJA SECA MOLIDA						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
10	0.4	10	0.3	10	0.4	0.36
20	0.5	20	0.5	20	0.4	0.46
30	0.6	30	0.5	30	0.6	0.56
40	0.6	40	0.7	40	0.7	0.66
50	0.8	50	0.8	50	0.9	0.83
60	0.9	60	0.9	60	1	0.93
70	1	70	1	70	1.2	1.06
80	1.4	80	1.2	80	1.3	1.3
90	1.4	90	1.4	90	1.4	1.4
100	1.4	100	1.4	100	1.4	1.4

Tabla 9

FRUTO ENTERO						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
10	0.2	10	0.3	10	0.2	0.23
20	0.4	20	0.3	20	0.3	0.33
30	0.4	30	0.4	30	0.4	0.4
40	0.4	40	0.5	40	0.5	0.46
50	0.5	50	0.5	50	0.5	0.5
60	0.6	60	0.7	60	0.6	0.63
70	0.7	70	0.8	70	0.7	0.73
80	0.9	80	0.8	80	0.8	0.83
90	0.9	90	0.8	90	0.8	0.83
100	0.9	100	0.8	100	0.8	0.83

Tabla 10

FRUTO MOLIDO						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
10	0.2	10	0.3	10	0.2	0.23
20	0.3	20	0.4	20	0.3	0.33
30	0.4	30	0.4	30	0.4	0.4
40	0.6	40	0.6	40	0.4	0.53
50	0.7	50	0.7	50	0.5	0.63
60	0.9	60	0.9	60	0.7	0.83
70	1	70	1.1	70	0.8	0.96
80	1.2	80	1.2	80	0.9	1.1
90	1.2	90	1.2	90	1.1	1.16
100	1.2	100	1.2	100	1.1	1.16

Tabla 11

Para pirul

HOJA TAL CUAL						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
20	0.15	20	0.1	20	0.2	0.15
40	0.25	40	0.3	40	0.3	0.28
60	0.4	60	0.3	60	0.3	0.33
80	0.45	80	0.5	80	0.4	0.45
100	0.5	100	0.5	100	0.6	0.53
120	0.6	120	0.6	120	0.8	0.66
140	0.8	140	0.9	140	1	0.9
160	1	160	1.2	160	1.2	1.13
180	1	180	1.2	180	1.2	1.13
200	1	200	1.2	200	1.2	1.13

Tabla 12

HOJA FRESCA MOLIDA						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
20	0.7	20	0.5	20	0.6	0.6
40	0.9	40	0.6	40	0.8	0.76
60	1	60	0.7	60	1	0.9
80	1	80	0.9	80	1	0.96
100	1.1	100	1	100	1	1.03
120	1.3	120	1	120	1.3	1.2
140	1.4	140	1	140	1.4	1.26
160	1.5	160	1.3	160	1.4	1.4
180	1.5	180	1.3	180	1.4	1.4
200	1.5	200	1.3	200	1.4	1.4

Tabla 13

HOJA SECA ENTERA						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
20	0.2	20	0.3	20	0.2	0.23
40	0.3	40	0.3	40	0.3	0.3
60	0.45	60	0.3	60	0.5	0.41
80	0.45	80	0.6	80	0.5	0.51
100	0.5	100	0.6	100	0.6	0.56
120	0.8	120	0.9	120	0.8	0.83
140	1	140	0.9	140	0.8	0.9
160	1.2	160	1.1	160	1	1.1
180	1.2	180	1.2	180	1.2	1.2
200	1.2	200	1.2	200	1.2	1.2

Tabla 14

HOJA SECA MOLIDA						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
20	0.7	20	0.8	20	0.8	0.76
40	1	40	1	40	1.1	1.03
60	1.2	60	1.1	60	1.1	1.13
80	1.2	80	1.1	80	1.1	1.13
100	1.4	100	1.3	100	1.3	1.33
120	1.5	120	1.5	120	1.5	1.5
140	1.7	140	1.8	140	1.8	1.76
160	1.7	160	1.8	160	1.8	1.76
180	1.7	180	1.8	180	1.8	1.76
200	1.7	200	1.8	200	1.8	1.76

Tabla 15

FRUTO FRESCO TAL CUAL						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	
20	1.3	20	1.2	20	1.3	1.26
40	1.6	40	1.3	40	1.8	1.56
60	1.6	60	1.8	60	2.4	1.93
80	2	80	2.4	80	2.6	2.33
100	2	100	2.6	100	2.8	2.46
120	2.2	120	2.6	120	2.8	2.53
140	2.4	140	2.8	140	2.8	2.66
160	2.6	160	2.8	160	2.8	2.73
180	2.6	180	2.8	180	2.8	2.73
200	2.6	200	2.8	200	2.8	2.73

Tabla 16

FRUTO SECO MOLIDO						
corrida 1		corrida 2		corrida 3		vol aceite promedio
Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua	Vol aceite	Vol agua
20	1.8	20	2	20	2.2	2
40	2	40	2.6	40	2.4	2.33
60	2.4	60	2.8	60	2.6	2.6
80	2.6	80	3.2	80	2.6	2.8
100	3	100	3.2	100	2.9	3.03
120	3.4	120	3.6	120	4.4	3.8
140	3.8	140	3.8	140	3.8	3.8
160	4	160	4	160	4	4
180	4	180	4	180	4	4
200	4	200	4	200	4	4

Tabla 17

HOJA DE EUCALIPTO TAL CUAL

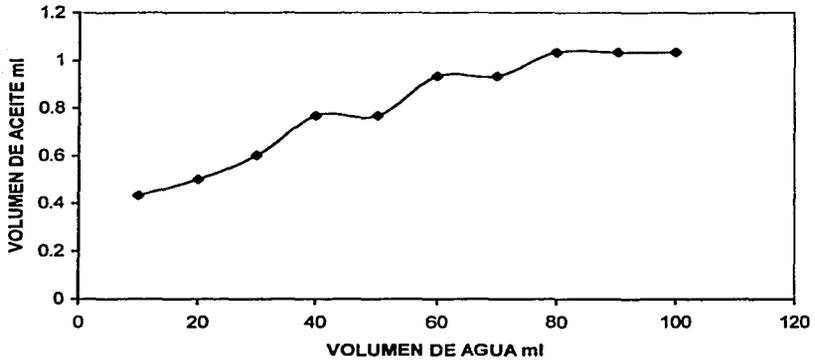


Figura 15

HOJA DE EUCALIPTO FRESCA MOLIDA

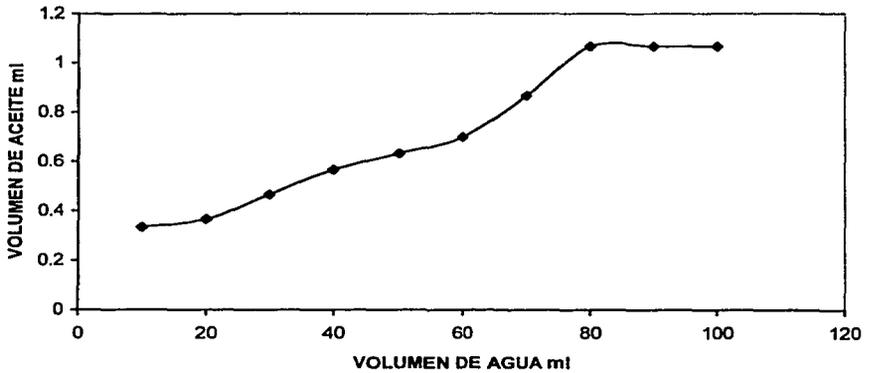


Figura 16

HOJA DE EUCALIPTO SECA Y ENTERA

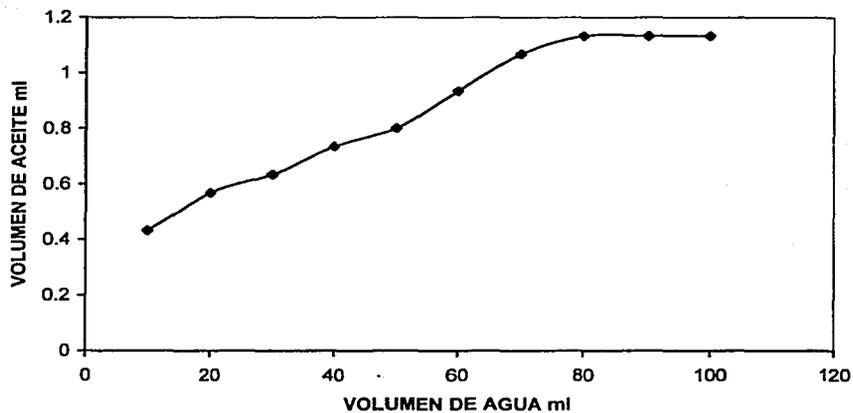


Figura 17

HOJA DE EUCALIPTO SECA Y MOLIDA

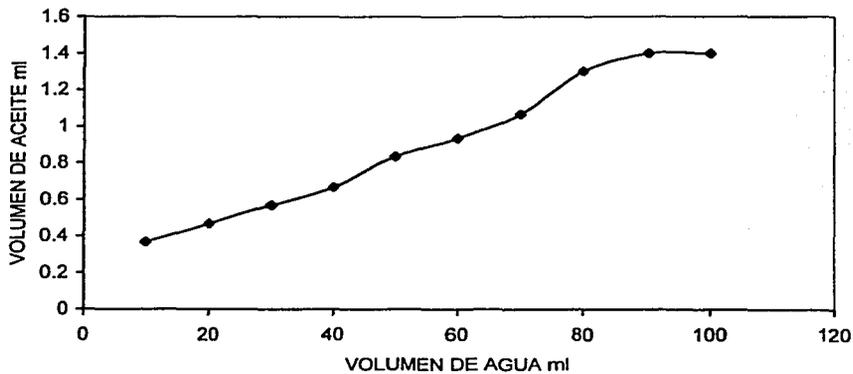


Figura 18

FRUTO DE EUCALIPTO TAL CUAL

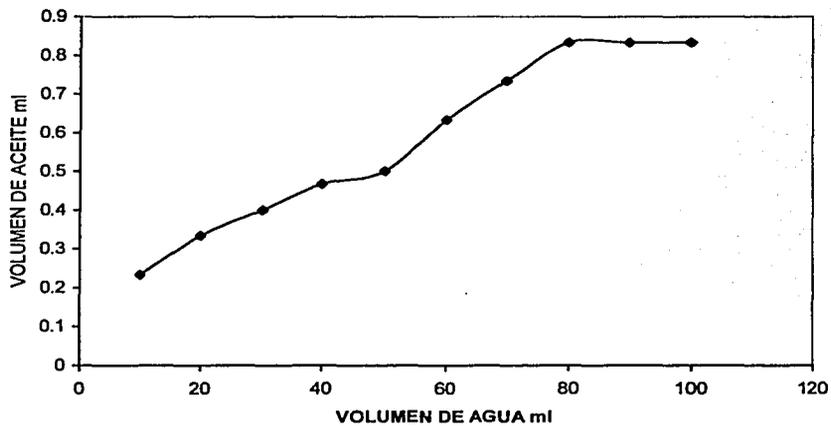


Figura 19

FRUTO DE EUCALIPTO MOLIDO

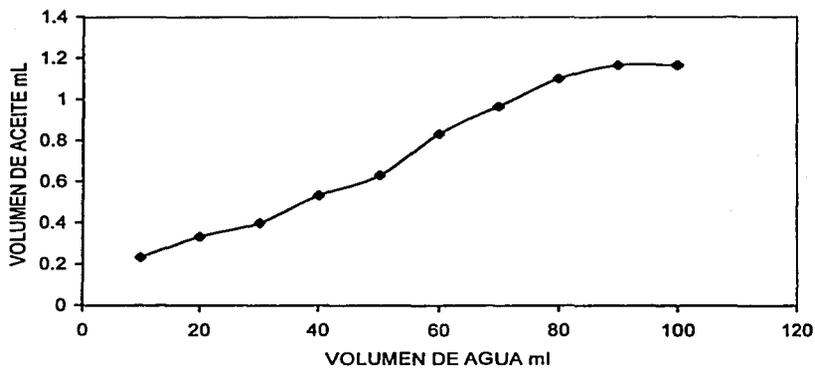


Figura 20

HOJA DE PIRUL TAL CUAL

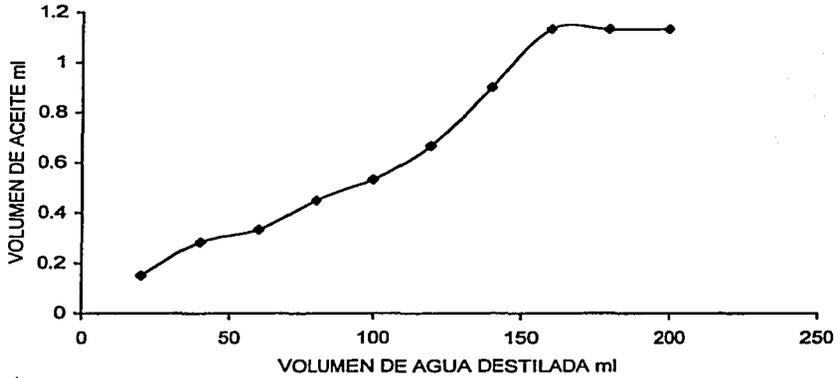


Figura 21

HOJA DE PIRUL FRESCA Y MOLIDA

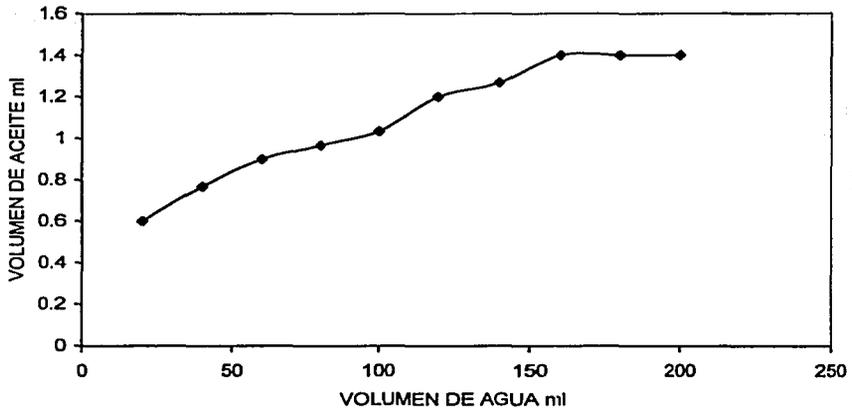


Figura 22

HOJA DE PIRUL SECA ENTERA

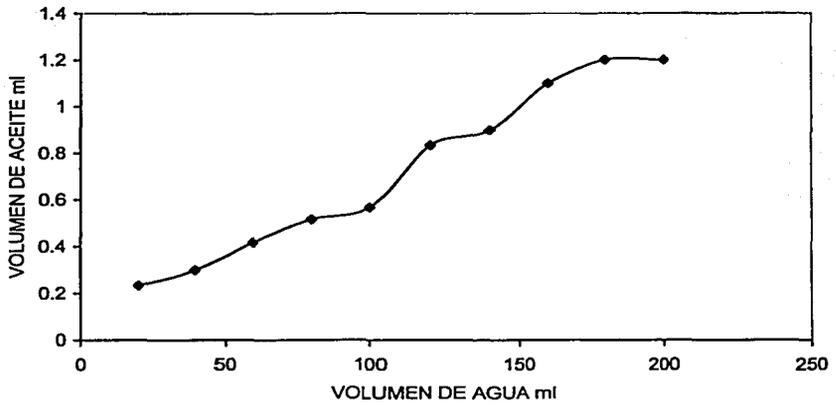


Figura 23

HOJA DE PIRUL SECA Y MOLIDA

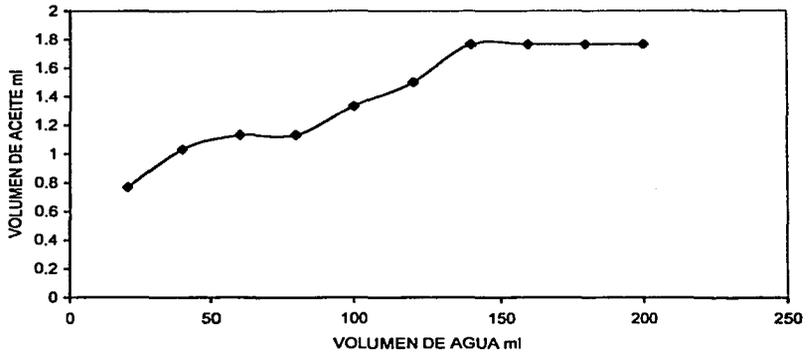


Figura 24

FRUTO DE EUCALIPTO TAL CUAL

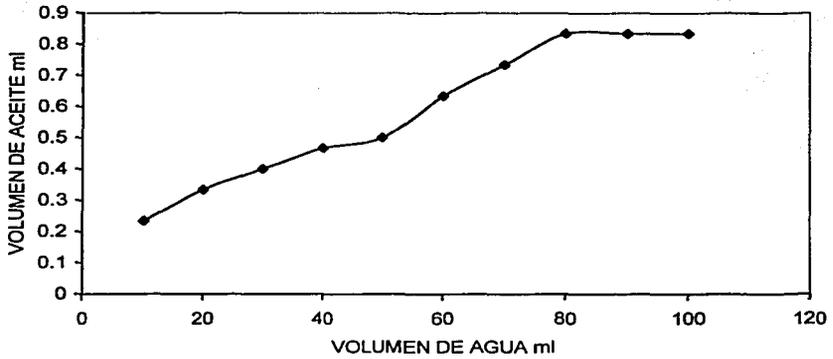


Figura 25

FRUTO DE PIRUL MOLIDO

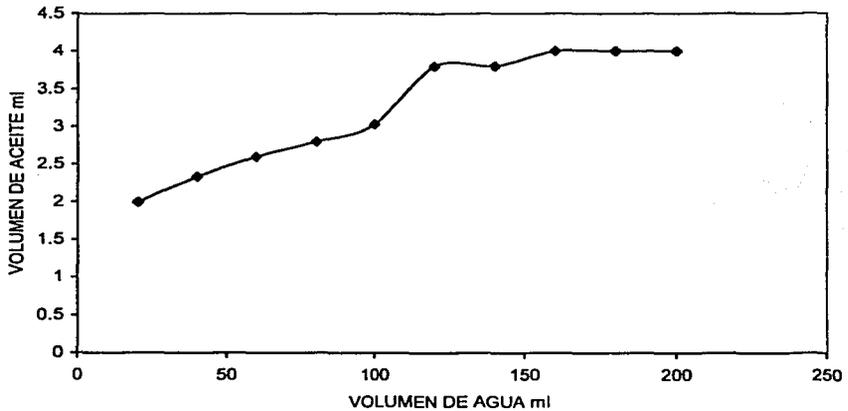


Figura 26

Experimentación alimentando el material al matraz en lugar de la columna.

Se observó que para cuestiones prácticas, va a ser un tanto complicado alimentar las columnas de los respectivos equipos en los que se puede hacer la práctica. Por lo cual se desarrolló la experimentación alimentando el matraz, que serían las condiciones mas apegadas a el trabajo práctico que se realizaría en la práctica.

Se decidió trabajar bajo las condiciones en que obtuvimos un rendimiento mayor, para que la valoración sea enfocada estrictamente a apreciar como afecta el experimento alimentando el material en la columna como en el matraz, obteniéndose los siguientes resultados:

PARA EUCALIPTO		PARA EL PIRUL	
VOL DE AGUA ml	VOLUMEN DE ACEITE ml	VOL DE AGUA ml	VOL DE ACEITE ml
20	0.3	20	1.8
40	0.3	40	2.5
60	0.55	60	2.6
80	0.65	80	3
100	0.8	100	3.4
120	0.9	120	3.6
140	0.9	140	3.8
160	1.2	160	3.8
180	1.2	180	3.8
200	1.2	200	3.8

Tabla 18

HOJA DE EUCALIPTO SECA Y MOLIDA

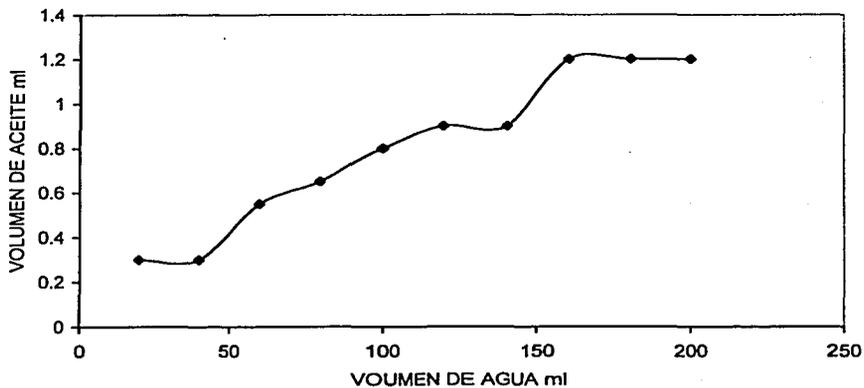


Figura 27

FRUTO DE PIRUL MOLIDO

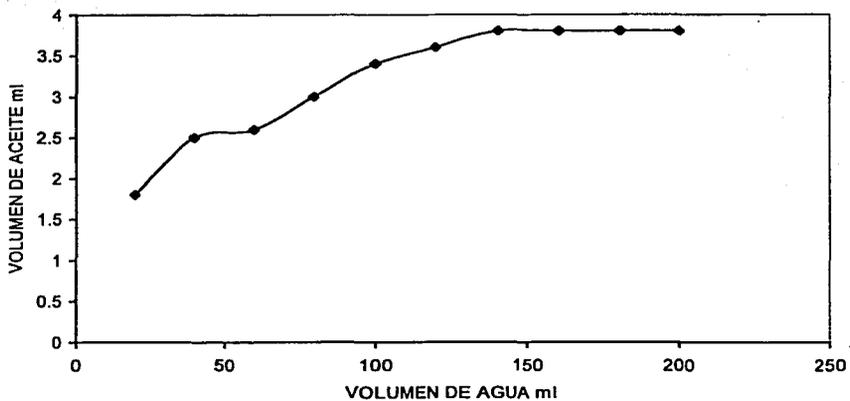


Figura 28

V

DESCRIPCIÓN A DETALLE DE LOS EQUIPOS EN LOS QUE ES POSIBLE DESARROLLAR LA PRÁCTICA

El laboratorio de Ingeniería Química de la facultad cuenta con dos equipos en los que se puede efectuar la destilación por arrastre con vapor, el que describimos a continuación, tiene la ventaja de poder alimentar "cargas" de material más abundantes, esta construido de cobre en su mayor parte, y abarca un espacio de 2.25m de largo por 1 m de ancho y por 3.60 m de altura, es decir que ocupa un volumen de 91 m³.

La marca de este equipo es: M F D By Brighton Koper Works, Inc.

Cincinnati, Ohio.

Coppersmiths & Engineers.

To the chemical Industry.

No de serie: 559 (para el calderín)

No de serie: 560 (para el destilador)

No de serie: 561 (para el condensador)

Contiene válvulas de ½ in, 3/8 in, y 1 in, en un total de 30 distribuidores a través de todo el equipo, así como dos termómetros, uno de ellos de la marca MÉTRICA con una escala de 0 a 150 y el otro de marca IMPERIAL con una escala de 10 a 150, dos manómetros de la marca MESTRON con escalas de 0 a 7 Kg/cm² y de 0 a 100 Lb/in² y el segundo con escalas de 0 a 1 Kg /cm² y de 0 a 14.2 lb/in², dos tubos indicadores de vidrio sin escalas.

Existe varias comunicaciones directas del equipo con el extractor, y algunas de ellas hacia el desagüe como son la tubería que comunica la parte inferior del calderín con el desagüe, la línea de vapor con el equipo, la línea principal y el desagüe y la línea que transporta el agua de enfriamiento que pasa a través del condensador y sale directamente hacia el desagüe.

Hay algunas otras comunicaciones directas hacia el exterior, diferentes a estas, como son la tubería del condensador a través de la cual pasa la sustancia volátil arrastrada por el vapor junto con este último en fase vapor al entrar al condensador y en fase líquida al salir de este mediante la cual se transporta hacia una válvula que controla la salida de esta mezcla para tomar muestra y determinar las cantidades de sustancia volátil y de agua.

En la base del destilador se tiene una válvula que controla la salida del líquido que fue arrastrado por el vapor libre de este último, el cuál pasa por una tubería conectada en el domo de este.

En la parte media del destilador se encuentra una comunicación hacia el exterior mediante un tubo que forma un ángulo de 90 grados en cuyo extremo superior termina en forma de un embudo.

DESCRIPCIÓN DEL CALDERÍN

El calderín es un recipiente que tiene una altura de 95 cm de los cuales 79 cm corresponden a la altura de el calderín sin su compuerta y 16 cm corresponden a la altura de esta última .

El espesor del calderín es de 4 cm y los diámetros externos e internos que corresponden a su parte superior son de 38 cm y 30 cm respectivamente.

Como este recipiente no tiene una forma geométrica regular, tenemos que mencionar varios diámetros que se consideran importantes para poder describirlo mejor. En este caso se mencionarán los diámetros mayor, medio y menor, todos ellos exteriores.

El diámetro mayor corresponde a la parte media superior del recipiente con 29.92 cm, el diámetro medio corresponde a la parte media inferior del recipiente con 26.10 cm y el diámetro menor localizado en la parte inferior del recipiente con 20.69 cm.

El calderín se encuentra colocado a una distancia de 75 cm, arriba del piso, tiene un marcador de nivel de vidrio sin escala en cuyos extremos contiene dos válvulas de ½ in, así como una válvula de 3/8 in colocada en la tubería que conecta la parte inferior del calderín con la trampa de vapor y finalmente llega al desagüe y dos válvulas mas de 3/8 in. Colocadas en la tubería que conecta la parte inferior del calderín con la trampa de vapor y finalmente llega al desagüe y dos válvulas mas de 3/8 in colocadas en la tubería que transporta el vapor de agua hacia el calderín en su parte media.

En la base del destilador y en esta tubería tenemos dos válvulas mas de ½ in, colocadas cada una cerca de la base del calderín y el destilador respectivamente. La compuerta del calderín colocada en la parte superior a este se fija mediante mariposas, ya demás esta provista de una asa para levantarla manualmente, un manómetro marca METRON con escalas de 0 a 7 Kg /cm² y de 0 a 100 Lb/in² y un termómetro de la marca métrica con escala de 0 a 150 c.

DESCRIPCIÓN DEL CAMBIADOR DE CALOR

Es muy simple en su constitución pues únicamente son dos tubos concéntricos a través de los cuales pasan los fluidos que intervienen en este intercambio de calor.

A través del tubo exterior fluye el agua de enfriamiento que provienen del sistema de agua general y por el tubo inferior fluye el vapor que sale del calderín el cual es condensado aquí y sale en fase líquida pasando por un tubo mirilla y por la tubería que conduce el condensado hacia el exterior.

En la parte superior del condensador se puede apreciar el tubo que viene siendo el tubo interior a este, así como también se puede apreciar que este tubo tiene la forma de una T conteniendo dos válvulas de 1 in de diámetro de cada lado de la T.

En las partes laterales podemos observar el tubo que conduce el agua de enfriamiento que sale por la parte superior del condensador haciendo un ángulo de 90 grados y descendiendo al desagüe.

La longitud del condensador es de 76 cm y el diámetro exterior es de 8 cm.

DESCRIPCIÓN DEL DESTILADOR

Este tiene una longitud de 1.63m y esta colocado sobre una base de 72 cm de altura y debido a su forma podemos observar dos diámetros diferentes, uno de 15.27 cm, localizado en la parte superior del destilador así como en los dos cambiadores de calor que se localizan en la parte inferior y los cuales están separados con un tubo de diámetro de 10.5 cm.

El destilador esta equipado con un termómetro marca IMPERIAL con escala de 10 a 150 C, un medidor de nivel de vidrio sin escala en cuyos extremos lleva dos válvulas de $\frac{1}{2}$ in, y 12 válvulas mas de $\frac{1}{2}$ in que se encuentran colocadas en diferentes partes a su alrededor, una trampa de vapor y una válvula de 1 in, que comunica la base del destilador con el extremo.

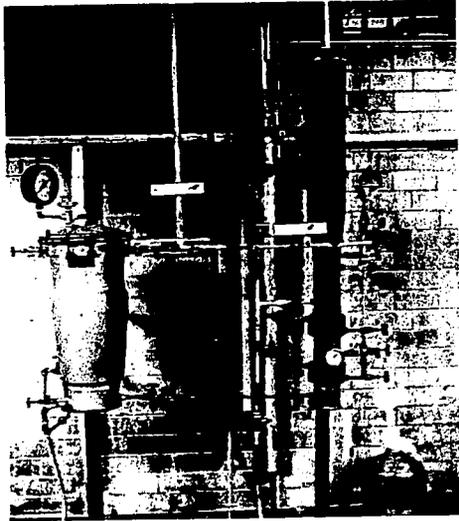


Figura 35 Equipo M F D



Figura 36-37 Reactor y columna

Equipo Pignat

Otro equipo que podemos utilizar es el de extracción sólido líquido marca Pignat, de manufactura Francesa, es un equipo piloto para fines de investigación, que cuenta con las unidades demostrativas, aparatos de medición, para estudiar la evaporación, la concentración, la filtración, la destilación, la absorción y otros importantes procesos usados en la industria química.

Los equipos piloto hacen posible la observación directa del proceso por que las partes de mayor interés están realizadas en vidrio boro-silicato y se pueden suministrar con un sistema de adquisición de datos y software si es necesario.

Descripción general

- 1 Reactor de acero inoxidable cilíndrico, capacidad 10 litros .
2. Calentamiento por doble camisa y circulación de un fluido térmico con sonda de temperatura, válvula de seguridad y proyector.
3. Agitación a velocidad variable, eje hélice tres – palas.
4. Manutención del reactor por sistema de subida y bajada
5. Columna sin empaque de acero inoxidable, DN50 Calorífugo
6. Columna empacada de vidrio, DN50
7. Empaque por anillos Rashing 10 X 10
8. Calorífugo
9. Cabeza de reflujo con sonda de temperatura en cabeza de columna
10. Condensador de acero inoxidable a haz tubular
11. Refrigerante de vidrio a serpentín, para los condensados
12. Frasco de vidrio para el retorno del disolvente hacia el reactor
13. Recibidores para los condensados procediendo de la evaporación capacidad de 2 litros
14. Extractor a lecho fijo doble camisa, capacidad 5 litros detectores de nivel alto y bajo
15. Recibidor para el disolvente, capacidad 10 litros
16. Bomba centrífuga de circulación del disolvente
17. Regulación de vacío válvula de regulación, vacuómetro, transmisor de presión y válvula de rompe vacío general
18. Abastecimiento de agua de reenfriamiento monorreductor agua baja presión con indicador de la presión por manómetro válvula y medidor de caudal.

Descripción de las válvulas

- V1 Válvula de vaciado total del reactor en fondo de cuva
- V2 Válvula de aislamiento de la columna DN 50 de acero Inoxidable
- V3 Válvula de aislamiento de la columna DN 50 de Vidrio

V4 Válvula tres-vías para la selección del destilado hacia los recipientes, o hacia el extractor

V5 Válvula tres-vías para la selección del disolvente hacia el extractor o hacia los recipientes

V6 Válvula tres-vías para la selección de los recipientes

V7, V8 Válvula de puesta bajo vacío del recipiente

V9, V10 Válvula rompe-vacío del recipiente

V11 Válvula tres-vías de selección de la fase extracto hacia el recipiente del disolvente o hacia el reactor

V12 Válvula de toma de muestra sobre la fase extracto

V13 Válvula de puesta bajo vacío del recipiente del disolvente para la subida del líquido

V14 Válvula de rompe-vacío general de la unidad

V15 Válvula de vaciado del recipiente del disolvente

V16, V17 Válvula de vaciado de los recipientes del destilado

V18 Válvula de abastecimiento en fluido térmico del reactor

V19 Válvula de abastecimiento del extractor en fluido térmico

V20 Válvula de vaciado del circuito de calentamiento

V21 Válvula de reglaje del caudal de agua de resfriamiento

V22 Válvula de toma de muestra para el destilado

V23 Válvula de bi-pass al nivel de la bomba de abastecimiento del disolvente

V24 Válvula de reglaje del caudal de disolvente para el abastecimiento del extractor

V25 Válvula de vaciado del frasco al retorno de la columna de destilación

Descripción de los transmisores

T1 Sonda de temperatura PT1 00 Ω del reactor

T2 Sonda de temperatura PT100 Ω de la cabeza de reflujo

L1 Transmisor de nivel alto y bajo para el control del vaciado del extractar

Descripción del armario de control

Interruptor general y foco luminoso

Puesta bajo tensión del equipo y foco luminoso

Paro de urgencia

Marcha / Paro agitación y focos luminosos del estado de funcionamiento o defecto

Marcha / Paro bomba y focos luminosos del estado de funcionamiento o defecto

Control manual de vaciado y foco luminoso

Dos indicadores de temperatura

Regulador de la presión de vacío.

Dos minuterías y un seleccionador para el reglaje del coeficiente de reflujo.

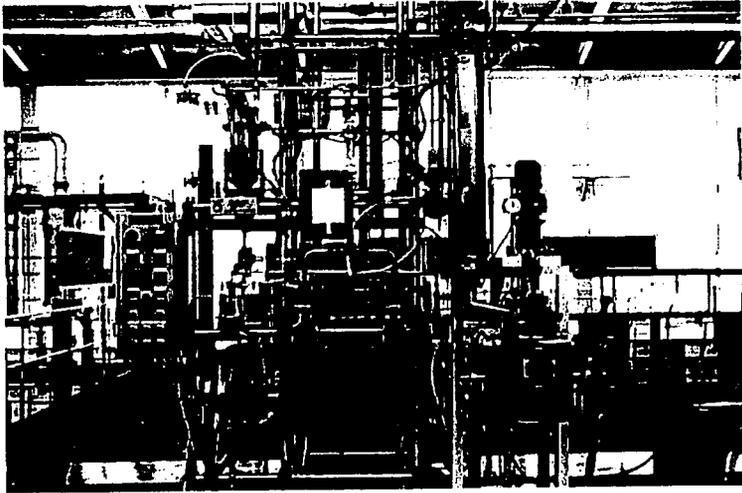


Figura 38 Equipo de extracción sólido líquido "Pignat"

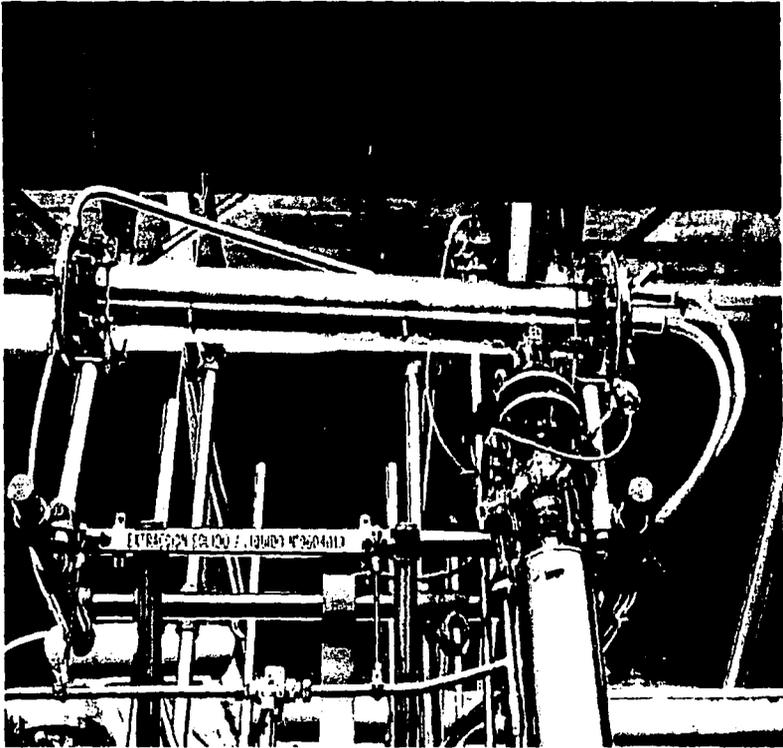


Figura 39 Condensador del pignat

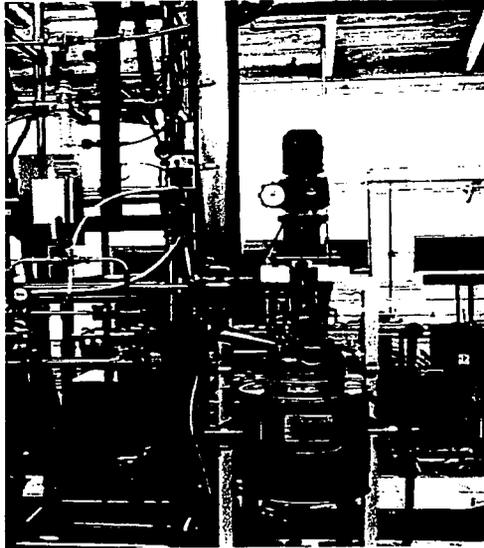


Figura 40 Reactor y columna de destilación

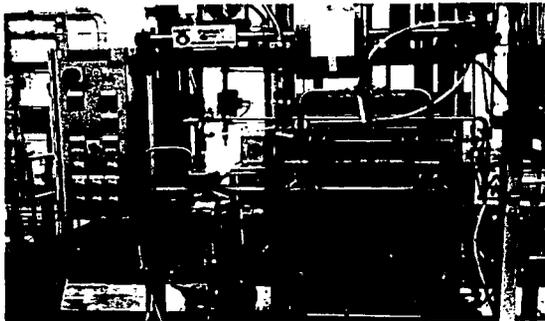


Figura 41 Receptores de aceite

Precauciones

Este manual operatorio permite de describir la Utilización de las diferentes funciones de la unidad de Extracción sólido líquido

Sin embargo, según la operación de Extracción sólido líquido considerada, tendrá que ser adaptado.

Esta unidad es concebida para el estudio de la extracción de constituyentes de origen vegetal por disolventes acuosos.

Verificación de la Unidad-Piloto de Extracción Sólido Líquido

Gracias al esquema de la unidad, notar los diferentes elementos, las tuberías del proceso y las de los servicios requeridos.

Cerrar las válvulas de purga V1, V12, V15, V16, V17, V20 y V22

Verificar la abertura de las válvulas de puesta al aire V9, V10 y V14

Verificación de la conexión a los servicios

Verificación eléctrica

Poner bajo tensión el armario de control mediante el interruptor general el foco luminoso se enciende

Poner bajo tensión la unidad por el pulsador "Marcha general" el foco luminoso se enciende

los indicadores de temperatura indican la temperatura ambiente en °C el regulador de la presión Indica la presión atmosférica en Bar

Verificar el sentido de rotación de la bomba .

Poner en funcionamiento la bomba y verificar que el sentido de rotación del ventilador sea correcto con relación al sentido de la flecha indicada sobre la bomba.

Conexiones a los fluidos

Abrir las válvulas de conexión a los servicios agua de resfriamiento

Vacio

Aire comprimido

situadas río arriba de la unidad a! nivel de las distribuciones de los servicios

Verificar el desagüe directo de las tuberías de evacuación del agua de resfriamiento

Abrir la válvula de abastecimiento en agua de reenfriamiento V21 y verificar que el flotador en el rotámetro Indique un caudal

Verificar el abastecimiento en aire comprimido el manómetro sobre el monorreductor de aire debe indicar una presión de 2 bar

Verificar el abastecimiento;1 vacío de la unidad abrir la válvula V14 para controlar la aspiración de una hoja de papel en salida de esta válvula

Verificación general

Verificar que los recipientes estén vacíos y limpios.

Verificar el estado de limpieza del extractor y asegurarse que la cesta no contenga sólido (ver Cargamento del extractor)

Verificar el estado de limpieza del reactor ver "Vaciado del reactor"

Cargamento del extractor: capacidad 2 litros de sólidos

Este cargamento es realizado desde la pasarela -Destornillar el clamp

-Quitar la tapa de PTFE.

-Destornillar la Inyección de líquido de PTFE -Sacar la cesta.

-Cargar la cesta con el sólido deseado

-Colocar de nuevo la cesta llena con un cuidado especial para 1'10 dejarla caer brutalmente al fondo del extractor.

-Atornillar de nuevo la inyección de sólido

-Colocar otra vez la tapa y el collar clamp

Cargamento del recibidor del disolvente: capacidad 10 litros

Verificar el abastecimiento en vacío de la unidad -Verificar que la válvula de fondo de cuva V15 sea cerrada

-Colocar el tubo de PTFE de la subida de líquido en el frasco conteniendo el disolvente

Abrir lentamente la válvula V13 de manera a poner bajo vacío el recibidor el disolvente es aspirado en la tubería de la subida de líquido

Tan pronto como el volumen de disolvente es alcanzado, hay que cerrar la válvula V13

Quitar el tubo de PTFE de aspiración de la subida de líquido del frasco, para poner el recibidor bajo presión atmosférica.

Vaciado del reactor

Mezcla poco cargada en sólido:

-Poner un cubo de capacidad a lo menos igual a 10 litros debajo de la válvula de vaciado V1 del reactor

-Abrir la válvula V1

La agitación puede estar en funcionamiento para facilitar el vaciado

Mezcla cargada en sólido :

Referirse al párrafo " Colocación del reactor"

ETAPA DE CARGAMENTO Y VACIADO

Colocación del reactor

El reactor es soportado por un sistema de subida y bajada permitiendo el vaciado de productos sólidos

-Preparar un cubo de capacidad de 10 litros que pueda contener las partículas sólidas.

Destornillar el clamp que mantiene la tapa del reactor, cuidando la Junta de PTFE

-Hacer bajar el reactor lentamente gracias a la rueda del sistema de subida y

bajada para dejar completamente libres el móvil de agitación y la sonda de temperatura

-Quitar la Clavija de seguridad sobre la moleta y destornillar esta moleta para permitir la rotación del reactor.

Vaciar el reactor en el cubo preparado

-Colocar de nuevo el reactor en su posición horizontal

-Enjuagar el reactor si necesario y vaciar el disolvente por la válvula V1 -Atornillar de nuevo la moleta y colocar de nuevo la clavija

Colocar otra vez la junta de PTFE en su sitio.

-Subir el reactor hasta que la junta se pueda poner entre las dos Juntas de la tapa y del reactor

-Tener cuidado con la sonda de temperatura.

-Apretar el collar clamp (apretamiento manual)

Cargamento del reactor: capacidad máxima 10 litros

Asegurarse que la válvula de vaciado V1 sea cerrada

Abrir el "pozo de hombre" desapretando el collar clamp y cuidando la junta de

PTFE

Llenar el reactor con el sólido y el disolvente, tomando cuidado de medir el volumen total antes del cargamento.

-Colocar de nuevo la junta de PTFE en su sitio y apretar el collar clamp (apretamiento manual)

ETAPA DE CALENTAMIENTO

Precauciones para los Operadores

La etapa de calentamiento no puede ser considerada SI el reactor o el extractor no tienen cargamento

Referirse al párrafo "Etapa de cargamento"

Verificación del grupo de calor

La documentación detallada del grupo de calor y del fluido térmico es suministrada en el dossier técnico de la unidad

Verificar la conexión eléctrica del grupo

Verificar la conexión en agua de resfriamiento,

Verificar la conexión del circuito de calentamiento hacia la unidad de extracción

sólido líquido, según el esquema general,

Verificar el nivel de fluido térmico por el orificio de cargamento (abrir la parte superior del grupo de calor)

Precauciones para el Utilizador

La consigna impuesta sobre el grupo de calor depende de las condiciones de utilización en el reactor y en el extractor

Para el reactor :

De una manera general, la temperatura de consigna del grupo de calor no debe sobrepasar de más de 20°C la temperatura del proceso

Según la presión, la temperatura de consigna no debe sobrepasar la temperatura de ebullición del disolvente de más de 20°C para las etapas de concentración del disolvente por evaporación

Para el extractor :

La temperatura de consigna sobre el grupo de calor debe siempre estar inferior de 10°C con relación a la temperatura de ebullición del disolvente en las condiciones de presión del proceso,

Calentamiento del reactor

Abrir el abastecimiento en agua del condensador, ajustando un caudal superior a 150 l/h por la válvula V21

Abrir la válvula V2 o la válvula V3 de manera a equilibrar la presión en el piloto entero

Abrir la válvula V18 y verificar la cerradura de la válvula V19

Poner el grupo de calor bajo tensión.

Ajustar una consigna de calentamiento sobre el regulador del grupo de calor
Verificar la temperatura en el reactor por la sonda T1

Abrir la válvula V19 y verificar la cerradura de la válvula V18
Poner el grupo de calor bajo tensión.

Ajustar una consigna de calentamiento sobre el regulador del grupo de calor según

la temperatura del proceso.

Vaciado del grupo de calor

Asegurarse que el grupo de calor no esté bajo tensión.

Colocar una capacidad debajo de la válvula de vaciado del grupo de calor y abrir la válvula V20

EXTRACCION SÓLIDO-LIQUIDO POR EL PROCESO EN SUSPENSIÓN

Comienzo del proceso

Abastecer el reactor con las dos fases sólido y líquido

(Ver el párrafo. Cargamento del reactor)

Poner la agitación sobre el armario de control bajo tensión y ajustar la velocidad de rotación por el variador de velocidad (volante al nivel del motor de agitación)

NB las indicaciones mencionadas sobre el volante son puramente cualitativas

No representan la velocidad de rotación real.

Es posible de calibrar estas indicaciones utilizando un taquímetro

Abastecer el condensador con un caudal de agua de 150 l/h-1 al mínimo, por la válvula V21.

Abrir las válvulas V2 y V3.

Imponer un coeficiente de reflujo infinito en cabeza de columna .Ver el parágrafo "Destilación"

Calentar el reactor ver el parágrafo "Etapa de calentamiento" Controlar la temperatura sobre el indicador T1

Toma de muestras sobre la fase extracto

La toma de muestras puede ser realizada directamente al interior del medio reaccional

Parar la agitación sobre el armario de control.

Abrir el orificio de cargamento y tomar mediante una pipeta, un volumen de la fase líquido

Cerrar el orificio de cargamento

Poner la agitación bajo tensión.

Paro del proceso

Parar la circulación del fluido térmico sobre el grupo de calor Mantener la agitación para permitir el resfriamiento del medio reaccional

Cuando la temperatura del medio T1 es inferior a 30°C, vaciar el reactor

al parágrafo "Vaciado del reactor"

EXTRACCION SOLIDO-LIQUIDO POR PRECOLACIÓN

Comienzo del proceso

Abastecer el extractor con el sólido

Abastecer el receptor disolvente con el líquido

Poner en circulación el fluido térmico ver el parágrafo "Calentamiento del extractor"

Abastecimiento con recirculación del disolvente :

-Abrir la válvula V5 en la posición abastecimiento del. extractor.

-Abrir la válvula V11 en la posición abastecimiento del recipiente del disolvente -
Abrir la válvula de bi-pass de la bomba V23

Abrir de % de vuelta la válvula de reglaje V22 del caudal.

-Poner la bomba bajo tensión sobre el armario de control.

-Ajustar el caudal de disolvente por la válvula V22.

El ciclo de abastecimiento del extractor en fase líquido es continuo.

Abastecimiento sin recirculación del disolvente

-Abrir la válvula V5 en la posición abastecimiento del extractor.

-Abrir de % de vuelta la válvula de reglaje V22 del caudal.
Poner la bomba bajo tensión sobre el armario de control -
Ajustar el caudal de disolvente por la válvula V22.

El ciclo de abastecimiento del extractor en fase líquido es continuo.

Abastecimiento con recirculación del disolvente -Abrir la válvula V5

en la posición abastecimiento del extractor.

-Abrir la válvula V11 en la posición abastecimiento hacia el reactor

(verificando la apertura de la válvula V1 y el estado de limpieza del reactor)

-Abrir la válvula de bi-pass de la bomba V23

-Abrir de % de vuelta la válvula de reglaje V22 del caudal. -
Poner la bomba bajo tensión sobre el armario de control -
Ajustar el caudal de disolvente por la válvula V22.

-Verificar el nivel de disolvente en el recipiente, de manera a no hacer

funcionar la bomba sin líquido

Control del nivel en el extractor

El nivel del disolvente en el extractor es controlado por los dos contactores de nivel LI .

El contacto alto acciona, la abertura de la válvula VE El contacto bajo acciona el cierre de la válvula VE 1

Toma de muestras de la fase líquido

Durante una fase de vaciado de la fase extracto

Abrir la válvula V12.

Durante una fase de relleno del extractor

Abrir la válvula V12 y accionar sobre el armario de control la abertura de la válvula VE1

Paro del proceso

Parar la bomba sobre el armario de control

Vaciar el extractor forzando la abertura de la válvula VE1 sobre el armario de

Quitar el sólido del extractor : ver el parágrafo "Vaciado del extractor"

ETAPA DE LIMPIEZA DE LA PLANTA

La planta se limpia con una solución "disolvente" pura

Limpieza del reactor y de las columnas de evaporación

Abastecer el reactor CO,¹ un volumen de solución disolvente por el "pozo de hombre"

Visualizar el nivel mediante el proyector

Calentar el reactor (referirse al parágrafo Calentamiento)

Hacer evaporar el volumen de disolvente para limpiar el condensador y los recipientes del destilado ver el parágrafo "Concentración del disolvente"

Al fin de la evaporación, vaciar los recipientes y el reactor

Limpieza del extractor

Asegurarse que la cesta del extractor sea vacía ver el párrafo :**"Cargamento del extractor"**

Llenar el recipiente del disolvente con una solución disolvente pura.

Abastecer el extractor con el disolvente eligiendo el reciclaje de la fase disolvente ver el párrafo **"Proceso de extracción por percolación"**

Vaciar el recipiente de disolvente y el extractor en fin de práctica

PARO DE LA UNIDAD

cerrar las diferentes válvulas de aislamiento a las utilidades

" agua de enfriamiento

aire comprimido

vacío

vapor

Cerrar el abastecimiento general sobre el armario de control por el interruptor general

Abrir las válvulas de vaciado V1 V12 V15, V16 V17 V22 V25 y proceder igualmente con las válvulas de puesta al aire V1, V9, V10

ALMACENAMIENTO DE LOS PRODUCTOS QUÍMICOS

Los disolventes y otros productos químicos utilizados durante la práctica deben ser almacenados en un sitio bien aireado

Todas las soluciones para la limpieza deben ser almacenadas en cubas apropiadas y transferidas para ser destruidas.

ALMACENAMIENTO DE LA UNIDAD

Entre cada práctica

La unidad es almacenada según las condiciones definidas en el párrafo "Paro de la unidad"

Almacenamiento prolongado: varias semanas

Vaciar el agua contenida en el condensador desconectando el flexible de conexión debajo de la válvula V21

MANTENIMIENTO PERIÓDICO DE LA UNIDAD

La unidad debe ser almacenada en las condiciones definidas al parágrafo "Almacenamiento de la unidad"

Sin embargo, ciertos puntos de control a realizar periódicamente

A cada empuje

Realizar los puntos de verificación descritos en el capítulo "Puesta en marcha de la unidad"

Anualmente

Verificar la calibración de los indicadores de temperatura y de presión (ver las noticias de los fabricantes en el Informe Técnico).

Verificar la válvula de regulación de vacío (ver la noticia de mantenimiento del fabricante)

Verificar la bomba (ver la noticia de mantenimiento del fabricante)

Verificar el estado de las juntas de PTFE sobre el reactor y sobre el orificio de cargamento

Limpiar si es necesario el rotámetro Con una solución ácida poco concentrada

Resultados obtenidos en el equipo Pignat y en el M F D By Brighton Koper Works, Inc

Para efectuar esta experimentación se extrapoló la cantidad de material empleado y por ende la cantidad de vapor que se utilizaría en la destilación, tomando en cuenta que al equipo Pignat se le pueden alimentar cargas de 3kg como máximo, para obtener una cantidad de aceite ilustrativa al fin que perseguimos, que es proponer una práctica de destilación por arrastre con vapor.

A continuación se da una breve explicación del efecto del vapor sobre las materias vegetales.

Los componentes olorosos se hallan situados en glándulas odoríferas existentes dentro o fuera de las células vegetales, el mecanismo de extracción es muy

similar en ambos casos. El calor y vapor de agua sobre todo estando húmedo este, hincha las paredes celulares y facilitan el paso de los aceites esenciales al exterior, por ósmosis, influyendo favorablemente la cantidad de agua presente por ser soluble en ella a esta temperatura. Por el contrario la humedad del vapor es perjudicial para gran número de aceites esenciales por su acción hidrolítica sobre los esterres que generalmente constituyen la parte más noble de la esencia.

Otra acción del vapor en este proceso es la técnica, interesando que la temperatura se mantenga lo más baja posible. Si el arrastre se hace con agua hirviente, la temperatura de tratamiento dependerá de la presión atmosférica del momento, pero si interviene vapor dependerá solamente de la presión a la que este trabajando

Tipos de codestilación acuosa:

Se realiza, fundamentalmente, de tres formas; distintas, a) con agua hirviente b) con vapor seco y c) con una mezcla de los dos. Sus nombres vulgares son a) destilación con agua, b) con vapor y c) con agua y vapor, las cuales pueden realizarse también a presión superior o inferiores a la atmosférica

a) Destilación con agua. El material a tratar se sumerge en agua que se hace hervir calentando a fuego directo o mediante vapor que llegue a una camisa o serpentín cerrado. En este método es máxima la acción química del agua sobre el material (hidrólisis y oxidaciones) y por ello se utiliza cuando la esencia a obtener procede de glucósidos inodoros. También resulta útil si el material tiende a apelmazarse mucho (flores pequeñas)

El material habrá de estar muy dividido y cubierto totalmente de agua siendo lo mejor hacer que ocupe unos 10-15 cm de altura y agregar luego agua hasta que sobrepase el material unos 5 cm.

Suele trabajarse a la presión atmosférica debiéndose tener mucho cuidado para que el material no se queme y el agua se agote.

La velocidad de destilación es baja, debiéndose poner el agua ya caliente para evitar retrasos de tiempo y aumento de la hidrólisis.

La calidad del producto obtenido depende mucho del cuidado seguido de la operación, especialmente si se usa fuego directo. El agua destilada debe condensarse en algunos casos.

b) Destilación con vapor. Se hace pasar vapor seco a través del material vegetal colocado en columnas o cestones, el vapor tiende a recalentarse en virtud de la resistencia opuesta a su paso por el material (aumenta la presión de vapor, aumenta su temperatura), el mayor inconveniente del método se basa en que cuando están secas las membranas celulares no son muy permeables y el aceite esencial no puede salir al exterior .

Solo presenta inconvenientes en este sistema los polvos, por su tendencia al apelmazamiento; va muy bien para semillas, maderas y raíces, cuyos componentes de alto punto de ebullición se arrastran así fácilmente.

Una de sus mayores ventajas es que puede trabajar bajo las condiciones deseadas de presión y de temperatura. El rendimiento puede ser bueno, especialmente si el material ha sufrido previamente una trituración apropiada y la calidad obtenida es francamente buena.

Los vapores son enriquecidos con constituyentes o ingredientes muy fijos del aceite ya que la presión del aceite esencial incrementa más rápido que la presión de vapor del agua cuando aumenta la temperatura. Esto repercute en la duración de la destilación de una cantidad de materia prima, en el cual el tiempo disminuye. De cualquier modo, como la destilación es efectuada bajo presión, la temperatura de la solución es mayor, y conforme a lo susodicho siempre se logra un resultado próximo en el resultado en el costo de la calidad del producto, desde efectos de polimerización o degradación térmica, que son notificadas cerca de los 100 °C. Además distorsiones ocurrirán en la composición del destilado tales como un relativo enriquecimiento con sesquiterpenos que son compuestos indeseables.

c) Destilación con agua y vapor. No se alcanzan por este sistema grandes temperaturas; corresponde a la destilación con vapor de baja presión y produce muy pocas descomposiciones. Se basa en colocar el material a destilar sobre un falso fondo que lo aísla del agua, haciendo hervir esta con fuego directo, vapor en camisa o serpentín, de esta forma el agua desprende vapores siempre "saturados", y en cambio, la hidrólisis es mínima por no encontrarse el material en contacto con los vapores, más tiempo que el justamente necesario.

El material ha de tener tamaño uniforme pero no habrá de molerse demasiado, dando buen resultado la granulación. Trabaja cerca de los 100 °C, cuando lo hace bajo una atmósfera de presión y el rendimiento en aceite esencial es bueno a no ser que ocurra apelmazamientos. Es posible que refluyan al fondo las disoluciones de producto soluble en agua que, en contacto con la paredes calientes, se vayan quemando.

Por cargarse normalmente el material a baja temperatura se produce condensación sobre el con mucha frecuencia, y esta humedad aglomera al material provocando una cierta dificultad; se lucha contra ello intercalando discos perforados.

Tabla 19 Hojas de resultados de la experimentación en los respectivos equipos

Hidrodestilación en Pignat

En el Pignat corrida 1			En el Pignat corrida 2		
Vol. de agua ml	Vol de aceite ml	7 lt	Vol. de agua ml	Vol de aceite ml	7 lt
300	30	3 kg	300	30	3 kg
400	40		400	40	
620	60		620	50	
950	70		950	60	
1100	80		1100	70	
1150	80		1150	80	
1200	80		1200	80	
1300	90		1300	80	
1400	90		1400	90	
1500	90		1500	90	
1600	100		1600	90	
1700	100		1700	100	
1800	100		1800	100	
1920	100		1920	100	
2000	100		2000	100	
2100	100		2100	110	
2200	100		2200	110	
2300	100		2300	110	
2400	100		2400	120	
21500	100		21500	120	
2600	100		2600	120	
2700	100		2700	120	
2800	100		2800	120	
2900	100		2900	120	
3000	100		3000	120	

Destilando con canastilla			Destilando con soporte		
En el Pignat corrida 1			En el Pignat corrida 2		
Vol. de agua ml	Vol de aceite ml	4 lt	Vol. de agua ml	Vol de aceite ml	4 lt
300	10	2 kg	300	30	
400	20		400	40	
500	20		500	50	
1000	20		1000	50	
1100	20		1100	60	
1150	20		1150	60	
1200	30		1200	60	
1300	30		1300	70	
1400	30		1400	70	
1500	40		1500	70	
1600	40		1600	70	
1700	40		1700	80	
1800	50		1800	80	
1920	50		1920	80	
2000	50		2000	80	
2100	60		2100	80	
2200	60		2200	80	
2300	70		2300	80	
2400	70		2400	80	
2500	80		2500	80	
2600	80		2600	80	
2700	80		2700	80	
2800	80		2800	80	
2900	80		2900	80	
3000	80		3000	80	

Tabla 20.

Volumen de agua vs volumen de aceite (hidrodestilación) Pignat

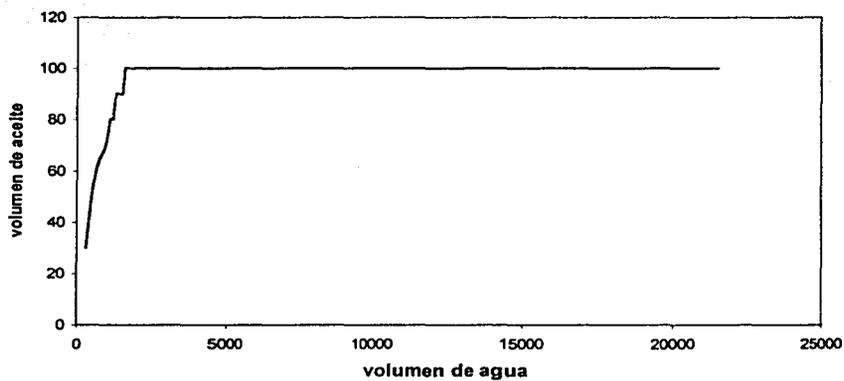


Figura 29

Volde agua vs Volumen de aceite corrida 2 (hidrodestilación) Pignat

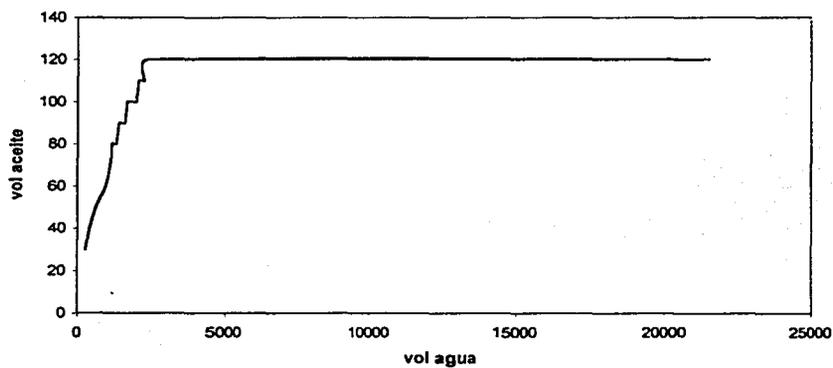


Figura 30

Destilación con canastilla Equipo Pignat

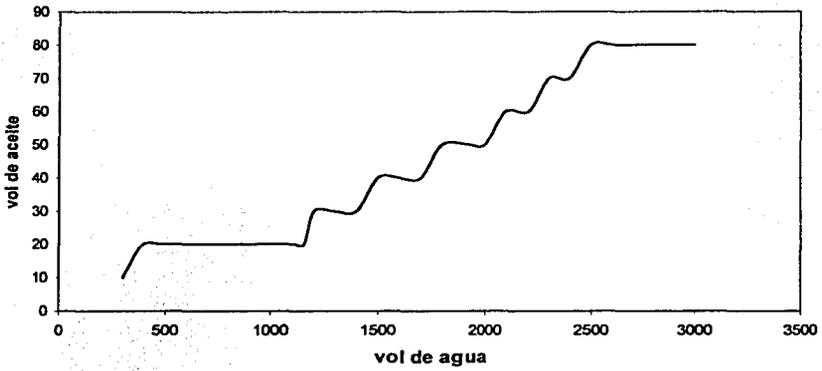


Figura 31

Destilación con soporte Pignat

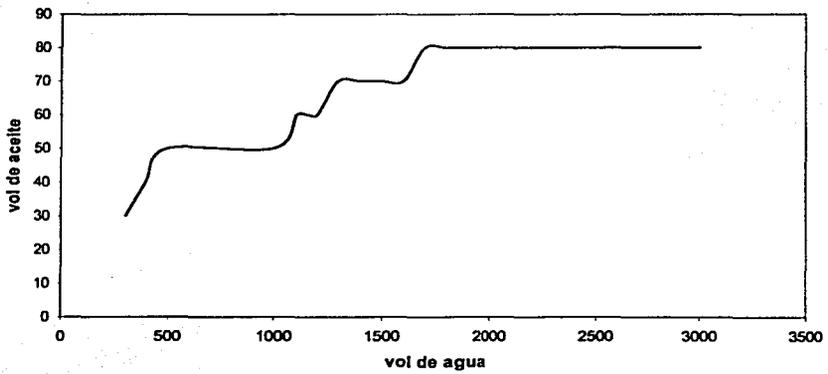


Figura 32

Tabla 21

M F D By Brighton Koper Works, Inc			M F D By Brighton Koper Works, Inc		
Vol. de agua ml	Vol de aceite ml	6 Kg	Vol. de agua ml	Vol de aceite ml	6 Kg
400	30	7 lit	400	20	7 lit
800	40		800	40	
1200	50		1200	60	
1600	60		1600	60	
2000	80		2000	80	
2400	80		2400	80	
2800	80		2800	100	
3200	100		3200	110	
3600	120		3600	120	
4000	140		4000	130	
4400	160		4400	150	
4800	160		4800	150	
5200	160		5200	150	
5600	160		5600	150	
6000	160		6000	150	

Destilación en el equipo M F D

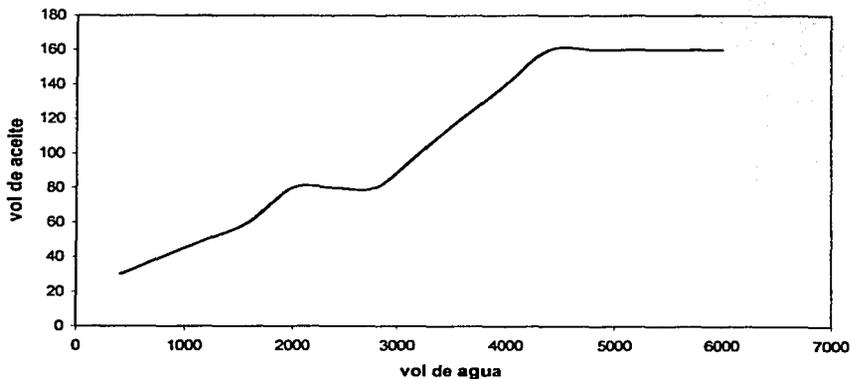


Figura 33

Corrida 2 Destilando en M F D

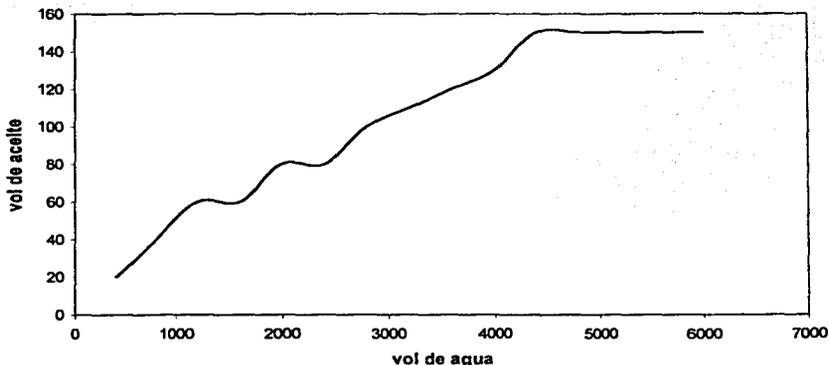


Figura 34

Al realizar la experimentación anterior se concluyó lo siguiente:

- Es mas útil para la práctica que se desea proponer trabajar con la semilla de pirul molida, ya que al experimentar con el eucalipto, no obtenemos cantidades de aceite significativas, lo que puede resultar en desánimo de los que realicen dicha práctica, por lo que se optó por proponer al eucalipto como material alternativo. Debemos mencionar también que es infructuoso para el caso del eucalipto destilar mas de los 100 ml de agua que es lo que se tomó como base en la experimentación realizada, ya que este proceso se llevó a cabo por espacio de 2 horas sin observar mayor acumulación de aceite.

Esto pudiera deberse a que el ciclo reproductivo de aceite en la planta sea variable, estudio que requeriría mayor detalle y queda fuera de lo que contempla el presente trabajo.

En este aspecto, el pirul muestra un mayor contenido de aceite, tiene una menor variabilidad a lo largo del año, y aún no estando en su época reproductiva (con semillas), con la hoja se tienen resultados a simple vista apreciables.

- Se observaron mayores rendimientos al moler el material, esto se debe a que moliendo el material "rompemos" los folículos que almacenan al aceite en el vegetal, la desventaja de usar así el material vegetal es el hecho de que al limpiar el equipo de destilación al concluir la experimentación y la inversión de tiempo al preparar el material, pero observando los rendimientos obtenidos, bien vale la pena esta inversión de tiempo. En lo referente a la molienda, nos dimos cuenta, que para trabajar dicho material, con los molinos disponibles en el laboratorio, es mas conveniente hacerlo en su forma seca, así daremos más fluidez a la operación y evitaremos saturar los equipos, ya que con el material fresco, se forma una "masa" nociva para los equipos de molienda, ya que forza los motores de los molinos debido a la consistencia pegajosa del material en estas condiciones.
- Fue menor el tiempo invertido en la destilación con el material seco, esto se debe a que destilando un material húmedo se debe alcanzar primero un equilibrio térmico entre el solvente de extracción (agua) y el agua que se encuentra en el material fresco. El aceite se encuentra ahí, la diferencia es que vamos a requerir mayor tiempo y energía que con un material oreado, al cual al ser sometido a la corriente de vapor "empujaremos" mas prontamente. En lo referente a la molienda, nos dimos cuenta, que para trabajar dicho material.
- El hecho de alimentar el material en la columna o mezclado con el agua en el matraz no manifiesta un cambio relevante en el rendimiento, por lo cuál no debe haber mayor cambio al hacerlo de esta manera en los equipos de mayor escala con que cuenta el laboratorio.

Separación del aceite esencial de la fase acuosa

Colocar el destilado en un embudo de separación y dejar reposar 15 minutos hasta la formación de dos capas. El aceite se deposita en la capa acuosa. Colectar el aceite y agregar aproximadamente 0.1 de sulfato de sodio anhidro para eliminar trazas de agua. Dejar 24 horas. Decantar el aceite esencial y almacenar en frascos bien cerrados y protegidos de la luz.

Control de calidad del Aceite Obtenido.

Características organolépticas

- a. Color: observación directa del aceite esencial
- b. Olor: percibir el olor del producto
- c. Sabor: directamente con el sentido del gusto
- d. Consistencia: a simple vista y al tacto.

Densidad

Seleccionar un picotero seco y limpio que previamente ha sido calibrado por determinación su peso y el peso en contenido de agua, hervida recientemente, en el a 25°C.

Ajustar la temperatura de la sustancia cerca de 20°C y llenar el picnómetro lleno a 25°C, remover cualquier exceso de la sustancia y pesar. Sustraer el peso de la tara del picnómetro del peso del picotero lleno.

La gravedad específica de la sustancia es el cociente obtenido por la división del peso de la sustancia contenida en el picotero, entre el peso del contenido de agua, ambos determinados a 25°C .

Cálculos:

Para Pirul

Densidad teórica: 0.905-0.925 g/ml a 25° C

La densidad experimental promedio fue de:

- a. 0.9141 g/ml
- b. 0.9176 g/ml
- c. 0.9160 g/ml

X = 0.9159 g/ml a 25°C

RESULTADOS

RESULTADOS DEL RENDIMIENTO DEL ACEITE ESENCIAL.

CUADRO N° 1

Peso del vegetal utilizado	Peso del aceite obtenido
100 g	3.6 g

CUADRO N° 2

RESULTADOS DE CARACTERISTICAS ORGANOLEPTICAS DEL ACEITE DE Schinus molle.

Color	Amarillo claro
Olor	Aromático, penetrante
Sabor	Picante, amargo, refrescante
Consistencia	Oleosa

CUADRO N° 3

RESULTADOS DE CONSTANTES FISICAS

Densidad	0.9159 g/ml a 25°C
----------	--------------------

INTERPRETACION DE RESULTADOS

Las propiedades organolepticas que presento el aceite esencial de Pirul obtenido experimentalmente, fueron similares a los que describen en la bibliografía. El olor aromático característico y la sensación refrescante, indican la presencia de sustancias volátiles; el sabor picante y amargo se debe al contenido de principios activos con propiedades medicinales.

El valor de la constante física evaluada, (densidad), se encuentra dentro del rango de los valores teóricos, esto nos indica que el aceite obtenido cumple con lo establecido en cuanto a pureza.

Conclusiones de la fase de experimentación

- En general, la operación de hidrodestilación, requiere relativamente un largo tiempo, en particular por las siguientes razones:
- La difusión o desorción del aceite esencial, desde las células secretoras hacia el medio acuoso, no es un fenómeno rápido.
- La separación del aceite esencial desde el agua después de que entra, basándose en el principio de decantación continua en el recipiente llamado florentino, usualmente el empleo del decantador requiere flujo lento a moderado para alcanzar el equilibrio.

- Las pérdidas de la fracción más volátil en el sistema de condensación, podrá ser reducido lo más posible, cuando se pueda realizar la destilación a una velocidad reducida.
- Si el calor suministrado dentro del alambique es también mayor, un sobrecalentamiento puede ocurrir, induciendo al fenómeno de la polimerización, degradación o arrastre de partículas sólidas.
- El aceite esencial experimenta por varias horas la acción química del calor y el agua. Esta acción es mayor en el caso de aromas donde es más difícil de extraer como en el caso de semillas y partes leñosas de plantas. Esta acción es menor en los pétalos y hojas delgadas.
- Con este proceso solo es posible recobrar una fracción liposoluble del aceite esencial, en donde, las sustancias hidrosolubles de el aceite esencial son pérdidas o reprocessadas en el caso de un destilador con reflujo.
- Los ciclos de operación son largos. Para minimizar en particular el tiempo usado para cargar y descargar, se construyo un gran calentador para el destilador. Ahora se conoce que cuando se incrementa el tamaño del calentador, el radio de esta superficie tendrá que ser calentada entre la superficie del recipiente y la carcaza o chaqueta, donde este es un volumen útil, llegando a ser más y más desfavorable, cuanto mas grande es el equipo.
- La trituración o molienda es fundamental en las maderas, semillas y ciertas raíces, carecen de importancia la trituración en el caso de las flores, hojas, plantas enteras y frutos pocos secos, esto disminuye el tiempo en la destilación.
- El modelo matemático que se ajusta mas apegadamente a los conjuntos de datos que obtuvimos es:

$$y = b X^m \quad \text{o} \quad \ln y = \ln b + m \ln X$$

Se llegó a este modelo general usando como herramienta la regresión hallando una intercepción (b) y una pendiente (m) que corresponde al ajuste de mínimos cuadrados de ese modelo.

- Con este modelo se cuenta con una herramienta útil en el proceso, de tal manera que apoyándonos en esta ecuación y conociendo el rendimiento aproximado del material con que trabajaremos, podremos conocer de forma aproximada:
 1. El volumen de agua que será necesario para llevar a cabo la práctica
 2. El punto óptimo donde detener la destilación para así no consumir más energía de la debida.
 3. Podrán planearse las condiciones de operación como flujo de agua de enfriamiento, diferencia de temperaturas (para el caso del Pignat) entre la fuente de calor y la temperatura del reactor, ya que mientras mayor sea la diferencia de temperatura, el proceso será mas rápido.

4. El tiempo de proceso en función de las variables descritas en el punto anterior.
5. El modelo obtenido mediante la experimentación es de tipo lineal al igual que el obtenido mediante el balance general que describe el proceso

VI

PRACTICAS PROPUESTAS

Este Capítulo tiene como objetivo proponer el formato de las prácticas para la obtención de aceites esenciales a partir de la destilación por arrastre con vapor.

Nos basaremos como primera opción en el formato tradicional y como segunda opción se propondrá un problema que tenga que ver en sí con el proceso apoyándonos en la experimentación para proponer soluciones al problema citado.

Propuesta de práctica en formato tradicional

"Obtención de aceites esenciales a partir de la destilación por arrastre con vapor."

1. Objetivos.

Establecer la metodología de operación del equipo Pignat.

Identificar las variables que rigen el proceso de destilación por arrastre con vapor y proponer los parámetros más favorables para llevar a cabo el proceso.

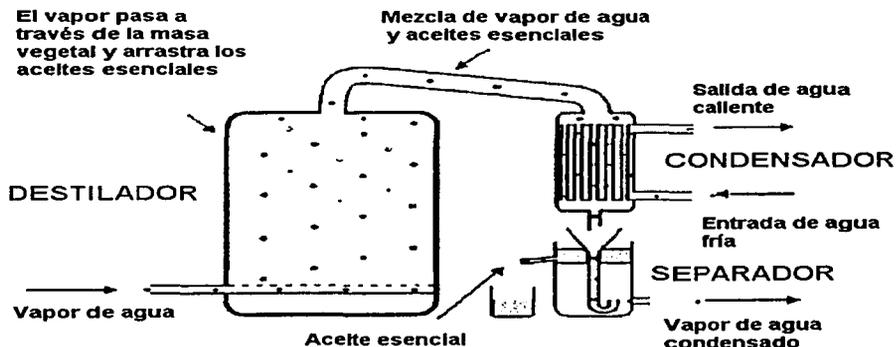
2. Introducción

La operación unitaria de destilación es una de las más empleadas en la industria química, petroquímica, alimentaria, farmacéutica y perfumera, para la separación de los componentes que forman mezclas líquidas miscibles. La destilación es una operación unitaria de transferencia de masa, tal como la absorción o la cristalización.

De acuerdo con el diccionario (Valiente, 1990) la destilación es la operación cuyo fin es la separación de dos o más líquidos miscibles mediante la ebullición. Los vapores obtenidos se recuperan como producto deseable y se condensan. Los vapores condensados son más ricos en el líquido o líquidos más volátiles, mientras que los fondos, o líquidos remanentes, son más ricos en las sustancias menos volátiles. Esta operación recibe también los nombres de *alambicación*, *refinación*, *agotamiento*, *fraccionamiento* y *rectificación*.

Los destiladores o alambiques constan de las siguientes partes: una fuente de calor que genera vapor, un recipiente para alojar la hierba, un colector del aceite esencial separado y un refrigerante para los vapores.

Esquema de destilador por arrastre con vapor convencional



En los laboratorios se utilizan alambiques de 1 y 5 litros, mientras que los equipos industriales pueden llegar a tener una capacidad de hasta 8000 ó 10000 litros en el recipiente para colocar la hierba.

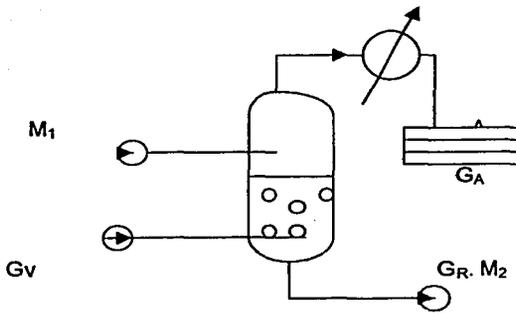
El vapor de agua atraviesa la hierba colocada en el recipiente, extrae y arrastra el aceite esencial que tiene bajo punto de volatilización y lo lleva hasta el refrigerante, donde al enfriarse se condensa y se separa el agua del aceite por densidad y por inmiscibilidad.

Si el aceite es menos denso queda en la superficie y si es más denso que el agua, va al fondo. De esta manera es fácil separarlo.

3. Ecuaciones básicas que definen la destilación por arrastre con vapor

Vapor total necesario para la destilación

Si al alambique se le mete una carga de material M_1 , luego se introduce vapor G y al final se obtiene una cantidad de material M_2 , un producto destilado A , un vapor de arrastre G_A , y un agua residual G_R , el balance quedaría así:



Esquema de destilación por arrastre con vapor

Balance de materia:

$$M_1 + G_V = G_A + A + G_R + M_2$$

El Vapor requerido es igual a

$$G_V = G_A + G_R$$

Balance de energía

$$M_1 H_1 + G_V H_V = G_A H_{G_A} + A H_A + G_R H_R + M_2 H_2 + Q_C + Q_p$$

En donde Q_C es el calor quitado en el condensador y Q_p el calor perdido por convección y radiación.

$$Q_p = h_T A (T_s - T_a)$$

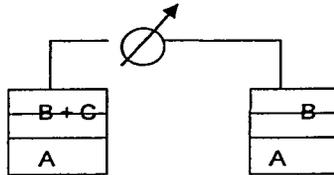
$h_T = (h_R + h_c)$; h_c = coeficiente por convección ; h_R = coeficiente por radiación

$$h_T = 11.32 + 0.07 (T_s - T_a) \quad ; \quad h_T \text{ en kcal / h m}^2 \text{ } ^\circ \text{C}$$

T_s = temperatura superficial del alambique ; T_a = temperatura ambiente $^\circ \text{C}$.

Derivación de la ecuación del vapor de arrastre.

Separación de vapores



La destilación por arrastre de vapor se emplea para separa líquidos inmiscibles

Si el fluido de arrastre A es agua y el B es un aceite puro:

Entonces:

$$P_T = P_A^\circ + P_B^\circ$$

En donde P_T es la presión de trabajo y P_A° y P_B° las presiones de vapor de las sustancias A y B

Si el fluido A es agua y el B es un aceite que contiene impurezas volátiles C,

entonces:

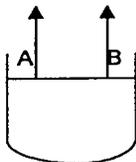
$$P_T = P_A^\circ + P_B = P_A^\circ + P_B^\circ x_B$$

Pero como el paso del vapor a través de las sustancias suele ser muy rápido entonces:

$$P_B = P_B^\circ x_B E$$

en donde E es la eficiencia de arrastre experimental que va de 0.5 a 1

$$E = \frac{P_B}{P_B^0 x_B} = \frac{P_B}{\left(\frac{L_B}{L_B + L_C} \right) P_B^0}$$



Sea \tilde{G}_A el vapor de agua de arrastre y L_B el aceite a destilar :

entonces siguiendo a Dalton :

$$-\frac{d\tilde{G}_A}{dL_B} = \frac{P_A}{P_B} = \frac{P_T - P_B}{P_B} = \frac{P_T - P_B^0 x_B E}{P_B}$$

$$-\frac{d\tilde{G}_A}{dL_B} = \frac{P_T - E x_B P_B^0}{E x_B P_B^0} = \frac{P_T}{E x_B P_B^0} - 1$$

o también:

$$d\tilde{G}_A = - \frac{P_T}{\frac{E P_B^0 L_B}{L_B + L_C}} dL_B + dL_B$$

$$d\tilde{G}_A = - \frac{P_T (L_B + L_C)}{E P_B^0 L_B} dL_B + \frac{E P_B^0 L_B}{E P_B^0 L_B} dL_B$$

$$d\tilde{G}_A = - \frac{P_T L_B dL_B}{E P_B^0 L_B} - \frac{P_T L_C}{E P_B^0 L_B} dL_B + dL_B$$

$$d\tilde{G}_A = - \frac{P_T}{E P_B^0} dL_B - \frac{P_T L_C}{E P_B^0 L_B} dL_B + dL_B$$

$$d\bar{G}_A = -\left(\frac{P_r}{EP_B^o} - 1\right)dL_B - \frac{P_r L_C}{EP_B^o L_B} dL_B$$

Integrando:

$$\bar{G}_A = \left(\frac{P_r}{EP_B^o} - 1\right)(L_{B1} - L_{B2}) + \frac{P_r L_C}{EP_B^o} \ln \frac{L_{B1}}{L_{B2}}$$

El vapor de arrastre se encuentra mediante la ecuación:

$$\bar{G}_A = \left(\frac{P_r}{EP_B^o} - 1\right)(L_{B1} - L_{B2}) + \frac{P_r L_C}{EP_B^o} \ln \frac{L_{B1}}{L_{B2}}$$

En donde:

L_{B1} = moles iniciales de aceite ; L_{B2} = moles finales de aceite

$L_{B1} - L_{B2}$ = moles de aceite destilado ; L_C = moles de las otras sustancias volátiles

que acompañan al aceite ; si $L_C = 0$ entonces:

$$\bar{G}_A = \left(\frac{P_r}{EP_B^o} - 1\right)(L_{B1} - L_{B2})$$

4. Técnica de operación

- a) Recolectar aproximadamente 3 Kg de semilla de Pirul, de tonalidad rojiza
- b) Moler el material en el molino de cuchillas alimentando cantidades de 250 g al equipo para evitar que se fuerce
- c) Una vez molido, pesar aproximadamente 2 K de material y colocarlo en la canastilla cilíndrica.
- d) Alimentar la carga al reactor del Pignat teniendo cuidado la colocar la canastilla especialmente con el agitador, y el termómetro que se encuentran en la tapa del reactor.
- e) Alimentar aproximadamente 3.5 litros de agua al reactor y cerrarlo
- f) Poner en marcha el equipo iniciando con la fuente de calor (puede hacerse esto desde el comienzo de la sesión para ahorrar tiempo),

manéjese a una temperatura de operación de 130°C y de 100°C en el reactor, posteriormente ajustar el equipo en el panel de control de la unidad, desactivar el interruptor de seguridad, seleccionar la opción de trasiego en el panel de control, cerciorarse de que los venteos de los receptores estén abiertos y las válvulas de purga de los mismos cerradas, así como la válvula de alimentación de agua de enfriamiento este abierta con un flujo aproximado de 40 lt /h.

- g) Al concluir la práctica apagar la fuente de calor, apagar el panel de control, dejar enfriar el equipo y a su vez que repose el destilado.
- h) Una vez decantado el aceite, extraer toda el agua y recibir el aceite en un embudo de separación para quitar el agua que pudiera contener aún.

5.Registro de datos

Registro de campo

Localidad: _____

Estado: _____ Fecha _____

Cantidad colectada: _____ Kg

Abundancia en la localidad: _____

Notas: _____

Registro a lo largo de la práctica

Volumen de Agua destilada ml	Volumen de aceite ml

5. Contenido del informe de la práctica

- Título de la práctica
- Objetivo
- Teoría del experimento
- Equipo y procedimiento experimental
- Hoja de datos experimentales
- Gráfica de volumen de agua vs volumen de aceite
- Modelo matemático que describe el proceso
- Análisis de resultados
- Conclusiones y recomendaciones
- Bibliografía

Opción 2

Propuesta de un problema para ser resuelto mediante la experimentación, y que se enfoca a la destilación por arrastre con vapor.

El problema es que se nos encomienda diseñar las condiciones de operación para obtener el aceite esencial de Pirul, el cual en su fruto contiene un 4% (contenido máximo de aceite en la planta) en masa de aceite, ubicar el volumen de destilado, en el cual se deberá detener la destilación, para evitar que el proceso se aleje de la rentabilidad.

Proponer un modelo matemático que me describa lo mas apegadamente el proceso.

1. Técnica de operación

- a) Recolectar aproximadamente 3 Kg de semilla de Pirul, de tonalidad rojiza
- b) Moler el material en el molino de cuchillas alimentando cantidades de 250 g al equipo para evitar que se fuerce
- c) Una vez molido, pesar aproximadamente 2 Kg de material y colocarlo en la canastilla cilíndrica.
- d) Alimentar la carga al reactor del Pignat teniendo cuidado la colocar la canastilla especialmente con el agitador, y el termómetro que se encuentran en la tapa del reactor.
- e) Alimentar aproximadamente 3.5 litros de agua al reactor y cerrarlo
- f) Poner en marcha el equipo iniciando con la fuente de calor (puede hacerse esto desde el comienzo de la sesión para ahorrar tiempo), manéjese a una temperatura de operación de 130°C y de 100°C en el reactor, posteriormente ajustar el equipo en el panel de control de la unidad, desactivar el interruptor de seguridad, seleccionar la

opción de trasiego en el panel de control, cerciorarse de que los venteos de los receptores estén abiertos y las válvulas de purga de los mismos cerradas, así como la válvula de alimentación de agua de enfriamiento este abierta con un flujo aproximado de 40 lt /h.

- g) Al concluir la práctica apagar la fuente de calor, apagar el panel de control, dejar enfriar el equipo y a su vez que repose el destilado.
- h) Una vez decantado el aceite, extraer toda el agua y recibir el aceite en un embudo de separación para quitar el agua que pudiera contener aún.

2. Registro de datos

Registro de campo

Localidad: _____

Estado: _____ Fecha _____

Cantidad colectada: _____ Kg

Abundancia en la localidad: _____

Notas: _____

Registro a lo largo de la práctica

Volumen de Agua destilada ml	Volumen de aceite ml

3. Contenido del informe

- **Título de la práctica**
- **Objetivo**
- **Teoría del experimento**
- **Cotizaciones de aceites esenciales**
- **Análisis de rentabilidad del proceso**
- **Equipo y procedimiento experimental**
- **Hoja de datos experimentales**
- **Gráfica de volumen de agua vs volumen de aceite**
- **Modelo matemático que describe el proceso**
- **Análisis de resultados**
- **Conclusiones y recomendaciones**
- **Bibliografía**

VII

CONCLUSIONES FINALES

Al desarrollar el presente trabajo de investigación, se trabajó con la idea de volver más perceptible el proceso de destilación, podemos afirmar que dicho objetivo se cumplió, pues como se puede apreciar en los resultados experimentales, la cantidad de aceite esencial de Pirul obtenida se puede apreciar a simple vista.

Se intentó trabajar con Eucalipto, sin llegar a los resultados esperados, motivo por el cuál, se optó por proponer las prácticas con el Pirul, aunque se dejan ahí los detalles de la experimentación con el Eucalipto para efectos emergentes (plagas, baja producción de semilla etc...).

Por otra parte, cabe mencionar que para efectos didácticos es más alentador utilizar la semilla de pirul, ya que al final de la práctica, los resultados son muy motivantes, y con opción de poner en práctica otro tipo de conocimientos adquiridos a lo largo de la formación académica dentro de la facultad.

En materia de equipos, la práctica puede hacerse en el Equipo Pignat como en el equipo M F D By Brighton Koper Works, Inc.

Con respecto a los rendimientos fueron muy apegados a lo esperado, de tal forma que la desventaja de usar el equipo anteriormente citado radica en la calidad de aceite obtenido, usando como patrón de referencia el equipo de vidrio usado en la experimentación preliminar, se encontraron las siguientes diferencias:

- El aceite obtenido es de un color café oscuro
- El aroma del aceite es menos dominante
- El aceite obtenido a pequeña escala al contacto con la piel da una sensación refrescante, la cuál es imperceptible con el aceite obtenido mediante el equipo M F D
- El aceite degrada más rápido que los otros estando almacenado bajo las mismas condiciones, cambiando su aroma de manera drástica (olor rancio)

Por estas observaciones, podemos pensar que el aceite obtenido en este equipo sufre una oxidación más rápida que el que se obtiene mediante el equipo Pignat.

La práctica favorece la actividad extraescolar, esto es debido a que requiere trabajo extraclase, como es la ubicación del sitio donde se va a recolectar el material, la recolección del mismo, el trabajo en equipo antes y durante la realización de la práctica.

Otro aspecto importante es que la práctica con respecto a otras es muy económica, sobre todo de destilación, ya que las materias primas requeridas para desarrollar otras prácticas similares tienen un costo notoriamente mayor.

VIII

BIBLIOGRAFÍA

1. Casamada R. San Martín, Farmacognosia con Farmacodinamia, 1ª Edición, Editorial Científico-Médica, Barcelona, 1968, pags. 203-204.
2. Chemical Abstract, Natural inhibitors of cellulase, Vol. 56³, The Ohio State University, Abril, 1962, pag. 91100.
3. Domínguez, Xorge Alejandro, Métodos de investigación fitoquímica, 1ª Edición, Editorial Limusa, México, 1973, pags. 231-232.
4. Gennaro, R. Alfonso, Farmacia Práctica de Remington, tomo II, 17ª Edición, Editorial Médico-Panamericana, Buenos Aires, 1987, pag. 1745.
5. Guzmán, D.J., Especies Útiles de la flora salvadoreña, 3ª edición, tomo II, Dirección General del Ministerio de Educación, San Salvador, El Salvador, 1975, pag. 123.
6. Hidalgo y Mondragón, María del Consuelo, Farmacia Química, 1ª Edición, Editorial Alhambra, S.A., Madrid 1969, pag. 183.
7. Jawetz, et al, Microbiología Médica, 13ª Edición, Editorial el Manual Moderno S.A. de C.V., México, 1990, pag. 309.
8. Koneman et al, Diagnóstico Microbiológicos, 1ª reimpresión, Editorial Médica-Panamericana, S.A., México, 1989, pags. 293, 455, 459, 460, 462, 462.
9. Koneman et al, Diagnóstico Microbiológicos, 3ª Edición, Editorial Médica-Panamericana, S.A., Argentina, 1992, pags. 381, 384.
10. Lagos, Jorge Alberto, compendio de Botánica Sistemática, 3ª Edición, Dirección de Publicaciones del Ministerio de Educación, San Salvador, 1983, pags. 85,87,93.
11. Lewington, Anna, Plants for People, 1ª edición, Oxford University Press, New York, 1990, pag. 141.
12. Magigan et al, Biology of Microorganisms, eighth edición, Library of Congress, United States of América, 1997, pags. 774, 776.
13. National formulary NF XIV, American Pharmaceutical Associations, Washington, 1975, pag. 798.
14. Pelczar, Michael J. Et al, Micrología, 4ª edición, Editorial Mc Graw-Hill, México, 1977, pags. 271 ala 286.
15. Rippon, John Willard, Micología Médica, 3ª edición, Editorial Interamericana, México, 1990, pags. 136, 137, 615.
16. Scott and Bailey, Diagnostic Microbiology, seventh edition, Editorial C.V. Mosby Company, United States of América, 1986, pags. 744, 749, 752, 753, 754, 755, 756.

17. Tyler V. Claus, Farmacognosia, 5ª edición, Editorial El Ateneo, Buenos Aires, 1968, pag. 776.
18. United States Pharmacopeial Convention, INC. USP XXIII N.F., Washington. D.C., 1995, pags. 1109, 1667, 1830.
19. Ugaz, Olga Lock de, Fitoquímica, 2ª edición, Fondo Editorial de la Universidad Pontificia de Perú, 1994, pags. 23,24,33,34.
20. Joaquín Ocon García y Gabriel Tojo Barreiro, Problemas de Ingeniería Química Operaciones Básicas Ed. Aguilar Tomo 2, 1967.
21. Valiente Barderas Antonio Educación Química Historia de la destilación, pag 76-82, abril de 1996
22. Valiente Barderas Antonio Diccionario de Ingeniería Química 1 edición, 1990 Ed. Alambra Mexicana S.A. de C.V. pag 58
23. Walker Lewis Mc Adams And Gulliland Principles of Chemical Engineering 3 Ed. Editorial McGraw-Hill Nueva York pag 472-503, 537-544
24. Henley Seader, Operaciones de separación por etapas de Equilibrio En Ingeniería Química, 1990, Ediciones Repla México D.F. pag 99-102